



中华人民共和国国家标准

GB/T 19494.3—2004

煤炭机械化采样 第3部分：精密度测定和偏倚试验

**Mechanical sampling of coal—
Part 3: Determination of precision and bias test**

(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)

2004-04-30 发布

2004-10-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

GB/T 19494.3—2004

前 言

GB/T 19494《煤炭机械化采样》分为三个部分：

- 第1部分：采样方法；
- 第2部分：煤样的制备；
- 第3部分：精密度测定和偏倚试验。

本部分为 GB/T 19494 的第3部分，对应于 ISO 13909-7:2001《硬煤和焦炭 机械化采样 第7部分：采样、制样和试验精密度测定方法》和 ISO 13909-8:2001《硬煤和焦炭 机械化采样 第8部分：偏倚试验方法》。本部分与前述两标准的一致性程度为非等效，主要差异如下：

- 按照中国人的思维逻辑，对标准的结构层次做了修改；
- 对 ISO 13909-7 和 ISO 13909-8 中不合适的规定、不确切和难以理解的描述做了修改，不详细的内容做了补充；
- 在静止批煤采样偏倚试验中增加了人工钻孔的参比采样方法；
- 本部分详细讲述了偏倚试验时的煤样采取方法；
- 本部分提出了最大允许偏倚的确定方法；
- 在精密度测定中，本部分删去了 ISO 13909-7 中推荐的方差图法 Grubb 法。

本标准附录 A 为资料性附录。

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归口。

本标准起草单位：煤炭科学研究总院煤炭分析实验室。

本标准主要起草人：段云龙、韩立亭、谢恩情。

本标准为首次制定。

煤炭机械化采样

第3部分：精密度测定和偏倚试验

1 范围

GB/T 19494 的本部分规定了煤炭机械化采样精密度测定和偏倚试验的术语和定义,采样、制样和化验精密度测定方法以及偏倚试验方法。

本部分适用于煤炭机械化采样的精密度测定和偏倚试验。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 19494 的本部分的引用而构成本部分的条款。凡是注日期的文件,其后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订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 19494.1 煤炭机械化采样 第1部分:采样方法(GB/T 19494.1—2004,ISO 13909-1; 2001 Hard coal and coke—Mechanical sampling—Part 1:General introduction,ISO 13909-2;2001 Hard coal and coke—Mechanical sampling—Part 2: Coal—Sampling from moving streams,ISO 13909-3; 2001 Hard coal and coke—Mechanical sampling—Part 3: Coal—Sampling from stationary lots,NEQ)

GB/T 19494.2 煤炭机械化采样 第2部分:煤样的制备(GB/T 19494.2—2004,ISO 13909-1; 2001 Hard coal and coke—Mechanical sampling—Part 1:General introduction,ISO 13909-4;2001 Hard coal and coke—Mechanical sampling—Part 4:Coal—Preparation of test samples,NEQ)

3 术语和定义

GB/T 19494.1 和 GB/T 19494.2 规定的术语及其定义适用于本部分。

4 采样、制样和化验精密度测定

4.1 概述

当设计一精密度符合要求的采样方案时,要有一个精密度与煤炭特性和采样特性的相关关系式,其相关因数是煤的变异性(即子样方差)、制样和试验误差、子样数和总样数以及试样的质量。

精密度的估算方法有数种,它视采样的目的和使用的采样方案和设备而定,这里有两种情况:

- 对已有的采样系统,试验的目的是检查采样方案实际上能否达到所期望的精密度,如达不到则需对其进行改进,直到精密度令人满意为止。核验例行采样方案精密度的最严密的方法,是多个采样单元双份采样法(见 4.4.1)。
- 对一特定的批煤,试验的目的是从实际试验结果来估算其能达到的精密度。此时,最好的方法是多份采样法(见 4.4.2)。

本标准给出的精密度计算公式系以以下假设为基础:被采样煤的品质变化是随机的;品质观测值为正态分布。虽然这两个假设对某些煤质参数并不很准确,但实际状态与假设状态的偏离程度对精密度核验公式的有效性无实际影响,因本标准所用的统计方法对非正态分布不很敏感。

煤炭品质往往存在一定的序列相关关系,即相邻的煤倾向于有相似的组成,相距较远的煤倾向于有不相似的组成。所以,根据试验得到的初级子样方差可能会与实际的有所差异,故根据初级子样方差和制样及化验方差得到的精密度估算值也会与实际达到的有所不同。

4.2 采样、制样和化验总精密度及其影响因素关系式

4.2.1 概述

精密度是在规定条件下多次重复一测量程序所得结果间的符合程度,它是所用测量方法的一个特征。一个方法的随机误差越小,它的精密度就越高。精密度值通常取总体标准差的2倍。

如果从一采样单元采取 j 个试样并分别制备和化验,则单次观测值的估算精密度 P 按公式(1)计算:

$$P = 2s = 2 \sqrt{V_{SPT}} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

s ——单次观测值总体标准差的试样估算值;

V_{SPT} ——采样、制样和化验总方差。

式(1)中总方差 V_{SPT} 为初级子样方差、子样数和制样及化验方差的函数。初级子样方差由采样方差和产品变异性方差构成,后者一般是(但并不总是)最大的采样方差源。

对单个总样,总方差按公式(2)计算:

$$V_{SPT} = \frac{V_1}{n} + V_{PT} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

V_1 ——初级子样方差;

V_{PT} ——制样和化验方差;

n ——总样中初级子样数。

4.2.2 连续采样精密度关系式

如把一批煤分成数个采样单元,每个采样单元采取一个总样,则各总样算术平均值的方差由公式(3)表示:

$$V_{SPT} = \frac{V_1}{m \cdot n} + \frac{V_{PT}}{m} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m ——总样数。

将式(1)和式(3)合并得连续采样精密度估算式:

$$P = 2 \sqrt{\frac{V_1}{m \cdot n} + \frac{V_{PT}}{m}} \dots\dots\dots (4)$$

公式(4)用来估算以给定的采样方案对变异性已知或可估算的给定煤炭采样时,预期可达到的精密度。也可用来决定对一变异性已知或可估算的煤进行采样时,在要求精密度下,需要采取的总样数和每个总样的子样数。

由公式(4)可推导出子样数计算式(5)和总样数计算式(6):

$$n = \frac{4V_1}{mP^2 - 4V_{PT}} \dots\dots\dots (5)$$

$$m = \frac{4(V_1 + nV_{PT})}{nP^2} \dots\dots\dots (6)$$

4.2.3 间断采样精密度关系式

当假设一批煤的所有采样单元的初级子样方差一致时,各采样单元平均值间可能有差异。当所有采样单元都采样并化验时,这种差异不会导致额外的方差。但是,如果只有某些单元被采样和化验(即

间断采样), 则应在公式(3)中加入一项采样单元方差, 这样间断采样总方差 V_{SPT} 为:

$$V_{SPT} = \frac{V_1}{u n} + \frac{V_{PT}}{u} + \left(1 - \frac{u}{m}\right) \frac{V_m}{u} \dots\dots\dots (7)$$

式中:

- m ——总采样单元数;
- u ——进行采样的采样单元数;
- V_m ——采样单元方差。

将式(1)和式(7)合并, 可得到间断采样的精密度估算式(8), 由式(8)可导出间断采样需采样的采样单元数 u 和每个采样单元的子样数 n :

$$P = 2 \sqrt{\frac{\frac{V_1}{n} + \left(1 - \frac{u}{m}\right) V_m + V_{PT}}{u}} \dots\dots\dots (8)$$

$$n = \frac{4V_1}{uP^2 - 4\left(1 - \frac{u}{m}\right) V_m - 4V_{PT}} \dots\dots\dots (9)$$

$$u = \frac{4m\left(\frac{V_1}{n} + V_m + V_{PT}\right)}{mP^2 + 4V_m} \dots\dots\dots (10)$$

4.3 初级子样方差估算

4.3.1 初级子样方差的直接测定

初级子样方差可以用双份采样方法来直接测定。方法是, 系统采取若干初级子样, 然后将它们缩分成两份或者于第一缩分阶段分出两个试样, 再用相同的例常制样和化验方法将每一份样制备成分析试验样并测定有关的品质参数, 然后计算每个子样的双份试样测定结果的平均值和二者间的差值。如是, 从一批煤或同一煤源的若干批煤中采取至少 50 个子样, 然后按以下程序进行计算:

a) 计算制样和化验方差 V_{PT} :

$$V_{PT} = \frac{\sum d^2}{2n_p} \dots\dots\dots (11)$$

式中:

- d ——每个子样双份试样间的差值;
- n_p ——子样数。

b) 计算初级子样方差 V_1 :

$$V_1 = \frac{\frac{\sum x^2}{n_p} - \left(\frac{\sum x}{n_p}\right)^2}{n_p - 1} - \frac{V_{PT}}{2} \dots\dots\dots (12)$$

式中:

- x ——每个子样的双份试样测定值的平均值。
- 另一种估算初级子样方差的方法, 是将相继两个子样划为一对, 然后进行计算:

$$V_1 = \frac{\sum D^2}{2h} - \frac{V_{PT}}{2} \dots\dots\dots (13)$$

式中:

- D ——相继对子样平均值间的差值;
- h ——相继子样对对数。

这种方法可以避免序列相关关系存在时得到过大的采样方差, 但它只在初级子样间隔大于或大约等于例行采样的初级子样间隔下适用。

4.3.2 初级子样方差间接推算(用精密度估算值推算)

GB/T 19494.3—2004

初级子样方差可由 4.4.1 所述的双份采样法或 4.4.2 所述的多份采样法所得的精密度算出,计算公式如下:

$$V_1 = \frac{m \, n P^2}{4} - n V_{PT} \dots\dots\dots (14)$$

注:公式(14)由公式(4)导出。

4.4 总精密度估算方法

4.4.1 例行采样程序精密度估算

4.4.1.1 概述

本条中使用以下符号和定义:

- n_0 ——例行采样方案中每一采样单元的子样数;
- m_0 ——例行采样方案的采样单元数;
- P_0 ——例行采样方案的期望精密度;
- P_w ——最差(数值最大)允许精密度。

试验中应使用与例行制样相同的制样程序。

4.4.1.2 双倍子样数双份采样方法

4.4.1.2.1 精密度的点估算

- a) 从每一采样单元采取正常子样数 2 倍($2n_0$)的子样,并按图 1 所示合并成双份试样,每份由 n_0 个子样构成。重复此操作,直到从一批煤或从同一种煤的若干批中采取至少 10 对双份试样。
- b) 对各对试样进行某一品质参数,如干基灰分测定。
- c) 计算双份试样标准差 s 和精密度 P :

$$s = \sqrt{\frac{\sum d^2}{2n_p}} \dots\dots\dots (15)$$

式中:

- d ——双份试样间差值;
- n_p ——双份试样对数。

95%置信概率下单个采样单元精密度为

$$P = 2s \dots\dots\dots (16)$$

m 个采样单元平均值的精密度为

$$P = \frac{2s}{\sqrt{m}} \dots\dots\dots (17)$$

这两个 P 值用标准差的点估算值求得,代表精密度的最佳估算值。

4.4.1.2.2 精密度范围估算

用精密度点估算值 P 和因数 a_L 、 a_u (与计算标准差的自由度 f 有关)计算出精密度的上限和下限,在 95%置信概率下,例行采样的精密度应落在此上下限内。 a_L 和 a_u 由表 1 查出。

下限 = $a_L P$
上限 = $a_u P$

表 1 精密度范围计算因素

f (观测数)	5	6	7	8	9	10	15	20	25	50
下限因数 a_L	0.62	0.64	0.66	0.68	0.69	0.70	0.74	0.77	0.78	0.84
上限因数 a_u	2.45	2.20	2.04	1.92	1.83	1.75	1.55	1.44	1.38	1.24

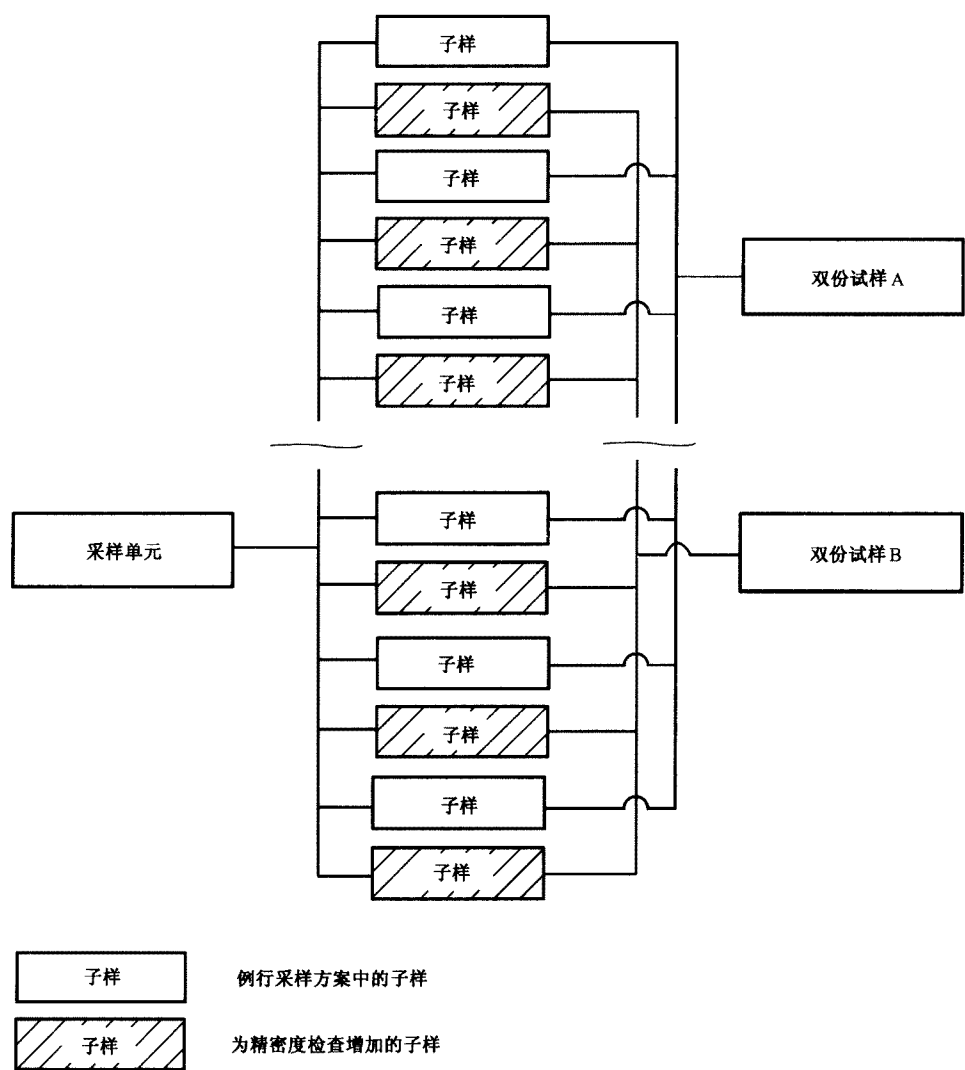


图 1 2 倍子样数双份试样采取程序示例
例, 一组精密度试验结果如表 2 所示:

表 2 双份采样干基灰分测定结果

试样对号 No.	$A_d/\%$		双份试样间差值	
	A	B	$ A - B = d$	d^2
1	11.1	10.5	0.6	0.36
2	12.4	11.9	0.5	0.25
3	12.2	12.5	0.3	0.09
4	10.6	10.3	0.3	0.09
5	11.6	12.5	0.9	0.81

GB/T 19494.3—2004

表 2 (续)

试样对号 No.	A _d /%		双份试样间差值	
	A	B	A-B =d	d ²
6	11.8	12.0	0.2	0.04
7	11.8	12.2	0.4	0.16
8	10.8	10.0	0.8	0.64
9	7.9	8.2	0.3	0.09
10	10.8	10.3	0.5	0.25
Σ d ²				2.78

灰分测定方差：

$$s^2 = \frac{\sum d^2}{2n_p} = \frac{2.78}{2 \times 10} = 0.139$$
$$s = \sqrt{0.139} = 0.373$$

单个采样单元精密度为：

$$P = 2s = 2 \times 0.373 = 0.75(\%)$$

整批(m 个采样单元)灰分平均值的精密度为：

$$P = \frac{2s}{\sqrt{m}} = \frac{2 \times 0.373}{\sqrt{10}} = 0.2359\%$$

精密度下限=a_L×P=0.70×0.2359=0.17(%)

精密度上限=a_u×P=1.75×0.2359=0.41(%)

因此,在该批煤以 10 个采样单元采样下,灰分测定平均值的真实精密度、在 95%置信概率下落在 0.17%和 0.41%范围内。

4.4.1.3 例行子样数双份采样方法

当采样条件不允许从一采样单元采取 2 倍子样数(2n₀)或需要在例常采样下测定精密度时,如果各个子样能分开,则可用例行子样数双份采样方法。

该方法的精密度估算和核验程序与 4.4.1.2 相同,仅双份试样对的合成和精密度的计算有差异。

采样方法:从每一采样单元采取与例行子样数 n₀ 相等的子样,并按图 2 所示合并成双份试样,每份试样由 n₀/2 个子样构成。重复此操作,直到从一批煤或同一种煤的若干批中至少采取了 10 对双份试样。

精密度计算:按公式(15)、公式(16)和公式(17)计算每份试样由 n₀/2 个子样构成的双份试样标准差及相应的单个采样单元精密度和 m 个采样单元平均值的精密度,然后由公式(18)计算由 n₀ 个子样构成一份试样的精密度:

$$P_{n_0} = \frac{P_{n_0/2}}{\sqrt{2}} \dots\dots\dots(18)$$

m 个采样单元平均值的精密度点估算值和精密度范围按 4.4.1.2 的方法估算。

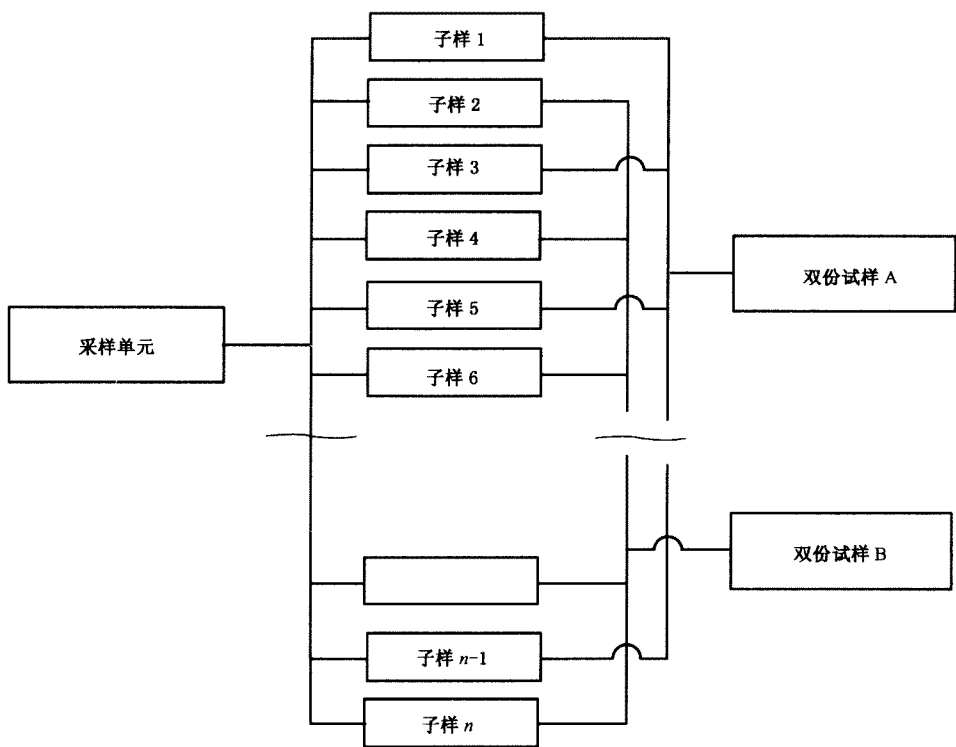


图 2 例行子样数双份试样采样程序

4.4.1.4 精密度的判定和采样方案调整

4.4.1.4.1 精密度判定

如一批煤的例行采样的精密度期望值 P_0 落在 4.4.1.2 和 4.4.1.3 试验所得的精密度置信范围内，即 $a_L P < P_0 < a_U P$ ，则证明期望精密度已达到；如果 P_0 虽落在置信范围内，但置信范围很宽，其上限 $a_U \cdot P$ 超过最差允许精密度 P_w ，则不能做结论，还必须进一步试验。然后将试验结果与原有结果合并，并以合并后的双份试样总数来进行标准差、精密度和置信范围计算（此时，由于自由度 f 增大，置信范围宽度会减小），直到 P_w 超过 $a_U \cdot P$ 或期望精密度 P_0 落到置信范围以外。在后一种情况下，需要进行调整。

4.4.1.4.2 采样方案调整

在改进采样方案之前，应按 4.5 所述测定制样和化验方差，以便决定是改进采样方案还是制样程序。如决定设计一新的采样方案，则第一步应用公式(19)计算初级子样方差（以 n_0 代替公式(14)的 n 而得）：

$$V_1 = \frac{m n_0 P^2}{4} - n_0 V_{PT} \dots\dots\dots (19)$$

式中：

P ——试验得到的精密度（非期望精密度）；

n_0 ——原采样方案子样数；

V_{PT} ——原制样和化验方差或用 4.5 方法估算的方差。

求得新的子样方差后，按 GB/T 19494.1 所述方法来设计新的煤流采样或静止煤采样方案，并对新方案重新进行精密度核验，直到获得满意的精密度。

此后，应定期按 4.4.1.2 或 4.4.1.3 进行精密度核验。核验可采取每隔若干连续的采样单元采取一对双份试样，累积 10 对双份试样后进行一次计算的方式。

GB/T 19494. 3—2004

4. 4. 2 特定批煤采样精密度计算(多份采样方法)和例行采样方案设计

4. 4. 2. 1 精密度计算

当对一特定的批煤采样并要求得到其精密度时,可使用下述的多份采样方法:

- a) 选定一测定参数,如干基灰分,按 GB/T 19494. 1 所述方法建立一要求精密度下的采样方案。
- b) 按采样方案,将该批煤分为 m 个采样单元,每个单元采取 n 个子样,将 $n \cdot m$ 个子样依次轮流放入 j 个容器中,合并成 j 个试样(j 不能小于 m ,且不能小于 10)。
- c) 按以下公式计算总体标准差试样估算值 s 和精密度 P :

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

$$P = \frac{2s}{\sqrt{j}}$$

- d) 从表 1 查出自由度为 j 的上、下限因数 a_u 和 a_L ,然后计算精密度上、下限,据此求得真实精密度范围。

例:表 3 为对一特定批煤进行多份采样的试验结果

表 3 特定批煤采样结果

试样号	$A_d/\%$	$(A_d)^2$
A	15. 3	234. 09
B	17. 1	292. 41
C	16. 5	272. 25
D	17. 2	295. 84
E	15. 8	249. 64
F	16. 4	268. 96
G	15. 7	246. 49
H	16. 3	265. 69
I	18. 0	324. 00
J	16. 7	278. 89
总和	165. 0	2728. 26

从表 3 知:

$$j=10$$

$$j \text{ 个试样平均灰分} = \frac{165. 0}{10} = 16. 5(\%)$$

总体标准差试样估算值:

$$s = \sqrt{\frac{\sum x_i^2 - (\sum x_i)^2/n}{n - 1}} = \sqrt{\frac{2728. 26 - 165^2/10}{10 - 1}} = 0. 800$$

该批煤平均灰分精密度最佳估算值：

$$P = \frac{2s}{\sqrt{f}} = \frac{2 \times 0.800}{\sqrt{10}} = 0.506\%$$

由表 1 查得自由度为 10 时， $a_L=0.70, a_u=1.75$ ，则：

$$\text{精密度上限} = a_u P = 1.75 \times 0.506 = 0.89(\%)$$

$$\text{精密度下限} = a_L P = 0.70 \times 0.506 = 0.35(\%)$$

因此，该批煤的真实精密度在 95% 置信概率下落在 0.35% 和 0.89% 之间。

4.4.2.2 例行采样方案的设计

将 4.4.2.1 试验所得精密度、子样数和采样单元数代入公式(14)，计算出初级子样方差，然后按 GB/T 19494.1 所述设计例行采样方案。

4.5 制样和化验误差核验

4.5.1 概述

本条讲述的制样和化验精密度核验方法，用以估算制样各阶段的随机误差(以方差表示)，包括制样和化验总方差及各阶段方差。

每一制样阶段一般包括破碎、混合和缩分等步骤。全部误差都来自缩分和最后从试验试样中取出若干克的采样过程中。影响缩分误差最重要的因素是缩分前试样的粒度分布和缩分后的留样量。

由于灰分是对煤炭粒度分布最敏感的参数，只要灰分方差符合要求，那么工业分析和元素分析的其他参数，一般也会符合要求。因此，本条均以灰分为例进行讲述。但在实际核验中，如果需要的话，所有的煤质参数都可核验。

4.5.2 制样和化验方差目标值

4.5.2.1 概述

按 4.5.3 所述程序估算的制样和化验总方差 V_{PT} 可用一目标值 V_{PT}^0 来判断。 V_{PT}^0 一般由负责制样的人员提出；单个缩分误差应直接估算，也用一目标值或作为总方差的一部分来判断。

粗略估计，一个缩分阶段的方差一般为化验方差的两倍，因此一个 3 阶段制样-化验程序的总体方差 V_{PT}^0 可按 2 : 2 : 1 分配为 2 个缩分阶段方差和 1 个化验方差。

最后化验阶段方差目标值 V_T^0 ，可按公式(20)从有关分析试验方法标准中求得：

$$V_T^0 = \frac{r^2}{8} \dots\dots\dots (20)$$

式中：

r ——分析试验方法的重复性限。

4.5.2.2 离线制样

GB/T 19494.2 规定的煤样制备方法，在留样量符合规定的条件下，灰分的制样和化验方差应达到 0.2 以下。对许多煤而言，可以达到这样的方差。当使用切割数远远大于标准规定的最少切割数的机械缩分器时，可得到比这低得多的方差。因此从经验角度讲，如果用相似的设备对相似的煤制样的话，有可能规定一个比较严格的总方差目标值。

取最坏情况下的单个缩分阶段方差(对煤而言，为 0.08)为最大缩分方差。如用机械缩分，这个方差值会减小。

4.5.2.3 在线制样

当试样制备的某些程序是在与初级采样器相结合的系统中进行时，制样误差可能会与初级子样方差 V_1 相结合，此时， V_{PT} 残差有可能小于全部制样都离线进行的方差。

建议根据经验来决定在线制样的实际总方差目标值，但应取每一缩分阶段的最差单个缩分阶段方差和化验方差之和为最大总方差目标值(见 4.5.2.1)。

4.5.3 制样和化验整体(总方差)核验程序

GB/T 19494.3—2004

整体核验的第一步,是核验制样和化验总方差是否超过目标值 V_{PT}^0 ,即二者间的差值是否有统计显著性。

核验方法如下:

于试样缩分第一阶段取一对双份试样,然后分别制成两个试验试样(见图 3)。按此法取 10 对双份试样。

设 10 对双份试样测定结果的绝对差值的平均值为 y ,则其标准差或 $0.886\ 2\ y$ 应在 $0.70\ \sqrt{V_{PT}^0}$ 和 $1.75\ \sqrt{V_{PT}^0}$ 之间(见表 1)。

注: $0.886\ 2$ 为由平均差值转为标准差的换算因数。

如连续两组 10 对双份试样的标准差(或 $0.886\ 2\ y$)都落在上述上限和下限之间,则可认为制样-化验整体程序令人满意;如标准差低于 $0.70\ \sqrt{V_{PT}^0}$,则可认为方差小,但勿需任何调整,因为我们希望方差尽可能小;如标准差大于 $1.75\ \sqrt{V_{PT}^0}$,则证明方差太大,各制样阶段的留样量可能不够,此时,应按 4.5.4 所述对每一制样阶段方差进行估算,然后采取必要的措施去改进制样程序。

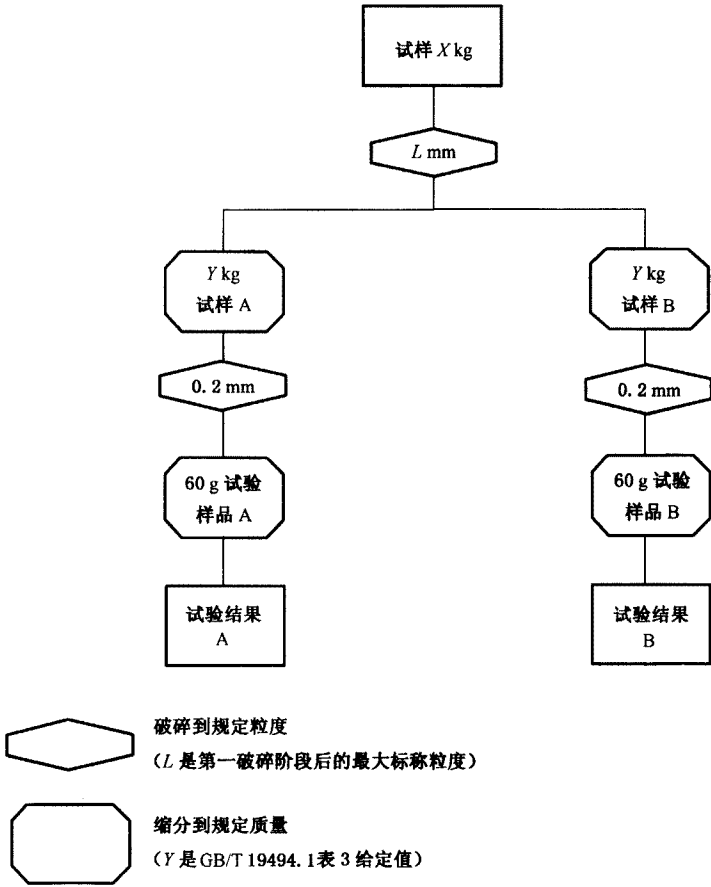


图 3 试样制备整体试验

4.5.4 分阶段核验

4.5.4.1 概述

一般用两种程序进行分阶段核验。程序 1(见 4.5.4.2)的化验量和费用较大,程序 2(见 4.5.4.3)虽试验量小,但准确度稍差。

按 4.5.4.2.2 和 4.5.4.3.2 所述原则,一般可对有两个以上缩分阶段的程序进行核验。

例如,一个三阶段程序的误差可分解为:

- a) 从 $X\text{ kg}$ 中取出 $Y\text{ kg}$ 的误差, V_1 ;

- b) 从 $Y\text{ kg}$ 中取出 60 g 的误差, V_2 ;
 - c) 从粒度小于 0.2 mm 试验样中取出 1 g 及化验的误差 V_T 。
- 则该程序的总方差 V 为:

$$V = V_1 + V_2 + V_T \dots\dots\dots (21)$$

当双份试样是从一中间阶段采取时,其总方差应为该阶段方差及其后面阶段方差之和。例如,从一个三阶段程序的第二阶段采取双份试样的方差应为 $V_2 + V_T$ 。

如果要将各方差分开,则必须从每一阶段采取双份试样并计算每一阶段的总方差,然后用反推法从分析阶段开始进行计算。

4.5.4.2 用不同缩分器(方法)采取双份试样的方法

4.5.4.2.1 二分器

按二分器操作程序先缩分出一个试样,然后将全部弃样收集起来,重新用二分器缩分出另一个试样。操作时应注意:

- a) 送料时应使煤流呈柱状沿二分器整个长度来回摆动供入;
- b) 双份试样不得分别从第一次缩分得的两半试样中采取。

4.5.4.2.2 机械缩分器

- a) 调整缩分器,使它同时能缩分出两个试样,或者
- b) 先取一个试样,然后将全部弃样返回缩分器,再取一个试样。

4.5.4.2.3 其他方法

按相应操作程序先缩分出一个试样,然后用全部弃样按同样的操作方法再缩分出一个试样。

4.5.4.3 分阶段核验程序 1

4.5.4.3.1 方法

于第 1 缩分阶段,按 4.5.4.2 所述方法取出两个质量为 $Y\text{ kg}$ 的试样 A 和 B(见图 4),然后将其余试样弃去。

按例常处理程序,将试样 B 制成一般分析试验煤样。

于第 2 缩分阶段,按 4.5.4.2 所述方法从试样 A 取出两个质量各为 60 g 的试样 A_1 和 A_2 ,每个为一个一般分析试验煤样。

对 3 个试样 A_1 、 A_2 和 B 的某一特性参数,如灰分进行两次重复测定。

如上所述对至少 10 个试样进行处理,得到 10 组每组 6 个结果。

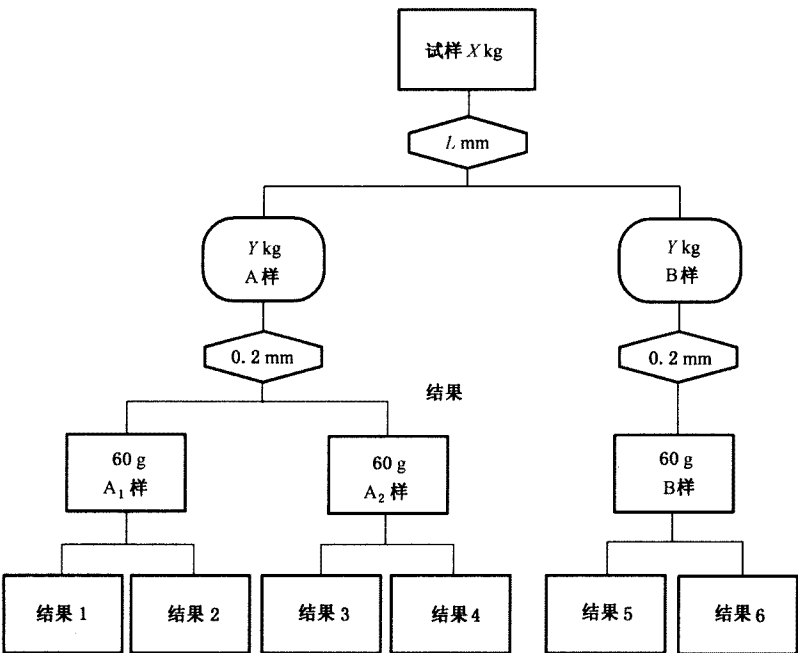


图 4 试样制备阶段核验——程序 1

GB/T 19494.3—2004

4.5.4.3.2 各个阶段总方差计算

按公式(22)分别计算每一制样阶段的双份试样方差:第1阶段 V_z ,第2阶段 V_y ,第3阶段 V_x :

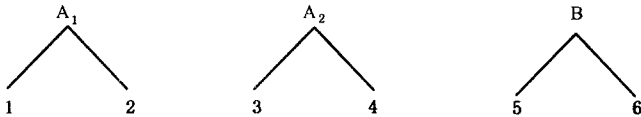
$$V = \frac{\sum d^2}{2 n_p} \dots\dots\dots(22)$$

式中:

d ——双份试样间的差值;

n_p ——双份试样对数。

将10个试样的每个试样的6个结果记为1~6,即:



a) 第3阶段总方差 V_x :令每一分析煤样(A_1 、 A_2 和B)的两次重复测定值的差值为 x ,则

$$V_x = \frac{\sum x^2}{60}$$

b) 第2阶段总方差 V_y :计算试样A的两个双份试样 A_1 和 A_2 间的差值 y

$$y = \frac{(1) + (2)}{2} - \frac{(3) + (4)}{2}$$

则

$$V_y = \frac{\sum y^2}{20}$$

c) 第1阶段总方差 V_z :计算试样A和B间差值, z

$$z = \frac{(1) + (2) + (3) + (4)}{4} - \frac{(5) + (6)}{2}$$

则

$$V_z = \frac{\sum z^2}{20}$$

4.5.4.3.3 各阶段方差计算

从第3阶段(分析)开始,计算阶段方差 V_1 、 V_2 和 V_T ,此时应考虑,第二和第一阶段的双份试样结果是多次测定的平均值,而且它们的总方差中包括了后一阶段的方差成分。

a) 第3阶段方差

本阶段只有分析方差,所以

$$V_T = V_x$$

b) 第2阶段方差

因比对结果是两次测定的平均值,所以总方差包括的第三阶段方差成分为 $V_T/2$,即

$$V_y = V_z + \frac{V_T}{2}$$

则

$$V_z = V_y - \frac{V_T}{2}$$

c) 第1阶段方差

对试样A,它的结果是两个分样(A_1 和 A_2)测定结果的平均值,所以它包括的第二和第三阶段方差成分为

$$\frac{V_z + V_T/2}{2} = \frac{V_z}{2} + \frac{V_T}{4}$$

则试样A的方差为

$$V_A = V_1 + \frac{V_2}{2} + \frac{V_T}{4}$$

对试样 B,其结果是 1 个试样的 2 次测定的平均值,所以它包括的第 3 阶段方差成分为 $V_T/2$,第二阶段方差成分为 V_2 。

则试样 B 的方差为

$$V_B = V_1 + V_2 + \frac{V_T}{2}$$

试样 A 和 B 的平均值方差为

$$V_z = \frac{V_A + V_B}{2} = \frac{V_1 + \frac{V_2}{2} + \frac{V_T}{4} + V_1 + V_2 + \frac{V_T}{2}}{2} = V_1 + \frac{3}{4} \left(V_2 + \frac{V_T}{2} \right) = V_1 + \frac{3}{4} V_y$$

则

$$V_1 = V_z - \frac{3}{4} V_y$$

由于估算误差是由一有限数目的结果得到的,因此,有可能出现负方差。如出现负方差,则在随后的计算中都视为 0。

4.5.4.4 分阶段核验程序 2

4.5.4.4.1 方法

如欲减少分析化验量和费用,可考虑用本办法,但它稍欠准确。本方法的程序(见图 5)与程序 1 相同,但是只有一个试样进行重复测定。

按图 5 程序制备 10 个试样,得 10 组结果。

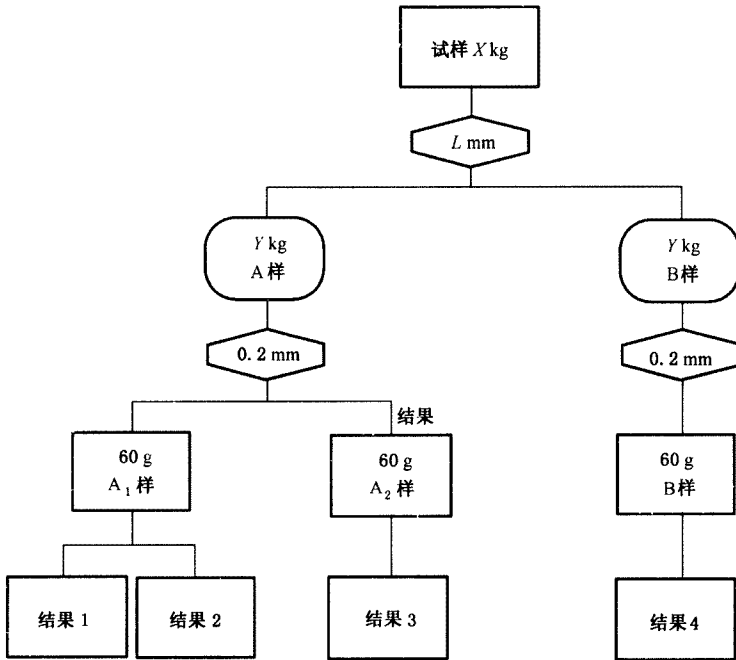


图 5 试样制备阶段核验——程序 2

4.5.4.4.2 各个阶段总方差计算

a) 第 3 阶段总方差 V_x

计算两次重复测定的差值 x

$$x = (1) - (2)$$

则

$$V_x = \frac{\sum x^2}{20}$$

GB/T 19494.3—2004

- b) 第2阶段总方差 V_y
计算试样 A_1 和 A_2 间差值 y

$$y = \frac{(1) + (2)}{2} - (3)$$

则
$$V_y = \frac{\sum y^2}{20}$$

- c) 第1阶段总方差 V_z
计算试样 A 和 B 间差值 z

$$z = \frac{\frac{(1) + (2)}{2} + (3)}{2} - (4)$$

则
$$V_z = \frac{\sum z^2}{20}$$

4.5.4.4.3 各阶段方差计算

- a) 第3阶段

$$V_T = V_x$$

- b) 第2阶段

因 A_1 为 2 次测定结果平均值,所以包括的第 3 阶段方差成分为 $V_T/2$ 。而 V_2 为 1 次测定结果,所以包括的第 3 阶段方差成分为 V_T 。

则第 2 阶段包括的第 3 阶段方差成分为:

$$\frac{\frac{V_T}{2} + V_T}{2} = \frac{3}{4}V_T$$

即试样 A 方差为:

$$V_y = V_2 + \frac{3}{4}V_T$$

$$V_T = V_x$$

故
$$V_2 = V_y - \frac{3}{4}V_x$$

- c) 第1阶段

对于试样 A,其结果是两个试样 A_1 和 A_2 的平均值,所以第 2 和第 3 阶段的方差成分为:

$$\frac{V_2 + \frac{3}{4}V_T}{2} = \frac{V_1}{2} + \frac{3}{8}V_T$$

其总方差为

$$V_A = V_1 + \frac{V_2}{2} + \frac{3}{8}V_T$$

对于试样 B,其结果为 1 个试样测定值,所以第 2 和第 3 阶段方差成分为

$$V_2 + V_1$$

其总方差为

$$V_B = V_1 + V_2 + V_T$$

则试样 A 和 B 的平均方差为

$$\begin{aligned} V_z &= \frac{V_A + V_B}{2} = \frac{1}{2} \left[\left(V_1 + \frac{V_2}{2} + \frac{3}{8}V_T \right) + (V_1 + V_2 + V_T) \right] = V_1 + \frac{3}{4} \left(V_y - \frac{3}{4}V_x \right) + \frac{11}{16}V_x \\ &= V_1 + \frac{3}{4}V_y + \frac{1}{8}V_x \end{aligned}$$

$$V_1 = V_z - \frac{3}{4}V_y - \frac{1}{8}V_x$$

4.5.4.5 结果分析

将程序 1 和程序 2 估算的方差与一事先确定的各阶段方差目标值进行比较,以确定制样方差是否符合要求。哪个阶段不符合,问题就出在那个阶段。一般地讲,在 4.5.4.3.3 和 4.5.4.4.3 计算的方差值 V_1 、 V_2 和 V_T 中,方差值最大的程序是需要注意的程序。

由于这些方差仅是根据少量试验得到的,每一方差都有一个相当大的误差范围,因此很难对这类方差做准确的判定。如果某一阶段的方差特别大,则可判定这个阶段的误差大,应予减小。如果某一阶段的方差小,却不能认为其结果令人满意了而放松制样要求。

如果是分析方差过高,则应仔细检查设备和操作,特别是称样前的混合是否充分、天平是否准确、温度是否控制得好,同时也要检查操作是否符合标准规定。

如果某一制样阶段方差过大,则应检查该阶段的操作是否符合 GB/T 19494.2 要求,特别要检查破碎后的粒度组成。如果这些检查发现不了问题,则应采取以下两个措施之一或同时采取。

- a) 将试样破碎到较小的粒度;
- b) 增大留样量。

然后重复 4.5.3 所述的整体制样核验程序,以确定改进后的程序是否满意,如不满意,则再按 4.5.4 所述重复分阶段核验,直到连续两组 10 对结果的标准差落在 $0.70 \sqrt{V_{PT}^0}$ 和 $1.75 \sqrt{V_{PT}^0}$ 之间。

不要在进行某种改进后,立即就做 4.5.4 的分阶段核验,最好是检查改进后的整个制样程序,考核连续两组 10 个试样的结果是否令人满意。

例:某厂欲对一煤炭制样程序进行核验,该煤的灰分约为 25%,要求采样、制样和化验总精密度为 2%。根据有关资料,欲达此精密度需要从一个采样单元采取 15 个子样,制样和化验总精密度目标值 V_{PT}^0 定为 0.2。

为此,按例常采样程序进行采样,并按 4.5.3 所述整体核验方法对连续 10 个试样进行制样和灰分测定,每个试样得到一对结果,共得 10 对结果。结果列于表 4。

表 4 制样误差整体试验结果

样号	$A_d/\%$		
	试样 A	试样 B	$d= A-B $
1	25.7	25.0	0.7
2	24.3	25.1	0.8
3	25.6	25.0	0.6
4	28.1	27.1	1.0
5	27.8	28.7	0.9
6	25.1	25.8	0.7
7	25.6	24.8	0.8
8	24.4	25.2	0.8
9	27.8	27.1	0.7
10	26.3	27.3	1.0
$\sum d$			8.0
$\bar{d}$			0.80
s			0.71

GB/T 19494.3—2004

从表 4 数据知,该试验的对内标准差估算值为 0.71,虽然未超过 $1.75 \sqrt{V_{PT}^0}$ ($1.75 \sqrt{0.2}=0.78$),但仍觉得制样方差高,因此按 4.5.4.3 程序 1 所述方法对各阶段方差进行了核验,结果列于表 5、表 6、表 7 和表 8。

表 5 各对试样灰分(A_d/%)结果

样 号	A ₁		A ₂		B	
	1	2	3	4	5	6
1	26.8	26.6	26.1	26.6	25.3	25.2
2	26.5	26.6	26.5	26.5	25.4	25.5
3	25.4	25.3	25.4	25.3	25.2	25.3
4	28.8	28.5	28.7	28.6	28.3	28.2
5	29.4	30.1	30.1	29.8	28.7	28.7
6	25.7	25.3	25.7	25.7	25.2	25.3
7	24.5	24.4	24.3	24.4	24.6	24.7
8	26.1	25.9	26.6	26.3	25.7	25.8
9	23.1	23.2	23.5	23.3	23.1	23.1
10	31.5	31.6	30.8	30.9	30.8	30.9

表 6 x 及 x² 计算值

样 号	A ₁	A ₂	B
	(1)－(2)	(3)－(4)	(5)－(6)
1	0.2	0.5	0.1
2	－0.1	0.0	－0.1
3	0.1	0.1	－0.1
4	0.3	0.1	0.1
5	－0.7	0.3	0.0
6	0.4	0.0	－0.1
7	0.1	－0.1	－0.1
8	0.2	0.3	－0.1
9	－0.1	0.2	0.0
10	－0.1	－0.1	－0.1
$\sum x^2 = 1.46$			

表 7 y 及 y² 计算值

样 号	A_1 $\frac{(1)+(2)}{2}$	A_2 $\frac{(3)+(4)}{2}$	A_1-A_2 Y
1	26.70	26.35	0.35
2	26.55	26.50	0.05
3	25.35	25.35	0.00
4	28.65	28.65	0.00
5	29.75	29.95	-0.20
6	25.50	25.70	-0.20
7	24.45	24.35	0.10
8	26.00	26.45	-0.45
9	23.15	23.40	-0.25
10	31.88	30.85	0.70
$\sum y^2=0.97$			

表 8 z 及 z² 计算值

样 号	A $\frac{(1)+(2)+(3)+(4)}{4}$	B $\frac{(5)+(6)}{2}$	A-B Z
1	26.52	25.25	1.27
2	26.52	25.45	1.07
3	25.35	25.25	0.10
4	28.65	28.25	0.40
5	29.85	27.70	1.15
6	25.60	25.25	0.35
7	24.40	24.65	-0.25
8	26.23	25.75	0.48
9	23.28	23.10	0.18
10	31.20	30.85	0.35
$\sum z^2=4.8206$			

由表 6、表 7 和表 8 计算得：

$$V_x = \frac{\sum x^2}{60} = \frac{1.46}{60} = 0.024\ 33$$
$$V_y = \frac{\sum y^2}{20} = \frac{0.97}{20} = 0.048\ 50$$

GB/T 19494.3—2004

$$V_z = \frac{\sum z^2}{20} = \frac{4.8206}{20} = 0.24103$$

根据 4.5.4.3 所述公式计算 V_T 、 V_2 和 V_1 (最终结果保留到小数点后 2 位)

$$V_T = V_x = 0.02433 = 0.02$$

$$V_2 = V_y - \frac{1}{2}V_T = 0.04850 - \frac{1}{2} \times 0.02433 = 0.03634 = 0.04$$

$$V_1 = V_z - \frac{3}{4}V_y = 0.24103 - \frac{3}{4} \times 0.04850 = 0.20466 = 0.20$$

由上可见, V_1 为最大方差, 故试样的第一缩分阶段应予检查, 并在该步骤进行改进后, 首先按 4.5.3 所述对整个制样程序进行核验, 以评定其改进效果。

5 偏倚试验方法

5.1 原理

偏倚试验的原理, 是对同一种煤采取一系列成对试样, 一个用被试验的采样系统或其部件采取, 另一个用一参比方法采取, 然后测定每对试样的试验结果间的差值, 并对这些差值进行统计分析, 最后用 t 检验进行判定。

在对试验结果进行统计分析时, 有三个假设条件:

- a) 变量正态分布;
- b) 测量误差有独立性;
- c) 数据有统计一致性。

这三个理想条件的实际接近程度, 决定统计分析的有效性。

任何一个采样、制样及化验程序都不可能没有随机测量误差, 因此没有任何一种统计试验可以确定这里没有偏倚, 只能确定这里可能没有大于一定程度的偏倚, 此偏倚值即定义为最小检测偏倚, 并将它作为实际测量中的最大允许偏倚。

对一统计试验程序, 要求其显著性统计试验的灵敏度达到这样的水平: 能检出的最小偏倚小于或等于最大允许偏倚 B 。因此, 在进行偏倚试验前应先决定 B 值。

进行最后判定的统计分析为 t -检验。 t -检验时, 假设两种方法观测值的差值的平均值来自平均差值为 B 的一个总体, 如一试验表明观测值的差值显著小于 B , 则可认为采样系统或其部件没有偏倚。

偏倚试验时, 在取得足够数量的观测对数, 以保证达到下述两个准则之前不能做最后的统计分析:

- a) 将存在的偏倚 (相当于 B) 判为不存在的危险性小于 5%;
- b) 将不存在的偏倚 (相当于 0) 判为存在的危险性小于 5%。

如发现要求的试样对数不切实际, 则需做一些改进来减小组内方差, 例如使成对子样采样点靠近和 (或) 减小制样误差。如果在这些方面已不可能再做改进, 则应增加试样的子样数。如果增加子样数后成对试样数还过多的话, 就要重新考虑最大允许偏倚值 B 。

5.2 试验程序制定步骤

偏倚试验步骤如下:

- a) 预检验 (见 5.3);
- b) 决定参比采样方法和地点 (见 5.4);
- c) 决定测定参数 (见 5.5);
- d) 选择试验煤炭 (见 5.6);
- e) 决定最大允许偏倚 (见 5.7);
- f) 决定试样对的组成, 即试样是由一个子样或多个子样组成;
- g) 按 5.9 和 5.10 所述进行采样和统计分析。

5.3 预检验

- a) 审查设备规格和图纸,看其是否符合采样标准要求;
- b) 现场观察和测量整个系统和部件,看其性能是否与设备说明书相符;
- c) 开动设备,在其正常运转状态下进行空载和负载观察。该试验应由有经验的采样人员进行,并最好做几批不同均匀程度煤和大粒度煤采样观察。

如果不是对采样系统或其部件的原本特性进行检验,则在已知的偏倚原因都消除之前,不要进行偏倚试验;如欲进行设备原本性能检验,则从预检验可获得试验设备状态的基本信息。

5.4 参比方法

5.4.1 全系统试验参比方法

5.4.1.1 移动煤流采样系统

全系统偏倚试验要求使用本质上无偏倚的参比方法,最好是停皮带采样法。即按一定的时间或质量间隔,停止输煤皮带,然后在皮带上取一完整的横截段煤作为子样。

由于皮带运输系统不能在负载下频繁地启动、停止,因此试验应与采样机正常运转协调安排,以最大限度地减小对正常运转的影响。为减少对正常运转的影响,可将煤转移到另外一个卸货点采样;为减少皮带启动时的负荷,可在采取停皮带试样前停止向皮带供煤,以在皮带局部负载下收集停皮带试样和重新启动。

采取停皮带子样应使用采样框(见图6)或其他相当的工具。采样框由两块平行的边板组成,板间距离至少为被采样煤标称最大粒度的3倍,边板底缘弧度与皮带弧度相近。采样时,将采样框放在静止皮带的煤流上,并使两边板与皮带中心线垂直。将边板插入煤流至底缘与皮带接触,然后将两边板间煤全部收集。阻挡边板插入的煤粒按左取右舍或者相反的方式处理,即阻挡左边板插入的煤粒收入煤样,阻挡右边板插入的煤粒弃去,或者相反。开始采样怎样取舍,在整个采样过程中也怎样取舍。

停皮带子样在预先选定的采样点采取,其位置应与初级子样采样点尽量靠近,但不得交叉。一般布置在初级采样器前面,如不能布置在前面,则可布置在初级采样器后、煤流未被扰乱的部位。

制备参比试样的缩分、破碎设备以及制备程序应预先经偏倚试验,最好全部用二分器缩分。在制样过程中要小心操作,最大限度地避免产生偏倚,最好对破碎和缩分前后的试样进行称量,并尽可能减少试样损失。如发现损失,则应在报告中注明。

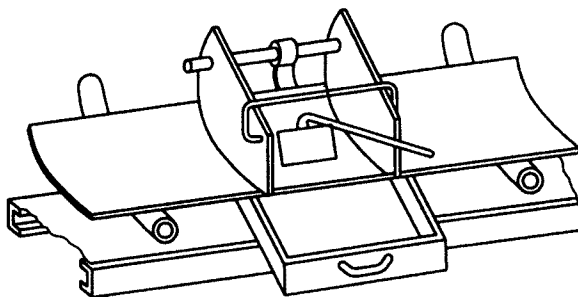


图6 采样框

5.4.1.2 静止煤采样系统

静止煤采样系统试验的参比试样可用下述两种方法之一采取。

5.4.1.2.1 停皮带采样

- a) 在装车(船)皮带上采取停皮带总样(由整个采样单元的全部停皮带子样构成),与装车后用螺旋杆采样器或其他采样器对该采样单元采取的总样组成一对试样。构成总样的子样数分别按移动煤流采样和静止煤采样计算。
- b) 先用螺旋杆采样器或其他采样器在车上采样,然后将煤转到皮带运输机上、采取停皮带总样,两个总样组成一对试样。

GB/T 19494.3—2004

5.4.1.2.2 人工钻孔法

在螺旋杆采样器取样点旁边(尽量靠近但不交叉)、煤的状态未被扰乱的部位垂直插入一直径与螺旋杆采样器相等的圆筒,将筒内煤取出作为试样。取样时从上到下分几步插入圆筒,插入一定深度、取出一部分试样,直到煤层底部。将全部煤样合成一子样。阻挡圆筒插入的煤粒,按左半圆取右半圆舍或者相反的方式处理,即阻挡左半圆插入的煤粒收入煤样,阻挡右半圆插入的煤粒弃去,或者相反。开始采样怎样取舍,在整个采样过程中也怎样取舍。

5.4.2 初级子样采样器

初级子样采样器偏倚试验的参比采样方法与 5.4.1 相同。

单独试验初级子样采样器比较麻烦,一是要在很短时间内处理大量煤样,二是须将初级子样单独卸到采样系统以外来处理。因此,在试验之前应权衡得失。

5.4.3 分系统和部件

分系统和部件偏倚试验一般可在采样系统正常运转下,用预先检定有效的采样器在供料流、出料流和弃料流中采样(但最后阶段不采样,而是收集全部出料或弃料)对比的方法。

对缩分器,在采样系统正常运行下(也可离线试验)从供料流或弃料流中采样(或收集全部弃料)作为参比。如从弃料流采样或收集全部弃料流,则用缩分后试样测定结果和弃样测定结果按缩分比计算的加权平均值作为入料试样的测定结果。

对破碎机,用下述两种方法之一进行检验:

- a) 同时对入料流和出料流采样,两样组成一试样对;
- b) 在采样系统正常运行下,交替收集进入破碎机前的初级子样和破碎后的初级子样。

5.5 试验参数选择

偏倚试验可以用灰分、水分或其他参数进行,但一般用灰分和水分就足够。干基灰分偏倚通常由粒度分布误差造成。造成水分偏倚的因素很多,不仅粒度分布、其他诸如破碎时水分损失、采样系统内空气流动过大、采样系统各部件结合不严密、试样在系统内停留时间过长等都会造成水分误差。因此,用水分作为试验参数时,应特别注意防止试样水分的变化。

煤炭采样偏倚不宜用粒度分析进行,因为它可能由于以下原因而给出错误的结果:

- a) 在采取子样过程中或各采样点之间可能会产生煤块破碎;
- b) 其他参数(如灰分)的偏倚和粒度偏倚的关系可能较复杂而且彼此不相似,从而难以(用粒度分布)对这些参数进行解释甚至无法解释。

5.6 试验煤炭的选择

当被采样的煤为一种以上时,应选预计可使采样系统呈现偏倚的煤进行试验。应选择粒度组成范围较宽,各粒级灰分相差明显的煤进行试验,并使最大允许偏倚(B)和可能产生的最大偏倚相匹配,例如取 10% 的最大颗粒被排斥时的偏倚为最大允许偏倚。

偏倚试验最好用一个煤源的煤进行。如不可能用一种煤,则应对它们的结果进行统计检验,以保证偏倚统计试验的数据合并有效(见 5.9.5)。

5.7 最大允许偏倚的决定

最大允许偏倚用以下方法之一确定:

- a) 各有关方协商;
- b) 使最大允许偏倚(B)和可能产生的最大偏倚相匹配,例如取 10% 的最大颗粒被排斥时的偏倚为最大允许偏倚;
- c) 在没有其他资料可用的情况下,取 B 值为 0.20% 至 0.30% (灰分或全水分)。

5.8 试样对的选择

5.8.1 试样对的组成

每个试样对可以分别由一个或多个子样组成。因此对比可以用单个子样对或由多个子样构成的总

样对进行。

当成对试样是由单个子样构成时,它们的采样点应尽可能靠近但不能彼此交叉;当成对试样是由多个子样构成时,两个试样应从相同量的煤中采取。此外,还应很好地安排试验,以便在试验系统或部件不存在系统误差条件下,成对结果差值的期望平均值为0。为此,在采取试验系统子样和参比子样期间,应尽可能保持煤的品质不发生变化。

如对比试样是由多个子样组成,则在整个试验过程中,构成系统试样和参比试样的子样数都应固定,而且两个试样的子样数最好相等。

5.8.2 不同试验对象的成对试样

整系统试验:由检验系统的最后试样和从一次煤流中用停皮带法采取的参比样构成。

初级采样器试验:由初级采样器采取的试样和停皮带参比试样构成。

破碎设备试验:由破碎前和破碎后采取的试样构成。

分系统和缩分器试验:由按下述方法之一采取的试样对构成:

- a) 从入料流和出料流中采取的试样;
- b) 从出料流和弃料流中采取的试样;
- c) 收集全部出料和全部弃料所构成的试样。

注1:在某些情况下,入料流的品质只能间接求得,如用缩分后试样和弃样的测定值加权平均求得。

注2:对大体积高容量运输系统,单独试验初级采样器要求在较短时间内采取和制备大量的试样,因此试验前应认真考虑这种试验是否合算。

5.9 试验的实施

5.9.1 详细试验程序制定

在试验目的、煤种、测定参数、参比方法和最大允许偏倚等确定后,应制定详细的试验程序,包括采样、制样和分析操作规程、试验计划、煤炭供应、人员组成、分工和职责以及安全规程等。

采样规程的详细内容应包括试样对的构成、试样对数、总样的子样数、子样间隔、参比试样采样点、试样的制备、包装及转运等。

对全系统试验,以从一次煤流中采取的参比试样和被检采样系统的最后试样进行对比。试样对可以是子样对,也可以是总样对。

关于试样对数,可以从以前同类煤炭的试验资料求得。如无资料借鉴,则可开始取20对(见5.10.4),然后根据它们的标准差值和预定的最大允许偏倚检验其是否足够,如不够,则再补充采取。但试样对最好一次采足,以免由于两次采样间的操作条件和煤质变化而使两组数据失去一致性,不能合并。

关于子样间隔,如采取成对子样试样,则采样系统的子样间隔应大于采样系统能将相继的两个子样完全分开所需的时间,或者是用人工方法采取一个停皮带参比子样的时间,哪个时间长用哪个;如采取成对总样试样,则子样间隔取后者。采样间隔最好人工控制。

5.9.2 采样

5.9.2.1 全系统采样

5.9.2.1.1 移动煤流采样系统

设定采样间隔,开动皮带输送机并供煤。启动采样系统,当初级采样器采取一子样后,立即停住输煤皮带(但制样系统继续运行),按5.4.1.1所述,在初级子样点前或后、紧靠但不交叉、煤流未被扰乱处采取一参比子样,收入一容器中;如试验采用总样对对比,则将整个采样单元的参比子样装入同一容器中构成一参比总样。同时收集采样系统的最后缩分阶段的缩分后试样,或将整个采样单元的缩分后子样收入同一容器中构成一系统总样。两个子样或总样构成一试样对。同法操作,直到采取了要求数量的试样对为止。

5.9.2.1.2 静止煤采样系统

静止煤采样系统偏倚试验可按下述方法之一采取成对试样:

GB/T 19494.3—2004

- a) 于载煤车箱中部煤炭粒度分布较均匀处,用采样器采取一个全深度煤柱或深部分层子样并经其制样系统制成一定粒度的实验室煤样;当采样器钻至预定部位时,不要提起,在其旁边紧邻但煤炭状态未被扰乱的部位,按 5.4.1.2.2 所述方法,分数步插入一直径与采样器开口直径相等的圆筒,每插入一定深度,从筒内取出一部分试样,直到圆筒插到煤层底部,筒内全部试样取出为止。将全部试样合并成一个参比试样。两样构成一子样对。同法操作,直到采取了要求数量的子样对为止。
- b) 在用皮带输送机往车内装煤时,以 1 000 t 或一发运批量为一个采样单元,按 GB/T 19494.1 第 6 章规定的时间基采样或质量基采样方法相应的子样质量、子样数目和子样点分布,从煤流中采取一停皮带参比总样。装车后,按 GB/T 19494.1 第 7 章规定的子样质量、子样数目和子样点分布,用静止煤采样器从车载煤中采取一个总样。两个总样组成一个试样对。同法操作,直到采取了要求数量的总样对为止。
- c) 第三种方法基本与 b) 法相同,只是先在火车载煤中用静止煤采样器采取一个总样,然后将煤转移到一个皮带输送机上,从移动煤流中采取停皮带参比总样。

5.9.2.2 初级采样器试验

初级采样器偏倚试验的试样对采取方法与 5.9.2.1 所述全系统偏倚试验基本相同,只是系统子样采取后不再通过制样系统,而是将之转移到系统外,用与参比子样相同的方法进行制备。

5.9.2.3 分系统和部件试验

5.9.2.3.1 缩分器试验用下述方法之一采样

- a) 中间缩分器:在采样系统正常运转下,用两个精密度和偏倚符合要求的同类采样器,分别对供入缩分器的每个子样或总样(或其缩分后弃样)和子样或总样留样,按时间基或质量基进行采样。采样时每一子样(或其弃样)和子样留样至少分别切取 4 次,且入料和出料的切割周期应错开。入料(或弃料)样和出料样构成一个试样对。同法操作,直到取得要求数量的试样对为止。
- b) 最后阶段缩分器:在采样系统正常运转下,分别收集每个子样或总样的全部留样和弃样,并准确称量。两样构成一个试样对。同法操作,直到收集到要求数量的试样对为止。

5.9.2.3.2 破碎机试验用下述方法之一采样

- a) 在采样系统运转下,用两个精密度和偏倚符合要求的同类采样器,分别对供入破碎机的每个子样(或总样)和子样(或总样)出样,按时间基或质量基进行采样。采样时每一子样以及出样至少分别切取 4 次。入料样和出料样构成一个试样对。同法操作,直到取得要求数量的试样对为止。
- b) 在采样系统正常运转下,交替收集进入破碎机和从破碎机出来的相继子样,两样构成一个试样对。同法操作,直到取得要求数量的试样对为止。

5.9.2.3.3 制样系统整体试验

在采样系统正常运转下,全部收集每个子样(或总样)的最后留样和各阶段弃样并准确称量,留样和各阶段弃样的合并样构成一个试样对。同法操作,直到取得要求数量的试样对为止。

5.9.3 试样制备

5.9.3.1 全系统试验制样

全系统试验的各参比子样或总样,按 GB/T 19494.2 规定的程序,用经精密度和偏倚试验合格的同一制样系统或设备,制成粒度和被检采样系统最后试样相同的实验室煤样。试样缩分应使用二分器。

5.9.3.2 分系统和部件试验制样

分系统、缩分器和破碎机等的试样对,按 GB/T 19494.2 规定的程序,用经精密度和偏倚试验并符

合要求的同一制样系统或设备,分别制成粒度相同的实验室煤样。

5.9.4 分析化验

同次试验的全部试样对,用同一制样设备,在很短时间间隔内制成一般分析试验煤样后,按有关分析方法标准、在尽可能短的时间内进行全水分或一般分析试验煤样水分和灰分以及其他要求参数测定。

在对缩分器和制样系统进行试验并以留样和弃样构成试样对的情况下,参比值根据缩分器或制样系统的缩分比或留样和弃样的质量比加权平均而得:

$$\bar{x} = \frac{m_{\text{留}} \cdot x_{\text{留}} + m_{\text{弃}} \cdot x_{\text{弃}}}{m_{\text{留}} + m_{\text{弃}}}$$

式中:

$x_{\text{留}}$ 、 $m_{\text{留}}$ ——留样分析结果和质量;

$x_{\text{弃}}$ 、 $m_{\text{弃}}$ ——弃样分析结果和质量。

或: $\bar{x} = R \cdot x_{\text{留}} + (1-R) \cdot x_{\text{弃}}$

式中:

$$R = \frac{m_{\text{留样}}}{m_{\text{入料}}}$$

5.9.5 记录

试验期间应做详细的记录,主要包括:

- 试验时间、地点、设备名称及编号;
- 每个试样开始采取和结束的时间;
- 参比试样的采取地点、质量,制样流程草图、设备及编号、最后粒度和质量;
- 系统试样的最后粒度和质量;
- 主皮带的煤炭流量或流速图,在可能情况下应检查流速/偏倚关系并记录;
- 建议对每一制样阶段前后的试样质量进行记录,以监督制样中是否有损失;
- 任何偏离操作规程的或不正常的操作或现象,以及试验的延误及原因等。

5.10 试验、统计分析和结果评定

5.10.1 评定程序

试验、统计分析和结果评定程序如下:

- 决定最大允许偏倚 B ;
- 决定要求的初级试样对数, n_p (见 5.10.4);
- 取 n_p 对试样,并进行制备和化验;
- 检验离群值,需要时更改 n_p (见 5.10.3);
- 检验差值的独立性 (见 5.10.6);
- 计算差值的标准差 s_d (见 5.10.2);
- 根据标准差 s_d 和最大允许偏倚 B ,按公式(28)计算试样因数 g ,并求得新的试样对数 n_{pR} ;
- 如 $n_p \geq n_{pR}$,则进到 m) 步检验;
- 如 $n_p < n_{pR}$ 则用公式 $B' = g \cdot s_d$ 计算检出水平 B' ;
- 决定 B' 是否可代替 B ,如可以,则进到 m) 步检验;如不可以,则进到 l) 步检验;
- 补充采取 $(n_{pR} - n_p)$ 对新试样(“新数据”);
- 进行新旧数据一致性检验 (见 5.10.5),如检验结果可接受,则将两组数据合并,并重新开始检验;
- 检验是否有显著性偏倚 (见 5.10.7.1),如有,则检验不再继续;
- 检验假设:真实偏倚 $|\mu| = B$ (见 5.10.7.2);
- 如果假设 $|\mu| = B$ 成立,则存在具有实际意义的、与最大允许偏倚相当的偏倚;

GB/T 19494.3—2004

- p) 如果假设 $|\mu|=B$ 不成立,则进行零假设:真实偏倚 $\mu=0$ 检验;
- q) 如果零假设 $\mu=0$ 不成立,则存在统计上显著的偏倚,但是,采样系统可以接受为无实质性偏倚系统(认可存在的统计偏倚);
- r) 如果零假设 $\mu=0$ 成立,则系统不存在统计上的偏倚,可接受为无偏倚系统。

5.10.2 基本统计

在对起始试样对进行化验、获得化验结果后,进行以下基本统计。

设被试验系统或部件的测定值为 A_i ,参比方法测定值为 $R_i, i=1,2,3\cdots n, i$ 为试样序数, n 为总对数。

计算每对结果间的差值 $d_i=A_i-R_i$ (计正负),参比方法的平均值 $\bar{R}$,差值的平均值 $\bar{d}$,差值的方差 V 和标准差 s_d ,计算公式如下:

$$\bar{R} = \frac{\sum R_i}{n} \dots\dots\dots (23)$$

式中:
 n ——参比试样数。

$$\bar{d} = \frac{\sum d_i}{n} \dots\dots\dots (24)$$

式中:
 n ——试样对数。

$$V = \frac{\sum d^2 - \frac{(\sum d)^2}{n}}{n - 1} \dots\dots\dots (25)$$

$$s_d = \sqrt{\frac{\sum d^2 - \frac{(\sum d)^2}{n}}{n - 1}} \dots\dots\dots (26)$$

5.10.3 离群值检验

5.10.3.1 概述

离群值可能由以下原因造成:

- a) 数据中存在随机变化极值;
- b) 计算或记录误差;
- c) 偏离规定试验程序的过失偏离。

判别一离群值的统计准则不是舍弃该观测值的充分证据。当统计发现一观测值离群时,应查明其原因。只有在有直接的确凿证据证明离群值是由于对规定试验程序的过失偏差造成时,该观测值才舍弃,舍弃值及舍弃原因应一并在报告中注明。

5.10.3.2 离群值判定的统计程序

本程序以科克伦(Cochran)最大方差准数 C 为依据。

$$C = \frac{d_{\max}^2}{\sum_{i=1}^{n_p} d_i^2} \dots\dots\dots (27)$$

式中:
 $d_{\max}$ ——一组差值中的最大差值;
 n_p ——差值组中的试样对数。

表 9 给出 95%置信概率下 $n=20$ 到 $n=40$ 的科克伦准数临界值。如果计算的 C 值大于表 9 中的相应值,则 $d_{\max}$ 可能为离群值。

表 9 科克伦最大方差检验临界值

<i>n</i>	95%置信概率	<i>n</i>	95%置信概率
20	0.480	31	0.355
21	0.465	32	0.347
22	0.450	33	0.339
23	0.437	34	0.332
24	0.425	35	0.325
25	0.413	36	0.318
26	0.402	37	0.312
27	0.391	38	0.306
28	0.382	39	0.300
29	0.372	40	0.294
30	0.363		

注：*n* 为试验系列中差值的个数。

5.10.4 所需试样对数的估算

a) 用公式(28)计算试样因数 *g*, 然后从表 10 查出相应的最少观测对数 *n_p* :

$$g = \frac{B}{s_d}$$

.....(28)

式中:

B——预先确定的最大允许偏倚;

s_d——试样对的标准差。

由于在试验结束前不可能知道试样对的 *s_d* 值, 此时, 可根据以往的试验资料先暂定一个替代值。如果无资料可借鉴, 则至少先取 20 对试样。为避免再补充采样以及产生数据合并问题, 可用一个比试验所得值大的 *s_d* 值来计算出一个较小的 *g* 值, 以期一次采足需要的试样对数, 如需要补充采取的试样对数小于 10, 至少应再采 10 对。

b) 试验结束后, 用实际得到的 *s_d* 重新计算试样因数 *g*, 并从表 10 查得新的 *n_{pR}* 值。

c) 如 *n_p* ≥ *n_{pR}*, 则试样对数已足够, 可按 5.10.7 所述继续进行统计分析。

d) 如 *n_p* < *n_{pR}*, 则可能要补充采样。此时, 先用试验得到的 *s_d* 值按下式求出 *B'* :

$$B' = g \cdot s_d$$

如果 *B'* 可以代替 *B*, 则不用补充采样。否则应补充采样并在得到补充试样数据后, 计算其平均值、标准差及检查离群值, 再按 5.10.5 所述检验原数据组和补充数据组的一致性。如果结果满意, 则两组数据合并, 然后从 5.10.1d) 开始继续检验。

表 10 估算最少试样对数的试样因数 *g* 值

<i>n_{pR}</i>	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
10	>1.295	1.218	1.154	1.099	1.051	1.009	0.971	0.938	0.907	0.880
20	0.855	0.832	0.810	0.790	0.772	0.755	0.739	0.724	0.710	0.696
30	0.684	0.672	0.660	0.649	0.639	0.629	0.620	0.611	0.602	0.594
40	0.586	0.579	0.571	0.564	0.558	0.551	0.545	0.539	0.533	0.527

表 10 (续)

n_{pR}	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
50	0.521	0.516	0.511	0.506	0.501	0.496	0.491	0.487	0.483	0.478
60	0.474	0.470	0.466	0.463	0.459	0.455	0.451	0.448	0.445	0.441
70	0.438	0.435	0.432	0.429	0.426	0.423	0.420	0.417	0.414	0.411
80	0.409	0.406	0.404	0.401	0.399	0.396	0.394	0.392	0.389	0.387
90	0.385	0.383	0.380	0.378	0.376	0.374	0.372	0.370	0.368	0.366

5.10.5 一致性检验

5.10.5.1 方差一致性检验

按公式(29)计算新、旧数据方差比 F_c ：

$$F_c = \frac{V_1}{V_2}$$

.....(29)

式中：

V_1 ——大方差组之方差；

V_2 ——小方差组之方差。

根据与 V_1 和 V_2 相应的观测数 n_1 和 n_2 ，从表 11 中查出横排自由度为 $(n_1 - 1)$ 和竖栏自由度为 $(n_2 - 1)$ 的 F 值。

将 F_c 和 F 比较，如 $F_c < F$ ，则认为两组数据来自一个具有共同方差的总体；如 $F_c \geq F$ ，则认为两组数据方差不一致。

表 11 95%置信概率下的 F 值

$f_1 \backslash f_2$	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18
9	3.179	3.137	3.102	3.073	3.048	3.025	3.006	2.989	2.974	2.960
10	3.020	2.978	2.943	2.913	2.887	2.865	2.845	2.828	2.812	2.798
11	2.896	2.854	2.818	2.787	2.761	2.739	2.719	2.701	2.685	2.671
12	2.796	2.753	2.717	2.687	2.660	2.637	2.617	2.599	2.583	2.568
13	2.714	2.671	2.635	2.604	2.577	2.554	2.533	2.515	2.499	2.484
14	2.646	2.602	2.565	2.534	2.507	2.484	2.463	2.445	2.428	2.413
15	2.588	2.544	2.507	2.475	2.448	2.424	2.403	2.385	2.368	2.353
16	2.538	2.494	2.456	2.425	2.397	2.373	2.352	2.333	2.317	2.302
17	2.494	2.450	2.413	2.381	2.353	2.329	2.308	2.289	2.272	2.257
18	2.456	2.412	2.374	2.342	2.314	2.290	2.269	2.250	2.233	2.217
19	2.423	2.378	2.340	2.308	2.280	2.256	2.234	2.215	2.198	2.182
20	2.393	2.348	2.310	2.278	2.250	2.225	2.203	2.184	2.167	2.151
21	2.366	2.321	2.283	2.250	2.222	2.197	2.176	2.156	2.139	2.123

表 11 (续)

$f_1 \backslash f_2$	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18
22	2.342	2.297	2.259	2.226	2.198	2.173	2.151	2.131	2.114	2.096
23	2.320	2.275	2.236	2.204	2.175	2.150	2.128	2.109	2.091	2.075
24	2.300	2.255	2.216	2.183	2.155	2.130	2.108	2.088	2.070	2.054
25	2.282	2.236	2.198	2.165	2.136	2.111	2.089	2.069	2.051	2.035
26	2.265	2.220	2.181	2.148	2.119	2.094	2.072	2.052	2.034	2.018
27	2.250	2.204	2.166	2.132	2.103	2.078	2.056	2.036	2.018	2.002
28	2.236	2.190	2.151	2.118	2.089	2.064	2.041	2.021	2.003	1.987
29	2.223	2.177	2.138	2.104	2.075	2.050	2.027	2.007	1.989	1.973
30	2.211	2.165	2.126	2.092	2.063	2.037	2.015	1.995	1.976	1.960
35	2.161	2.114	2.075	2.041	2.012	1.986	1.963	1.942	1.924	1.907
40	2.124	2.077	2.038	2.003	1.974	1.948	1.924	1.904	1.885	1.868
45	2.096	2.049	2.009	1.974	1.945	1.918	1.895	1.874	1.855	1.838
50	2.073	2.026	1.986	1.952	1.921	1.895	1.871	1.850	1.831	1.814
55	2.055	2.008	1.968	1.933	1.903	1.876	1.852	1.831	1.812	1.795
60	2.040	1.993	1.952	1.917	1.887	1.860	1.836	1.815	1.796	1.778
$f_1 \backslash f_2$	19	20	21	22	23	24	25	26	27	
9	2.948	2.936	2.926	2.917	2.908	2.900	2.893	2.886	2.880	
10	2.785	2.774	2.764	2.754	2.745	2.737	2.730	2.723	2.716	
11	2.658	2.646	2.636	2.626	2.617	2.609	2.601	2.594	2.588	
12	2.555	2.544	2.533	2.523	2.514	2.505	2.498	2.490	2.484	
13	2.471	2.459	2.448	2.438	2.429	2.420	2.412	2.405	2.398	
14	2.400	2.388	2.377	2.367	2.357	2.349	2.341	2.333	2.326	
15	2.340	2.327	2.316	2.306	2.296	2.288	2.280	2.272	2.265	
16	2.288	2.275	2.264	2.254	2.244	2.235	2.227	2.220	2.212	
17	2.243	2.230	2.219	2.208	2.199	2.190	2.181	2.174	2.167	
18	2.203	2.191	2.179	2.168	2.159	2.150	2.141	2.133	2.126	
19	2.168	2.155	2.144	2.133	2.123	2.114	2.160	2.098	2.090	
20	2.137	2.124	2.112	2.102	2.092	2.082	2.074	2.066	2.059	
21	2.109	2.096	2.084	2.073	2.063	2.054	2.045	2.037	2.030	

GB/T 19494.3—2004

表 11 (续)

$f_1 \backslash f_2$	19	20	21	22	23	24	25	26	27
22	2.084	2.071	2.059	2.048	2.038	2.028	2.020	2.011	2.004
23	2.061	2.048	2.036	2.025	2.014	2.005	1.996	1.988	1.980
24	2.040	2.027	2.015	2.003	1.993	1.984	1.975	1.967	1.959
25	2.021	2.007	1.995	1.984	1.974	1.964	1.955	1.947	1.939
26	2.003	1.990	1.987	1.966	1.956	1.946	1.937	1.929	1.921
27	1.987	1.974	1.961	1.950	1.940	1.930	1.921	1.913	1.905
28	1.972	1.959	1.946	1.935	1.924	1.915	1.906	1.897	1.889
29	1.958	1.945	1.932	1.921	1.910	1.901	1.891	1.883	1.875
30	1.945	1.932	1.919	1.908	1.897	1.887	1.878	1.870	1.682
35	1.892	1.878	1.866	1.854	1.843	1.833	1.824	1.815	1.807
40	1.853	1.839	1.826	1.814	1.803	1.793	1.783	1.775	1.766
45	1.823	1.808	1.795	1.783	1.772	1.762	1.752	1.743	1.735
50	1.798	1.784	1.771	1.768	1.748	1.737	1.727	1.718	1.710
55	1.779	1.764	1.751	1.739	1.727	1.717	1.707	1.698	1.689
60	1.763	1.748	1.735	1.722	1.711	1.700	1.690	1.681	1.672
$f_1 \backslash f_2$	28	29	30	35	40	45	50	55	60
9	2.874	2.869	2.864	2.842	2.826	2.813	2.803	2.784	2.787
10	2.710	2.705	2.700	2.678	2.661	2.648	2.637	2.628	2.621
11	2.582	2.576	2.570	2.548	2.531	2.517	2.507	2.498	2.490
12	2.478	2.472	2.466	2.443	2.426	2.412	2.401	2.392	2.387
13	2.392	2.386	2.380	2.357	2.339	2.325	2.314	2.304	2.297
14	2.320	2.314	2.306	2.284	2.266	2.252	2.240	2.231	2.223
15	2.259	2.253	2.247	2.223	2.204	2.190	2.178	2.168	2.160
16	2.206	2.200	2.194	2.169	2.151	2.136	2.124	2.114	2.106
17	2.160	2.154	2.148	2.123	2.104	2.089	2.077	2.067	2.058
18	2.119	2.113	2.107	2.082	2.063	2.048	2.035	2.025	2.017
19	2.084	2.077	2.071	2.046	2.026	2.011	1.999	1.988	1.980
20	2.052	2.045	2.039	2.013	1.994	1.978	1.966	1.955	1.946
21	2.023	2.016	2.010	1.984	1.964	1.949	1.936	1.925	1.916
22	1.997	1.990	1.984	1.958	1.938	1.922	1.909	1.898	1.889

表 11 (续)

$\begin{matrix} f_1 \\ f_2 \end{matrix}$	28	29	30	35	40	45	50	55	60
23	1.973	1.967	1.960	1.934	1.914	1.898	1.885	1.874	1.865
24	1.952	1.945	1.939	1.912	1.892	1.876	1.862	1.852	1.842
25	1.932	1.925	1.919	1.892	1.872	1.855	1.842	1.831	1.822
26	1.914	1.907	1.901	1.874	1.853	1.837	1.823	1.812	1.803
27	1.897	1.891	1.884	1.857	1.836	1.819	1.806	1.795	1.785
28	1.882	1.875	1.869	1.841	1.820	1.803	1.790	1.778	1.769
29	1.868	1.681	1.854	1.827	1.805	1.789	1.775	1.763	1.754
30	1.854	1.847	1.841	1.813	1.792	1.775	1.761	1.749	1.740
35	1.799	1.792	1.768	1.757	1.735	1.717	1.703	1.691	1.681
40	1.759	1.751	1.744	1.715	1.683	1.675	1.680	1.648	1.637
45	1.727	1.720	1.713	1.683	1.660	1.541	1.626	1.614	1.603
50	1.702	1.694	1.687	1.657	1.634	1.615	1.599	1.587	1.576
55	1.681	1.674	1.666	1.636	1.612	1.593	1.577	1.564	1.553
60	1.664	1.656	1.649	1.618	1.594	1.575	1.559	1.546	1.534

5.10.5.2 均值一致性检验

按公式(30)计算结合标准差 $\bar{s}_x$ ：

$$\bar{s}_x = \sqrt{\frac{(n_1 - 1) \cdot s_1^2 + (n_2 - 1) \cdot s_2^2}{n_1 + n_2 - 2}}$$

.....(30)

式中：

n_1 和 s_1 ——原数据的观测数和标准差；

n_2 和 s_2 ——新数据的观测数和标准差。

按公式(31)计算统计量 t_m

$$t_m = \frac{|\bar{x}_1 - \bar{x}_2|}{\bar{s}_x \cdot \sqrt{\frac{1}{n_1} + \frac{1}{n_2}}}$$

.....(31)

式中：

$\bar{x}_1$ ——原数据平均值；

$\bar{x}_2$ ——新数据平均值；

$\bar{s}_x$ ——由公式(30)计算的结合标准差。

从表 12 中查出自由度为($n_1 + n_2 - 2$)的双尾 t 值 t_α 。如 $t_m < t_\alpha$ ，则认为新旧两组数据来自一个具有共同均值的总体；如 $t_m \geq t_\alpha$ ，则两组数据均值不一致。

GB/T 19494.3—2004

表 12 95%置信概率下,双尾和单尾分布的 Student t 值

自由度	双尾 t_{α}	单尾 t_{β}
5	2.571	2.015
6	2.447	1.943
7	2.365	1.895
8	2.306	1.860
9	2.262	1.833
10	2.228	1.812
11	2.201	1.796
12	2.179	1.782
13	2.160	1.771
14	2.145	1.761
15	2.131	1.753
16	2.120	1.746
17	2.110	1.740
18	2.101	1.734
19	2.093	1.729
20	2.086	1.725
21	2.080	1.721
22	2.074	1.717
23	2.069	1.714
24	2.064	1.711
25	2.060	1.708
26	2.056	1.706
27	2.052	1.703
28	2.048	1.701
29	2.045	1.699
30	2.042	1.697
31	2.040	1.695
32	2.037	1.694
33	2.035	1.692
34	2.033	1.691
35	2.031	1.690
36	2.029	1.688
37	2.027	1.687
38	2.025	1.686
39	2.023	1.685

表 12 (续)

自由度	双尾 t_{α}	单尾 t_{β}
40	2. 021	1. 684
41	2. 020	1. 683
42	2. 019	1. 682
43	2. 017	1. 681
44	2. 016	1. 680
45	2. 015	1. 679
46	2. 013	1. 679
47	2. 012	1. 678
48	2. 011	1. 678
49	2. 010	1. 677
50	2. 009	1. 676
55	2. 005	1. 673
60	2. 000	1. 671
70	1. 995	1. 667
80	1. 990	1. 664
90	1. 987	1. 662
100	1. 984	1. 660

5. 10. 5. 3 数据合并

如方差和均值一致性检验均证实两组数据具有统计一致性(统计上无显著差异),则将两组数据合并,重新进行离群值统计检验和计算平均值、标准差。

如两组数据中任何一种试验未通过,则表明两组数据不一致。此时应舍弃两组数据,查找无统计一致性的原因,在确认这些原因已查明并予以排除后,重新进行试验。

5. 10. 6 差值独立性检验

为了用本标准规定的程序得出正确的采样系统误差的结论,试样差值必须是独立的。下述独立性检验,是对试样中位值(见附录 A. 2. 5)以上和以下的运算群数的随机性检验。所谓“运算群”是全部在中位值以上或以下的一系列符号相同的值。

在进行独立性检验前,应先进行离群值检验。

差值总体运算群数 r 的测定方法如下:

剔除离群值后,将各差值按由小到大顺序排列,当观测值为奇数时,取中间值为中位值;当观测值为偶数时,取中间两数的平均值为中位值。

按试样对采取的先后顺序列出各对差值,然后用差值减去中位值,得到正值的记为“+”号,得到负值的记为“-”号,数出符号变换的次数 r ,但差值与中位值相等者不计入。

令 n_1 为最少相同符号数, n_2 为最多相同符号数。

从表 13 中查得与 n_1 、 n_2 相应的显著性下限值 L 和显著性上限值 u 。

如 $r < L$ 或 $r > u$,则独立性检验未通过。此时,在偏倚试验报告中应注明差值无独立性的原因(如果知道的话)并附上以下陈述:“检验证明参比值和系统值的差值系列无独立性”。

独立性检验示例见附录 A。

GB/T 19494.3—2004

表 13 群数显著性值表

n_1	n_2	下限 L	上限 u
3	5	3	—
3	6	3	—
3	7	3	—
4	4	3	7
4	5	3	8
4	6	4	8
4	7	4	8
4	8	4	—
5	5	4	8
5	6	4	9
5	7	4	9
5	8	4	10
5	9	5	10
6	6	4	10
6	7	5	10
6	8	5	11
6	9	5	11
6	10	6	11
7	7	5	11
7	8	5	12
7	9	6	12
7	10	6	12
7	11	6	13
7	12	7	13
8	8	6	12
8	9	6	13
8	10	7	13
8	11	7	14
8	12	7	14
9	9	7	13
9	10	7	14
9	11	7	14
9	12	8	15
9	13	8	15
9	14	8	16

表 13 (续)

n_1	n_2	下限 L	上限 u
10	10	7	15
10	11	8	15
10	12	8	16
10	13	9	16
10	14	9	16
10	15	9	17
11	11	8	16
11	12	9	16
11	13	9	17
11	14	9	17
11	15	10	18
11	16	10	18
11	17	10	18
12	12	9	17
12	13	10	17
12	14	10	18
12	15	10	18
12	16	11	19
12	17	11	19
12	18	11	20
13	13	10	18
13	14	10	19
13	15	11	19
13	16	11	20
13	17	11	20
13	18	12	20
13	19	12	21
14	14	11	19
14	15	11	20
14	16	12	20
14	17	12	21
14	18	12	21
14	19	13	22
14	20	13	22
15	15	12	20

表 13 (续)

n_1	n_2	下限 L	上限 u
15	16	12	21
15	17	12	21
15	18	13	22
15	19	13	22
15	20	13	23
16	16	12	22
16	17	13	22
16	18	13	23
16	19	14	23
16	20	14	24
17	17	13	23
17	18	14	23
17	19	14	24
17	20	14	24
18	18	14	24
18	19	15	24
18	20	15	25
19	19	15	25
19	20	15	26
20	20	16	26

5. 10. 7 偏倚最终评定

5. 10. 7. 1 显著偏倚条件

对配对偏倚试验,差值平均值的期望值为 0。如 $\bar{d} \leq -B$ 或 $\bar{d} \geq +B$,则证明有偏倚,无须做进一步的统计分析。

5. 10. 7. 2 与 B 有显著性差异检验

如 $-B < \bar{d} < +B$,则按公式(32)计算 $\bar{d}$ 和 B 间差值的统计量 t_{nz}

$$t_{nz} = \frac{B - |\bar{d}|}{\left(\frac{s_d}{\sqrt{n_p}}\right)} \dots\dots\dots(32)$$

式中:

- B ——最大允许偏倚;
- $\bar{d}$ ——差值平均值;
- s_d ——差值标准差;
- n_p ——差值数。

从表 12 查得自由度为 $(n-1)$ 时得单尾 t 值(t_p),比较 t_{nz} 和 t_p 。

如 $t_{nz} < t_{\beta}$, 证明存在显著大于 0 且显著不小于 B 的偏倚, 即试验结果证明存在实质性偏倚。

如 $t_{nz} \geq t_{\beta}$, 证明偏倚显著小于 B , 即试验结果证明不存在实质性偏倚。

5.10.7.3 与 0 有显著性差异检验

如 $-B < \bar{d} < +B$, 且 $t_{nz} \geq t_{\beta}$, 则按公式(33)计算差值的统计量 t_z 。

$$t_z = \frac{|\bar{d}|}{\left(\frac{s_d}{\sqrt{n_p}}\right)} \dots\dots\dots (33)$$

从表 12 查得自由度 $(n-1)$ 的双尾 t 值(t_{α}), 比较 t_z 和 t_{α} 。

如 $t_z < t_{\alpha}$, 证明差值平均值与 0 无显著性差异, 被检系统或部件可接受为无偏倚; 如 $t_z \geq t_{\alpha}$, 证明被检系统或部件存在小于 B 的偏倚。

5.10.8 试验报告

试验报告至少应包括以下内容:

- a) 试验目的;
- b) 试验结果;
- c) 采样系统技术规格和概述;
- d) 预试验数据及设备改进情况(如不是检验设备现有性能的话);
- e) 煤的品质特性及粒度、洗选情况;
- f) 试验条件;
- g) 操作程序;
- h) 偏离正常操作程序和试验规范的说明以及试验中发生的影响试验结果的事件的说明和讨论;
- i) 最大允许偏倚和观测数的决定;
- j) 结果统计分析和说明;
- k) 附件, 包括现场记录、试样数目及质量、分析结果等。

附 录 A
(资料性附录)
偏倚试验统计分析示例

A.1 数据

表 A.1 为一组偏倚试验的成对试样的干基灰分数据,最大允许偏倚设为 0.2% 灰分。

表 A.1 原始数据(A_d/%)

<i>i</i>	系统 <i>A_i</i>	参比 <i>R_i</i>	差值 <i>d_i</i>
1	9.55	9.63	−0.08
2	8.99	8.99	0.00
3	8.74	8.62	0.12
4	9.08	9.12	−0.04
5	9.83	9.14	0.69
6	9.70	9.57	0.13
7	8.71	8.83	−0.12
8	8.50	8.29	0.21
9	8.83	8.60	0.23
10	8.29	8.15	0.14
11	8.51	8.76	−0.25
12	8.80	8.69	0.11
13	8.69	8.60	0.09
14	8.81	8.67	0.14
15	8.60	8.70	−0.10
16	9.23	8.97	0.26
17	8.56	8.52	0.04
18	8.35	8.23	0.12
19	9.01	9.09	−0.08
20	9.13	9.14	−0.01

A.2 计算

A.2.1 基本计算

$n = 20 \text{ 对}$
 $\overline{A}_i = 8.895 \text{ 5}$
 $\overline{d}_i = 0.080 \text{ 0}$
 $s_d = 0.194 \text{ 8}$
 $s_d^2 = 0.037 \text{ 9}$

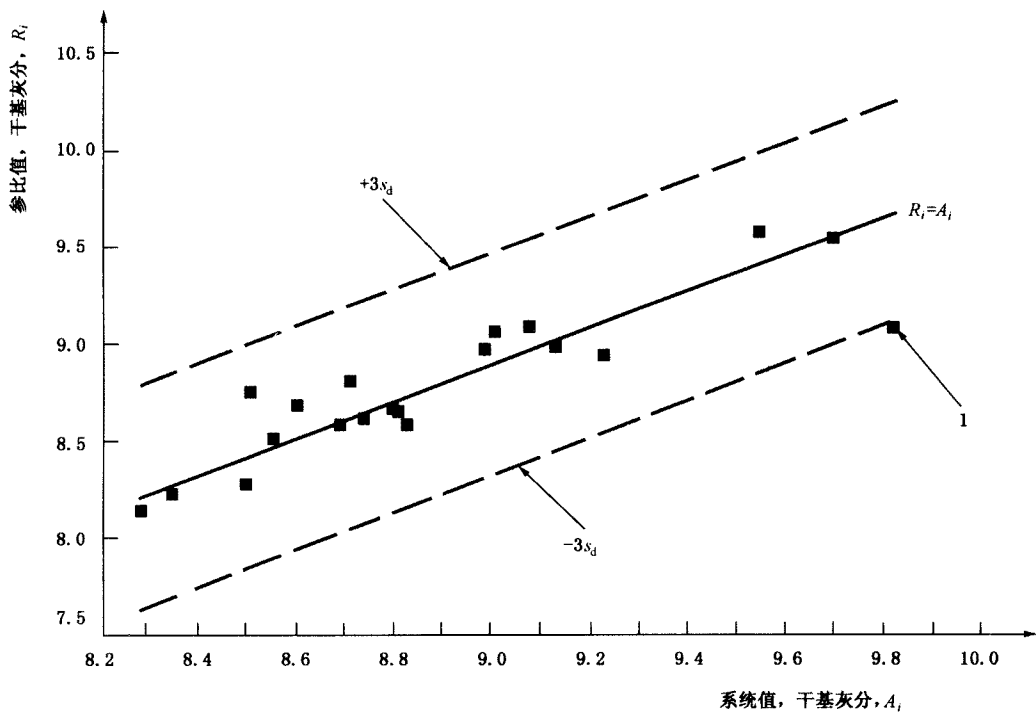
A.2.2 图解分析

A.2.2.1 概要

偏倚检验并不要求进行图解分析,但图解分析有助于检定离群值、趋势、统计控制缺乏和偏倚等。

A.2.2.2 参比值——系统值图

以参比值 R_i 为纵坐标，系统值 A_i 为横坐标（两坐标分度相同）将成对数据作图，并在图中画出 $R_i = A_i$ 基本参数线和 $\pm 3s_d$ 参比线（见图 A.1）。



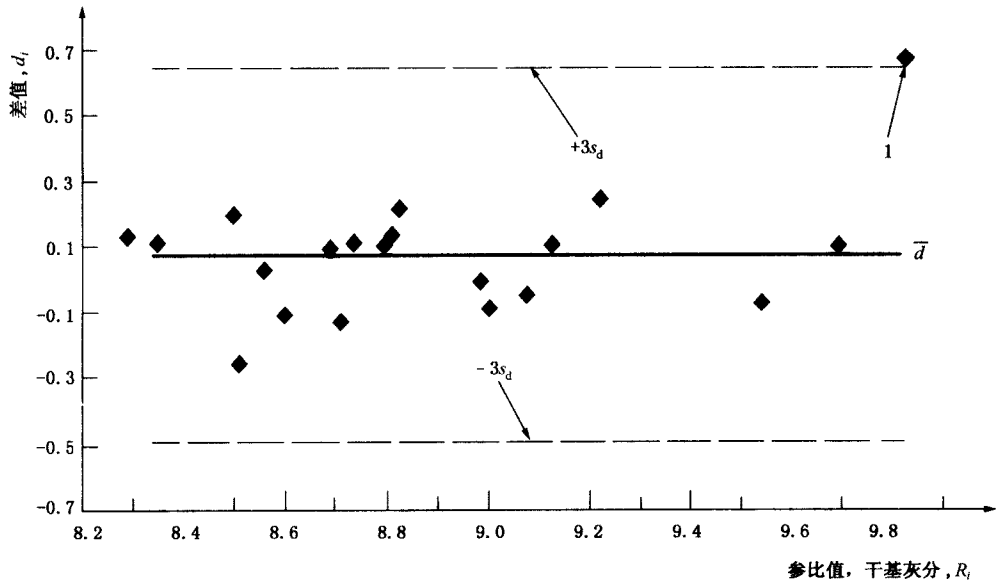
1——可疑离群值。

图 A.1 参比-系统散点图

各点应集束在基本参比线上下。很少几个点偏离 $R_i = A_i$ 线超过 $3s_d$ ，表明可能存在离群值。如数据点远离基本参比线，表明可能存在其他系统问题。如数据离散较宽，表明相关性差。

A.2.2.3 差值-参比值图

以差值 d_i 为纵坐标，参比值 R_i 为横坐标作图，画一条平均差值 $\bar{d}$ 水平线和 $\pm 3s_d$ 水平线（见图 A.2）。



1——可疑离群值。

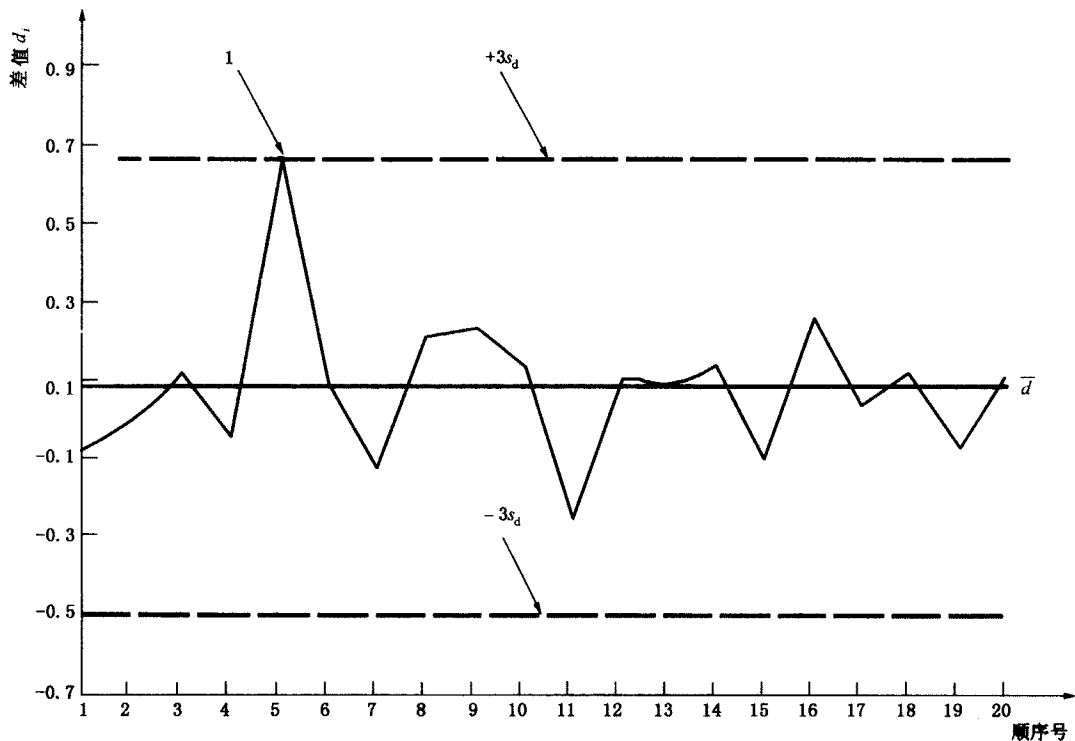
图 A.2 差值-参比值图

GB/T 19494.3—2004

各点应集结在 $\bar{d}$ 参比线上下, 偏离 $\bar{d}$ 线超过 $3s_d$ 的点, 可能是离群值, 数据点远离 $\bar{d}$ 线表明有严重问题。

A.2.2.4 序列试样对差值变化图

以差值 d_i 为纵坐标, 数据对顺序 ($i=1, 2, 3, \dots, n$) 为横坐标, 将各点依次连接, 并画出 $\bar{d}$ 和 $\pm 3s_d$ 线(见图 A.3)。



1——可疑离群值。

图 A.3 差值——序列数图

偏离 $\bar{d}$ 线超过 $3s_d$ 的点, 可能是离群值, 数据远离指示系统, 试验顺序或煤炭品质可能存在随时间而变的问题。

A.2.2.5 差值——流量图

以 d_i 为纵坐标, 采取初级子样的主皮带的煤流量为横坐标作图。如果运输系统没配备流量计(如用时间基采样的系统), 则可根据初级子样的质量计算流量近似值。如各点集束于一非水平线上, 则表明偏倚和流量间可能有相关关系, 此时应对其造成原因和对偏倚的影响进行研究。

A.2.3 离群值检验

$$\begin{aligned} \sum d_i^2 &= 0.8488 \\ d_{\max} &= 0.69 \quad (\text{第5点}) \\ C &= \frac{d_{\max}^2}{\sum d_i^2} = \frac{(0.69)^2}{0.8488} = 0.561 \end{aligned}$$

从表 9 查得 $n=20$ 时, $C_{\text{临}}=0.480$, 现 C 大于 $C_{\text{临}}$, 证明第 5 点离群。假设根据试验记录, 查明该点的系统采样有问题, 故点 5 弃去, 重新进行计算。

A.2.4 新表数据

表 A.2 舍弃离群值后的测定值

i	系统 A_i	参比 R_i	差值 d_i
1	9.55	9.63	−0.08
2	8.99	8.99	0.00
3	8.74	8.62	0.12
4	9.08	9.12	−0.04
5	9.70	9.57	0.13
6	8.71	8.83	−0.12
7	8.50	8.29	0.21
8	8.83	8.60	0.23
9	8.29	8.15	0.14
10	8.51	8.76	−0.25
11	8.80	8.69	0.11
12	8.69	8.60	0.09
13	8.81	8.67	0.14
14	8.60	8.70	−0.10
15	9.23	8.97	0.26
16	8.56	8.52	0.04
17	8.35	8.23	0.12
18	9.01	9.09	−0.08
19	9.13	9.14	−0.01
和	168.08	167.17	0.91
平均值	8.84632	8.79842	0.04789
方差 s_d^2			0.01828
标准偏差 s_d			0.13522

A.2.5 差值独立性检验

将表 A.2 数据依由小到大顺序排列如表 A.3：

表 A.3 测定中值的数据排列

序 号	差值 d_i	序 号	差值 d_i
10	−0.25	11	0.11
6	−0.12	17	0.12
14	−0.10	3	0.12
1	−0.08	5	0.13
18	−0.08	9	0.14
4	−0.04	13	0.14
19	−0.01	7	0.21
2	0.00	8	0.23
16	0.04	15	0.26
12	0.09 中位值		

本例共 19 组数据，中值为第 9 号(原第 12 号)，差值 0.09。

GB/T 19494.3—2004

按表 A.2 排列顺序,从每组的差值减去中位值,所得值为正的,计为“+”号,为负的计为“-”号。差值符号每由“+”变“-”或由“-”变“+”一次,增加一个运算群数,见表 A.4。

表 A.4 测定群数的数据

序 号	d_i	d_i —中位值	符 号	群 数
1	-0.08	-0.17	-	1
2	0.00	-0.09	-	1
3	0.12	0.03	+	2
4	-0.04	-0.13	-	3
5	0.13	0.04	+	4
6	-0.12	-0.21	-	5
7	0.21	0.12	+	6
8	0.23	0.14	+	6
9	0.14	0.05	+	6
10	-0.25	-0.34	-	7
11	0.11	0.02	+	8
12	0.09	0.00		8
13	0.14	0.05	+	8
14	-0.10	-0.19	-	9
15	0.26	0.17	+	10
16	0.04	-0.05	-	11
17	0.12	0.03	+	12
18	-0.08	-0.17	-	13
19	-0.01	-0.10	-	13

由表 A.4 得知运算群数 $r=13$,正号组数和负号组数相等,即 $n_1=n_2=9$ 。

从表 13 查得, $n_1=9$ 和 $n_2=9$ 时,显著性下限值 $L=7$,上限值 $u=13$ 。现 $r=13$,落在 L 和 u 之间,所以本差值系可以接受为独立的。

A.2.6 基本统计

按公式(24)、公式(25)和公式(26)对表 A.2 数据进行基本统计得:

$$\begin{aligned}\overline{R}_i &= 8.798\ 42 \\ \overline{A}_i &= 8.846\ 32 \\ \overline{d} &= 0.047\ 89 \\ V &= 0.018\ 28 \\ s_d &= 0.135\ 22\end{aligned}$$

A.2.7 所需试样对数计算

由公式(24)计算 g :

$$g = \frac{B}{s_d} = \frac{0.2}{0.135\ 22} = 1.4791$$

从表(10)得 $g>1.295$ 时, $n_{pR}=10$

现 $n>n_{pR}(n=19)$,故本检验的试样对数或数据数已足够,可继续进行最后的偏倚测定。

A.2.8 偏倚的最后评定

由 A. 2. 6 基本统计知, $-B < \bar{d} < +B$, 则计算 $\bar{d}$ 和 B 间差值的统计量 t_{nz} :

$$t_{nz} = \frac{(B - |\bar{d}|)}{\left(\frac{s_d}{\sqrt{n_p}}\right)} = \frac{0.2 - 0.047\ 89}{\left(\frac{0.135\ 22}{\sqrt{19}}\right)} = 4.9$$

由表(12)得 $(n-1)=18$ 下, $t_\beta=1.734$ 。现 $t_z > t_\alpha$, 故认为 $\bar{d}$ 显著小于 B , 试验结果证明不存在实质性偏倚。

$$t_{nz} = \frac{|\bar{d}|}{\left(\frac{s_d}{\sqrt{n_p}}\right)} = \frac{0.047\ 89}{\left(\frac{0.135\ 22}{\sqrt{19}}\right)} = 1.544$$

由表(12)得 $(n-1)=18$ 时, $t_\alpha=2.101$ 。现 $t_z < t_\alpha$, 故认为 $\bar{d}$ 与 0 无显著性差异。

由此作出如下结论: 在现行试验条件下, 系统可以接受为无偏倚系统。

A. 3 一致性检验示例

A. 3. 1 概述

假设开始进行了 A. 2 所述的 20 对试样试验后, 根据最大允许偏倚 B 和试验得到的标准差 s_d 求得的 g 值指示, 还需增加 5 对试样, 但按 5. 9. 4 规定, 在计算所得对数小于 10 时, 应取 10, 故又补充了 10 对试样。两组数据如下:

参 数	原数据 $n=19$	新数据 $n=10$
$\bar{d}$	0.048	0.064
s_d^2	0.018 28	0.008 116
s_d	0.135 22	0.090 15

A. 3. 2 方差一致性检验

$$F_c = \frac{0.018\ 28}{0.008\ 116} = 2.252$$

由表(11)查得 $n_1=19-1=18, n_2=10-1=9$ 时, $F=2.960$ 。

现 $F_c < F$, 所以可认为原数据对和新数据对方差间无显著性差异。

A. 3. 3 均值一致性检验

$$\bar{s}_x = \sqrt{\frac{(n_1-1)s_1^2 + (n_2-1)s_2^2}{n_1 + n_2 - 2}} = \sqrt{\frac{(19-1) \times 0.018\ 28 + (10-1) \times 0.008\ 116}{19 + 10 - 2}} = 0.122\ 033$$

$$t_m = \frac{|\bar{d}_1 - \bar{d}_2|}{\bar{s}_x \sqrt{\frac{1}{n_1} + \frac{1}{n_2}}} = \frac{|0.048 - 0.064|}{0.122\ 033 \times \sqrt{\frac{1}{19} + \frac{1}{10}}} = 0.335\ 6$$

由表(12)查得, 自由度 $=18+9=27$ 时, $t_\alpha=2.052$ 。

现 $t_m > t_\alpha$, 可认为原数据对和新数据对平均差值间无显著性差异。

由上可知, 两组数据通过 F 和 t 检验, 新旧数据是一致的, 可以合并。
