



中华人民共和国国家标准

GB/T 33687—2017

煤矸石检验通则

General testing rules for gangue

2017-05-12 发布

2017-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国煤炭工业协会提出。

本标准由全国煤炭标准化技术委员会(SAC/TC 42)归口。

本标准起草单位:重庆地质矿产研究院、重庆巨能建设(集团)有限公司。

本标准主要起草人:朱振忠、卢小海、陈华森、李文武。

煤矸石检验通则

1 范围

本标准规定了煤矸石检验的总则、样品、测定、溶液及其浓度、结果表述、方法的精密度、检测记录和检测报告。

本标准适用于煤矸石的检验。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB 3100 国际单位制及其应用

GB/T 3101 有关量、单位和符号的一般原则

GB/T 3102(所有部分) 量和单位

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第2部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 总则

3.1 煤矸石检验标准中所列方法,可用于仲裁分析、验证其他分析方法、标准物质定值分析及例行分析。

3.2 煤矸石检验标准中同一个项目如果有两个或两个以上的检验方法时,可根据样品的组成和含量及需求情况选择。

3.3 制(修)订煤矸石检验方法时,应采用最新国际原子量。

3.4 物质的量、单位和符号按 GB 3100、GB/T 3101 和 GB/T 3102 的要求执行。

3.5 数字修约方法按 GB/T 8170 的规定进行。

3.6 分析测试中使用的指示剂不分规格,其他试剂凡未指明规格者,均为分析纯(AR),当需要其他规格时应另作说明。同时应注意试剂的保存方法及有效时间。

3.7 实验用水的规格应符合 GB/T 6682 的规定。

3.8 分析测试中使用的基准物质、标准溶液应进行核查比对。

3.9 检测中使用的所有对分析结果准确度有影响的仪器、设备和计量器具均应在检定/校准有效期内。

3.10 容量器具(容量瓶、滴定管、移液管、比色管等)应选用国家标准 A 级产品,并按有关规定进行校准。

3.11 配制、贮存试剂溶液,一般采用硬质玻璃容器。对容器有腐蚀性、容易分解的试剂,以及对样品有沾污、吸附影响的容器,应指明容器的材质、贮存时的注意事项及贮存时间。

GB/T 33687—2017

4 样品

4.1 接收

实验室接收样品时,应记录样品的数量、粒度、外观、包装等状态。

4.2 制备

在适宜的设备和环境下,通过空气干燥或预加热干燥、破碎、过筛、缩分等步骤对样品进行制备。除特殊要求外,试样粒度应小于 0.2 mm。

4.3 试样保存

试样应在达到空气干燥状态后装入密闭的容器中。

5 测定

5.1 方法要求

5.1.1 所有检测方法和程序应以技术规范或标准的形式予以规定,并严格执行。检测方法对煤矸石应有良好的适用性,测定结果的重复性、准确性和测量不确定度均要满足要求。

5.1.2 检测方法和程序中应根据情况对方法原理、试剂和材料、仪器设备、样品、测定步骤、结果计算和表述,以及方法精密度等做出规定。

5.2 测定次数

除特别要求外,每项分析测试对同一样品进行 2 次测定(一般为重复测定)。2 次测定的差值如不超过重复性限 r ,则取其算术平均值作为测定结果;否则,需进行第 3 次测定。如 3 次测定值的极差小于或等于 $1.2r$,则取 3 次测定值的算术平均值作为测定结果;否则,需要进行第 4 次测定。如 4 次测定值的极差小于或等于 $1.3r$,则取 4 次测定值的算术平均值作为测定结果;如极差大于 $1.3r$,而其中 3 个测定值的极差小于或等于 $1.2r$,则可取此 3 个测定值的算术平均值作为测定结果。如上述条件均未达到,则应舍弃全部测定结果,并检查仪器和操作,然后重新进行测定。

5.3 试样称取

称取试样时,应将试样充分混匀,用多点取样法尽可能从容器的不同部位取出。

5.4 空白试验

测定样品时,化学分析应进行空白试验。空白试验应与样品试验使用同一瓶试剂配制溶液,同时、同过程、同条件操作。计算结果应扣除空白值。

6 溶液及其浓度

6.1 配制溶液与分析过程中所用的水,除特殊说明外,至少应符合 GB/T 6682 要求的三级水的规格。

6.2 凡以水作溶剂的溶液称为水溶液,一般简称溶液,以其他液体为溶剂的溶液,则在其前面冠以溶剂的名称。

6.3 标准中常用的溶液浓度采用以下表示方式:

- a) 物质 B 的质量浓度:物质 B 的质量除以混合物之总体积。其单位常用 g/L、mg/L、mg/mL、 $\mu\text{g/mL}$ 、或 ng/mL 等表示。
- b) 物质 B 的物质的量浓度或物质 B 的浓度:物质 B 的物质的量除以混合物之总体积。其单位常用 mol/L、mmol/L 等表示,在实际应用时应指明溶质的基本单元形式。
- c) 物质 B 的质量分数:溶质的质量与溶液(溶质+溶剂)的质量之比,亦即物质 B 的质量与混合物的质量之比,常用%、 10^{-2} 、 10^{-4} 、 10^{-6} 、 10^{-9} 等表示。
- d) 质量比:混合物中两特定成分同类量之比。常用“ m_1+m_2 ”表示,即将质量为 m_1 和质量为 m_2 的试剂混合均匀。
- e) 物质 B 的体积分数:纯物质 B 与混合物在相同温度和压力下的体积之比,常用 mL/L 或其分倍数表示。
- f) 体积比:液体试剂与溶剂体积之比。常用“ V_1+V_2 ”表示,即将体积为 V_1 的特定溶液加入到体积为 V_2 的溶剂中。

6.4 方法标准中的换算因数、标准溶液的浓度,均应保留四位有效数字。

6.5 标定标准溶液按 GB/T 601 的要求执行。

6.6 配制的标准系列溶液,应用标准贮备液逐级稀释配制而成,用时现配。

7 结果表述

检测结果以质量分数 $w(\text{B})$ 表示。通常情况下,主成分结果 $w(\text{B})$ 以%或 10^{-2} 表示,可表示为 $\times\times$ 、 $\times\times$ 、 $\times.\times\times$ 、 $0.\times\times\times$ 。微量元素分析结果 $w(\text{B})$ 以微克每克($\mu\text{g/g}$)或 10^{-6} 表示,大于 $1\ \mu\text{g/g}$ 可表示为 $\times.\times\times$ 、 $\times\times$ 、 $\times.\times\times\times$;小于 $1\ \mu\text{g/g}$ 可表示为 $0.\times\times$ 、 $0.0\times\times$ 。

8 方法的精密度

煤矸石检测方法的精密度,以重复性限和再现性临界差表示。

重复性限和再现性临界差,按 GB/T 6379.2 通过多个实验室对多个样品进行的协同试验来确定。

重复性限 r 按式(1)计算:

$$r = \sqrt{2} \times t_{0.05} \times s_r \quad \dots\dots\dots (1)$$

再现性临界差 R 按式(2)计算:

$$R = \sqrt{2} \times t_{0.05} \times s_R \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

s_r ——实验室内重复测定的单个结果的标准差;

s_R ——实验室间测定结果(单个实验室重复测定结果的平均值)的标准差;

$t_{0.05}$ ——95%概率下的 t 值。

9 检测记录和检测报告

9.1 检测记录

检测记录应按规定的格式、术语、符号和法定计量单位填写,一般包括以下内容:

- a) 检测项目名称,记录表格管理编号,页码、总页数的标识;
- b) 检测日期;
- c) 检测依据的标准或方法及使用主要仪器设备名称及编号;

GB/T 33687—2017

- d) 样品的实验室编号；
- e) 样品前处理情况(必要时)；
- f) 检测数据；
- g) 检测结果及计算；
- h) 检测时的环境条件；
- i) 检测人和校核人；
- j) 其他需要说明的问题或需要增加的内容(必要时)。

9.2 检测报告

检测报告应按规定的格式、术语、符号和法定计量单位编制,一般包括以下内容:

- a) 报告名称、编号、页码、总页数；
 - b) 检测单位名称、地址；
 - c) 报告的唯一性标识,以及报告结束的清晰标识；
 - d) 委托单位的名称和地址(必要时)；
 - e) 所用标准或方法的识别；
 - f) 样品的状态描述和标识；
 - g) 样品送样日期；
 - h) 检测日期(必要时)；
 - i) 检测项目及结果；
 - j) 样品采取程序(必要时)；
 - k) 主检、审核和报告批准人签字或等效的标识；
 - l) 加盖检验检测专用章；
 - m) 报告批准日期；
 - n) 实验室对报告的有关声明(适用时)。
-