

中华人民共和国国家标准

GB/T 31429—2015

煤炭实验室测试质量控制导则

Guide for quality management in a coal laboratory

2015-05-15 发布

2015-07-01 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:煤炭科学研究总院检测研究分院、神华销售集团有限公司。

本标准主要起草人:韩立亭、智顺、王秋湘。

煤炭实验室测试质量控制导则

1 范围

本标准规定了煤炭实验室测试质量控制中实验室的组织、设施和环境、设备和供应、质量保证程序、煤样的采取及接收和管理、样品制备、设备校准和校核、测试、质量控制程序、结果审核和报出等环节需关注的内容。

本标准适用于煤炭实验室。

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 474 煤样的制备方法

GB 475 商品煤样人工采取方法

GB/T 19494.1 煤炭机械化采样 第1部分:采样方法

GB/T 19494.2 煤炭机械化采样 第2部分:煤样的制备

GB/T 27025 检测和校准实验室能力的通用要求

3 概述

3.1 本标准从煤炭检验技术层面规定了煤炭实验室(对煤和焦炭及其产品进行采样、制样和化验的组织)测试质量控制中,质量管理体系的部分要素。

3.2 在实验室认可等活动中,本标准可作为实施相关认证认可准则的辅助和补充。

3.3 质量管理体系强调记录和质量控制程序的使用,这些记录和程序可证明日常采样和测试活动及报出的数据达到了足够的准确度。

3.4 为保证测试质量,实验室应建立相应的质量管理体系。实验室质量管理体系应至少包括以下部分:

- a) 组织结构,旨在能够确保及时准确地提供检测服务。
- b) 质量手册,阐明一个组织的质量方针并描述其质量体系的文件,是将质量管理体系所有方面的文件化。
- c) 质量负责人(或其他称谓),熟悉煤炭采制化技术和实验室管理体系工作的专业人员,负责整个实验室质量管理工作。
- d) 基础设施和环境应能适应实验室基本要求。
- e) 设备和供应能满足实验室提供检测服务的要求。
- f) 确保实验室能持续的监控并改进其服务的质量保证程序。
- g) 在样品采集、样品管理、样品制备、样品测试、结果计算和检验报告等方面有适当的文件化作业指导书。
- h) 质量控制程序,用以保证测试程序能提供准确数据。
- i) 保证报告准确反映测试数据并与样品相匹配的程序。

- j) 保证只有最新版本的程序被批准使用的文件控制系统。
- k) 规定了需要保存的记录及其保存时间的记录保存系统。
- l) 为保证整个质量管理体系的所有活动是按照原计划执行的审核与检查程序。

注：本标准仅对质量管理体系的部分内容进行了描述，如有需要，实验室可按照 GB/T 27025 完善体系的全部内容。

4 实验室的组织

4.1 实验室的组织方式，应确保其在任何时间都保持独立及诚信；有措施确保其管理层和员工不受任何来自内、外部的不正当的商业、财务和其他对工作质量有不良影响的压力 and 影响。

4.2 实验室应设置技术负责人(或其他称谓)专职负责技术工作。

4.3 实验室应设置质量负责人(或其他称谓)专职负责质量管理体系的运行及改进等工作。质量负责人应有直接渠道接触决定实验室政策或资源的最高管理者，且和技术负责人可直接沟通。

注：质量负责人也可担任技术负责人。

4.4 实验室应设置监督员，由熟悉样品采取、制备、测试方法和程序、测试样品及结果评价等方面部分或全部环节的人员担任，负责对检测活动的各环节进行监督。

5 设施和环境

5.1 实验室设施，包括办公设施、照明、取暖、通风等都应满足实验室日常运行需求。

5.2 实验室须严格监控环境状况。重视灰尘、电磁干扰、电源电压的稳定、室温和湿度、声音和振动水平等对检测质量产生的影响。

5.3 当环境条件可能影响实验结果和测试时应停止试验操作，并对情况进行详细记录。

5.4 特别注意在非固定场所进行的操作活动。

6 设备和供应

6.1 所有设备和供应都应满足测定方法的要求，并能顺利进行采样、制样和化验。

6.2 所有的测量和实验设备在投入使用前都应经过校准或验证。

6.2.1 实验过程中应使用满足实验方法要求的天平。

6.2.2 实验室应具备对检测设备进行周期性的检定或校准的程序和实施计划的规定。

6.3 应制定设备维护程序和实施日程表，并对所有设备进行适当维护。

6.4 实验室应具有在测试实验前利用标准物质(或参考标准)对仪器进行核查的程序。

6.5 任何设备，若发现其得出的结果疑似错误或设备有明显缺陷，应立即停止使用该设备并明确标识，直到设备经过测试、校准或检修合格为止。

6.6 禁止任何未经授权调整或篡改设备设置的行为。修改只能在授权人(如技术负责人)批准的情况下进行。任何纠正措施都需要记录，并在投入使用前进行校核。

6.7 任何情况下，新购买的设备和耗材在未进行检查、校准或参照相关测试要求进行确认前不得使用。

7 质量保证程序

7.1 为持续控制测试过程和测试结果使其达到使用者和客户的要求，实验室应建立质量保证程序，应对相应的构成元素建立质量程序文件，并加以完善执行。

7.2 质量保证程序的重要构成元素如下：

- a) 样品识别和数据控制:有程序文件规定样品的采取、接收、识别、制备和保存方法,采样和检验数据以受控方式存储。
- b) 设备校准:有程序文件规定仪器设备的检定、校准或校核,采用标准物质、监控样品或计量设备校准、对仪器设备进行校核,确保其提供准确结果。
- c) 测试方法:任何技术操作如采样、制样、设备校准或测试都需要参照最新的被认可的标准文件来执行。
- d) 测试质量控制:提供给客户的数据都需要经过质量控制程序的检验,应记录并定期核查质量控制程序的所有检验结果(第 12 章和附录 A)。
- e) 数据审查、控制和报告:程序文件规定数据的传递、审查和报告,确保每一次测试的结果都能客观、准确、清晰地反映被测样品的品质。

8 煤样采取、接收和管理

8.1 若实验室采集总样,则采样人员应经过培训且能够确保采样过程中所有操作均符合相应采样标准(如 GB 475 或 GB/T 19494.1)的规定。

8.2 实验室对于所使用的机械采样装置有以下职责:

- a) 当设备投入使用或关键构成进行调整时需要对其进行偏倚实验。
- b) 具有书面程序规定并将系统偏倚保持在一个常规的基础上。
- c) 在采样前期和采样过程中均应检查采样质量使其始终满足要求。
- d) 实验室对机械化采样系统的维护、参数调整及偏倚实验结果应详细记录。

8.3 应有程序文件规定样品的接收、保存及处理方法。

8.4 为保证试验样品在任何时候都不会被混淆,实验室必须设置独有的实验样品识别系统。实验室赋予每个样品独有的由字母或者数字组成的样品识别编码(ID),所有样品或二次抽样样品都应贴上自己的样品编码(ID)方便在进行试验时快速查找。实验室的工作记录、数据表格和报告都应清楚地显示样品编码。

8.5 当进行了煤样采取时,每一个样品都应具有其采样记录单,内容包括:工作单号(适用时)、批次重量、采样条件、采样类型、标称最大粒度、采样人员或组织、采样位置、采样时间、样品重量、异常天气状况、实验室收到样品的日期以及采样容器等内容。对于委托样品,每一个样品都应有其样品接受单,内容包括:实验室收到样品的日期、样品重量和样品状态描述等内容。

8.6 在进行检验工作之前,若对送检样品的适用性有所怀疑或样品与描述不符、客户提出的测试要求不明确时,实验室应有相关责任人联系客户进一步核实。实验室工作人员有责任确认样品是否制备妥当,以及在实验过程中根据实验室具体情况落实客户要求。

8.7 实验室应制定详细操作程序用来减少在存储、制备和检验过程中煤样的氧化和损失。煤样或其保留部分在实验结束后应被妥善保存(再一次试验的需要),实验室应单独设置煤样库和安全措施以保障煤样的储存条件和煤样的完整性。

注:密封性能良好的固体容器、塑胶或铝箔自封袋都能很好地保存煤样。然而,再好的保存条件也无法阻止煤样品质随时间不断变化(尤其是低变质程度煤),因此,实验室宜在接收到煤样后尽快完成检验工作。凡在实验室放置时间较长的煤样其实验数据在使用时宜谨慎。

9 样品制备

9.1 制样人员应经过培训且能够确保制样过程中所有操作均符合相应制样标准(如 GB 474 或 GB/T 19494.2)的规定。

9.2 煤样破碎和缩分应选用符合标准要求的设备。

9.2.1 二分器等缩分装置,应密封良好以有效防止煤尘损失,有正确的开口尺寸和斜槽倾角,操作方式正确。

9.2.2 所有试样均应从制样设备(如二分器、破碎机和粉碎机)收回,以防止造成试样偏倚。

9.2.3 为防止样品污染,缩分和破碎设备在每次使用前、后应全面清扫干净。

注:清扫时,不建议使用鼓风机,因为它会将灰尘分散到空气中。用吸尘器较好。在处理小量试样之前,进行全面清扫是非常重要的。

9.3 不论是在制样过程中还是在等待制样中,必须保证样品的完整性。特别注意的是,样品必须保存在适当的温度下和密封的容器中以减少其水分变化、氧化及污染。

9.4 每个缩分阶段的煤样重量必须满足相应制样标准(如 GB 474 或 GB/T 19494.2)的要求。

9.5 应对破碎或粉碎后的煤样粒度进行例行检查,以确认试样达到需要的粒度。应经常检查破碎机的筛板孔径是否合适,每次破碎之前进行检查则更好。

9.6 为减小样品粒度离析(通常最细的颗粒容易移到容器底部),样品在充分混合后不应过度振动。

9.7 煤样在测试前应保存在密封容器中,避免长时间暴露在空气中。

注:为防止氧化和水分变化,可通过实验鉴定容器是否密封完好。重量法是一种简单的鉴定方法,若密封不好则水分分散后会导致重量减小。

10 设备校准和校核

10.1 仪器设备第一次投入使用前或维修后应对其执行校准/检定,并对校准/检定的结果进行评估,以确认仪器设备能够满足检测要求。

10.2 应利用有证标准物质或已校准的测量工具(如温度测量装置)对仪器设备进行期间核查。

10.3 日常工作中,应用标准物质(或参考标准)对仪器设备进行校核。实验室应有文件规定每一项测试(或每一种方法)的校核频率。

10.4 实验室应建立校核数据表或控制图。

10.5 若实验室没有有证标准物质或无法使用标准物质的,其他合适的参考物质也可用于对设备的校核。此类参考材料必须经过和有证标准物质的比对试验、有认证资格的实验室检测认证或标准程序进行验证。当标准物质剩余样品量不到原始总量的 5% 时应停止使用,因为此时容易由于粒度离析引起偏倚。

注:需要特别注意的是尽可能减小煤炭标准物质的污染、氧化和水分变化。若有证标准物质证书中给出的参考值是干基状态时,在使用前宜测定煤样水分含量,以便将干基值换算为空气干燥基值。不建议使用干燥后的煤样直接进行试验,因为在干燥中煤样可能氧化,且烘干后的煤样仍会吸收环境空气中的水分。如果使用干燥后的煤样,建议用坩埚或瓷舟称量煤样并进行干燥,然后将其放入干燥器中待用。

10.6 用有证标准物质进行仪器设备的期间核查或校核时,若标准物质测试结果与其证书参考值出现显著性差异,实验室应查找原因(参考 12.3.6)。

注:当煤炭标准物质使用较长时间后,需对标准物质进行期间核查。可用已经证实合格的仪器测定待核查的标准物质,如发热量、挥发分和碳的测定值在标准物质证书给出的不确定度范围内,说明该标准物质有效。

11 测试

11.1 实验室应采用现行有效的标准方法或程序进行样品检测和保存。

11.2 实验人员应经过培训且能够确保所有操作均符合相应标准的规定。

11.3 原始记录单用来记录实验过程中的中间数据和最终结果(除非数据直接由计算机系统记录)。应制定相应程序保障原始记录必须记录在纸质表格或计算机系统。

11.4 若实验室有计算机或智能化设备能直接获取、记录、处理、检索或报出结果,应保证:

- a) 所有使用中的设备均满足相应标准要求。
- b) 专用软件应有合格证书或经过大量数据比对,确认其功能满足使用需求并能提供准确可靠的测试结果。
- c) 应有程序保障计算机系统或智能设备能够在数据采集、存储(包括备份)、传递的全过程中保证数据的完整性。
- d) 计算机或智能设备应进行合理的维护,使其在实验室环境和合理操作下能提供准确可靠的数据。

12 质量控制程序

12.1 检测人员应参与质量控制流程。

12.2 实验室应定期参加实验室间比对或能力验证活动。

12.2.1 实验室应以统计表格或控制图形式保存和总结能力验证项目的数据。

12.2.2 实验室应结合参与能力验证活动的表现确定需要调整和校准的程序及设备,并对所有调整和校准行为进行记录。

12.3 为保证日常检测为受控状态,实验室可采取多种方法进行质量控制。

12.3.1 实验室应保证每一种测试系统都可控,且对其使用统计技术或控制图并及时加以分析和解释(见附录 A)。

12.3.2 应使用标准物质或监控样品对测试系统进行校核。

12.3.3 应及时进行质量控制测量,发现失控情况,避免花费过多精力进行不正确的样品检测。对于连续测定(如一系列煤样中硫含量的分析),控制样品(标准物质或监控样品)的检验应以适当的间隔分布在整个试验阶段。对于多个样品同时测定时(如一批样品同时进行灰分测定),控制样品应同批进行检验。

12.3.4 标准物质检测数据应记录在日志或文件中,并进行统计分析或标识于控制图当中。一般情况下,优先选择控制图,统计或控制图应根据控制状态进行更新。

12.3.5 实验室应按以下原则制定失控状态判定规则:

12.3.5.1 当出现下列现象之一时,就表明测试系统出现偏差,即为失控状态:

- a) 有 1 个或 1 个以上的数据高于上限或低于下限;
- b) 有 7 个连续数值位于中心线的一边;
- 注: 中心线详见附录 A。
- c) 在 11 个连续数值中至少有 10 个位于中心线的一边;
- d) 在 14 个连续数值中至少有 12 个位于中心线的一边;
- e) 7 个或更多个连续点持续上升或降低。

12.3.5.2 如果没有出现失控状态的现象,则表明测试系统是稳定的和受控的。

12.3.6 当测定值超出控制限时,可采用下述方法进行处理:

- a) 确保采用合适的监控样品进行检验;
- b) 确保所有实验数据的完整无误,如果可能,可与原始记录单或计算机上的数据进行核对;
- c) 检查实验条件是否正常,如仪器温度是否正确,实验气氛是否合适,试验时间是否满足方法要求等;
- d) 复查所有实验记录;
- e) 确保所有计算准确无误;
- f) 若控制样品和试验样品同批进行检验,应将该批所有样品重新进行整批检测;

- g) 若控制样品检测发生在样品检测间隔,则应重新检测控制样品。如果只有一个临界值,且重新测定结果没有问题,则替换控制图中的错误值,并接受所有测定结果。如果控制样品重新测定值仍超出控制限,应对设备或程序进行排查,并舍弃自上一控制样品测定以来的所有检验结果;
- h) 如果上述检查很难发现原因,试验人员应假设系统失控,并应全程跟踪测试过程,通过一系列的检查点来确定误差发生的位置。

13 结果审核和报出

13.1 所有结果都应被检查确认,包括所有需求检测项目是否完成和所有检测工作是否按照既定方法执行。

13.1.1 只有一个或有限的责任人负责审核工作。

13.1.2 责任人有权在可疑数据出现时要求重新试验或校核设备。

注:通常情况下,可根据不同参数间的相互关系判断数据的正确性。例如,实验室在检测同一样品的发热量、挥发分或其他指标时可将测定值转化为干燥基、无灰基等状态与较早前的检验数据进行比较。确定来源的样品可以根据元素含量估算其发热量(如果有各元素含量的话),在干燥无灰基状态下可利用一批煤的性质判断与其余几批煤的一致性。

13.2 实验报告应清晰、准确、直接、客观地报告检测结果。

附录 A

(资料性附录)

监控样品及控制图的使用

A.1 监控样品的制备与使用

A.1.1 概述

A.1.1.1 当没有适宜的标准物质时,实验室可使用监控样品进行日常质量监控。

A.1.1.2 监控样品性质应与实验室日常检验样品尽量相似。

A.1.1.3 监控样品必须均匀性良好。

A.1.1.4 监控样品应保证预期使用时期内性质稳定。煤的水分变化和氧化会导致稳定性的长期变化,应采取措施尽可能减小水分变化和氧化以保证样品的稳定性。

A.1.2 监控样品的选择

A.1.2.1 若实验室检测的煤样参数基本稳定时,可只选择一种监控样品;若实验室检测的煤样参数范围较宽,则应选择能覆盖整个测试范围的一系列监控样品。

A.1.2.2 专门从事煤炭检测的实验室,最经济的监控样品是已经过检测的日常样品。样品的质量应保证在合理时间内(如 30 d)使用且符合上述的各项要求。

A.1.2.3 能力验证或实验室比对样品也可作为监控样品使用。

A.1.3 监控样品的制备

A.1.3.1 用作监控样品的煤样在制备时应达到实验室空气平衡状态,尽量减少其使用过程中的水分变化。

A.1.3.2 样品粒度应满足试验方法要求。

A.1.3.3 若样品的监控参数及水分含量相对稳定,实验室应在同样条件下尽可能多地制备监控样品。若样品的监控参数和水分含量易发生变化,实验室应在其变化发生前用尽可能多的煤样制备监控样品。

A.1.3.4 新的监控样品应在上一个旧监控样品用完之前制备完毕,以保证在旧样品用完时能迅速投入使用并准备新的控制图。

A.1.4 监控样品的使用

A.1.4.1 监控样品应在待测样品测试前或测试中插入测量。

A.1.4.2 实验室应建立监控样品的使用记录,详细记录其使用时间和使用范围(如在检测何样品时使用了监控样品)。

A.1.4.3 监控样品试验数据应标示在控制图上,以便观察其属性和过程的变化。

A.1.4.4 当监控样品剩余量小于容器体积或其初始量的 5%时应停止使用。

A.1.5 控制图中心线与控制限值的确定

A.1.5.1 使用标准物质时,以标准物质证书给出的认定值为中心线值,以(认定值±不确定度)为上、下控制限值。该不确定度 U_c 为认定值与测定结果的合成不确定度,可按式(A.1)计算:

$$U_c = \sqrt{U^2 + \frac{r^2}{2n}} \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

- U —— 认定值的不确定度；
- r —— 测定方法的重复性限；
- n —— 重复测定的次数。

注：若 $n=2$, U_c 可以使用标准物质证书给出的用户使用参考不确定度的值。

A.1.5.2 以能力验证或实验室比对样品充当监控样品使用时，以能力验证报告中提供的中位值为中心线值，以 2 倍的 IQR 值为上、下控制限值（中位值 $\pm 2\text{IQR}$ ）。

A.1.5.3 使用监控样品时，如下确定中心线与控制限值：

A.1.5.3.1 用已经证实合格的仪器，由至少 2 名检测人员对监控样品进行多组重复测定，组内重复测定次数 n ，测定组数 m ，至少得到 12 组重复测定数值。

A.1.5.3.2 进行如下计算：

计算组内重复测定值的极差 R 和平均值 $\bar{X}$ ，见式(A.2)和式(A.3)：

$$R = X_{\max} - X_{\min} \quad \dots\dots\dots (\text{A.2})$$

$$\bar{X} = \sum_{i=1}^n X_i / n \quad \dots\dots\dots (\text{A.3})$$

式中：

- X_i —— 第 i 个组内测定值；
- $X_{\max}$ —— 组内测定值中最大值；
- $X_{\min}$ —— 组内测定值中最小值；
- n —— 组内重复测定次数。

计算各组极差平均值 $\bar{R}$ 和总平均值 $\bar{\bar{X}}$ ，见式(A.4)和式(A.5)：

$$\bar{R} = \sum_{j=1}^m R_j / m \quad \dots\dots\dots (\text{A.4})$$

$$\bar{\bar{X}} = \sum_{j=1}^m \bar{X}_j / m \quad \dots\dots\dots (\text{A.5})$$

式中：

- R_j —— 第 j 组测定的极差；
- $\bar{X}_j$ —— 第 j 组测定组内平均值；
- m —— 测定组数。

计算上、下控制限值，见式(A.6)和式(A.7)：

$$\text{UCL} = \bar{\bar{X}} + A_2 \bar{R} \quad \dots\dots\dots (\text{A.6})$$

$$\text{LCL} = \bar{\bar{X}} - A_2 \bar{R} \quad \dots\dots\dots (\text{A.7})$$

式中：

- UCL —— 上控制限；
- LCL —— 下控制限；
- A_2 —— 由表 A.1 查出的系数。

表 A.1 控制图用系数表

测定次数 n	2	3	4	5
A_2	1.880	1.023	0.729	0.577

A.1.5.3.3 以 $\bar{\bar{X}}$ 为中心线值，UCL 为上控制限值，LCL 为下控制限值。

A.1.5.3.4 以下举例说明中心线与控制限值的确定：

由两名测定人员(代号 A 和 B)对一个监控样品进行了 12 组灰分的重复测定,每组重复测定 2 次,将测定数据换算为 A_d ,测定数据见表 A.2。

表 A.2 $A_d(\%)$ 测定数据表

组号, j	测定人	$A_d/\%$			
		组内测定次数(i)及测定值		R	$\bar{X}$
		1	2		
1	A	16.23	16.30	0.07	16.265
2	A	16.12	16.33	0.21	16.225
3	A	16.25	16.11	0.14	16.180
4	A	16.22	16.20	0.02	16.210
5	A	16.18	16.24	0.06	16.210
6	A	16.10	16.28	0.18	16.190
7	B	16.35	16.15	0.20	16.250
8	B	16.20	16.35	0.15	16.275
9	B	16.25	16.25	0.00	16.250
10	B	16.13	16.18	0.05	16.155
11	B	16.40	16.23	0.17	16.315
12	B	16.19	16.30	0.11	16.245

由表 A.2 数据计算出:

$$\bar{R} = \sum_{j=1}^m R_j / m = 0.11$$

$$\bar{\bar{X}} = \sum_{j=1}^m \bar{X}_j / m = 16.23$$

组内重复测定次数 $n=2$, 由表 A.1 查得, $A_2=1.880$ 。

$$UCL = \bar{\bar{X}} + A_2 \bar{R} = 16.23 + 1.880 \times 0.11 = 16.23 + 0.21 = 16.44$$

$$LCL = \bar{\bar{X}} - A_2 \bar{R} = 16.23 - 1.880 \times 0.11 = 16.23 - 0.21 = 16.02$$

该监控样品灰分($A_d, \%$)中心线值为 16.23%, 上控制限为 16.44%, 下控制限为 16.02%。

A.2 控制图绘制与失控状态判定示例

A.2.1 控制图的绘制

某实验室用一标准物质每天一次进行灰分的测定,最近 14 天的数据见表 A.3。

表 A.3 标准物质灰分测定数据

天数	1	2	3	4	5	6	7
$A_d/\%$	19.05	18.78	19.20	19.31	19.15	19.23	19.25
天数	8	9	10	11	12	13	14
$A_d/\%$	19.17	19.03	19.14	19.12	18.91	19.02	19.00

该标准物质的标准值为 $A_d = 19.19\%$ ，用户使用参考不确定度 0.38% 。

以天数为横坐标， A_d 为纵坐标，标准值 19.19% 为中心线， $19.19\% \pm 0.38\%$ 为上、下控制线，绘制控制图，见图 A.1。

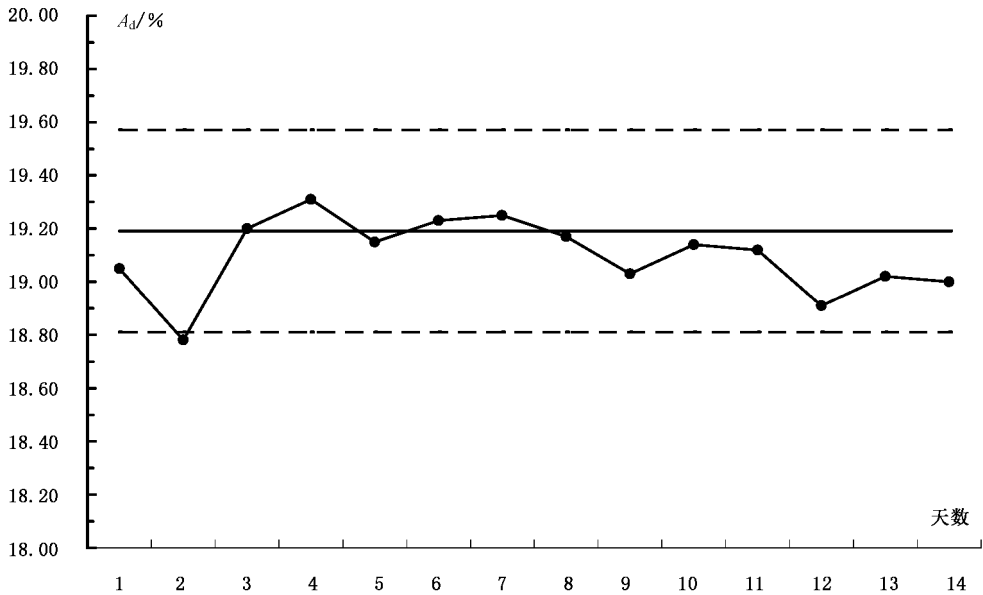


图 A.1 灰分测定控制图示例

A.2.2 控制图分析

A.2.2.1 失控状态例一

第 2 天，测定数值为 18.78% ，低于下控制线，说明灰分测定系统出现问题。此时应停止使用相关仪器进行灰分测定，并对仪器设备和操作等环节进行检查。

经对灰分测定用马弗炉进行检查后发现，由于零点温度漂移，造成马弗炉温度测定系统的显示温度高于实际温度，使得实际测定温度偏低。对马弗炉维修、检定后问题解决。

对事件发生前 5 d 的煤样进行复查，未发现问题。

A.2.2.2 失控状态例二

第 8 天～第 14 天，连续 7 d 测定值均位于中心线下方，说明灰分测定系统出现问题。

经检查发现，新更换的检验员操作手法有误。对该检验员重新进行培训，合格后才能进行正常样品灰分的测定。