

煤炭机械化采样 第1部分:采样方法

GB/T 19494.1-2004

1 范围

GB/T 19494的本部分规定了煤炭机械化采样的术语和定义、采样的一般原则和精密度、采样方案的建立、移动煤流采样方法、静止煤采样方法、煤样的包装和标识以及采样报告。本部分适用于褐煤、烟煤和无烟煤。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过GB/T 19494的本部分引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修改版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 483煤炭分析试验方法一般规定

GB/T 3715煤质及煤分析有关术语(GB/T 3715—1996, eqvISO 1213-2:1992)

GB/T 19494.2 煤炭机械化采样 第2部分:煤样的制备(GB/T 19494.2—2004, ISO 13909-1:2001 Hard coal and coke—Mechanical sampling—Part 1:General introduction, ISO 13909-4:2001 Hard coal and coke—Mechanical sampling—Part4:Coal Preparation of test samples,NEQ)

GB/T 19494.3 煤炭机械化采样 第3部分:精密度测定和偏倚试验(GB/T 19494.3—2004, ISO 13909-7:2001 Hard coal and coke—Mechanical sampling Part 7:Methods for determining the precision of sampling, sample preparation and testing,ISO 13909.8:2001 Hard coal and coke—Mechanical sampling—Part8:Methods of testing for bias,NEQ)

3 术语和定义

GB/T 3715规定的定义和下列术语和定义适用于本部分:

3.1

煤样 coal sample

为确定某些特性而从煤中采取的具有代表性的一部分煤。

3.2

试验煤样 test sample of coal

为满足某一特殊试验要求而制备的煤样。

3.3

共用煤样 common sample of coal

为进行多个试验而采取的煤样。

3.4

水分煤样 moisture sample of coal

为测定全水分而专门采取的煤样。

3.5

一般分析试验煤样 general-analysis test sample of coal

破碎到粒度小于0.2mm并达到空气干燥状态,用于大多数物理和化学特性测定的煤样。

3.6

粒度分析煤样 size analysis sample of coal

为进行粒度分析而专门采取的煤样。

3.7

采样 sampling

从大量煤中采取具有代表性的一部分煤的过程。

3.8

子样 increment

采样器具操作一次或截取一次煤流全横断面所采取的一份样。

3.9

初级子样 primary increment

在采样第1阶段、于任何破碎和缩分之前采取的子样。

3.10

缩分后试样 divided sample

为减少试样质量而将之缩分后保留的一部分。

3.11

总样 gross sample

从一个采样单元取出的全部子样合并成的煤样。

3.12

分样 sub-sample

由均匀分布于整个采样单元的若干初级子样组成的煤样。

3.13

采样单元 sampling unit

从一批煤中采取一个总样的煤量。一批煤可以是1个或多个采样单元。

注: 相当于ISO 13909中的sub-lot(一批煤中的部分煤量,其给出所需的一个试验结果。)

3.14

批 lot

需进行整体性质测定的一个独立煤量。

3.15

连续采样 continuous sampling

从每一个采样单元采取一个总样，采样时，子样点以均匀的间隔分布。

3.16

间断采样 intermittent sampling

仅从某几个采样单元采取煤样。

3.17

系统采样 systematic sampling

按相同的时间、空间或质量间隔采取子样，但第一个子样在第一个间隔内随机采取，其余的子样按选定的间隔采取。

3.18

随机采样 random sampling

在采取子样时，对采样的部位和时间均不施加任何人为的意志，能使任何部位的煤都有机会采出。

3.19

质量基采样 mass-basis sampling

从煤流中按一定的质量间隔采取子样，子样的质量固定。

3.20

时间基采样 time-basis sampling

从煤流中按一定的时间间隔采取子样，子样的质量与采样时的煤流量成正比。

3.21

分层随机采样 stratified random sampling

在质量基采样和时间基采样划分的质量或时间间隔内随机采取一个子样。

3.22

多份采样 replicate sampling

按一定的间隔采取子样，并将它们轮流放入不同的容器中构成两个或两个以上质量接近的煤样。

3.23

双份采样 duplicate sampling

按一定的间隔采取子样，并将它们交替放入两个不同的容器中构成两个质量接近的煤样。

3.24

标称最大粒度 nominal top size

与筛上累计质量分数最接近（但不大于）5%的筛子相应的筛孔尺寸。

3.25

精密度 precision

在规定条件下所得的独立试验结果间的符合程度。

注：它经常用一精密度指数，如两倍的标准差来表示。

3.26

误差 error

观测值和可接受的参比值的差值。

3.27

方差 variance

分散度的量度。数值上为观测值与它们的平均值之差值的平方和除以观测次数减1。

3.28

标准差 standard deviation

方差的平方根。

3.29

变异系数 coefficient of variation

标准差对算术平均值绝对值的百分比。

3.30

随机误差 random error

统计上独立于先前误差的误差。

注：这意味着一系列随机误差中任何两个都不相关，而且个体误差都不可能预知。误差分成系统误差(偏倚)和随机误差，随机误差的理论平均值为0。尽管个体误差是不可预知的，但一观测系列中随着观测次数的增加，其随机误差的平均值趋于0。

3.31

偏倚 bias

系统误差。它导致一系列结果的平均值总是高于或低于用一参比采样方法得到的值。

3.32

最大允许偏倚 maximum tolerable bias

从实际后果考虑可允许的最大偏倚。

3.33

实质性偏倚 relevant bias

具有实际重要性或合同各方同意的偏倚。

3.34

离群值 outlier

在同组观测结果中，与其他结果不相符，从而怀疑采样、制样或化验中有错误的结果。

4 采样的一般原则和精密度

4.1 采样的一般原则

煤炭采样和制样的目的，是为了获得一个其试验结果能代表整批被采样煤的试验煤样。

采样和制样的基本过程，是首先从分布于整批煤的许多点收集相当数量的一份煤，即初级子样，然后将各初级子样直接合并或缩分后合并成一个总样，最后将此总样经过一系列制样程序制成所要求数目和类型的试验煤样。

采样的基本要求,是被采样批煤的所有颗粒都可能进入采样设备,每一个颗粒都有相等的机率被采入试样中。

为了保证所得试样的试验结果的精密度符合要求,采样时应考虑以下因素:

- a) 煤的变异性;
- b) 从该批煤中采取的总样数目;
- c) 每个总样的子样数目;
- d) 与标称最大粒度相应的试样质量。

为满足采样的基本要求,最好用移动煤流机械化采样方法;在无条件的地方,也可用静止煤机械化采样方法。但无论是用哪种方法和哪种机械,都必须经试验证明其无实质性偏倚、精密度符合要求。

4.2 精密度

在所有的采样、制样和化验方法中,误差总是存在的,同时用这样的方法得到的任一指定参数的试验结果也将偏离该参数的真值。一个单个结果对“真值”的绝对偏倚是不可能测定的,而只能对该试验结果的精密度做一估算。对同一个煤进行一系列测定所得结果间的彼此符合程度就是精密度,而这一系列测定结果的平均值对一可以接受的参比值的偏离程度就是偏倚(见GB/T 19494.3)。原则上讲,可以设计出能获得任意精密度水平的采样方案。公式(1)为精密度估算公式,其有关理论在GB/T 19494.3中讲述。

$$P_L = 2\sqrt{\frac{V_1/n + (1-u/m)V_m + V_{PT}}{u}} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- P_L ——一批煤在95%的置信概率下的采样、制样和化验总精密度, %;
- V_1 ——初级子样方差;
- n ——每一个采样单元的子样数目;
- u ——一批煤中实际采样的采样单元数目;
- m ——一批煤被划分成的采样单元数目;
- V_m ——采样单元方差;
- V_{PT} ——制样和化验方差。

在连续采样下, $u=m$, 公式(1)变为:

$$P_L = 2\sqrt{\frac{V_1/n + V_{PT}}{m}} \dots\dots\dots (2)$$

当一批煤作为一个采样单元采样时, $m=1$, 公式(2)变为

$$P_L = 2\sqrt{\frac{V_1}{n} + V_{PT}} \dots\dots\dots (3)$$

5 采样方案的建立

5.1 采样方案建立的基本程序

建立采样方案的基本程序如下：

- a) 确定煤源、批量和标称最大粒度；
- b) 确定欲测定的参数和需要的试样类型；
- c) 决定用连续采样或是间断采样(见5.2.2)；
- d) 确定或假定要求的精密度(见5.2.3)；
- e) 决定将子样合并成总样的方法和制样方法(见GB/T 19494.2)；
- f) 测定或假定煤的变异性【即初级子样方差,采取单元方差和制样、化验方差(见5.2.4)】；
- g) 确定采样单元数和采样单元的子样数(见5.2.5)；
- h) 根据标称最大粒度确定总样的最小质量(见5.2.6.1)和子样的平均最小质量(见5.2.6.2)；
- i) 决定采样方式和采样基：系统采样、随机采样或分层随机采样；时间基采样或质量基采样,并确定采样间隔(min或t)(见6)。

5.2 采样各程序的设计

5.2.1 采样对象和试样类型的确定

采样方案设计的第一步是确定欲采样的煤,包括煤的来源、品种、是原生产(或使用)煤还是新生产(或使用)煤、被采样煤的批量、标称最大粒度和品质历史状况。

根据采样的目的——技术评定、过程控制、质量控制或商业目的决定试样的类型：一般分析试验煤样、水分煤样、粒度分析煤样或其他专用煤样。根据采样目的和试样类型决定测定的品质参数：灰分、水分、粒度组成或其他物理化学特性参数。

5.2.2 采样方式的确定

5.2.2.1 采样方式——连续采样或间断采样的确定

连续采样是对一批煤的所有采样单元都采样,而且每个采样单元的采样间隔(时间或质量)都相同。

当对同一煤源的同一种煤进行例行采样时,也可用间断采样,即只从一批煤的某几个采样单元采样,其他单元不采样。此时,如果试验证明用系统选择法选取采样单元不会产生偏倚(如由于煤炭品质随着时间变化而导致的偏倚),则可用系统选择法选择采样单元;否则应该用随机方法选取采样单元。每一采样单元应有相等的最少子样数目。

由于间断采样只对一批煤的部分采样单元采样,其试验结果很难保证达到要求的精密度。因此,应按GB/T 19494.3所述方法对采样单元间的变异性进行测定,如果彼此间的变异性太大,就必须用连续采样。

使用间断采样应取得合同各方同意,并记入采样报告中。

5.2.3 采样精密度的确定

采样精密度根据采样目的、试样类型和合同各方的要求确定。在没有协议精密度情况下可参考表1确定。

表1 煤炭采、制、化总精密度

煤炭品种	精密度 $A_d/\%$
精煤	± 0.8
其它煤	$\pm \frac{1}{10} A_d$, 但 $\leq 1.6\%$

精密度确定后,应在例行采样中用GB/T 19494.3所述的多份采样方法来确认精密度是否达到要求。

当要求的精密度改变时,应按5.2.4所述来改变采样单元数和每个采样单元的子样数,并重新核验所要求的精密度是否达到;当怀疑被采样煤的变异性增大时,也要对采样精密度进行核验。

5.2.4 煤的变异性确定

5.2.4.1 初级子样方差确定

初级子样方差取决于煤的品种、标称最大粒度、加工处理和混合程度、欲测参数的绝对值以及子样质量。

初级子样方差 V_i , 可用下述方法之一求得:

- 用GB/T 19494.3所述的方法之一直接测定;
- 根据类似的煤炭在类似的采样系统中测定的子样方差确定;
- 在没有子样方差资料情况下,可开始假定 $V_i=20$, 然后在采样后按GB/T 19494.3规定的方法之一核对。

5.2.4.2 采样单元方差

采样单元方差 V_m 的影响因素和初级子样方差相同,只是影响程度较小。

采样单元方差可以根据过去的资料来确定,也可按GB/T 19494.3规定的方法测定,否则应假定其起始值为5。

5.2.4.3 制样和化验方差

制样和化验方差 V_{pt} 可用下述方法之一求得:

- 用GB/T 19494.3所述方法之一直接测定;
- 根据类似的煤炭用类似的制样程序测得的值确定;
- 在没有制样和化验方差资料情况下,可开始假定 $V_{pt}=0.2$, 然后在制样和化验后按GB/T 19494.3规定的方法之一核对。

5.2.5 采样单元数和子样数

5.2.5.1 概述

理论上讲为获得特定的采样精密度而从一批煤中采取的子样数是该批煤的品质变异性的函数,而与该批煤的量无关。一批煤可以整个作为一个采样单元,也可分为数个采样单元,每个采样单元采一个总样。

为了下述目的,宜将一批煤分成数个采样单元:

- 提高采样的精密度,使之达到要求的值;

- b) 保持试样的完整性,即避免试样采取后产生偏倚,特别是减小试样由于放置而产生的水分损失;
- c) 当采样周期很长时,便于管理;
- d) 使试样量不致太大,便于处理。

采样单元数和每个采样单元的子样数按5.2.5.2和5.2.5.3确定。

5.2.5.2 V_1 、 V_m 和 V_{PT} 已知下的采样单元数和子样数确定。

5.2.5.2.1 连续采样

a) 采样单元数确定

在需要划分采样单元时,可按公式(4)计算起始采样单元数*m*

$$m = \sqrt{\frac{M}{M_0}} \dots\dots\dots (4)$$

式中:

M_0 ——起始采样单元煤量,单位为吨(t)。

对大批量煤(如轮船载煤), M_0 取5000; 对小批量煤(如火车、汽车和驳船载煤) M_0 取1000;

M ——被采样煤批量,单位为吨(t)。

b) 每个采样单元子样数确定

按公式(5)计算每个采样单元子样数*n*

$$n = \frac{4V_1}{mP_L^2 - 4V_{PT}} \dots\dots\dots (5)$$

如计算的*n*值为无穷大(∞)或负数,则证明制样和化验误差较大,在已设定的采样单元数(*m*)下,达不到要求的精密度。此时,或当*n*大到不切实际时,应用下述方法之一增加采样单元数*m*:

估计一适当的*m*值,然后按式(5)计算*n*,如计算出的*n*仍不合适,则再给定一*m*值,再计算*n*,直到可接受为止;

或设定一实际可接受的最大*n*值,然后按式(6)计算*m*。

$$m = \frac{4V_1 + 4nV_{PT}}{nP_L^2} \dots\dots\dots (6)$$

需要时,可将*m*值调大到一适当值,然后重新计算*n*。当计算的*n*小于10时,取*n*=10。

当一批量大于5000t(对大批量煤)或1000t(对小批量煤)的煤作一个采样单元采样时,按式(7)计算子样数。

$$n = \frac{4V_1}{P_L^2 - 4V_{PT}} \sqrt{\frac{M}{M_0}} \dots\dots\dots (7)$$

当一批量小于5000t (对大批量煤) 或1000t (对小批量煤) 的煤作一个采样单元采样时, 子样数按比例递减, 但各子样合并成的总样质量应符合表3和表4规定, 且最少子样数不能少于10个。

5.2.5.2.2 间断采样

设定 m 和 u 值, 然后按式 (8) 计算 n :

$$n = \frac{4V_1}{uP_L^2 - 4(1 - u/m)V_m - 4V_{PT}} \quad \dots\dots\dots (8)$$

如计算的 n 值为无穷大或负数, 则证明制样和化验误差较大, 在已设定的实际采样单元数 (u) 下, 达不到要求的精密度, 此时, 或当 n 大到不切实际时, 应用下述方法之一, 增加采样单元数 u :

估计一较大的 u 值, 然后按 (8) 计算 n , 并重复此过程, 直到 n 可以接受为止;

或设定一实际可接受的最大 n 值, 然后由下式计算 u :

$$u = \frac{4m(V_1/n + V_m + V_{PT})}{mP_L^2 + 4V_m} \quad \dots\dots\dots (9)$$

需要时, 可将 u 值调大到一适当值, 然后按式 (8) 计算 n 。

当 n 小于10时, 取 $n=10$ 。

5.2.5.3 V_1 、 V_m 和 V_{PT} 未知下的采样单元数和子样数确定。

5.2.5.3.1 设 $V_1=20$, $V_m=5$ 和 $V_{PT}=0.2$, 分别按公式 (4) 和公式 (5) 决定采样单元数和每个采样单元的子样数, 并在采样后对采样精密度进行核对, 需要时对 m 、 u 和 n 进行调整。

5.2.5.3.2 在对低流量煤流或对静止批煤进行非全深度采样时, 可分别按公式 (4) 和表 2 决定在连续采样下精煤和其它煤的采样单元数和每个采样单元的子样数, 按公式 (7) 决定一批煤作一个采样单元采样的子样数, 并在采样后对采样精密度进行核对, 需要时, 再对 m 和 n 值进行调整:

表 2 相应精密度下, 每个采样单元的子样数目

品种	精密度/%(干基灰分)	不同采样地点的子样数 n		
		煤流	火车、汽车和驳船	煤堆和轮船
精煤	± 0.8	16	22	22
其他煤	$\pm \frac{1}{10}$ 干基灰分, 且 ≤ 1.6	28	40	40

5.2.5.3.3 粒度分析总样的子样数可开始取 25。

5.2.6 试样的最小质量

5.2.6.1 总样的最小质量 总样的最小质量取决于煤的标称最大粒度、要求的有关参数精密度以及该参数与粒度的关系。但是最小质量达到要求并不能保证获得要求的精密度, 因为后者还取决于总样的子样数及子样的变异性。

表3和表4分别列出了一般分析试样(共用试样)、全水分测定和粒度分析用总样的最小质量。表3给出的一般分析试验试样的最小质量可使由于粒度特性导致灰分方差减小到0.01,相当于精密度为0.2%。在其他精密度下的最小总样质量 m_s (kg),可按式(10)计算

$$m_s = m_{so} \left(\frac{0.2}{P_R} \right)^2 \dots\dots\dots (10)$$

式中

m_{so} ——表3规定的给定标称最大粒度下的总样最小质量,单位为千克(kg);

P_R ——要求的由于粒度特性导致的灰分精密度, %。

在同一环境下对一种煤进行例行采样时,需要时可对所有要求的品质参数、按GB/T 19494.3所述方法进行采样精密度核对并相应调整总样质量。但总样质量不能减少到有关分析标准要求的最小量以下。

当制备多种用途试样时,要根据各试验用的单个总样质量和粒度来确定综合总样的最小质量。

5.2.6.2 初级子样质量

初级子样质量 m (kg),可根据机械采样器的尺寸、煤的流量等因素计算。

a) 落流采样器——沿垂直煤流方向横截落流的采样器

$$m = \frac{Cb \times 10^{-3}}{3.6v} \dots\dots\dots (11)$$

式中:

C ——煤的流量,单位为吨每小时(t/h);

b ——采样器开口尺寸,单位为毫米(mm);

v ——采样器速度,单位为米每秒(m/s)。

b) 横过皮带采样器

$$m = \frac{Cb \times 10^{-3}}{3.6v_b} \dots\dots\dots (12)$$

式中:

C ——煤的流量,单位为吨每小时(t/h);

b ——采样器开口尺寸,单位为毫米(mm);

v_b ——皮带速度,单位为米每秒(m/s)。

c) 螺旋杆采样器——从煤表面垂直插入煤中

$$m = \frac{1}{4} \pi d^2 l \rho \dots\dots\dots (13)$$

式中:

- d ——采样器开口直径，单位为米（m）；
 l ——采样器长度，单位为米（m）；
 ρ ——煤堆积密度，单位为千克每立方米（kg/m³）。

大多数机械化采样系统的初级子样质量都大大超过构成一个总样所需的质量（见表3和表4）。为避免试样量过多，可对初级子样进行缩分，或原样缩分或破碎后缩分。但是缩分后初级子样质量应满足公式（14）规定的平均最小子样质量 \bar{m} (kg) 和公式（15）规定的绝对最小子样质量 m_a (kg)，但最少为0.1 kg：

$$\bar{m} = \frac{m_g}{n} \dots\dots\dots (14)$$

表 3 一般分析试验总样、全水分总样/缩分后总样最小质量

标称最大粒度/mm	一般分析和共用试样/kg	全水分试样/kg	标称最大粒度/mm	一般分析和共用试样/kg	全水分试样/kg
300	15 000	3 000	25	40	8
200	5 400	1 100	16	20	4
150	2 600	500	13	15	3
125	1 700	350	11.2	13	2.5
90	750	125	10	10	2
75	470	95	8	6	1.5
63	300	60	6	3.75	1.25
50	170	35	4	1.5	1
45	125	25	3	0.7	0.65
38	85	17	2.0	0.25	—
31.5	55	10	1.0	0.10	—

注1：表中一般分析试验和共用煤样的质量可将由于粒度特性导致的灰分方差减小到0.01相当于0.2%灰分精密度。
 注2：全水分试样按GB/T 19494.2规定从共用试样中抽取。

表 4 粒度分析总样的最小质量

标称最大粒度/mm	精密度 1%下质量/kg	精密度 2%下质量/kg	标称最大粒度/mm	精密度 1%下质量/kg	精密度 2%下质量/kg

300	54000	13500	31.5	65	15
200	16000	4000	25	36	9
150	6750	1700	16	8	2
125	4000	1000	13	5	1.25
90	1500	400	11.2	3	0.7
75	950	250	10	2	0.5
63	500	125	8	1	0.25
50	280	70	6	0.65	0.25
45	200	50	4	0.25	0.25
38	130	30	3	0.25	0.25

注：表中精密度的测定筛上物产率的精密度，即粒度大于标称最大粒度的煤的产率的精密度，对其他粒度组成的精密度一般会更好。

式中：

m_g ——最小总样质量，单位为千克(kg)；

n ——采样单元子样数。

$$m_a = d^2 \times 10^{-3} \dots\dots\dots (15)$$

式中：

d ——被采样煤标称最大粒度，单位为毫米(mm)。

6 移动煤流采样方法

6.1 概述

移动煤流采样以时间基或质量基系统采样方式或分层随机采样方式进行。从操作方便和经济的角度出发，时间基采样较好。

采样时，应保证截取一完整煤流横截段作为一子样，子样不能充满采样器或从采样器中溢出。

试样应尽可能从流速和负荷都较均匀的煤流中采取。应尽量避免煤流的负荷和品质变化周期与采样器的运行周期重合，以免导致采样偏倚。如果避免不了，则应采用分层随机采样方式。

6.2 系统采样

6.2.1 时间基采样

6.2.1.1 初级子样采取方法

初级子样按预先设定的时间间隔采取，第1个子样在第1个时间间隔内随机采取，其余子样按相等的时间间隔采取。在整个采样过程中，采样器横过煤流的速度应保持恒定。如果预选计算的子样数已采够，但该采样单元煤尚未流完，则应以相同的时间间隔继续采样，直至煤流结束。

6.2.1.2 采样间隔

各子样应均匀分布于整个采样单元中，各初级子样间的时间间隔 $\Delta T(\text{min})$ ，按式(16)计算：

$$\Delta T = \frac{60m}{Gn} \dots\dots\dots (16)$$

式中：

- m——采样单元煤量，单位为吨(t)；
- G——煤的最大流量，单位为吨每小时(t/h)；
- n——子样数。

6.2.1.3 子样质量

子样质量与煤流量成正比。平均初级子样质量和绝对初级子样质量应大于公式(14)和公式(15)计算值。

6.2.2 质量基采样

6.2.2.1 初级子样采取方法

初级子样按预先设定的质量间隔采取，第1个子样在第1质量间隔内随机采取，其余子样按相等的质量间隔采取。采样中可使用变速的或固定速度的采样器。如果预先计算的子样数已采够，但该采样单元煤尚未流完，则应以相同的质量间隔继续采样，直至煤流结束。

6.2.2.2 采样间隔

各子样应均匀分布于整个采样单元，初级子样的质量间隔 $\Delta m(t)$ ，按式(17)计算：

$$\Delta m = \frac{m}{n} \dots\dots\dots (17)$$

式中：

- m——采样单元煤量，单位为吨(t)；
- n——子样数。

为保证实际采取的子样数不少于规定的最少子样数，实际子样质量间隔应等于或小于计算的子样间隔。

6.2.2.3 子样质量

质量基采样的初级子样质量不随煤的流量而改变，在整个采样过程中初级子样或缩分后初级子样质量应基本相等，质量变异系数应小于20%。

初级子样质量可用下述方法来控制，并用附录B所述的方法来检查其是否符合要求。

a) 使用横切煤流速度可根据煤流量调节的采样器，各子样的切割速度不同，但单个子样切割过程中速度稳定。

b) 使用带有缩分装置的固定速度采样器，采出的子样缩分到固定质量后，并入总样。

注：方法a)适用于落流采样器；方法b)适用于横过皮带采样器。

6.3 分层随机采样

6.3.1 概述

采样过程中煤的品质可能会发生周期性的变化，应避免其变化周期与子样采取周期重合，否则肯定会带来不可接受的采样偏倚。为此可采用分层随机采样方法。

分层随机采样不是以相等的时间或质量间隔采取子样，而是在先划分的时间或质量间隔内以随机时间或质量采取子样。

分层随机采样中，两个分属于不同的时间或质量间隔的子样很可能非常靠近，因此初级采样器的卸煤箱应该至少能容纳两个子样。

6.3.2 时间基分层随机采样

按6.2.1.2和6.2.1.3所述分别计算采样间隔和子样质量。

将每一时间间隔从0到一个间隔时间数划分成若干段（s或min），然后用随机的方法，如抽签，决定各个时间间隔内的采样时间段，并到此时间数时抽取子样。

6.3.3 质量基分层随机采样

按6.2.2.2和6.2.2.3所述，分别计算采样质量间隔和子样质量。

将每一质量间隔从0到一个质量间隔数划分成若干段（t），然后用随机的方法，如抽签，决定各个质量间隔内的采样质量段，并到此质量数时抽取子样。

6.4 参比采样

煤流采样的参比方法为停皮带采样方法。它只在进行采样系统误差试验时应用。该方法在GB/T 19494.3中讲述。

6.5 移动煤流采样机械

6.5.1 基本要求

机械化采样器的基本条件是：

- a) 能无实质性偏倚地收集子样并被权威性的试验所证明；
- b) 能在规定条件下保持工作能力。

为达到上述条件，采样器的设计和生产，应满足以下要求：

- a) 足够牢靠，能在可预期到的最坏的条件下工作；
- b) 有足够的容量以收集整个子样或让其全部通过，子样不损失、不溢出；
- c) 能自我清洗，无障碍，运转时只需极少量的维修；
- d) 能避免样品污染，如停机时杂质进入，更换煤种时原先采样的煤滞留；
- e) 被采样煤的物理化学特性变化，如水分和粉煤损失、粒度分析样的粒度离析降至最低程度。

6.5.2 落流采样器的设计

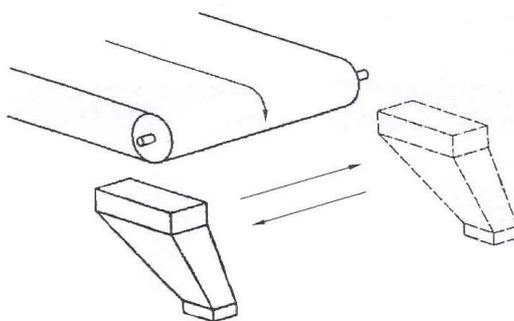
6.5.2.1 基本要求

采样切割器应满足以下要求：

- a) 切割器能截取一完整的煤流横截段；
- b) 切割器的前缘和后缘应在同一平面或同一圆柱面上。该平面或圆柱面最好能垂直煤流平均轨迹；
- c) 切割器应以均匀的速度通过煤流，任一点的切割速度变化不超过预定基准速度的5%；

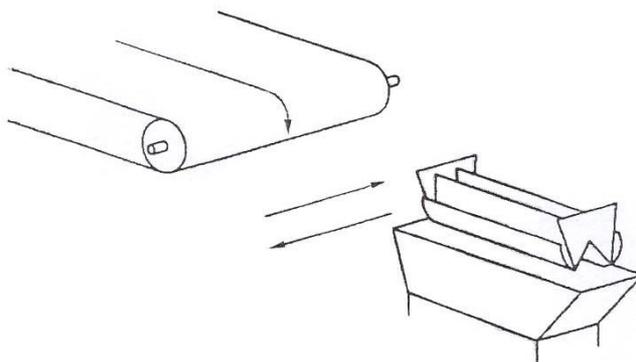
- d) 切割器的开口应设计得使煤流的各部分通过开口的时间相等；
- e) 切割器开口的宽度至少应为被采样煤标称最大粒度的3倍，初级子样切割器的开口不得小于30mm。如果切割器为锥形，如图1d)所示类型的摇臂采样器，则其最窄截取煤流处的宽度应满足前述要求；
- f) 切割器的容量应能容纳整个子样或使其全部通过，子样不损失、不溢出，任何部位不发生阻塞。

图1为几种落流采样器。其它的符合本标准要求、且被试验证明无实质性偏倚的初级采样器也可使用。

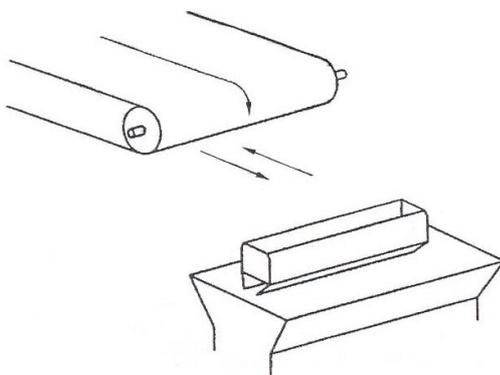


a) 切割槽式

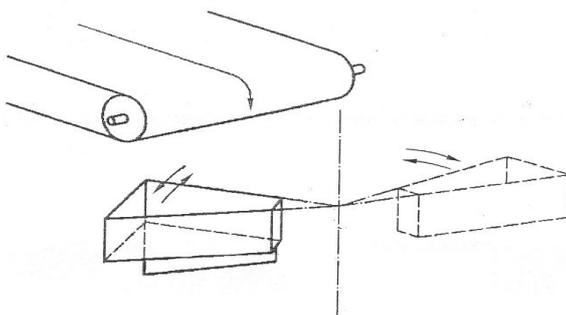
图1 落流采样器示例



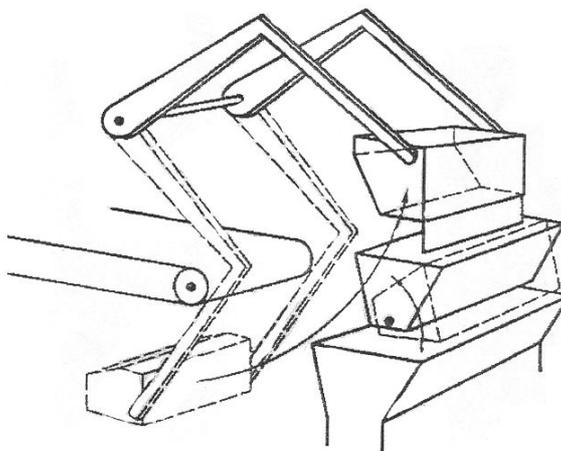
b) 切割斗式1



c) 切割斗式2



d) 摇臂式1



e) 摇臂式2

图 1 (续)

6.5.2.2 切割器的速度

切割器的速度是采样器设计中的重要因素，因为随着切割速度的增加，煤颗粒进入切割器的倾斜角增大，从而使后者的有效宽度减小。

实际经验证明，对粒度分布范围较宽，物流密度较高的大容量煤流采样时，如切割器开口尺寸为煤标称最大粒度的3倍以上，则切割器速度在1.5m/s以下不会导致实质性偏倚。

无论切割器开口尺寸和运行速度是多少，都应经试验证明它没有实质性偏倚。

6.5.3 横过皮带采样器的设计

6.5.3.1 基本类型

横过皮带采样器基本有两种类型，一种为固定式（图2a）；另一种为移动式（见图2b），即采样时切割器沿皮带运行方向与煤流同步移动。

两种采样器的工作原理都是切割器沿着一与皮带中心线平行的轴旋转，当切割器旋转横过皮带全宽度时，其边板前缘切割煤流，后板将煤样推出。

6.5.3.2 基本要求

横过皮带采样切割器应满足以下要求：

- a) 切割器应沿与皮带中心线相垂直的平面切取煤流；
- b) 切割器应切取一完整的煤流横截段。截段横断面可以垂直于皮带中心线，也可与之成一定的倾角；
- c) 切割器应以均匀的速度（各点速度差不大于10%）通过煤流；
- d) 切割器的开口尺寸至少应为被采样煤标称最大粒度的3倍，初级子样切割器的开口不能小于30mm；
- e) 切割器应有足够的容量，足以容纳于最大煤流量下切取的整个子样；

f) 切割器边板的弧度应与皮带的曲率相匹配，边板和后板与皮带表面应保持一最小距离，不直接与皮带接触，后板上配有扫煤刷子或弹性刮板。

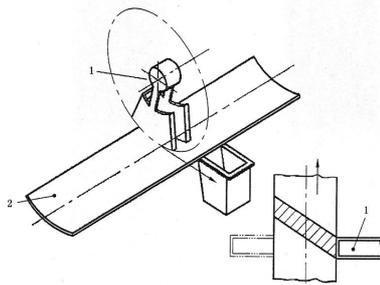
7 静止煤采样方法

7.1 概述

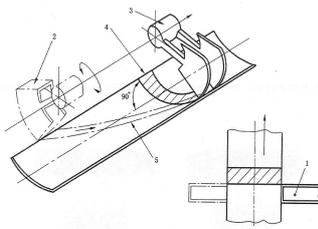
静止煤采样只用质量基采样方式。本条所述的方法主要适用于火车、汽车和浅驳船载煤的全深度和深部分层采样。一个采样单元可以是一列车、一节或数节车厢、一条或数条驳船。

7.2 子样的采取

子样用7.4所述的采样器采取。采样时，采样器应插入煤内由顶到底采取一全深度煤柱子样，或插入煤内一定深度取出的一分层子样；采样时，该采的大块煤、硬煤或岩石不能被推开不采，湿煤不能沾在采样器上。



1——切割器；2——皮带。
a) 固定式(倾斜切割)



1——切割器；
2——切割器停止部位；

- 3——切割器采样结束部位
4——切取得煤流断面；
5——切割器运行轨迹。

图 2 横过皮带采样器示例

7.3 子样分布

7.3.1 火车采样

7.3.1.1 车厢的选择

当要求的子样数等于和少于一采样单元的车厢数时，每一车厢应采取一个子样；当要求的子样数多于一采样单元的车厢数时，每一车厢应采的子样数等于总子样数除以车厢数，如除去后有余数，则余数子样应分布于整个采样单元。分布余数子样的车厢可用系统方法选择（如每隔若干车增采一个子样）或用随机方法选择（见7.3.6）。

7.3.1.2 子样位置选择

子样位置应逐个车厢不同，以使车厢各部分的煤都有机会被采出。子样位置的选择方法很多，常用的方法如下：

a) 全深度采样

将车厢分成若干个边长为1m~2m的小块并编上号，或用系统采样方法，依次轮流从每一编号的小块中采取一全深度煤柱为一子样（第1个子样在第1个车厢内随机选择）；或用随机采样方法（见7.3.6）从选定的小块中采取一全深度煤柱为一子样。

b) 深部分层采样

将车厢分成若干边长为1m~2m的小块并编号，每一块分上、中、下三层或上、下两层，或用系统采样方法依次轮流从编号的小块的某一层采取一个子样（第一个子样在第1个车厢内随机选择位置和层）；或用随机采样方法从选定的小块和层中采取一个子样（见7.3.6）。

注：对煤质均匀的生产厂矿，如试验证明表面采样无实质性偏倚，也允许在装车后立即从表面采取子样。

7.3.2 汽车采样

7.3.2.1 车厢的选择

7.3.2.1.1 载重 20t 以上的汽车，按火车采样方法选择车厢。

7.3.2.1.2 载重 20t 以下的汽车，按下述方法选择车厢：

当要求的子样数等于一采样单元的车厢数时，每一车厢采取一个子样；当要求的子样数多于一采样单元车厢数时，每一车厢的子样数等于总子样数除以车厢数，如除后有余数，则余数子样应分布于整个采样单元。分布余数子样的车厢可用系统方法或随机方法选择；当要求的子样数少于车厢数时，应将整个采样单元均匀分成若干段，然后用系统采样或随机采样方法，从每一段采取一个或数个子样。

7.3.2.2 子样位置选择

子样位置选择与火车采样相同（见7.3.1.2）。

7.3.3 驳船采样

驳船采样的子样分布原则上与火车采样相同(见7.3.1),因此驳船采样可按7.2和7.3所述进行。

7.3.4 轮船采样

由于技术和安全的原因,本标准不包括直接从轮船和大驳船采样。轮船和大驳船采样应在装船或和卸船时,在其装(卸)的煤流中或小型运输工具如汽车上进行。

7.3.5 煤堆采样

煤堆采样应该在堆堆或卸堆时在转运的皮带输送机煤流中或其他小型转运工具如汽车上进行,不得已时,可按下述方法在煤堆上进行。

按5.2.5所述决定采样单元数和采取单元的子样数,然后用机械螺杆(见图4)或其他采样器插入煤堆,采取一全深度煤柱或一定深度、一定量的煤作为一子样。子样位置可按如下方法分布:

- a) 将煤堆表面分成若干小块,必要时再将每一小块分成2~3层,然后从每一小块钻取一全深度煤柱或一定深度、一定量的煤作为一子样。
- b) 将煤堆分成若干体积相等的部分,必要时再将每一部分分成2~3层,然后从每一部分钻取一全深度煤柱或一定深度、一定量的煤作为一子样。

7.3.6 子样的随机抽取方法。

7.3.6.1 采样车厢/驳船的选择

将整个采样单元的车厢/驳船编号,制做数量与车厢/驳船总数相等的牌子并编号,一个牌子对应一车厢/驳船。将牌子放入一袋中,然后从中抽出数量与需采样车厢/驳船数相等的牌子,并从与牌号相应的车厢/驳船中采取子样。

7.3.6.2 子样位置选择

将采样车厢/驳船表面划分成若干小块(如图3)并给每一小块编号。制做数量与小块数相等的牌子并编号,一个牌子对应于一个小块,将牌子放入一袋中。

决定第1个采样车厢/驳船的子样的位置时,从袋中取出数量与需从该车厢/驳船采取的子样数相等的牌子,并从与牌号相应的小块中采取子样,然后将抽出的牌子放入另一袋中;决定第2个采样车厢/驳船的子样位置时,从原袋剩余的牌子中,抽取数量与需从该车厢/驳船采取的子样数相等的牌子,并从与牌号相应的小块中采取子样。以同样的方法,决定其他各车厢/驳船的子样位置。当原袋中牌子取完时,反过来从另一袋中抽取牌子,再放回原袋。如是交替,直到采样完毕。

1	4	7	10	13	16
2	5	8	11	14	17
3	6	9	12	15	18

图 1

当进行深部分层采样时,除按上述方法决定子样小块外,还需用相似的抽牌方法决定每一采样小块的采样层位(上部、中部、下部)。

7.4 静止煤采样机械

7.4.1 基本要求

凡满足6.5.1条所述的2个基本条件和5条要求的静止煤采样机械都可使用。

7.4.2 示例

适用于静止煤采样的商品化采样机械,目前国内外使用较多的一各为机械螺杆。

机械螺杆(见图4)为一钢筒,筒内有一轴,轴上或有一阿基米德(Archimedean)螺旋[a型],或有一全螺旋[b型]。螺旋的螺距和环距(轴与筒壁的距离)一般为被采样煤标称最大粒度的3倍,有的底部有切割或破碎装置。a)型螺杆采样后须提出煤表面卸样;b)型螺杆一般可在采样过程中将煤样从其顶部排出。

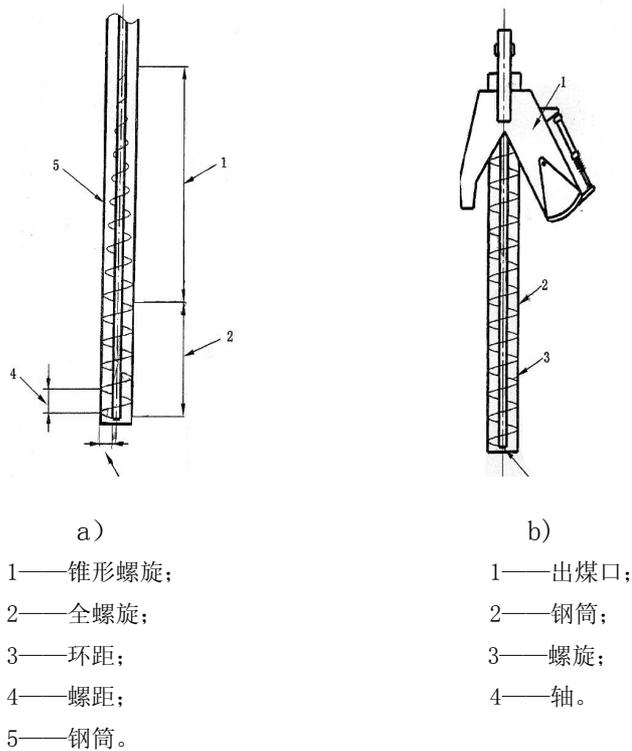


图4 机械螺杆采样器

使用机械螺杆前，必须按GB/T 19494.3所述进行偏倚试验，证明无实质性偏倚后方可使用。

8 煤样的包装和标识

煤样应装在无吸附、无腐蚀的气密容器中，并有永久性的唯一识别标识。

煤样标签或附带文件应有以下信息：

- a) 煤的种类、级别和标称最大粒度以及批的名称（船或火车名及班次）；
- b) 煤样类型（一般分析试验煤样、水分煤样等）；
- c) 采样方法；
- d) 批煤的大约质量和采样单元数；
- e) 总样质量及标称最大粒度；
- f) 采样地点、日期和时间；
- g) 制样地点、日期和时间；
- h) 采样器名称和编号；
- i) 气候和其他可能影响试验结果的状况；
- j) 其他有关信息，如水分煤样的空气干燥损失率等。

9 采样报告

采样应有正式签发的、全面的采样、制样和试样发送报告或证书。

采样报告或证书除了应给出第8章所述的全部信息外，还应包括以下内容：

- a) 报告的名称；
- b) 委托人的姓名地址；
- c) 试验试样、仲裁试样和存查试样的最长保存期；
- d) 任何偏离规定方法的采样和制样操作及其理由，以及采样和制样中观察到的任何异常情况。采样报告的有关信息应附在样品上，或应通知制样人员。

附录 A

(资料性附录)

采样单元数和每一采样单元子样数计算举例

A.1 连续采样

A.1.1 例1

一批40000t洗精煤由皮带输送装船，要求采制化总精密度为0.5%（灰分），已知：初级子样方差 $V_1=3.0$ ；制样和化验方差 $V_{PT}=0.1$ ；求每一采样单元子样数。

解：按公式（4）计算采样单元数

$$m = \sqrt{\frac{40000}{5000}} = 2.8 \approx 3$$

$$n = \frac{4V_1}{3p_L^2 - 4V_{PT}} = \frac{4 \times 3.0}{3 \times 0.5^2 - 4 \times 0.1} = 35$$

A.1.2 例2

一批4000t筛选煤由两列火车发运，要求采制化总精密度为0.4%（灰分），已知：初级子样方差 $V_1=5.0$ ；制样和化验方差 $V_{PT}=0.2$ ；求每一采样单元子样数。

解：按公式（4）计算采样单元数

$$m = \sqrt{\frac{4000}{1000}} = 2$$

$$n = \frac{4 \times 5}{2 \times 0.4^2 - 4 \times 0.2} = -41.7$$

子样数计算值为负数，证明制样和化验误差太大，按2个采样单元采样，达不到要求的精密度。为此，决定增加采样单元数并要求以60个子样组成一个采样单元，则：

$$m = \frac{4V_1 + 4nV_{PT}}{nP_L^2} = \frac{4 \times 5 + 4 \times 60 \times 0.2}{60 \times 0.4^2} = 7.08 \approx 8$$

$$m = \frac{4 \times 5}{8 \times 0.4^2 - 4 \times 0.2} = 41.7 \approx 42$$

最后决定分8个采样单元、每个采样单元采42个子样。

A. 2 间断采样

A. 2.1 例1

一批5000t洗动力煤由皮带输送装船，要求采制化总精密度为0.5%（灰分），由于该品种煤品质稳定，故决定用间断采样，每采样单元采取25个子样。

根据以往的采样资料，有关品质变异性参数如下： $V_1=2$ ； $V_m=0.5$ ； $V_{PT}=0.1$ 。

解：将5000t煤分成10个采样单元，则 $m=10$ ，求实际采样单元数 u 。

$$u = \frac{4m \left(\frac{V_1}{n} + V_m + V_{PT} \right)}{mP_L^2 + 4Vm} = \frac{4 \times 10 \left(\frac{2}{25} + 0.5 + 0.1 \right)}{10 \times 0.5^2 + 4 \times 1} = 5$$

A. 2.2 例2

一批3000t煤由50节车皮发出，要求采样制样和化验总精密度为0.5%，根据以往采样资料，已知： $V_1=6$ ； $V_m=2$ ； $V_{PT}=0.2$ 。

初步决定用间断采样，分成5个采样单元，从其中若干个采样单元采样，每个采样单元采取20个子样，求实际采样单元数 u 。

解：

$$u = \frac{4m \left(\frac{V_1}{n} + V_m + V_{PT} \right)}{mP_L^2 + 4Vm} = \frac{4 \times 5 \left(\frac{6}{20} + 2 + 0.2 \right)}{5 \times 0.5^2 + 4 \times 2} = 5.4$$

$u=5.4$ 意味着应从全部5个采样单元中采样，即不能进行间断采样，须改为连续采样。每采样单元的子样数应为：

$$\begin{aligned} n &= \frac{4V_1}{mP_L^2 - 4V_{PT}} \\ &= \frac{4 \times 6}{5 \times 0.5^2 - 4 \times 0.2} = 53.3 = 54 \end{aligned}$$

附 录 B
规范性附录
质量基采样设备的评定

B.1 概述

使用质量基采样时，应满足下列两条要求：

- a) 并入总样的各个子样的质量变异系数应小于20%；
- b) 煤流流量和子样质量间无相关性。

一个质量基采样设备是否满足上述要求，可用下述试验及统计方法来评定。

在预期的流量范围内，至少采取20个子样。记录并入总样的各个子样的质量 y ，及采取各子样时相应的煤流流量 x 。将有关数据列入表B.1。

表 B.1 质量基采样器核验数据

子样号	流量/ (t/h) x	x^2	子样质量/kg y	y^2	xy
1	1060	1123600	100	10000	106000
2	1050	1102500	104	10816	109200
3	970	940900	96	9216	93120
4	1010	1020100	105	11025	106050
5	950	902500	94	8836	8930
6	860	739600	86	7396	73960
7	720	518400	68	4624	48960
8	840	705600	75	5625	63000
9	890	792100	82	6724	72890
10	970	940900	104	10816	100880
11	1020	1040400	103	10609	105060
12	960	921600	103	10609	98880
13	950	902500	98	9604	93100
14	970	940900	101	10201	97970
15	910	828100	83	6889	75530
16	880	774400	92	9464	80960
17	920	846400	100	10000	92000
18	970	940900	95	9025	92150
19	990	980100	96	9216	95040
20	1020	1040400	103	10609	105060
总和	18910	18001900	1888	180304	1799200

B.2 子样质量变异系数

根据表B.1数据，利用公式 (B.1)、公式 (B.2)、公式 (B.3) 和公式 (B.4) 计算子样质量变异系数CV。

a) 由公式 (B.1) 计算平均质量， \bar{y}

$$\bar{y} = \frac{\sum y}{n} \dots\dots\dots (B.1)$$

式中：

$\sum y$ ——观测值的总和；

n——观测数。

由表B.1得 $\bar{y} = 1888/20 = 94.4\text{kg}$

b) 由公式 (B.2) 计算方差V

$$V = \frac{\sum y^2 - (\sum y)^2 / n}{n - 1} \dots\dots\dots (B.2)$$

由表B.1得

$$V = \frac{180304 - \frac{1888^2}{20}}{20 - 1} = 109.31$$

c) 由公式 (B.3) 计算标准差

$$s = \sqrt{V} \dots\dots\dots (B.3)$$

$$s = \sqrt{109.31} = 10.45$$

d) 由公式 (B.4) 计算质量变异系数

$$CV = \frac{s \times 100}{\bar{y}} \dots\dots\dots (B.4)$$

$$CV = \frac{10.45 \times 100}{94.4} = 11.07\%$$

CV < 20%，证明质量变异系数满足要求；如果CV > 20%，则由公式 (B.5) 计算统计量Z。

$$Z = \frac{(n-1)CV^2}{20} \dots\dots\dots (B. 5)$$

如Z小于表B. 2中查得的自由度为 (n-1) 的Z值，则可认为质量基采样满足要求，否则可认为质量基采样未满足要求。

例如，某一核验试验得n=25，CV=26%
计算得

$$Z = \frac{(25-1)26^2}{20} = 40.56$$

由表 (B. 2) 查得f=25-1=24时， $Z_{24}=36.4$ ，现 $Z > Z_{24}$ ，证明质量变异系数显著大于20%，未满足质量基采样要求。

表 B. 2 置信概率为 95%下的 f 和 z 对应值

f	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17
Z	11.1	12.6	14.1	15.5	16.9	18.3	19.7	21.0	22.4	23.7	25.0	26.3	27.6
f	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
Z	28.9	30.1	31.4	32.7	33.9	35.2	36.4	37.7	38.9	40.1	41.3	42.6	43.8

B. 3 子样质量与流量的相关性

a) 由公式 (B. 6) 计算流量和子样质量间的相关系数r:

$$r = \frac{\sum xy - \frac{\sum x \sum y}{n}}{\sqrt{\sum x^2 - \frac{(\sum x)^2}{n}} \sqrt{\sum y^2 - \frac{(\sum y)^2}{n}}} \dots\dots\dots (B. 6)$$

式中:

x, y——流量和子样质量;

$\sum xy$ ——流量和子样质量积的总和;

n——数据对数。

从表 (B. 1) 数据得

$$r = \frac{1799200 - \frac{18910 \times 1888}{20}}{\sqrt{18001900 - \frac{18910^2}{20}} \sqrt{180304 - \frac{1888^2}{20}}} = 0.884$$

由公式 (B.7) 计算统计量 t_c

$$t_c = r \frac{\sqrt{n-2}}{\sqrt{1-r^2}} \dots\dots\dots (B.7)$$

从上数据得

$$t_c = 0.884 \times \frac{\sqrt{20-2}}{\sqrt{1-0.884^2}} = 8.023$$

将该值与GB/T 19494.3表12中的 $t_{(20-2)}$ (自由度为 $n-2$ 时的双尾 t 值) 比较, 如 $t_c > t_{n-2}$ 则证明存在相关性, 本例中 t_c 大于 t_{n-2} ($t_{20-2} = 2.101$), 可认为流量与子样质量间有相关性, 采样器应予检查和校正, 然后重新试验。