



国家质量监督检验检疫总局批准
GBW11124d

标准物质认定证书

煤灰熔融性标准物质

Certified Reference Materials of ash fusibility

标准物质编号: GBW11124d

定 值 日 期: 2015年07月

生产单位: 国家煤炭质量监督检验中心

地 址: 北京市朝阳区青年沟路5号1号楼103房间

电 话: 010-84262764 传 真: 010-84264865

e-mail: mjzxxsb@163.com

联系人: 程萍、陈青、刘向坤



一、概述

本标准物质用于煤灰熔融性测定中的气氛检查和分析过程的质量控制及方法评价。

二、样品制备

本标准物质采用预选的原煤，经自然干燥、破碎、混均并全部通过80目（<0.2mm）筛，然后按GB/T 219-2008《煤灰熔融性的测定方法》中相应规定，将其完全灰化并再次磨细后，混均，包装成瓶。

三、认定值及不确定度

试验气氛	认定值及 不确定度	特征熔融温度（℃）			
		变形温度 （DT）	软化温度 （ST）	半球温度 （HT）	流动温度 （FT）
弱还原性	认定值	1057	1072	1098	1143
	不确定度	18	14	16	22
氧化性	认定值	1176	1202	1236	1320
	不确定度	16	11	17	24
强还原性	认定值	1208	1253	1328	1401
	不确定度	14	11	11	14

注：强还原性气氛下的特征熔融温度为参考值。

四、定值方法和溯源性

6个高水平实验室的7名技术人员按GB/T219-2008《煤灰熔融性的测定方法》规定的方法进行协同试验定值。弱还原气氛的测定由7个独立组的试验构成，其中，国家煤炭质量监督检验中心由2名技术人员各对随机抽取的10瓶样品，用通气法独立进行测定；其余5家实验室各对随机抽取的1瓶样品进行了4次重复测定，其中3家实验室采用封碳法，1家实验室采用通气法。氧化性气氛的测定由6个独立组的试验构成；强还原性气氛的测定由2个独立组的试验（各10个样品共38个数据）构成。全部试验结果进行数理统计处理后，计算出认定值，以 $X_r \pm U$ 的形式表达。其中 X_r 为有效数据的加权平均值，U为

95%置信概率下的扩展不确定度 ($k=2$)。

定值试验前, 各实验室对所用仪器进行了温度检定和校准, 并检查验证了升温速度符合GB/T219-2008的要求。使用通气法的实验室检查验证了气体流量, 使用封碳法的实验室用现有的有证标准物质检查了炉内气氛的正确性。由此保证了定值结果的溯源性。

五、均匀性和稳定性检验

样品装瓶后, 随机抽取30瓶样品, 采用测定煤灰成分分析中 SO_3 和煤灰熔融性四个特征温度的方法进行均匀性检验, 最小取样量约0.05g (测定煤灰成分分析中 SO_3)。试验所得数据经F检验表明, 样品均匀性在定值的精度内。

本标准物质长期稳定。国家煤炭质量监督检验中心实施跟踪检测, 发现认定值有显著变化时及时通知用户。

六、包装、储存及使用

本标准物质为塑料瓶包装, 每瓶30g。用后应将瓶盖拧紧, 放在阴凉干燥处。

七、使用注意事项

- 1、使用时请用洁净工具, 以免沾污标准物质。
- 2、本标准物质在使用前先研磨通过0.1mm筛子, 然后在 $(815 \pm 10)^\circ\text{C}$ 灼烧1h再使用。
- 3、用本标准物质制成灰锥并测定其熔融特征温度(ST、HT和FT)。如其实际测定值与弱还原性气氛下的认定值相差不超过 40°C , 则证明炉内气氛为弱还原性; 如超过 40°C , 则根据它们与强还原性或氧化性气氛下的认定值的接近程度以及刚玉舟中碳物质的氧化情况来判断炉内气氛。
- 4、本标准物质主要用于炉内气氛控制的检查及测定准确度的判断, 不适于炉温的校正。用户应在保证炉温及升温速度正确的情况下使用本标准物质。

八、定值单位

国家煤炭质量监督检验中心	广东省质量监督煤炭检验站(广州)
秦皇岛出入境检验检疫局煤炭检测技术中心	云南省煤炭产品质量监督检验站
山东泰山矿产资源检测研究院	河南省煤炭质量监督检验中心