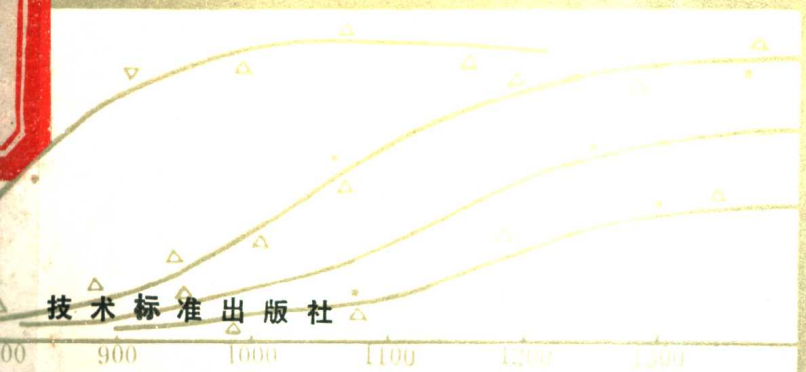
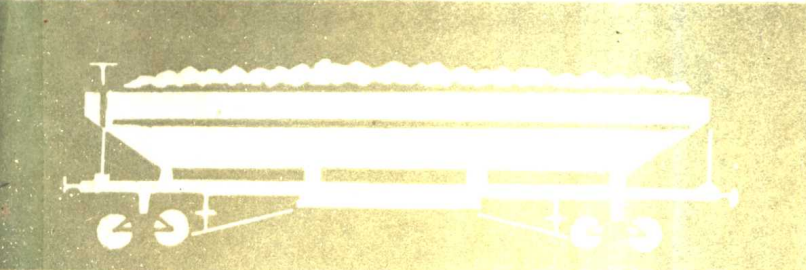
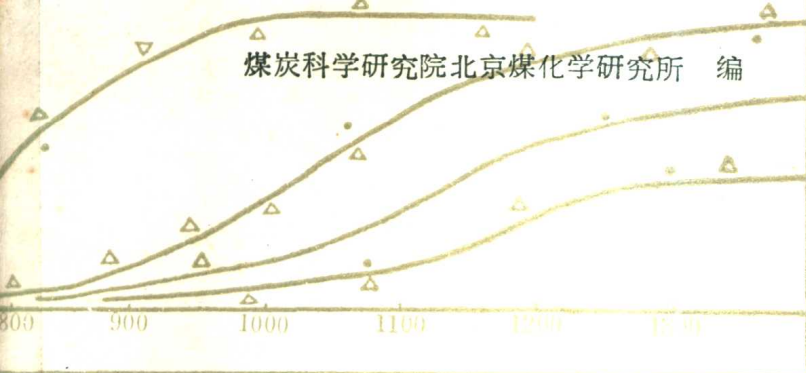


煤炭科学研究院北京煤化学研究所 编

煤炭试验方法标准说明汇编



技术标准出版社

煤炭试验方法标准说明汇编

煤炭科学研究院北京煤化学研究所 编

技术标准出版社

煤炭试验方法标准说明汇编

煤炭科学研究院北京煤化学研究所 编

技术标准出版社出版

(北京复外三里河)

技术标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经营

开本 850×1168 1/32 印张 9⁵/₈ 插页 1 字数 263,000

1980年9月第一版 1980年9月第一次印刷

印数 1—8,500

书号: 15169·3-129 定价 1.45 元

序

标准化是组织和管理现代化生产的重要手段之一，是联系科研、设计、生产、流通和使用等方面的技术纽带。为了发展生产、提高产品质量、合理利用国家资源，以及保护环境、安全与健康，促进对外贸易，无论是工业发达国家，还是发展中国家，都十分重视标准化工作。

标准化的首要任务，是通过科学实验来选择和确立合理可行的标准规范。这里首先要解决的一个实际问题就是试验方法及其仪器设备的标准化。这些方法是属于多学科性的，包括物理的、化学的、物理化学的、化学物理的以至工程学的等等。合理选择和正确确立标准试验方法，是它们能否在实际中应用并推广到现代化生产过程中的关键问题。因此各国在制订标准过程中，都要根据科学和经济发展规律来做认真考虑。

为了有效和合理利用当前主要能源之一的煤炭资源，各国都十分注意其产品分类与质量标准化及相应的各种试验方法的标准化。我国煤炭资源丰富，分布广，品种齐全，还有些国内、外著名的特殊煤种，因此对于各种煤的基本性质的研究内容也十分丰富，从而为研究制订有关煤炭分类与煤炭试验方法标准，提供了更有利的条件。

我国在六十年代前半期曾制订了一批煤炭试验方法标准。但由于试验基础不足，因而在使用中难免发生一些不适宜的情况。为此，自一九七四年以来，即有计划地对原先制订的二十四项煤炭产品及煤炭试验方法标准陆续予以修订，同时增订了一部分新标准。重新制订和修订的标准，主要以结合我国具体情况的大量试验与基础，同时适当参照国际标准化组织（ISO）所推荐的有关标准。

本汇编是贯彻煤炭试验方法标准的辅助材料。它可以帮助有关人员加深对标准的理解，掌握标准的精神并提高执行标准的自觉性。本

汇编可供煤炭、电力、冶金、化工和地质等系统的实验室和有关科研及教学单位参考。

本汇编主要由煤炭科学研究院北京煤化学研究所编写，主编：姚星一、段云龙；审订：杨金和、夏慧丽。云南一四三煤田地质勘探队、鸡西矿务局、贵州煤田地质勘探公司化制厂和辽宁煤田地质勘探公司制化厂的有关同志参加了部分章节的编写。

汪寅人 一九七九年八月

目 录

第一章 一般说明.....	(1)
第二章 商品煤样采取方法 (GB 475—77) 说明.....	(13)
第三章 煤层煤样采取方法 (GB 482—79) 说明.....	(30)
第四章 煤样缩制方法 (GB 474—77) 说明.....	(35)
第五章 煤的工业分析方法 (GB 212—77) 说明.....	(57)
第六章 煤中全水分的测定方法 (GB 211—79) 说明.....	(72)
第七章 煤中全硫的测定方法 (GB 214—77) 说明.....	(81)
第八章 煤的发热量测定方法 (GB 213—79) 说明.....	(103)
第九章 煤的元素分析方法 (GB 476—79) 说明.....	(114)
第十章 煤灰成分分析方法 (GB 1574—79) 说明.....	(138)
第十一章 煤中锗的测定方法 (MT 24—77) 说明.....	(170)
第十二章 煤中镓的测定方法 (MT 25—77) 说明.....	(190)
第十三章 煤及焦炭对二氧化碳化学反应性的测定方法 (GB 220—77) 说明.....	(203)
第十四章 煤的热稳定性测定方法 (GB 1573—79) 说明.....	(211)
第十五章 煤的结渣性测定方法 (GB 1572—79) 说明.....	(221)
第十六章 煤灰熔融性的测定方法 (GB 219—74) 说明.....	(232)
第十七章 烟煤胶质层指数测定方法 (GB 479—64) 说明.....	(252)
第十八章 少量煤样烟煤胶质层指数测定方法 (MT 29—77) 说明	(260)
第十九章 煤的管式低温干馏试验方法 (GB 1341—77) 说明	(267)
第二十章 褐煤中苯萃取物产率测定方法 (GB 1575—79) 说明	(277)
第二十一章 煤中腐植酸产率测定方法 (MT 32—79) 说明	(290)

第一章 一般说明*

本书主要介绍一九七四年以来我国所制定和修定的煤炭试验方法国家标准和部标准的理论和试验依据,同时对标准条文做必要的解释和补充。为使读者对我国标准的水平有所了解,还扼要地列表介绍了世界各主要工业国和国际标准化组织的相应煤炭试验方法标准。本书所述内容不具规范性质。

为便于读者阅读,各章的“条文说明”部分都按相应标准的条款顺序依次阐述,条款序号也与标准正文相同,遇有不需说明的条款就跳过。书写方式一般是先将欲说明的标准条文用“ ”号扼要引出,然后加以解说。引文一般不列“章”序(除需说明的“章”外),只列“条”序,如要说明“条”下的“款”,则在“款”序之前加列“条”序。如,标准正文为:

“二、试验步骤

7. 缓慢灰化法:

(1) 在预先灼烧和称出重量……。

(2) 然后进行检查性灼烧, ……。”

如欲对第二章第7条第(2)款做说明,则引文写成“7.(2) 然后进行检查性灼烧。……”

以下就其余各章中一些共同需要说明的问题做一统一解释。

(一) 允许误差

a. 同一实验室允许误差:同一操作者、在同一化验室中、用同一仪器、对同一分析试样进行平行测定的结果间的最大允许偏差。

一般平行测定两次,然后取它们的算术平均值为最终结果。如两次测定值间相差超出允许范围,则进行第三次测定,然后以其中在允

许误差范围内的两次测定值的平均值为最终结果。如第三次测定结果与前两次相比，都在允许误差范围内，则取三次测定值的算术平均值为最终结果。

如允许误差按测定值大小分区，而两次测定结果又分别在不同区内，则按它们的平均值所在区来掌握允许误差范围。

b. 不同实验室允许误差：两个不同化验室各对取自同一最后缩分阶段的代表性试样进行平行测定所得结果的平均值间的最大允许偏差。

如两个化验室的测定值跨两个允许误差区，则按它们的平均值所在区来掌握允许误差范围。

如一个标准有两种以上试验方法，则除有特殊声明者外，不同实验室误差只适用于同一方法。

(二) 结果报告和进位原则

试验结果以在允许误差范围内的平行测定值的算术平均值，修约到一定的有效位数后报出。在修约时，有效数字后一位数小于5的舍去；大于5的进1；等于5时，5前一位数为偶数（包括0）则舍去，为奇数时进1。

(三) 允许误差确定方法

如何确定宽严适当的允许误差界限，在原则上说，不是很麻烦的事情。但要使确定的界限既有科学根据，又普遍适合多种试样（不同种类和不同含量范围）、多数化验室以及其它的多变条件，就不是很简单了。通常的办法是：由具有代表性的、足够多的化验室对同一批具有代表性的试样分别进行测定。对所得结果进行统计分析，最后得出所求的误差界限。这种做法通常称为“协同试验”。

确定允许误差界限，是分析试验方法标准化的最后一个步骤，也是相当重要的一个步骤，一个“标准”的水平，固然主要取决于所定方法的先进性（包括准确、简便、快速等），但允许误差界限如果确定不当，“标准”的作用将得不到充分发挥，甚至可能引起许多麻

烦，比如放过可能的差错或造成不必要的反工，从而浪费大量人力物力。因此，通过协同试验，定出恰当适用的允许误差，是分析试验方法标准化中不可忽视的一个环节。

a. 协同试验的特点和要求

以确定允许误差为目的的协同试验的特点在于不是所得测定结果越准越好，而是要得出代表一般水平的测定结果，以便据以推算适合普遍情况的误差界限。经过“精雕细刻”得出的精确度和准确度异乎寻常高的测定结果，不但无益反而有害，因为根据这样的测定结果所确定的误差界限，必然过严，不是一般水平的人员和设备条件所能达到，从而造成例常工作中过多的不必要的返工。协同试验的这个基本特点，就决定了以下对参加试验人员水平的选择，化验室设备条件的要求和共同使用的试样的安排：

(1) 人员：参加试验的人员，要求能熟练掌握有关的操作技术，能严格遵守操作规程。对操作技术特别熟练和精通的人以及对操作技术尚未完全掌握的初学者，都不宜承担协同试验的操作任务。遇有全新的项目，则需安排一段预备试验，以便掌握操作技术，然后再进行正式协同试验。

(2) 化验室：对化验室的一般要求是，除提供合格的试验操作人员外，还应有一名技术负责人，监督试验计划的实施。另外，参加试验的化验室，应具有较高的技术管理水平。凡试验方法中须用的仪器设备（有时还有房间等条件），都应满足有关的规定和要求。关键性的计量器具和仪表，应按规定进行校准。这里有一点需要注意的是，不要使用过于精密的仪器，比如以精度特高的铂电阻温度计代替一般使用的贝克曼温度计等，以免脱离一般水平。

(3) 试样：分发给各参加试验的化验室的试样，必须保证尽可能好的均一性。因此，应把样品制备成供分析试验用的最终粒度和状态，然后再混匀、缩分和包装。在用煤灰进行试验的情况（如煤灰成分分析、煤灰熔点测定等），如要把烧灰过程的差异也包括在不同化验室的误差内的话，则应分发制成分析试样状态的煤样。

关于试样数目：在煤质分析的情况，除要考虑所测指标的不同“水准”*外，还应照顾到可能对误差有影响的煤种（年轻煤如褐煤、年老煤如无烟煤等）及其它成分对所测指标的影响等。另外，在根据已有经验须按不同水准范围定出误差界限的情况，又应照顾到各个水准范围内都有足够数目的试样。

b. 协同试验的安排

协同试验可由一个化验室主办，也可由数个化验室联合主办。为了保证工作的顺利进行，应建立一个工作组，其中除有掌握整个试验工作安排和指挥的人员外还应至少包括一个负责统计分析的人员。工作组负责试验的全部安排和总结、分析，主要职责如下：

（1）按前述有关要求，征集参加试验的化验室和人员，同时附送允许误差待定的“标准”或“规程”的全文，必要时附加补充说明，务使仪器设备的要求，操作步骤，平行测定的安排等明确具体。根据调查结果，确定参加人员和单位。如应征单位超过所需的数目，应用随机化方法选定。参加单位以不少于15个为好，否则统计结果的可靠性较差。

（2）确定试样的种类和数目、数量，并安排制样及分发。

（3）根据试样的性质和测试项目的具体情况，规定试验完成的最终期限或具体完成时间（比如煤的粘结性指标等易变的项目，应规定统一的试验时间）。

（4）编制和印发试验报告的格式，规定数据小数位的取舍等，要求参加试验单位严格按格式填写。

c. 试验结果的统计分析和允许误差的确定

下面以一个实例来说明实验数据的统计分析方法：

表1-1列出了15个化验室对三个试样所得的两次平行测定结果。在进行此项试验时，除因发生明显差错（如试样散失、混入异物、读

-
- 在数理统计中，把各项指标高高低低的数值称为不同的“水准”。例如选取灰分分别为10%、20%和30%的三种试样，则称为对煤样灰分的三个水准的试验。因此一般来说，“水准”的含义就等于各成分如灰分、挥发分、硫、氢等的“含量”。但对发热量，灰熔点等，则指的不是含量而是各该指标的高低。

错温度等) 应把有关试验作废外, 其余试验结果应全盘如实报出, 不得自行舍弃。

(1) 根据原始测定结果, 计算各个化验室所得结果的 范围 R (见表 1-1)。

平行测定结果

表 1-1

化验室编号	试 样 A			试 样 B			试 样 C		
	测 定 结 果		R	测 定 结 果		R	测 定 结 果		R
1	17.68	17.90	0.22	34.00	34.50	0.50	7.26	7.12	0.14
2	17.77	17.87	0.10	34.49	34.64	0.15	7.37	7.09	0.28
3	17.68	18.01	0.33	34.88	34.66	0.22	7.02	6.76	0.26
4	17.06	17.78	0.72	34.84	34.43	0.41	6.66	6.40	0.26
5	17.98	18.09	0.11	34.52	34.81	0.29	7.38	7.06	0.32
6	17.83	17.86	0.03	34.58	34.65	0.07	7.17	6.84	0.33
7	18.18	18.31	0.13	34.60	34.87	0.27	7.23	7.00	0.23
8	18.17	18.49	0.32	35.34	35.43	0.09	7.65	7.75	0.10
9	17.83	17.87	0.04	34.58	34.50	0.08	6.92	6.96	0.04
10	17.85	17.85	0.00	34.70	34.96	0.26	7.22	7.10	0.12
11	17.16	17.18	0.02	34.98	34.62	0.36	7.21	7.08	0.13
12	17.26	17.22	0.04	35.13	34.74	0.39	7.04	7.04	0.00
13	17.77	17.61	0.16	34.72	34.96	0.24	7.50	7.36	0.14
14	17.83	18.37	0.54	34.75	34.70	0.05	7.16	7.04	0.12
15	18.02	18.18	0.16	34.62	34.81	0.19	7.32	7.24	0.08

总计	$\Sigma R = 2.92$	$\Sigma R = 3.57$	$\Sigma R = 2.45$
平均范围	$\bar{R} = 2.92/15 = 0.195$	$\bar{R} = 3.57/15 = 0.238$	$\bar{R} = 2.45/15 = 0.163$

(2) 可疑 R 值的舍弃: 计算 R 的平均值 $\bar{R}$, 计算 R 值的临界值 $D_4\bar{R}$, 然后将 $>D_4\bar{R}$ 的 R 舍去。

D_4 为质量管理图中 R 值的上限, 可由表 1-2 中选用:

表 1-2

概 率 %	99.9	99.73(3S)	99.0	95.0
D_4	3.488	3.267	2.947	2.482

通常多选用较高的概率，例如 99.9% 或 99.73%。以 99.73% 为例， D_4 为 3.267，则 A、B 和 C 三试样的 $D_4\bar{R}$ 分别为 0.64，0.78 和 0.53。

检查表 1-1，4 号化验室试样 A 的 R 值为 0.72，超过相应的临界值 0.64，所以应舍弃。

(3) 化验室内的标准差 S_s 。按下式计算：

$$S_s = \sqrt{\frac{\sum R^2}{2n}}$$

式中： $\sum R^2$ ——各化验室 R 值的平方和；

n ——舍弃后的化验室数目。

在上例中，试样 A 舍弃 4 号化验室 R 值后 $\sum R^2 = 0.646$ ， $n = 14$ 因此

$$S_s = \sqrt{\frac{0.646}{28}} = 0.152$$

按上式求得的 S_s 的自由度为 14。

同理：

$$\text{试样 B 的 } S_s = \sqrt{\frac{1.1109}{30}} = 0.192 \text{ 自由度为 15}$$

$$\text{试样 C 的 } S_s = \sqrt{\frac{0.5807}{30}} = 0.139 \text{ 自由度为 15}$$

(4) 化验室间的标准差 S_b 的计算。应首先根据原始测定结果 (见表 1-3) 计算各试样平均测定值的标准差 S

试样平均测定值

表 1-3

化验室编号	试 样 A		试 样 B		试 样 C	
	平 均 值	-17.00	平 均 值	-34.00	平 均 值	-6.00
1	17.79	0.79	34.25	0.25	7.19	1.19
2	17.82	0.82	34.56	0.50	7.23	1.23
3	17.84	0.84	34.77	0.77	6.89	0.89
4	17.42	0.42	34.64	0.64	6.53	0.53
5	18.04	1.04	34.66	0.66	7.22	1.22
6	17.84	0.84	34.62	0.62	7.00	1.00
7	18.24	1.24	34.74	0.74	7.12	1.12
8	18.33	1.33	35.38	1.38	7.70	1.70
9	17.85	0.85	34.54	0.54	6.94	0.94
10	17.85	0.85	34.83	0.83	7.16	1.16
11	17.17	0.17	34.80	0.80	7.14	1.14
12	17.24	0.24	34.88	0.88	7.04	1.04
13	17.69	0.69	34.84	0.84	7.43	1.43
14	18.10	1.10	34.72	0.72	7.10	1.10
15	18.10	1.10	34.71	0.71	7.28	1.28

为了简化标准差的计算，由各式样的平均值中分别减掉一个固定数值，如表 1-3 所示。标准差按下式计算：

$$S = \sqrt{\frac{\sum X^2 - (\sum X)^2/n}{n-1}}$$

根据表 1-3 中数据，得出试样 A 的标准差：

$$S = \sqrt{\frac{11.6998 - (12.32)^2/15}{15-1}} = 0.336$$

然后应用“T 检验法”检查可疑数值。为此分别计算 T_n 和 T_{11} ：

$$T_n = \frac{X_n - \bar{X}}{S}$$

$$T_1 = \frac{\bar{X} - X_1}{S}$$

式中: X_n ——平均值中的最大值;

X_1 ——平均值中的最小值;

$\bar{X}$ ——各平均值的总平均值。

把试样 A 的相应值代入, 得到

$$T_n = \frac{18.33 - 17.82}{0.336} = 1.52$$

$$T_1 = \frac{17.82 - 17.17}{0.336} = 1.93$$

把如上得到的 T_n 和 T_1 值与临界值对比。如果 T_n 大于临界值, 则舍弃最大值 X_n ; 如果 T_1 大于临界值, 则舍弃最小值 X_1 。T 的临界值见表 1-4。

由表 1-4 查得 $n=15$ 时 T 的临界值为 2.81 (99% 概率), 因此, 上例中试样 A 的最大值 18.33 和最小值 17.17 按 99% 概率都不应舍弃。

同理:

$$\text{试样 B } S = \sqrt{\frac{8.7100 - (10.88)^2/15}{15-1}} = 0.242$$

$$T_n = \frac{35.38 - 34.73}{0.242} = 2.69$$

$$T_1 = \frac{34.73 - 34.25}{0.242} = 1.95$$

因 T_n 和 T_1 都小于临界值 2.81 所以没有应舍弃的数值。

$$\text{试样 C } S = \sqrt{\frac{20.1385 - (16.97)^2/15}{15-1}} = 0.258$$

$$T_n = \frac{7.70 - 7.13}{0.258} = 2.21$$

$$T_1 = \frac{7.13 - 6.53}{0.258} = 2.44$$

因 T_n 和 T_1 都小于临界值 2.81，所以没有应舍弃的数值。

T 的临界值

表 1-4

观测值数目 n	95% 概 率	99% 概 率
10	2.29	2.48
11	2.36	2.56
12	2.41	2.64
13	2.46	2.70
14	2.51	2.76
15	2.55	2.81
16	2.59	2.85
17	2.62	2.89
18	2.65	2.93
19	2.68	2.97
20	2.71	3.00
21	2.73	3.03
22	2.76	3.06
23	2.78	3.09
24	2.80	3.11
25	2.82	3.14

根据三个试样舍弃可疑值后余下的数值重新算出的标准差，即为所求的化验室间标准差 S_b 。

试样 A (无舍弃) : $S_b = 0.336$, 自由度为 14;

试样 B (无舍弃) : $S_b = 0.242$, 自由度为 14;

试样 C (无舍弃) : $S_b = 0.258$, 自由度为 14。

(5) 标准差 (S_a 和 S_b) 与测定值 $\bar{X}$ 间线性关系的判断

当对 k 个试样的测定结果进行如上整理和计算后，便得出 k 个 S_a 值 ($S_{a1}, S_{a2} \dots S_{ak}$)、 k 个 S_b 值 ($S_{b1}, S_{b2} \dots S_{bk}$) 和 k 个 $\bar{X}$ 值 ($\bar{X}_1, \bar{X}_2 \dots \bar{X}_k$)。

$$\bar{X} = \frac{\sum X_i}{n}$$

式中: X_i ——某一试样的某一化验室的平均测定值。

将试样按 $\bar{X}$ 大小依次排列, 用作图法或相关系数(r) 法判断 $\bar{X}$ 和 S_a (或 S_b) 间有无线性相关关系。

$$r = \frac{\sum(\bar{X} - \bar{\bar{X}})(S - \bar{S})}{\sqrt{\sum(\bar{X} - \bar{\bar{X}})^2 \cdot \sum(S - \bar{S})^2}} \dots\dots\dots (1)$$

式中: $\bar{\bar{X}}$ —— $\sum \bar{X}/k$;

S —— S_a 或 S_b ;

$\bar{S}$ —— $\sum S_a/k$ 或 $\sum S_b/k$;

k ——试样数。

若 $r > r_{0.05}$ (或 $r_{0.10}$, 视情况而定, 自由度 = $k - 2$), 则 $\bar{X}$ 和 S 线性相关; 若 $r < r_{0.05}$ (或 $r_{0.10}$), 则 $\bar{X}$ 和 S 的线性关系不显著。

(6) 若 $\bar{X}$ 和 S 线性相关, 则先按公式 (2) 求出回归方程式

$$S_{\text{总}} = \bar{S} + b(\bar{X} - \bar{\bar{X}}) \dots\dots\dots (2)$$

其中
$$b = \frac{\sum(\bar{X} - \bar{\bar{X}})(S - \bar{S})}{\sum(\bar{X} - \bar{\bar{X}})^2}$$

$S_{\text{总}}$ ——总标准差 ($S_{a\text{总}}$ 或 $S_{b\text{总}}$)

然后根据具体情况按 $\bar{X}$ 的大小分成若干段, 并按公式 (2) 求出各段的总标准差 $S_{\text{总}}$, 再按公式 (3) 和 (4) 求出各含量段的最大允许误差 D :

$$D (\text{同一化验室}) = \sqrt{2} t \cdot S_{a\text{总}} \dots\dots\dots (3)$$

$$D (\text{不同化验室}) = \sqrt{2} t \cdot S_{b\text{总}} \dots\dots\dots (4)$$

t 可由有关书籍 (如《煤炭化验手册》) 中查出, 一般用 $t_{0.05}$ 。

(7) 若 $\bar{X}$ 和 S 的线性关系不显著, 则不分段, 并按公式 (5) 和 (6) 求出总标准差 $S_{a\text{总}}$ 和 $S_{b\text{总}}$; 然后再按公式 (3) 和 (4) 求出允许误差。

$$S_{a\text{总}} = \sqrt{\frac{n_1 S_{a1}^2 + n_2 S_{a2}^2 + \dots\dots\dots + n_k S_{ak}^2}{n_1 + n_2 + \dots\dots\dots + n_k}} \dots\dots\dots (5)$$

$$S_{b\bar{x}} = \sqrt{\frac{(n_1 - 1)S_{b1}^2 + (n_2 - 1)S_{b2}^2 + \dots + (n_k - 1)S_{bk}^2}{n_1 + n_2 + \dots + n_k - k}} \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中： $n_1, n_2 \dots n_k$ ——舍去可疑值后各试样对应的化验室数。

在一九七四年后，比较早期修订或增订的标准中，由于缺乏协同试验条件，故同一化验室误差系根据一个化验室的测定结果制定的。它的代表性较差，有待下次标准修订时重新制定。

根据一个化验室的测定结果确定同一化验室允许误差的步骤如下：

(1) 选取大量不同类型、不同含量的试样，在同一实验室中各平行测定两次，求出两次测定值之差 R ；

(2) 求出各试样 R 值的平均值 $\bar{R}$

$$\bar{R} = \Sigma R / K$$

式中： K ——试样数。

然后如(三)3(2)所述求出 $D_4 \bar{R}$ ，并将 $> D_4 \bar{R}$ 的 R 值舍弃；

(3) 舍弃可疑值后，按下式求出标准差 S ：

$$S = \sqrt{\frac{\Sigma R^2}{2n}}$$

式中： n ——舍去可疑值后的试样数。

(4) 按下式求出同一化验室允许差：

$$\sqrt{2} t \cdot S$$

(四) 两种方法或试验条件对比

在标准制订(或修订)中，欲判断同一项目的两种测定方法或测定条件的测定结果是否一致，并由此推断它们是否可以互相代替时，一般都用以“ t ”分布为基础的统计推断中的成对对比法。具体步骤如下：

a. 选取大量不同类型的试样，对每一试样用欲对比的两种方法(或在两种条件下)各测定一次或两次；

b. 以一种方法(或条件)的测定结果为标准，求出另一种方法