

JJF

中华人民共和国国家计量技术规范

JJF XXXXX—XXXX

煤中碳元素自动采制检测系统校准规范

Calibration Specifications for Automated Sampling and Detection

System of Carbon Element in Coal

★点击此处添加与国际标准一致性程度的标识

文稿版次选择

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX

实施

国家市场监督管理总局 发布

燃中碳元素自动采制检测系统

校准规范

JJFXXXX-202X

Calibration Specifications for Automated Sampling and Detection
System of Carbon Element in Coal

归口单位：全国碳达峰碳中和计量技术委员会电力计量分技术委员会

主要起草单位：

参加起草单位：

本规范委托全国碳达峰碳中和计量技术委员会电力计量分技术委员会负责解释

本规范主要起草人：

XXX (XXX)

XXX (XXX)

XXX (XXX)

参加起草人：

XXX (XXX)

XXX (XXX)

XXX (XXX)

XXX (XXX)

XXX (XX)

目 次

| | |
|------------------|----|
| 引言..... | II |
| 1 范围..... | 1 |
| 2 规范性引用文件..... | 1 |
| 3 术语和计量单位..... | 1 |
| 4 概述..... | 2 |
| 5 计量特性指标..... | 3 |
| 6 校准条件..... | 3 |
| 7 校准项目和校准方法..... | 4 |
| 8 校准结果..... | 6 |
| 9 复校时间间隔..... | 6 |
| 附录 A 原始记录..... | 7 |
| 附录 B 证书格式..... | 10 |

引 言

JJF1071 《国家计量校准规范编写规则》、JJF1001 《通用计量术语及定义》和 JJF1059.1 《测量不确定度评定与表示》共同构成支撑本规范制定工作的基础性系列规范。

本规范根据我国煤炭碳含量检测的需要，结合自动采制检测系统水平及行业现状制定。本规范给出了煤中碳元素自动采制检测系统的技术要求、校准条件、校准方法。

本规范为首次发布。

煤中碳元素自动采制检测系统校准规范

1 范围

本规范适用于煤中碳元素自动采制检测系统的校准。

2 规范性引用文件

本规范引用了下列文件：

JJF 1001 通用计量术语及定义

JJF 1059.1 测量不确定度评定与表示

JJF 1135 化学分析测量不确定度评定

JJF 1321 元素分析仪校准规范

GB/T 19494.1 煤炭机械采样 第1部分：采样方法

GB/T 19494.2 煤炭机械采样 第2部分：煤样的制备

GB/T 19494.3 煤炭机械采样 第3部分：精密度测定和偏倚试验

GB/T 33303 煤质分析中测量不确定度评定指南

GB/T 30733 煤中碳氢氮的测定 仪器法

GB/T 474 煤样的制备方法

DL/T 747 发电用煤机械采制样装置性能验收导则

DL/T 1339 火电厂煤炭破碎缩分联合制样设备性能试验规程

凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本规范；凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本规范。

3 术语和计量单位

下列术语和定义适用于本文件。

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。

[来源：GB/T 19494.1, 3.1]

3.2 煤中碳元素 carbon

煤炭中有机碳、无机碳的总和，以质量分数表示。

3.3 碳元素含量检测流程 carbon inspection procedure for carbon

通过采样、制样、检测等流程得到煤炭中碳元素含量的过程。

3.4 精密度 precision

在规定条件下，对同一或类似被测对象重复测量所得示值或测得值间的一致程度。

[来源：JJF 1001, 5.10]

3.5 偏倚 bias

系统误差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。

注：

1 无偏倚是指系统未检测到偏倚，且置信区间满足可接受的偏倚范围。

2 无实质性偏倚是指系统检测到偏倚，但置信区间满足可接受的偏倚范围。

[来源：GB/T 19494.1, 3.30; GB/T 19494.3, 5.11, 有修改]

3.6 采制检测方案 scheme of coal sampling and sample preparation

用于碳元素样品采集、制备、检测的技术指标和操作流程，至少包括批量、采样单元、子样数、子样质量、采样设备、破碎设备、缩分设备、样品储存的技术参数，以及作业步骤和程序。

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

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

[来源：GB/T 19494.1, 3.5]

3.7 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。

[来源：GB/T 19494.1, 3.26]

4 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。单个结果对“真值”的绝对偏倚是不可能确定的，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。

综合运用计算机控制技术和煤炭机械采制检测技术，将发电用煤采样、制样、检测过程中所有相关智能设备（装置）有机连接，自动完成采样、制样及其样品收集、包装、标识、转运、存取以及检测等得到碳元素含量，实现采制检测设备远端集中监视与控制，数据采集与管理的一体化系统。

4.1 碳元素自动采制样检测系统组成

碳元素自动采制检测系统，包括采样单元、采制对接单元、制样单元、样瓶输送单元、存样单元及自动检测单元，其中：采样单元用于采取汽车、火车、轮船等来煤中具有确定煤中的碳元素含量的代表性煤样并进行自动分矿封装；采制对接单元用于将采样单元所采集的煤样转运至制样单元；制样单元用于将采样单元所采集的煤样自动制备出粒度为 0.2mm 的分析煤样、存查煤样并进行自动封装写码；样瓶输送单元用于实现制样单元、存样单元及自动检测单元之间的 0.2mm 分析煤样、存查煤样等样品的自动传送；存样单元用于存查煤样和 0.2mm 分析煤样的存查管理，自动实现煤样的存、取、弃等功能；自动检测单元用于对制样单元所制备的煤样进行全自动碳元素分析。

4.2 碳元素自动采制样检测系统工作原理

采样单元根据采样对象和试样类型确定采样方案、采样精密度、采样单元数和子样数以及试样的最小质量；按照 GB/T 19494.1 规定建立采样方案，对采样各程序进行设计，自动生成采样点数和采样位置，实现自动化采样。自动采样完成后，将采样单元采取的具有代表性的煤样智能分矿和封装并自动转运至制样单元。

制样单元根据采样单元采取的具有代表性的煤样确定入料粒度、入料质量以及试样的构成确定制样程序，通过智能转运完成破碎、混合、缩分和干燥等步骤将采集的煤样制备成能代表原来煤样特性的一般分析（试验）煤样；并将煤炭一般分析试验煤样通过样瓶输送单元自动传送至存样单元和/或自动检测单元。制样中应避免样品污染，每次制样后应将制样单元清扫干净；制样中为避免样品污染，制样程序和制样单元按照 GB/T 19494.3 规定进行精密度核验和偏倚试验。

自动检测单元是通过样瓶输送系统对接制样单元和存样单元，将煤炭分析试验煤样自动输送至自动检测单元，通过机器人/机械手转运实现样瓶摇匀、样瓶开合盖、自动称量、自动包样、碳元素分析、坩埚处理等工序，实现碳元素全过程自动化分析。

碳元素自动采制样检测系统工作流程图如图 1 所示。

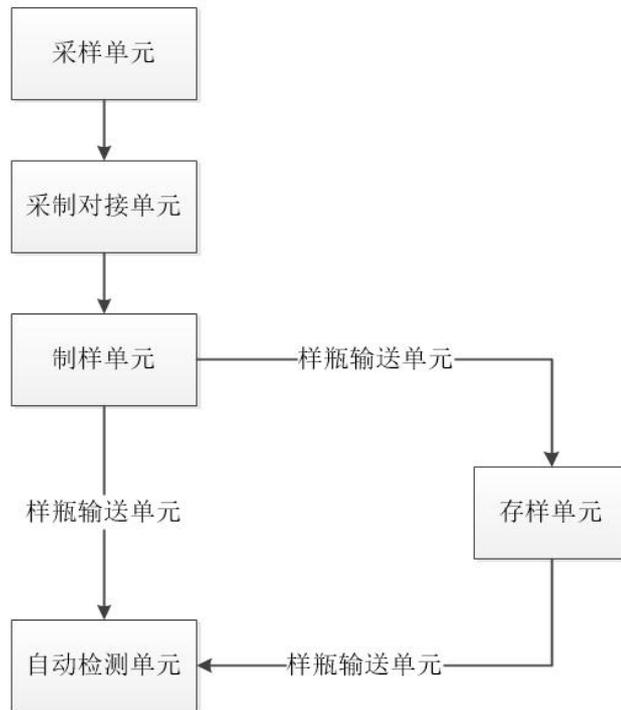


图 1 碳元素自动采制样检测系统工作流程图

5 计量特性指标

5.1 随机误差（精密度）目标值

碳元素自动采制检测系统总精密度目标值用方差 V_{SPT} 表征， $V_{SPT} \leq 0.64\%$ 。

5.2 偏倚目标值

碳元素自动采制检测设备的正确度目标值为在 95%置信概率下无偏倚或无实质性偏倚。

6 校准条件

自动采制检测系统技术参数满足 DL/T 747、DL/T 1339、JJF1321 中规定的技术要求，能按照标准 GB/T 19494.1 中规定的采样方案完成采样工作，能按照标准 GB/T 19494.2 中规定的制样程序完成制样工作，无交叉污染，能在规定的煤质条件下保持连续工作能力。

检测环境条件的计量参数（如测温单元、流量计、温度场、升温速度等）应经校准达到所依据的检测方法的要求。环境温度、湿度、振动、粉尘等环境条件均满足自动采制检测系统说明书和检测方法的要求。

6.1 自动采样条件

6.1.1 采样区域应有防风、防雨、除尘或温控的设备设施，避免样品损失和污染，能保证采样设备各部件正常工作。制样区域应配备有效的排风、除尘、消防和避震的设备设施。制样区域各类设施应对煤质特性（如全水分）无显著性影响。

6.1.2 采制样设备在投入使用前应就其采集、破碎、缩分等功能进行核查，确保其精密度、偏倚、

缩分比、出料粒度、样品损失或全水分损失等满足相关标准规定要求。

6.1.3 从采样方案设计、采样操作等记录批煤的采样信息，如采样精密度及其核验、采样方案、采样单元、子样数、子样质量、总样质量、采样设备信息、装样容器信息等。

6.1.4 设备初级采样器的开口尺寸应至少为实际被采煤样标称最大粒度的 3 倍，落流采样器/横过皮带采样器的开口尺寸还应不小于 30mm；机械采样设备的出料粒度符合铭牌要求。缩分倍率应稳定，缩分倍率的相对标准差不超过 10%。缩分精密度应符合 GB/T 19494.2 的要求。缩分系统应无实质性偏倚。

6.1.5 全水分损失不超过 0.40%。

6.2 自动制样条件

6.2.1 自动制样设备以及制样方案的精密度和偏倚等技术要求应满足 GB/T 474 或 GB/T 19494.2 规定要求。全自动制样设备的精密度和偏倚试验应由电煤实验室或者委托有资质的单位按照 GB/T 19494.3 或者电力行业相关标准规范规定的要求进行。

6.2.2 出料粒度应符合铭牌要求。通过筛分试验确定破碎设备的出料粒度（破碎后的样品通过筛分试验，确定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）。制样各阶段中所使用的破碎设备的出料粒度一般应 $<0.2\text{mm}$ 、 $<1\text{mm}$ 、 $<3\text{mm}$ 、 $<6\text{mm}$ 或 $<13\text{mm}$ 等。

6.2.3 锤式破碎机转速 $\leq 950\text{r/min}$ ，高速球磨机频率 $\leq 20\text{Hz}$ 。

6.2.4 缩分器开口尺寸应不小于待制煤样的标称最大粒度的 3 倍。

6.2.5 样品损失率 $\leq 2\%$ 。

6.3 自动检测条件

6.3.1 实验室条件

- (1) 无明显机械振动，无电磁干扰，无易燃易爆和腐蚀性气体。
- (2) 电源电压 $(220 \pm 22)\text{V}$ ，频率 $(50 \pm 0.5)\text{Hz}$ ，仪器接地良好。
- (3) 室内温度 $15\text{℃} \sim 30\text{℃}$ ，相对湿度小于 85%。

6.3.2 校准设备及标准物质

- (1) E₂ 级标准砝码（毫克组），经检定合格。
- (2) 标准物质

根据被校准仪器的测量对象，每台自动检测设备需选择适用的、能覆盖测量范围的高、中、低含量的元素分析用有证标准物质 3~4 种。

7 校准项目和校准方法

7.1 精密度校准步骤

7.1.1 预检。审查自动采制检测系统说明书、设备规格、图纸和环境条件是否符合第 6 条要求。

7.1.2 取同一品种的若干批煤的至少 m 个采样单元 ($m \geq 10$)，从每一采样单元采取正常子样数 (n_0) 双倍 ($2n_0$) 的子样，并将之交叉合并成 2 份试样，每份由 n_0 个子样构成。共得至少 m 对双份试样。

7.1.3 统计分析和结果评定每份样品经自动采制检测系统制备出 0.2mm 样品并测定碳元素含量，计算双份样碳元素含量的差值 d_i 。

7.1.4 统计分析和结果评定

计算方差 V ：

$$V = \frac{\sum d_i^2}{2n_p} \quad (1)$$

并按照卡方分布统计置信范围，在 95%置信概率（即 0.5 置信水平）时，总体方差 σ^2 置信区间为：

$$\{20V/\chi^2_{0.025, 20}, 20V/\chi^2_{0.975, 20}\}$$

置信区间应该包含精密度目标值，且不包含低一级别的目标值，否则需要增加测定次数，重新判断。

7.2 偏倚校准步骤

7.2.1 预检。审查自动采制检测系统说明书、设备规格、图纸和环境条件是否符合 6 校准条件要求。

7.2.2 自动采制检测系统检测。按照正常采样方案开展自动采样，每采集一个子样，自动投递到自动制样系统完成制样，将制备好的 0.2mm 样品通过传输系统送至检测系统，完成碳元素检测工作。试样对最小数目为 40 组，为保证样品一致性，试样对须一次采足。

7.2.3 参比样采集及检测。全系统偏倚校准试验要求使用本质上无系统偏差的参比方法，皮带采样采用停皮带采样法、静止煤采样采用人工钻取采样法采取人工参比样品。人工参比样品按照 GB/T 19494.2、GB/T474 制备出 0.2mm 一般分析试验煤样，由检定/校准合格的仪器完成碳元素检测。参比试样制备应最大限度地避免产生偏倚，所使用的缩分、破碎设备应无偏倚，缩分过程全部用二分器。

7.2.4 统计分析和结果评定

(1) 计算碳元素参数的所有试样对的差值。

(2) 用 Cochran 法检查试样对的差值是否有离群值，如发现离群值，进行离群值的处理。

(3) 计算碳元素差值均值 \bar{d}_c 、碳元素方差 V_{cc} 。

$$\bar{d}_c = \frac{1}{n} \sum_{i=q}^n d_{ci} \quad (2)$$

$$V_{cc} = \frac{1}{n-1} \sum_{i=q}^n (d_{ci} - \bar{d}_c)^2 \quad (3)$$

式中：

n：试验对的数目；

d_{ci} ：在试样对系列中的第 i 对碳元素结果差值；

(4) 计算 Hotelling T^2 值。对于单参数（ $p=1$ ），按照下式计算：

$$T^2 = \frac{n(\bar{d}_c)^2}{V_{cc}} \quad (4)$$

(5) 偏倚评估判断。将 T^2 值与检验对数 n 和参数个数 p 的值相对应的 $T_0^2(T_{p,n-1}^2)$ 进行比较。如果计算值 T^2 大于查表值 $T_{p,n-1}^2$ ，则系统检测出偏倚；如果计算值 T^2 小于或等于查表值 $T_{p,n-1}^2$ ，则系统未检测出偏倚。

8 校准结果

校准结果应在校准证书或报告上反映，校准证书或报告应至少包含以下信息：

- (1) 标题，如“校准证书”或校准报告”；
- (2) 所在单位名称和地址；
- (3) 证书或报告的唯一性标识；
- (4) 校准对象的描述，如名称、型号和技术规格；
- (5) 校准环境的描述；
- (6) 试验煤种、煤质；
- (7) 校准日期；
- (8) 校准结果；
- (9) 校准结果说明；
- (10) 校准证书或者校准报告签发人的签名、职务或等效标识以及签发日期。

9 复校时间间隔

由于复校时间的长短是由系统的使用情况、使用者、系统本身质量等诸因素所决定的，因此，各使用单位也可提据实际使用情况自主决定复校时间间隔。

复校时间间隔一般不超过 2 年，如果设备经维修、更换重要部件或对设备性能有怀疑时，应随时校核。

附录 A 原始记录

煤中碳元素自动采制检测系统校准记录参考格式

记录编号:

| | | | |
|------|--|------|--|
| 检测单位 | | 检测日期 | |
| 单位地址 | | 室内温度 | |
| 仪器型号 | | 相对湿度 | |
| 生产厂家 | | 检测人员 | |
| 设备编号 | | 核验人员 | |
| 试验煤源 | | 试验煤种 | |

1、精密度样品

(1) 精密度样品采集质量数据

| 样品流水号 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 |
|------------------------|---|---|---|---|---|---|---|---|---|----|
| 样品质量 | | | | | | | | | | |
| d ₁ 样品质量/kg | | | | | | | | | | |
| d ₂ 样品质量/kg | | | | | | | | | | |

(2) 精密度样品 0.2mm 质量数据

| 样品流水号 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 |
|------------------------|---|---|---|---|---|---|---|---|---|----|
| 样品质量 | | | | | | | | | | |
| d ₁ 样品质量/kg | | | | | | | | | | |
| d ₂ 样品质量/kg | | | | | | | | | | |

(3) 精密度样品 C_d 含量检测数据

| 样品流水号 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 |
|--------------------|---|---|---|---|---|---|---|---|---|----|
| 样品质量 | | | | | | | | | | |
| C _{d1} /% | | | | | | | | | | |
| C _{d2} /% | | | | | | | | | | |

2、偏倚样品

(1) 偏倚样品采集质量数据

| 样品流水号 | 样品类型/质量 | | 样品流水号 | 样品类型/质量 | |
|-------|---------|---------|-------|---------|---------|
| | 留样 L/kg | 人工 R/kg | | 留样 L/kg | 人工 R/kg |
| 1 | | | 21 | | |
| 2 | | | 22 | | |
| 3 | | | 23 | | |
| 4 | | | 24 | | |
| 5 | | | 25 | | |
| 6 | | | 26 | | |

| | | | | | |
|----|--|--|----|--|--|
| 7 | | | 27 | | |
| 8 | | | 28 | | |
| 9 | | | 29 | | |
| 10 | | | 30 | | |
| 11 | | | 31 | | |
| 12 | | | 32 | | |
| 13 | | | 33 | | |
| 14 | | | 34 | | |
| 15 | | | 35 | | |
| 16 | | | 36 | | |
| 17 | | | 37 | | |
| 18 | | | 38 | | |
| 19 | | | 39 | | |
| 20 | | | 40 | | |

(2) 偏倚样品 0.2mm 质量数据

| 样品流水号 | 样品类型/0.2mm 样品质量 | | 样品流水号 | 样品类型/0.2mm 样品质量 | |
|-------|-----------------|--------|-------|-----------------|--------|
| | 留样 L/g | 人工 R/g | | 留样 L/g | 人工 R/g |
| 1 | | | 21 | | |
| 2 | | | 22 | | |
| 3 | | | 23 | | |
| 4 | | | 24 | | |
| 5 | | | 25 | | |
| 6 | | | 26 | | |
| 7 | | | 27 | | |
| 8 | | | 28 | | |
| 9 | | | 29 | | |
| 10 | | | 30 | | |
| 11 | | | 31 | | |
| 12 | | | 32 | | |
| 13 | | | 33 | | |
| 14 | | | 34 | | |
| 15 | | | 35 | | |
| 16 | | | 36 | | |
| 17 | | | 37 | | |
| 18 | | | 38 | | |
| 19 | | | 39 | | |
| 20 | | | 40 | | |

(2) 偏倚样品碳含量数据

| 样品流水号 | 样品类型/碳含量 | | 样品流水号 | 样品类型/碳含量 | |
|-------|-------------------|-------------------|-------|-------------------|-------------------|
| | C _L /% | C _R /% | | C _L /% | C _R /% |
| 1 | | | 21 | | |
| 2 | | | 22 | | |
| 3 | | | 23 | | |
| 4 | | | 24 | | |
| 5 | | | 25 | | |
| 6 | | | 26 | | |
| 7 | | | 27 | | |
| 8 | | | 28 | | |
| 9 | | | 29 | | |
| 10 | | | 30 | | |
| 11 | | | 31 | | |
| 12 | | | 32 | | |
| 13 | | | 33 | | |
| 14 | | | 34 | | |
| 15 | | | 35 | | |
| 16 | | | 36 | | |
| 17 | | | 37 | | |
| 18 | | | 38 | | |
| 19 | | | 39 | | |
| 20 | | | 40 | | |

校准证书参考格式

| | | | |
|-----------------|---|----------------------------|--|
| 委托单位 | | 设备名称 | |
| 检测起止日期 | | 检测地点 | |
| 环境条件 | 温度范围：；湿度范围：。 | | |
| 检测项目 | 自动采制检测系统精密度、自动采制检测系统偏倚 | | |
| 依据标准 | GB/T 474-2008 煤样的制备方法 GB/T 19494.1-2023 煤炭机械化采样 第1部分：采样方法 GB/T 19494.2-2023 煤炭机械化采样 第2部分：煤样的制备 GB/T 19494.3-2023 煤炭机械化采样 第3部分：精密度测定和偏倚试验 GB/T 30733 煤中碳氢氮的测定 仪器法 DL/T 747-2010 发电用煤机械采制样设备性能验收导则 | | |
| 设备主要技术参数 | | | |
| 部件 | 项目 | 技术参数 | |
| 自动采样设备 | 采样头开口尺寸 | 300mm | |
| | 出料粒度 | 13mm | |
| | 缩分器开口尺寸 | 40mm | |
| 自动制样模块 | 0.2mm 样品质量 | >100g | |
| | 0.2mm 样品过筛率 | >100% | |
| | 样品损失率 | <2% | |
| 自动检测模块 | 测试方法 | 红外吸收法测碳和氢、热导法测氮 | |
| | 测试重复性 | 碳 (C _{ad} ≤0.50%) | |
| 检测结果 | | | |
| 自动采制检测系统 精密度 | 整机精密度批煤精密度最佳估算值为 XX%，精密度范围 ()。 | | |
| 自动采制检测系统 偏倚 | 系统未检测出偏倚，碳元素偏倚的 95%置信区间为 (XX%~XX%)，置信区间在可接受偏倚范围内，系统可接受为无偏倚。 | | |
| 备 注 | / | | |