

中华人民共和国国家标准

GB/T 18856.1—2008
代替 GB/T 18856.1—2002

水煤浆试验方法 第 1 部分：采样

Test methods for coal water mixture—
Part 1: Sampling

2008-07-29 发布

2009-04-01 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

目 次

前言	I
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 采样的一般原则	3
5 采样方案	3
6 水煤浆流采样方法	6
7 静止水煤浆采样方法	9
8 试样制备	10
9 试样的包装和标识	12
10 采样报告	12
附录 A (资料性附录) 合适的水煤浆流机械化采样器的示例	13
附录 B (资料性附录) 不合适的水煤浆流机械化采样器的示例	15
附录 C (资料性附录) 水煤浆流手工采样器的示例	17
附录 D (资料性附录) 静止水煤浆采样器的示例	18

前 言

本次修订的 GB/T 18856《水煤浆试验方法》分为 7 个部分：

- 第 1 部分：采样；
- 第 2 部分：浓度测定；
- 第 3 部分：筛分试验；
- 第 4 部分：表观黏度测定；
- 第 5 部分：稳定性测定；
- 第 6 部分：密度测定；
- 第 7 部分：pH 值测定。

本标准代替 GB/T 18856—2002《水煤浆质量试验方法》。

本标准与 GB/T 18856—2002 相比，主要差异如下：

- 删除了第 6 部分：水煤浆发热量测定方法；
- 删除了第 7 部分：水煤浆工业分析方法；
- 删除了第 8 部分：水煤浆全硫测定方法；
- 删除了第 10 部分：水煤浆灰熔融性测定方法；
- 删除了第 11 部分：水煤浆碳氢测定方法；
- 删除了第 12 部分：水煤浆氮测定方法；
- 删除了第 13 部分：水煤浆灰成分测定方法。

删除的内容分别整合到相关的煤和煤灰的测定方法标准中。

本部分是 GB/T 18856 的第 1 部分。

本部分代替 GB/T 18856.1—2002《水煤浆采样方法》。

本部分与 GB/T 18856.1—2002 相比主要变化如下：

- 本部分增加了以下内容：
 - 采样的一般原则(本版第 4 章)；
 - 专用采样方案(本版 5.3)；
 - 采样器的基本要求和落流采样器的设计(本版 6.6 和 7.3)；
 - 水煤浆试样和干燥水煤浆试样的制备(本版第 8 章)；
 - 试样的包装和标识以及采样报告(本版第 9 章和第 10 章)；
- 本部分删除了水煤浆流中部取样法(2002 年版 3.3.2)；
- 本部分修改了采样单元量少于 900t 时的最小子样数(2002 年版 4.4.2.4, 本版 5.2.3.2)；
- 本部分修改了提斗采样器的尺寸(2002 年版附录 A, 本版附录 D)。

本部分的附录 A、附录 B、附录 C 和附录 D 为资料性附录。

本部分由中国煤炭工业协会提出。

本部分由全国煤炭标准化技术委员会归口。

本部分起草单位：煤炭科学研究总院煤炭分析实验室。

本部分主要起草人：孙刚、韩立亭。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 18856.1—2002。

水煤浆试验方法

第 1 部分：采样

1 范围

GB/T 18856 的本部分规定了水煤浆采样的术语和定义、采样的一般原则、采样方案的建立、水煤浆流采样方法、静止水煤浆采样方法、试样制备、试样的包装和标识、以及采样报告。

本部分适用于各种水煤浆。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 18856 的本部分的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 212 煤的工业分析方法（GB/T 212—2008，ISO 11722：1999；ISO 1171：1997；ISO 562：1998，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—Part 8：Methods of testing for bias，NEQ）

3 术语和定义

下列术语和定义适用于 GB/T 18856 的本部分。

3.1

水煤浆 **coal water mixture**

将煤、水和少量添加剂经过物理加工过程制成的具有一定细度、能流动的稳定浆体。

3.2

采样 **sampling**

从大量水煤浆中采取具有代表性的一部分水煤浆的过程。

3.3

批 **lot**

需要进行整体性质测定的一个独立水煤浆量。

3.4

采样单元 **sampling unit**

从一批水煤浆中采取一个总样的水煤浆量。一批水煤浆可以是 1 个或多个采样单元。

注：相当于 ISO 20904 中的 sub lot（一批水煤浆中的部分，其给出所需的一个试验结果）。

3.5

子样 **increment**

采样器具操作一次或截取一次水煤浆流全横截段所采取的一份样。

3.6

初级子样 primary increment

在采样第1阶段、于任何干燥和缩分之前采取的子样。

3.7

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水煤浆试样。

3.8

总样 gross sample

从一采样单元取出的全部子样合并成的水煤浆试样。

3.9

水煤浆试样 sample of coal water mixture

为确定某些特性而从水煤浆中采取的具有代表性的一部分水煤浆。

3.10

水煤浆干燥试样 analysis test sample of dried coal-water-mixture

水煤浆经干燥处理后制备成粒度小于0.2 mm并达到空气干燥状态的水煤浆固体试样。

3.11

标称最大粒度 nominal top size

与筛上物累计质量分数最接近(但不大于)5%的筛子相应的筛孔尺寸。

3.12

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间隔内随机采取,其余子样按选定的间隔采取。

3.13

随机采样 random sampling

采取子样时,对采样的部位或时间均不施加任何人为意志,能使任何部位的物料都有机会被采出。

3.14

时间基采样 time-basis sampling

对整个采样单元按相同的时间间隔采取子样。

3.15

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。

3.16

精密度 precision

在规定条件下所得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。

3.17

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。

3.18

上部样 upper section sample

从水煤浆液面至全深度的1/3处全液层采取的子样。

3.19

中部样 central section sample

从水煤浆全深度的1/3处至2/3处全液层采取的子样。

3.20

下部样 lower section sample

从水煤浆全深度的 2/3 处至底面全液层采取的子样。

4 采样的一般原则

若要一采样方案能提供有代表性的试样,那么一批水煤浆的所有部分均应有相等的几率被采集并出现在试样中。与上述要求的任何偏离都将导致一定程度甚至不可接受的准确度的损失。存在不正确采样技术的采样方案,如被采样的批水煤浆各部分被采出的几率不一致,将不应得到有代表性的试样。

水煤浆采样最好的方式是在水煤浆落流处机械切取完整的水煤浆流横段。若不应以这种方式采样,由于固体的分层而导致的水煤浆浓度的不匀将可能给采集的试样带来偏倚。

对于静止水煤浆,例如在罐、容器中的水煤浆,因为无法确保水煤浆的各个部分以相等的几率被采集在试样中,而不宜直接采取,最好在装卸水煤浆时从移动水煤浆流中采样。

5 采样方案

5.1 采样方案选择

本部分规定了两种采样方案:基本采样方案和专用采样方案。采样原则上按本章规定的基本采样方案进行,在下列情况下须另行设计专用采样方案。专用采样方案在征得有关方同意后方可实施。

- a) 要求以特定的精密度进行采样时;
- b) 经有关方同意需另行设计采样方案时。

5.2 基本采样方案

5.2.1 采样单元的划分

5.2.1.1 以 900 t 为一基本采样单元量。

5.2.1.2 当批量大于 900 t 时,既可作为一个采样单元,也可根据实际情况或按式(1)划分为 m 个采样单元:

$$m = \sqrt{\frac{M}{900}} \dots\dots\dots (1)$$

式中:
 M ——被采样水煤浆批量,单位为吨(t)。
将一批水煤浆分为若干个采样单元时,采样精密度优于作为一个采样单元时的采样精密度。

5.2.2 每个采样单元子样数

5.2.2.1 基本采样单元子样数

900 t 水煤浆应采取的最少子样数目为 15。

5.2.2.2 采样单元量少于 900 t 时的子样数

采样单元水煤浆量小于 900 t 时,子样数目按比例递减,但不应少于 10 个子样。

5.2.2.3 采样单元量大于 900 t 时的子样数

采样单元量超过 900 t 时的子样数目,按式(2)计算:

$$N = 15 \sqrt{\frac{M}{900}} \dots\dots\dots (2)$$

式中:
 N ——实际应采子样数目;
 M ——采样单元水煤浆量,单位为吨(t)。

5.2.3 子样和总样体积

5.2.3.1 水煤浆流采样

5.2.3.1.1 子样体积

初级子样体积取决于水煤浆流量和采样器开口尺寸,可按式(3)计算,但不应小于 0.5 L:

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

式中:

- V——初级子样体积,单位为升(L);
- C——水煤浆流量,单位为吨每小时(t/h);
- b——采样器开口尺寸,单位为毫米(mm);
- ρ ——水煤浆密度,单位为千克每升(kg/L);
- v——采样器速度,单位为米每秒(m/s)。

5.2.3.1.2 总样体积

总样体积为子样体积之和,但不应小于 5 L。

5.2.3.2 静止水煤浆采样

5.2.3.2.1 子样体积

初级子样最小体积为 0.5 L。

5.2.3.2.2 总样体积

总样体积为子样体积之和,但不应小于 5 L。

5.3 专用采样方案的设计

5.3.1 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) 明确采样目的:贸易、监测设备性能和过程控制等;
- b) 确定水煤浆来源、批量、密度、浓度、固体标称最大粒度以及采样地点;
- c) 确定欲测量的品质参数和需要的试样类型;
- d) 确定要求的精密度;

注:若要求的精密度导致过多的子样数或采样单元数,则可降低精密度要求。

- e) 测定水煤浆的变异性(即初级子样方差)和制样化验方差;
- f) 确定采样单元数和采样单元的子样数;
- g) 确定总样和子样的最小体积;
- h) 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);
- i) 决定将子样合并成总样的方法;
- j) 决定试样制备方法。

5.3.2 采样各程序的设计

5.3.2.1 概述

采样方案的设计是根据实际情况拟定供采样人员使用的作业指导书的第一步。

作业指导书是实施采样的操作细则,应涵盖采样方案中所有的要素和可能遇到的问题,指导书应简单、易懂、可行、只能有唯一的解释并被采样人员充分理解和执行。

根据采样目的——技术评定、过程控制、质量控制或商业目的决定试样的类型:水煤浆试样、干燥水煤浆试样、粒度分析水煤浆试样或其他专用试样。根据采样目的和试样类型决定测定的品质参数:水煤浆浓度、密度、灰分、水分、粒度组成或其他物理化学特性参数。

在设计采样方案的同时,还应制定相应的安全操作规程。

5.3.2.2 精密度的确定

5.3.2.2.1 概述

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。由于不应确切了解“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。对同一水煤浆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。

原则上讲，可以设计出能获得任意精密度水平的采样方案。

估算精密度的方法理论在 GB/T 19494.3 中叙述。对于连续采样，按式(4)估算精密度：

$$P_L = 2 \sqrt{\frac{V_1 + V_{PT}}{n}} \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中：

P_L ——一批水煤浆的在 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 ——每一采样单元的子样数目；

m ——一批水煤浆被划分成的采样单元数目；

V_{PT} ——制样和化验方差。

5.3.2.2.2 采样精密度的确定

要求达到的采样总精密度应由有关各方协商确定，在缺乏协议精密度下，对干燥水煤浆固体品质测定可取干基灰分的十分之一；对其他水煤浆浆体品质参数测定，可取其浓度测定精密度(重复性限)的 $5/\sqrt{2}$ 倍。

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 5.3.2.4 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；当怀疑被采样水煤浆的变异性增大时，也要对采样精密度进行核验。

5.3.2.3 水煤浆变异性的确定

5.3.2.3.1 初级子样方差

在式(4)中的初级子样方差(V_1)取决于水煤浆种类、加工处理和混匀程度、固体物质标称最大粒度、测量参数的绝对值、子样体积等。初级子样方差可通过以下方法之一求得：

- 按 GB/T 19494.3 所述的方法直接测定，对干燥水煤浆试样，一般用固体物质灰分值测定；对水煤浆浆体品质测定试样，一般用水煤浆浓度值测定；
- 根据类似的水煤浆在类似的采样系统中测定的初级子样方差确定；
- 在没有子样方差资料情况下，对于灰分，可开始假定 $V_1 = 20$ ，然后在采样后按 GB/T 19494.3 规定的方法核对。

5.3.2.3.2 制样和化验方差

制样和化验方差 V_{PT} 可通过以下方法之一求得：

- 按 GB/T 19494.3 所述的方法直接测定；对干燥水煤浆试样，一般用固体物质灰分值测定；对水煤浆浆体品质测定试样，一般用水煤浆浓度值测定；
- 根据类似的水煤浆在类似的采样系统中测定的制样和化验方差确定；
- 在没有制样和化验方差资料情况下，对于灰分，可开始假定 $V_{PT} = 0.2$ ，然后在制样和化验后按 GB/T 19494.3 规定的方法核对。

5.3.2.4 采样单元、采样单元数和每个采样单元的子样数

5.3.2.4.1 采样单元

对大批量水煤浆(如轮船载水煤浆)基本采样单元 M_0 为 4 000 t；对小批量水煤浆(如罐车、容器载水煤浆) M_0 为 900 t。

5.3.2.4.2 采样单元数

一批水煤浆可作为一个采样单元采样，也可分为若干采样单元采样。

为了下述目的,宜将一批水煤浆分成数个采样单元:

- 提高采样的精密度,使之达到要求的值;
- 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;
- 当采样周期很长时,便于管理;
- 使试样量不致太大,便于处理。

按式(5)计算起始采样单元数:

$$m = \sqrt{\frac{M}{M_0}} \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

m ——起始采样单元数;

M ——批水煤浆量,单位为吨(t);

M_0 ——起始采样单元水煤浆量,单位为吨(t)。

5.3.2.4.3 每个采样单元的子样数

- 批量大于基本采样单元量并分若干采样单元采样时,按式(6)计算每个采样单元的子样数:

$$n = \frac{4V_1}{mP_L^2 - 4V_{PT}} \quad \dots\dots\dots (6)$$

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(6)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(7)计算 m :

$$m = \frac{4V_1 + 4nV_{PT}}{nP_L^2} \quad \dots\dots\dots (7)$$

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 $n=10$ 。

- 批量大于基本采样单元量(900 t 或 4 000 t)的水煤浆作一个采样单元采样时,按式(8)计算子样数:

$$n = \frac{4V_1}{P_L^2 - 4V_{PT}} \sqrt{\frac{M}{M_0}} \quad \dots\dots\dots (8)$$

- 批量小于基本采样单元量的水煤浆作一个采样单元采样时,子样数可按比例递减,但不应少于 10,且总样的体积应符合 5.2.3 的规定。

5.3.2.5 子样和总样体积确定

子样和总样体积按 5.2.3 规定确定。

6 水煤浆流采样方法

6.1 概述

从操作方便和经济的角度出发,水煤浆流采样一般按时间基系统采样方式或分层随机采样方式进行。

采样最好用机械化采样系统或机械采样器。在没有机械化系统和机械采样器时,若手工采样能完整截取水煤浆流横截段且对操作者没有任何危险,也可以采用手工采样。考虑到安全和操作困难,本部分不推荐在流量达 100 t/h 以上的水煤浆流中人工采样。

采样时,应尽量截取一完整水煤浆流横截段作为一子样,子样不应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水煤浆流中采取。应尽量避免水煤浆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。

人工采取子样时不应有意地选采,而且子样应一次采出,多不减,少不补。

无论用何种方式采样,都应通过偏倚试验,证明其无实质性偏倚。

6.2 时间基系统采样

6.2.1 子样分布

初级子样应均匀分布于整个采样单元中。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,采样器横过水煤浆流的速度应恒定。如果预先计算的子样数已采够,但该采样单元水煤浆尚未流完,则应以相同的时间间隔继续采样,直至结束。

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

6.2.2 子样间隔

采取子样的时间间隔 $\Delta t(\text{min})$ 按式(9)计算:

$$\Delta t \leq \frac{60m}{Gn} \dots\dots\dots (9)$$

式中:

m ——采样单元质量,单位为吨(t);

G ——水煤浆最大流量,单位为吨每小时(t/h);

n ——总样中初级子样数目。

6.2.3 子样体积

时间基采样的子样体积 $V(\text{L})$ 与水煤浆流量成正比。平均初级子样体积按式(3)计算,但不应小于 0.5 L,否则应调整采样器开口或切割速度,使之达到要求。

6.3 时间基分层随机采样

6.3.1 概述

采样过程中水煤浆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。

时间基分层随机采样不是以相等的时间采取子样,而是在预先划分的时间内以随机时间采取子样。

分层随机采样中,两个分属于不同的时间间隔的子样很可能非常靠近,因此初级采样器的存样容器应该至少能容纳两个子样。

6.3.2 子样分布

子样在预先设定的每一时间间隔内随机采取。

时间基采样按式(9)计算采样时间间隔。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,并到此时间数时采取子样。

6.4 参比采样

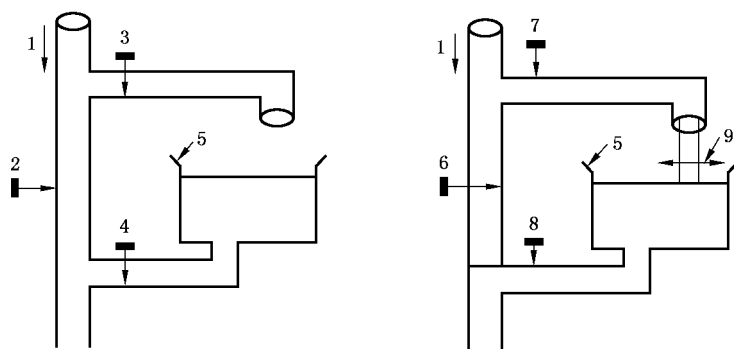
偏倚试验的参比试样,用将一容器置于浆流下接收一定时间或通过一水煤浆管路将其转到合适的容器停留一定的时间的方法采取。

6.5 采样位置的选择

选择采样位置的基本原则如下:

- a) 确保操作人员安全;
- b) 采样器能完整地切割水煤浆流;
- c) 没有明显可见的水煤浆流偏析;
- d) 尽可能接近需测定品质特性的位置。

在大多数情况下,只有水煤浆流转运处(落流处)能满足以上要求。如果没有适当的采样位置,则应设计和安装一个图 1 所示的旁路系统进行采样。



- 1——水煤浆流;
- 2——通道阀(开);
- 3——通道阀(关);
- 4——通道阀(关);
- 5——槽;
- 6——通道阀(关);
- 7——通道阀(开);
- 8——通道阀(开);
- 9——切割器。

图 1 旁路采样示意图

6.6 水煤浆流采样器

6.6.1 机械采样器

6.6.1.1 概述

在水煤浆流中采样的令人满意的采样器为落流采样器。它从流体的运行路线中收集子样,如在浆的转换(落流)处或贮藏罐的进(出)口处。若落流切割器能通过水煤浆流的整个宽度和厚度,也能用于在开口斜槽的落流处采样。

本部分不推荐使用不应截取水煤浆流完整横截段的探管或旁路采样器(见附录 B 图 B.1 和 B.2)。

6.6.1.2 落流采样器的设计

6.6.1.2.1 设计禁忌

采样系统设计应避免以下情况:

- a) 试样溢出或浆体在卸浆管外部或卸浆槽下部滴滴及回流而损失;
- b) 浆体子样流动受阻而产生回流或溢出;
- c) 各次切割间残浆沾在切割器上;
- d) 试样污染。

6.6.1.2.2 基本要求

采样切割器应满足以下要求:

- a) 能自我清洗,如用不锈钢制作或用聚亚胺酯材料作内衬,以将每个子样排尽;
- b) 除了试样外,没有其他水煤浆进入切割器,如应防止切割器在停放位置时水煤浆溅入;
- c) 应收集完整的水煤浆横截段,切割器前缘和后缘应以相同的轨迹运行;
- d) 应沿与浆流运行主轨迹垂直的平面或弧面切割水煤浆流;
- e) 应以均匀的速度切割浆流,速度变化在平均速度的 10% 以内;
- f) 开口的几何形状应保证浆流中任一点的切割时间接近相等,其变化不超过 10%;
- g) 切割开口尺寸不小于 30 mm;
- h) 应能容纳在最大流量下的截取的整个子样,且不会从切割器口回流而导致试样损失。

6.6.1.2.3 切割器的速度

在设计机械切割器时,切割器的速度是最重要设计参数之一。切割器速度太快,将导致:

- a) 大颗粒偏析而引起试样偏倚;
- b) 过度的扰动引起水煤浆回弹和飞溅,从而导致试样偏倚;
- c) 冲击载荷问题,同时使切割浆流速度难以维持恒定。

对于落流切割器,切割器速度应不大于 0.6 m/s,否则可能会引起采样偏倚。

不管切割器的运行速度和开口尺寸如何,切割器应经试验证实无不可接受的(实质性)偏倚。

6.6.1.3 示例

附录 A 给出了几种推荐使用的机械化采样器,其他的符合本部分要求、且被试验证明无实质性偏倚的初级采样器也可使用。

附录 B 给出的几种机械化采样器,因采取子样的方式不正确且具有选择性,不推荐使用。

6.6.2 人工采样工具

6.6.2.1 基本要求

人工采样工具应满足以下要求:

- a) 采样器的开口宽度不小于 30 mm;
- b) 采样器的容量应至少能容纳 1 个子样,且不被试样充满,水煤浆不会从器具中溢出或泄漏;
- c) 如果用于落流采样,采样器开口的长度大于被截取水煤浆流的全宽度(前后移动截取时)或全厚度(左右移动截取时);
- d) 粘附在器具上的水煤浆应尽量少且易排出。

6.6.2.2 示例

附录 C 给出了几种推荐使用的人工采样器,其他的符合本部分要求、且无实质性偏倚的人工采样工具也可使用。

7 静止水煤浆采样方法

7.1 概述

本部分规定的静止水煤浆采样方法主要适用于罐车、容器和轮船船舱中水煤浆采样。

静止水煤浆采样应首选在装(或卸)水煤浆过程中于水煤浆流中采取,如不具备在装(或卸)水煤浆过程中采样的条件,也可对静止水煤浆直接采样。

直接从静止水煤浆中采样时,应采取不同深度(上、中、下)的试样。

7.2 子样采取方法

7.2.1 子样分布方法

将水煤浆罐车、容器或轮船船舱按深度分成上、中、下三层(在可能情况下按前、中、后分为 3 区,每区再分成上、中、下三层),将各层(或各区和各层)编号。第一个子样从第一个罐车(容器或轮船船舱)中随机选择的层(或区和层)采取,其余子样按编号的顺序从后继罐车(容器或轮船船舱)的层(或区和层)中轮流采取。

7.2.2 罐车采样

7.2.2.1 罐车的选择

当要求的子样数等于和少于一采样单元的罐车数时,每一罐车应采取一个子样;当要求的子样数多于一采样单元的罐车数时,每一罐车应采的子样数等于总子样数除以罐车数,如除后有余数,则余数子样应分布于整个采样单元。分布余数子样的罐车可用系统方法选择(如每隔若干罐车增采一个子样)。

7.2.2.2 子样位置选择

子样位置按 7.2.1 所述决定。

所采子样中上部样、中部样和下部样子样数目应该相等,如有必要可对每辆罐车进行上部、中部、下部取样。

7.2.3 容器采样

容器子样分布与罐车采样相同(见 7.2.2)。

7.2.4 驳船采样

船舱子样分布原则上与罐车采样相同(见 7.2.2)。

7.3 静止水煤浆采样器

7.3.1 基本要求

凡满足以下要求并经试验证明无实质性偏倚的采样器都可使用:

- a) 采样器具的开口宽度不小于 30 mm,采样器的高度最好不低于水煤浆全液层深度的 1/3;
- b) 采样器的容量应至少为 0.5 L;
- c) 子样提取过程中,水煤浆不会从器具中溢出或泄漏;
- d) 采样器能自我清洗,粘附在器具上的水煤浆应尽量少且易除去。

7.3.2 提斗采样器

图 D.1 的提斗采样器是一种常用的静止水煤浆采样器。采样时,将它垂直插入装有水煤浆罐车、容器和轮船船舱中预定的采样位置,拉起提绳,打开容器压盖,水煤浆即进入容器,待 1 min~2 min 后,松开提绳,压盖在弹簧力的作用下,自动将容器压紧;提出采样器,取出容器,擦净外表面,倒出水煤浆试样。

8 试样制备

8.1 试样的构成

8.1.1 概述

一个试样一般由多个子样合并而成,或由整个采样单元的全部子样合成(即总样),或由一采样单元的一部分子样(即分样)合成。在某些情况下,如偏倚试验时,一个子样即构成一个试样。

8.1.2 子样的合并

8.1.2.1 时间基采样

时间基采样的子样质量正比于采样时的水煤浆流流量,此时的试样可以直接由初级子样合并而成,也可以由以定比缩分法制备到一定阶段的缩分后子样合并而成。

8.1.2.2 质量基采样

如果初级子样质量接近均匀(即子样质量变异系数小于 20%),则可将初级子样合并成试样,或直接合并,或将初级子样用定比缩分法缩分到一定阶段后合并。

如果初级子样质量不均匀,则应将它们按定质量缩分法缩分到一定质量后合并成试样。

8.1.3 试样的合并

一个试样也可以由若干个较小的试样合并而成,如一批水煤浆的试样可以由若干采样单元的总样合并而成。此时,各总样的体积或质量应正比于各采样单元水煤浆的体积或质量,使合并后试样的品质参数值为合并前各总样所代表的水煤浆品质参数的加权平均值。各总样可直接合并,也可用定比缩分法缩分到一定阶段后合并。

8.2 水煤浆试样的制备和保存

8.2.1 水煤浆试样的制备

8.2.1.1 缩分

8.2.1.1.1 缩分方法

水煤浆缩分一般采用定比缩分方法,即保留的试样与被缩分试样体积成正比。缩分可对子样进行也可对总样进行。缩分前水煤浆试样应搅拌均匀。

8.2.1.1.2 试样切割数

每个初级子样至少切割 4 次,若缩分连续进行,则后续缩分中,每个切割样至少再切割 1 次。每个

总样至少切割 60 次。若总样由若干分样构成,则每个分样的切割数与分样在总样中所占体积比成正比,且最少为 10 次。由 1 个子样构成的总样的最少切割数为 10 次。

8.2.1.1.3 缩分后试样体积

缩分后总样体积应大于用该样进行的各项分析试验所需试样体积之总和,且不少于 1 000 mL。缩分后子样平均体积为缩分后总样体积除以子样数,但不少于 100 mL。

8.2.1.2 缩分器

8.2.1.2.1 缩分器要求

缩分器应满足以下要求:

- a) 应截取完整的水煤浆横截段;
- b) 切割开口尺寸不小于 30 mm;
- c) 应有自我清洗功能,能完全排出每个子样;
- d) 应沿与浆流运行主轨迹垂直的平面或弧面切割水煤浆流;
- e) 应以不大于 0.6 m/s 的速度切割浆流,速度变化在平均速度的 10% 以内;
- f) 切割开口的几何形状应保证浆流中任一点的切割时间接近相等,其变化不超过 10%;
- g) 应能容纳在最大流量下的单个子样或让其完全通过;
- h) 缩分系统应尽可能密闭,无明显水分损失。

8.2.1.2.2 缩分器型式

水煤浆缩分可用软管式缩分器(见图 A.1)、切割槽式缩分器(见图 A.2)、二分器或其他型式缩分器进行。无论用何种型式缩分器,都应通过试验证明其无实质性偏倚。

8.2.2 水煤浆试样的保存

水煤浆试样应装入不吸水、不透气、与水煤浆不发生作用的密闭容器中,置于无震动、无阳光直射的低湿室内保存。

8.3 干燥水煤浆试样的制备

8.3.1 水煤浆试样的脱水和干燥

从搅拌均匀的水煤浆试样中缩分出一部分(约 100 mL~200 mL)并准确称量(m_1),称准到 0.1%;将水煤浆试样用离心法脱去水分;将全部脱水后试样在温度不超过 50 °C 的干燥箱中鼓风干燥一定时间,然后置于试验室大气中暴露到达到空气干燥状态(连续干燥 1 h 后质量变化不大于 0.1%),并准确称量(m_2),称准到 0.1%。

8.3.2 干燥水煤浆试样破碎和缩分

将全部脱水和干燥后试样用对辊破碎机或其他适当机械或人工方法破碎到粒度小于 1 mm,从中缩分出 60 g~100 g 粉碎到粒度小于 0.2 mm,使之达到空气干燥状态后装入不吸水、无腐蚀的气密容器中。

8.4 共用水煤浆试样制备

图 2 为共用水煤浆试样制备程序示意图。制样中为防止水分损失,缩分最好使用密封式缩分器,而且缩分次数应尽可能少,操作尽量快。

8.5 存查样

8.5.1 水煤浆存查样

水煤浆存查样在试样制备最后阶段分取,体积应不小于 1 000 mL。

水煤浆存查样保存期一般为 1 个月(从试样结果报出日算起)。

8.5.2 干燥水煤浆存查样

干燥水煤浆存查样在试样制备最后阶段分取,质量应不少于 100 g。

干燥水煤浆存查样的保存期一般为 2 个月(从试样结果报出日算起)。

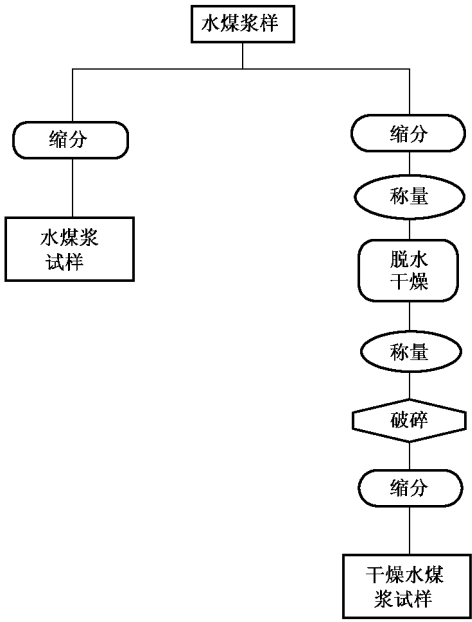


图2 共用水煤浆试样制备程序示意图

9 试样的包装和标识

9.1 试样的包装

水煤浆试样应装在不吸水、不透气、不与浆体发生作用的密闭容器中；干燥水煤浆试样应装在不吸水、无腐蚀的密闭容器中。

9.2 试样的标识

所有试样应有永久性的唯一识别标识，来自同一采样单元或批的水煤浆试样和干燥水煤浆试样的标识应可互相追溯。

水煤浆试样标签或附带文件中应有至少以下信息：

- a) 水煤浆的种类、级别和生产企业及批的名称(罐车名或船及班次)；
- b) 试样类型：水煤浆试样/干燥水煤浆试样或粒度分析水煤浆试样；
- c) 采样地点、日期和时间。

10 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。

采样报告除了应给出第9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) 采样方法和采样基；
- d) 批量、采样单元数和总样体积或质量；
- e) 采样器名称和编号；
- f) 气候和其他可能影响试验结果的现象；
- g) 制样方法、制样时间和地点；
- h) 试验试样、仲裁试样和存查试样的最长保存期；
- i) 任何偏离规定方法的采样及其理由，以及采样中观察到的任何异常情况。

采样报告的有关信息应附在试样标签上，或通知制样人员。

附 录 A
(资料性附录)

合适的水煤浆流机械化采样器的示例

图 A.1 为一种软管式采样器,图 A.2 为一种旋转槽式落流采样器,图 A.3 为一种翻转式落流采样器。

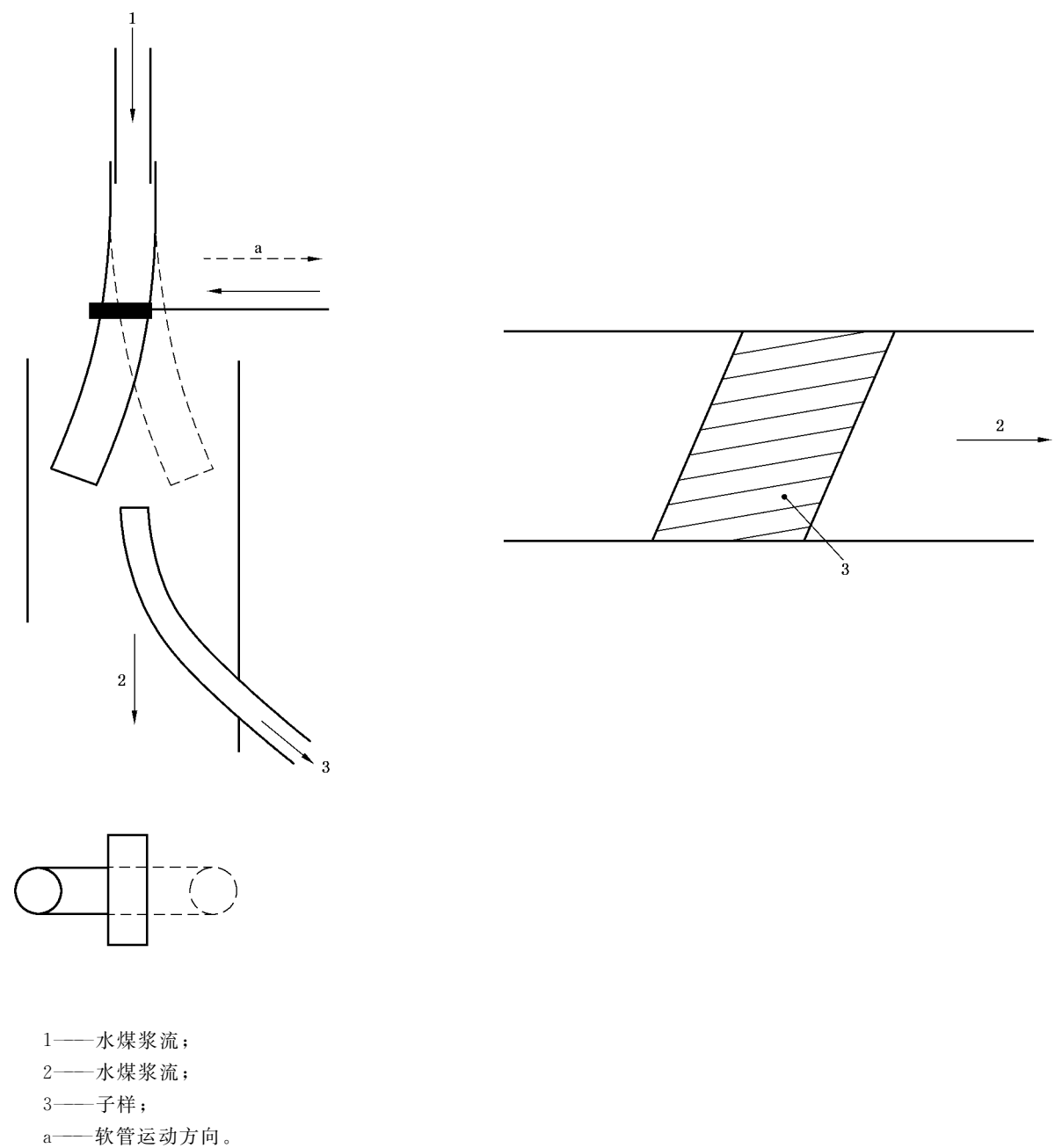


图 A.1 合适的软管式落流采样器

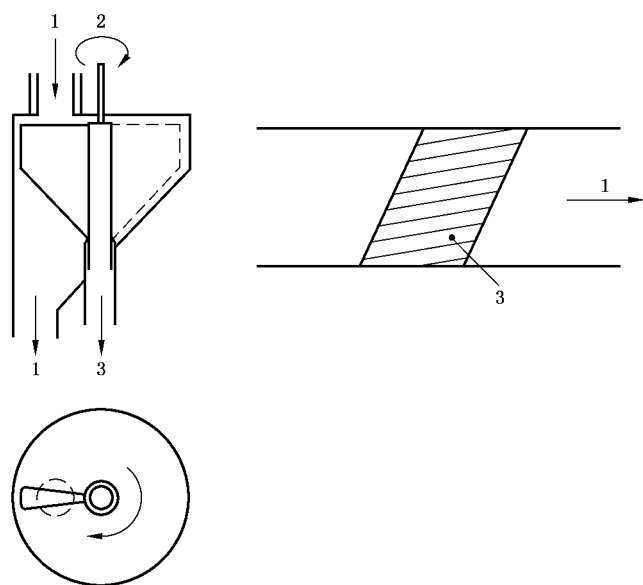


图 A.2 旋转槽式落流采样器

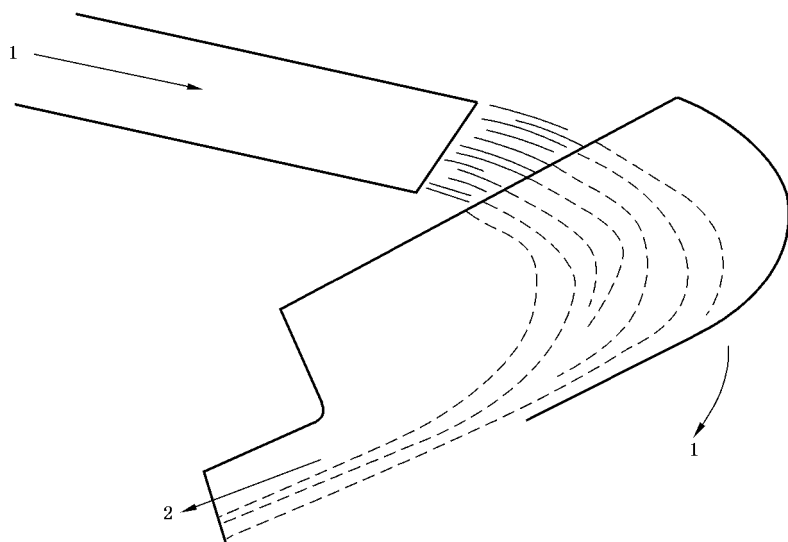
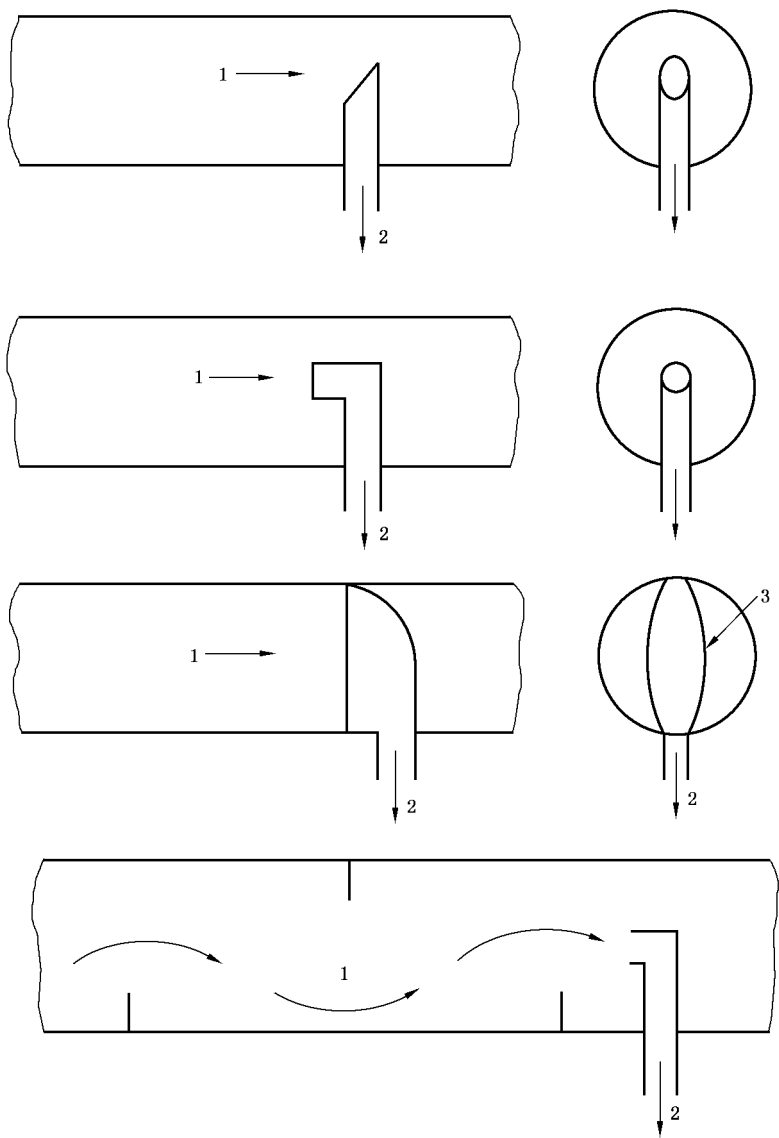


图 A.3 翻转式落流采样器

附录 B
(资料性附录)

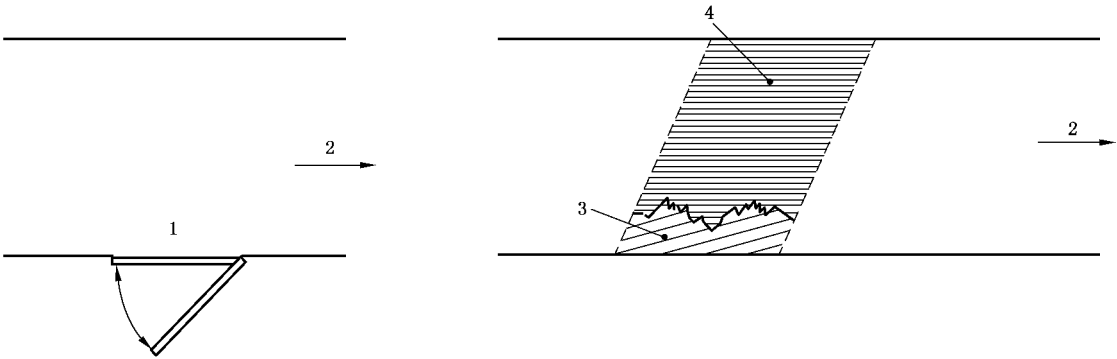
不合适的水煤浆流机械化采样器的示例

图 B.1 为一种探管采样器,图 B.2 为一种旁路采样器,图 B.3 为一种软管采样器。上述采样器均不可避免地会产生系统偏倚,不推荐使用。



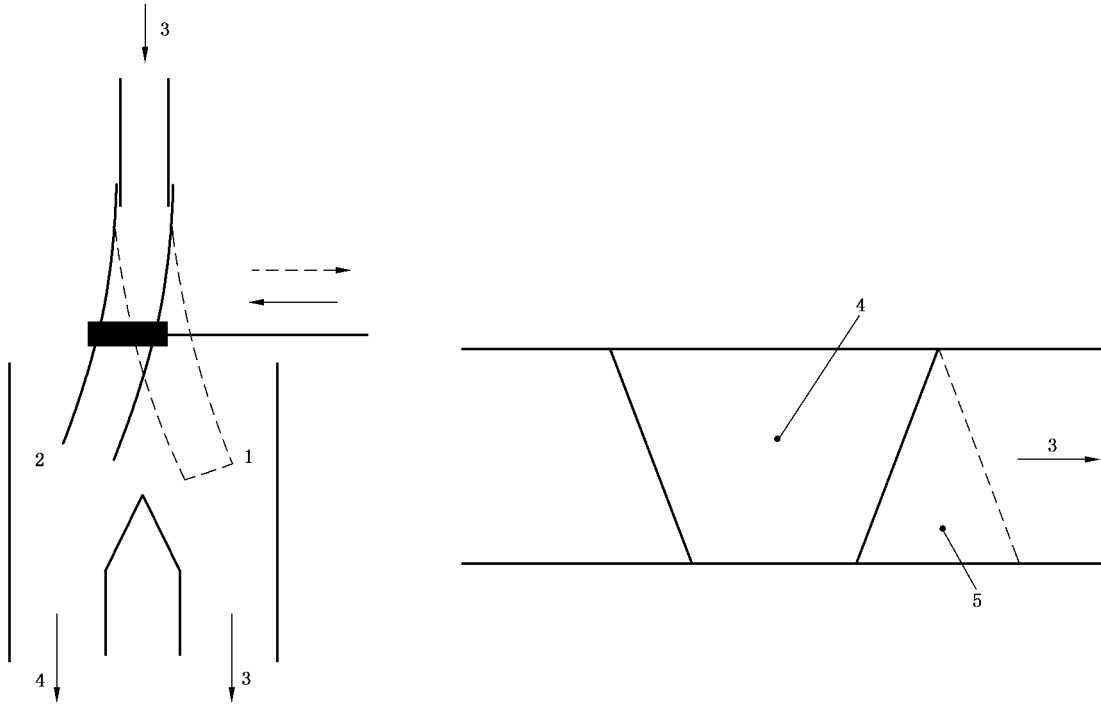
1——水煤浆流；
2——试样；
3——探管孔。

图 B.1 探管采样器



- 1——采样点；
- 2——水煤浆流；
- 3——子样；
- 4——子样中缺失的部分。

图 B.2 旁路采样器

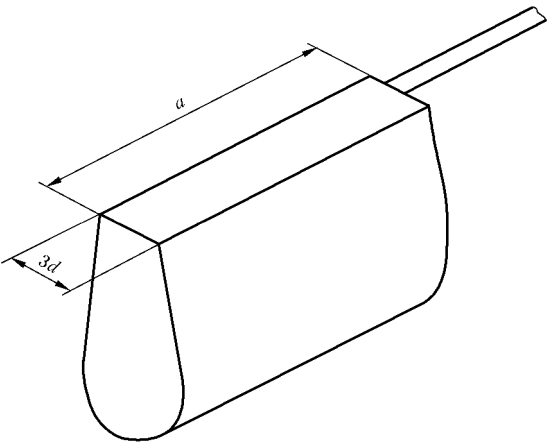


- 1——流动位置；
- 2——采样位置；
- 3——水煤浆流；
- 4——子样；
- 5——子样中缺失的部分。

图 B.3 不正确的软管采样器

附 录 C
(资料性附录)
水煤浆流手工采样器的示例

图 C.1 中给出了手工采样切割器的示例,图 C.2 中给出了手工采样斗的示例。上述采样器可应用于水煤浆流体手工采样。



a ——大于水煤浆流体的厚度。

图 C.1 手工采样切割器

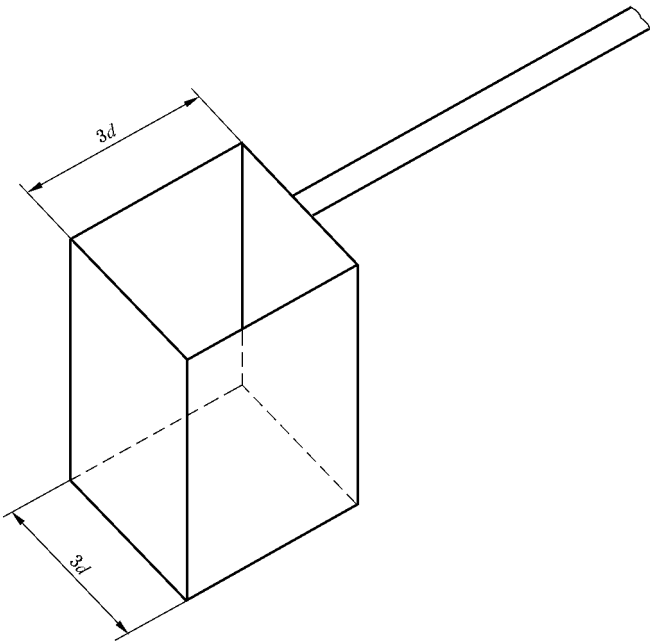
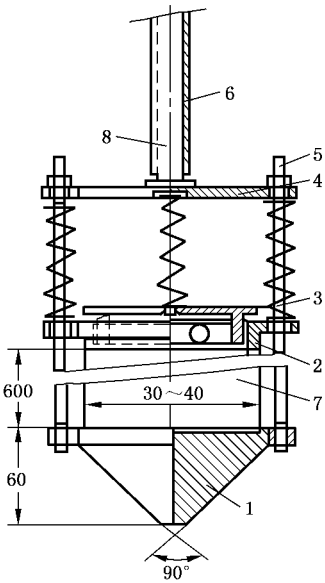


图 C.2 手工采样斗

附 录 D
(资料性附录)
静止水煤浆采样器的示例

单位为毫米



- 1——底锥体；
- 2——盛样桶固定压盘；
- 3——盛样桶顶盖；
- 4——固定盘；
- 5——连杆；
- 6——提杆；
- 7——容器；
- 8——提绳。

图 D.1 静止水煤浆提斗采样器