

《油页岩样品的制备方法》  
(报批稿)  
编制说明

沈阳岩土工程技术测试开发有限公司

2022年9月

## 目 次

1 工作简况.....	2
1.1 任务来源.....	2
1.2 主要工作过程.....	2
1.3 标准的主要起草人及其负责的工作.....	4
2 标准编制的原则和确定标准主要内容的论据.....	4
2.1 标准编制的原则.....	4
2.2 确定标准主要内容的论据.....	5
3 主要试验分析.....	6
3.1 “1 主题内容与适用范围” .....	6
3.2 “3 术语和定义” .....	7
3.3 “4 制样总则” .....	7
3.4 “5 设施、设备和工具” .....	7
3.5 “6.2 样品接收与记录” .....	8
3.6 “7.1 破碎” .....	9
3.7 “7.1.2 空气干燥过程” .....	11
3.8 “8 试样留存” .....	13
3.9 “附录 A 精密度” .....	18
4 采用国际标准和国外先进标准的程度，以及与国际、国外同类标准水平的对比情况.....	20
5 与有关的现行法律、法规和强制性国家标准的关系.....	20
6 重大分歧意见的处理经过和依据.....	21
7 标准作为推荐性标准的建议.....	21
8 贯彻标准的要求和措施建议.....	21
9 废止现行有关标准的建议.....	21
10 其他应予说明的事项.....	22

# 《油页岩样品的制备方法》编制说明

## 1 工作简况

### 1.1 任务来源

《油页岩样品的制备方法》由沈阳岩土工程技术测试开发有限公司提出并制定，经辽宁省国土资源厅推荐，入选了《2016年国土资源标准制修订计划》（国土资厅发【2016】26号文件），计划号为2016046。《油页岩样品的制备方法》由全国自然资源与国土空间规划标准化技术委员会勘查技术与实验测试分技术委员会归口。

### 1.2 主要工作过程

#### （1）起草阶段

2014年3月，工作组召开工作会议，讨论标准的制定原则和技术路线，根据前期的调研工作和测试经验，初步构建《油页岩的制备方法》标准草案的基本框架。

2014年3月-2014年9月，工作组在沈阳岩土工程技术测试开发有限公司对《油页岩的制备方法》进行试验、验证和优化。

2014年9月，对实验数据进行统计分析，形成标准草案（工作组讨论稿）。

2014年10月，工作组对标准草案进行讨论，对标准的内容等提出建议和意见。

2014年10月，根据工作组建议和意见，对标准进行了修改，形

成标准征求意见稿。

## （2）征求意见阶段

2016年7月，标准编制组向国内地矿、冶金、有色和能源等相关行业的31家单位发送了征求意见通知、征求意见表及标准文本和编制说明的征求意见稿。

2016年8月，各单位进行意见反馈，其中发送“征求意见稿”的单位数31个，收到“征求意见稿”后回函的单位数28个，收到“征求意见稿”后，回函并有建议或意见的单位数26个，没有回函的单位数3个。

2016年9月，对各专家提出的宝贵意见进行了改正和回复，并进行汇总，形成《征求意见汇总处理表》。

## （3）送审阶段

2016年10月—2019年1月，对标准文本和编制说明进行了详细的修改，形成标准文本、编制说明和征求意见汇总处理表的送审稿，准备上会审查。

## （4）报批阶段

2019年2月—2022年9月，根据审查意见对标准文本和编制说明进行了详细的修改，形成标准文本和编制说明的报批稿以及会议纪要，准备上报。

### 1.3 标准的主要起草人及其负责的工作

标准的主要起草人：洪军、韩宇、李本军、王福龙、刘晓芳、李  
小坤、赵炜、高洋洋、官良永。

洪军，教授级高级工程师，负责标准制定工作的组织协调、技术  
问题和标准起草；

韩宇，教授级高级工程师，负责标准制定工作的方案设计、实验  
和数据分析 and 标准起草；

李本军，教授级高级工程师，负责标准制定工作的管理和监督；

王福龙，高级工程师，负责标准制定工作的管理和监督；

刘晓芳，教授级高级工程师，负责标准制定工作的数据分析和处  
理；

李晓坤，高级工程师，负责标准制定工作的试验；

赵炜，教授级高级工程师，负责标准制定工作的管理和监督；

高洋洋，高级工程师，负责标准制定工作的试验；

官良永，工程师，负责标准制定工作的试验。

## 2 标准编制的原则和确定标准主要内容的论据

### 2.1 标准编制的原则

本标准参照了 DZ/T 0130.2 地质矿产实验室测试质量管理规范  
第 2 部分：岩石矿物分析试样制备、GB 474 《煤样的制备方法》和  
NB/T 51011-2014 《油页岩含油率的测定（格金法）》。

本标准结构和文字依据 GB/T1.1-2009 《标准化工作导则 第 1 部

分：标准的结构和编写规则》、GB/T20000.1-2002《标准化工作指南 第1部分：标准化和相关活动的通用词汇》、GB/T20000.3-2003《标准化工作指南 第3部分：引用文件》、GB/T20001.1~4-2003《标准编写规则》以及GB/T6379.1~2-2004《测量方法与结果的准确度》等规定的要求进行编写。标准起草工作开展后，主要查阅了国内外同类产品标准和国内有关企业技术资料，进行收集、整理和比对分析。

## 2.2 确定标准主要内容的论据

煤的制样（GB474）要点为保证样品的均匀性和代表性，测定动力用煤的物理或化学指标，制样过程中为了达到较好的样品状态和均匀性，可以逐级多次的破碎、缩分和长时间的空气干燥以及副样可以保留较长的时间。

岩石矿物的制样（DZ0130.13）只是对油页岩分析样品粒度和干燥有规定（0.250~0.177mm 和不烘样），并未规定油页岩含油率样品的制备方法和粒度及烘样要求，并不适用NB/T 51011-2014《油页岩含油率的测定（格金法）》的样品粒度要求（粒度<3mm）。

油页岩主要应用就是提炼页岩油，其最重要的一项测试是油页岩的含油率，而且页岩油是一种液态的易挥发的物质，所以油页岩的制样除了要考虑样品的均匀性和代表性外，还得考虑如何在制样过程中尽量减少页岩油的损失。

《油页岩的制备方法》中考虑到这一重要性，体现在以下几点：  
强调制样过程中，不能过度破碎或多次的破碎。破碎过程对页岩

油的损失影响较大。

强调制备含油率试样时粒度不能过低。粒度过低使含油率测试结果偏低，同时增大了样品的表面积，加快了页岩油的损失速度。

强调空气干燥时的条件选择。选择电热鼓风干燥箱应设定温度不能高于 40℃，干燥时间不能超过 2h，否则影响含油率的测值。

强调了页岩油样品的最佳测试时间。化实验室在收到样品后，应立即开始制样，制备好的样品应在 3d 内检测完毕，以减少样品中页岩油的损失。

强调了页岩油样品副样的保存条件。经过大量的比对试验和数据研究最后确定保存页岩油样品副样的最佳条件：样品制备后 3 日内不能完成测试或备查样需要保留时间超过 3 日时，需将样品密封并放置在 0℃~5℃的条件下，含油率<10%的试样的留存时间为 15d，逾期作废；含油率≥10%的试样的留存时间为 5d，逾期作废。

综上所述，编制《油页岩的制备方法》是必要的，完善油页岩含油率的制备方法对油页岩检测领域也是非常重要的。

### **3 主要试验分析**

#### **3.1 “1 主题内容与适用范围”**

本标准规定了油页岩样品制备的总则、设施、设备、工具和制备过程。

本标准适用于油页岩含油率样品的制备和一般分析用油页岩样品或特殊分析用油页岩样品的制备。

## 3.2 “3 术语和定义”

本标准对以下术语进行了定义：

油页岩 oil shale

一种干馏后可获得页岩油的高灰分致密薄层状可燃有机岩。

## 3.3 “4 制样总则”

3.3.1 制备试样的目的：

将采集送验的油页岩样品，经过破碎、混合、缩分和筛分等步骤制备成代表原来油页岩样品的分析测试用样品。

3.3.2 在下述情况下需要按附录 A 中对制备样品的精密度进行校验：

- (1) 首次采用本标准时；
- (2) 首次使用新的破碎设备时；
- (3) 制样破碎机维修后再使用时；
- (4) 对样品制备的精密度发生怀疑时；
- (5) 其它认为有必要校验制样精密度时。

## 3.4 “5 设施、设备和工具”

3.4.1 制样室应有足够大的空间且照明良好，并能划分出破碎、粉碎、缩分、干燥、操作台、存样等不同的独立区域。室内不能有强对流空气，应有配套的通风除尘设备。

3.4.2 颚式破碎机：进料口尺寸 $>80\text{mm}$ ，出料口粒度可调



1mm~13mm。

3.4.3 密封式粉碎机：可研磨至粒度<200目。

3.4.4 二分器：二分器的格槽宽度为样品最大粒度的 2.5~3 倍，但不小于 5mm。格槽数目两侧应相等，各格槽的宽度应该相同，格槽等斜面的坡度不小于 60°。

3.4.5 标准筛：孔径为 13mm,6mm,3mm,1mm 圆孔筛和 200 目的方孔筛。

3.4.6 电子秤、托盘天平、毛刷、撮子、操作台等

3.4.7 电热鼓风干燥箱：控温 45~50℃。

### 3.5 “6.2 样品接收与记录”

收到样品后，应按送样单与样品标签逐项核对，并核查样品的包装、质量、数量、粒度、采样地点和采样深度等相关信息逐一记录，并要求双方签字确认。

收样和制样时间、使用设备情况、制样人员等详细信息要记录在登记本上。实验室在收到样品后，应立即开始制样，制备好的样品应在 3 天内检测完毕，以防止样品中含油率的损失。

“化验室在收到样品后，应立即开始制样，制备好的样品应在 3d 内检测完毕，以防止样品中含油率的损失。”

在该条款设置上，设计了如下的实验：在制样完成当日、第三天、第四天和第五天，对同一油页岩样品测定含油率结果，看油页岩含油率随着时间变化的规律。

表 1 油页岩含油率不同保存天数测定结果比对

样品编号	油页岩含油率 (%)						
	当日	3d	差值	4d	差值	5d	差值
1285 油-82	5.2	5.1	-0.1	4.7	-0.5	4.6	-0.6
1285 油-83	6.6	6.4	-0.2	6.0	-0.6	6.0	-0.6
1285 油-84	9.1	9.0	-0.1	8.5	-0.6	8.4	-0.7
1285 油-85	7.0	6.8	-0.2	6.5	-0.5	6.3	-0.7
1285 油-100	8.8	8.5	-0.3	8.3	-0.5	8.1	-0.7
2014 油-16	9.6	9.3	-0.3	9.1	-0.5	9.0	-0.6
1285 油-174	10.2	10.0	-0.2	9.1	-1.1	8.9	-1.3
1285 油-193	12.4	12.0	-0.4	11.2	-1.2	11.0	-1.4
1285 油-809	11.5	11.2	-0.3	10.4	-1.1	10.2	-1.3
2014 油-23	14.3	14.0	-0.3	13.2	-1.1	13.0	-1.3

由表 1 可以看出, 样品制备后在自然环境下放置 3 天其含油率的测试结果与当天制备样品的含油率测试结果差值不大, 但已经有下降趋势。而第 4 天开始, 油页岩含油率损失明显加大, 已经超过《油页岩含油率的测定 格金法》NB/T 51011-2014 中关于重复性限的规定, 到第 5 天时, 含油率的损失更大。可见要在自然环境下保证获得比较准确的油页岩含油率测试结果, 应在制样完成后及时测试。因此, 本标准规定“化验室在收到样品后, 应立即开始制样, 制备好的样品应在 3d 内检测完毕, 以防止样品中含油率的损失。”

### 3.6 “7.1 破碎”

NB/T 51011-2014 对样品粒度的要求是 $<3\text{mm}$ , 不要过分粉碎。并未对 $<3\text{mm}$  样品做具体粒度规定, 因此需要考察不同粒级对油页岩含油率测定结果的影响, 选择了 $0\sim 1\text{mm}$ 、 $1\sim 3\text{mm}$  和 $<3\text{mm}$ , 3 种粒度的油页岩样品进行含油率测试, 实验结果见表 2。

表 2 数据表明, 用粒度为 $0\sim 1\text{mm}$  的油页岩样品测定的含油率结果最低,  $<3\text{mm}$  的样品次之, 而粒度在 $1\sim 3\text{mm}$  的油页岩样品含油率最高。

不难理解,这是由于油页岩样品随粒度的差异而导致颗粒间的空隙也不同,透析性能导致页岩油干馏的不彻底缘故。

T 检验表明,样品粒度为 0~1mm 与 1~3mm 或 <3mm 的含油率测定结果有显著性差异,并且差值的置信范围不大;样品粒度为 1~3mm 与 <3mm 的含油率测定结果没有显著性差异,并且差值的置信范围不大。

**表 2 不同粒度油页岩样品含油率测定结果比对**

样品编号	油页岩含油率 (%)									平均值差 I - II	平均值差 I - III	平均值差 II - III
	0~1mm 样品 ( I )			1~3mm 样品 ( II )			<3mm 样品 ( III )					
	1	2	平均	1	2	平均	1	2	平均			
2014 油-43	13.7	13.7	13.7	14.0	14.2	14.1	14.3	14.4	14.4	-0.4	-0.7	-0.3
2014 油-44	11.9	11.8	11.8	12.8	12.5	12.6	13.1	13.0	13.0	-0.8	-1.2	-0.4
2014 油-52	11.5	12.1	11.8	12.7	12.4	12.6	13.3	13.1	13.2	-0.8	-1.4	-0.6
2014 油-55	11.9	12.0	12.0	12.6	12.8	12.7	12.3	12.3	12.3	-0.7	-0.3	0.4
2014 油-60	13.7	13.6	13.6	13.7	13.4	13.6	13.5	13.5	13.5	0.0	0.1	0.1
2014 油-61	11.6	11.5	11.6	12.6	12.6	12.6	12.4	12.1	12.2	-1.0	-0.6	0.4
2014 油-78	14.3	14.0	14.2	14.4	14.5	14.4	14.5	14.9	14.7	-0.2	-0.5	-0.3
2014 油-80	13.1	13.0	13.0	13.0	13.2	13.1	13.5	13.7	13.6	-0.1	-0.6	-0.5
2014 油-123	14.6	14.5	14.6	15.2	14.8	15.0	14.9	14.9	14.9	-0.4	-0.3	0.1
2014 油-125	12.3	12.3	12.3	12.6	12.6	12.6	12.8	12.9	12.8	-0.3	-0.5	-0.2
1285 油-776	9.3	9.2	9.2	9.7	10.0	9.9	9.5	9.8	9.6	-0.7	-0.4	0.3
1285 油-917	11.3	11.9	11.6	12.8	12.7	12.8	13.0	12.5	12.8	-1.2	-1.2	0.0
1285 油-926	10.6	11.0	10.8	11.6	11.4	11.5	11.6	12.0	11.8	-0.7	-1.0	-0.3
$\bar{d}$										-0.6	-0.7	-0.1
s										0.3605	0.4318	0.3416
t										4.9454	4.8789	0.9470
$t_{0.05}$										2.262	2.262	2.262
D										-0.6	-0.7	-0.1
										$\pm 0.8156$	$\pm 0.9767$	$\pm 0.7727$

综上所述，虽然粒度<3mm的油页岩样品含油率测定结果偏低，但偏低的程度不大，同时考虑到制备粒度为1~3mm的样品需要筛分和弃去筛下样品，由于粒度的离析作用和留弃的不当，使两部分样品的粒度组成发生偏倚，从而影响样品的均匀性和代表性，并且增加劳动强度。因此该标准未对制备油页岩含油率样品的粒度做详细规定，仍然按照NB/T 51011-2014对样品粒度的要求，但是强调不能过度破碎。

### 3.7 “7.1.2 空气干燥过程”

3.7.1 在是否需要空气干燥过程上，进行了两种条件的比对，看实验结果是否对总水分产率有影响。

**表3 是否达到空气干燥状态对油页岩样品总水分产率测定结果的影响**

样品编号	油页岩总水分产率 (%)					
	未达到空气干燥			达到空气干燥		
	3小时前	3小时后	差值	3小时前	3小时后	差值
1285 油-82	7.8	6.7	-1.1	4.6	4.4	-0.2
1285 油-83	8.3	7.1	-0.8	5.0	4.9	-0.1
1285 油-84	6.8	5.4	-1.4	4.4	4.4	0.0
1285 油-85	6.5	5.0	-1.5	3.4	3.4	0.0
1285 油-100	7.0	5.4	-1.6	3.4	3.5	+0.1
2014 油-16	6.2	4.4	-1.8	2.9	2.8	-0.1
1285 油-174	8.9	7.5	-1.4	4.5	4.2	-0.3
1285 油-193	5.6	4.6	-1.0	2.9	2.6	-0.3
1285 油-809	6.5	5.5	-1.0	4.4	4.2	-0.2
2014 油-23	4.6	3.8	-0.8	2.5	2.5	0.0

表3结果表明，在未达到空气干燥状态下，油页岩样品的水分不够稳定，进而导致重复测定的油页岩样品总水分产率差值较大，而在油页岩样品达到空气干燥状态后，重复测定的油页岩样品总水分产率差值很小，测试结果稳定。因此，在该方法中强调油页岩测试样品需要达到空气干燥状态。

3.7.2 “7.1.2 b) 电热鼓风干燥箱干燥法”其中电热鼓风干燥箱设置“温度控制在 40℃以下 (±1℃)”。在选择控制温度时进行对比实验，实验结果见表 4。

表 4 不同干燥温度 (电热鼓风干燥) 所做油页岩样品含油率结果的比对

样品编号	含油率 (%)			重复性限 (%)
	干燥温度 30℃	干燥温度 40℃	干燥温度 50℃	
2014 油-43	14.4	14.6	14.0	±1.2
2014 油-94	18.6	18.5	17.0	±1.2
2014 油-52	13.0	13.3	12.0	±1.2
2014 油-88	2.7	2.7	2.2	±0.4
2014 油-60	12.8	13.2	11.6	±1.2
2014 油-61	12.5	12.4	11.0	±1.2
2014 油-74	13.9	14.1	12.7	±1.2
2014 油-80	15.9	15.8	14.5	±1.2
2014 油-133	7.8	8.1	7.2	±0.6
2014 油-125	12.9	12.8	11.3	±1.2

表 4 实验设置为油页岩样品分别在 30℃、40℃和 50℃的电热鼓风干燥箱中达到空气干燥状态后进行油页岩含油率测试。由表 4 看出在温度 30℃和 40℃干燥样品的情况下，油页岩样品的状态比较稳定，而在 50℃下干燥样品后，油页岩样品的含油率有损失，超出了油页岩含油率标准规定的重复性限，因此，本方法中规定温度控制在 40℃以下 (±1℃)。

3.7.3 在干燥方法的选择上进行了自然干燥和电热鼓风两种方法的比对，主要看选择的干燥方法是否对油页岩含油率有影响，实验结果见表 5。

表 5 结果表明，两种方法的测定结果没有显著性差异，并且差值的置信范围不大，可以相互替代。但是选择电热鼓风干燥箱应设定温

度不能高于 40℃，干燥时间不能超过 2h，否则影响含油率的测值。

**表 5 采取自然干燥和电热鼓风干燥方法的油页岩样品含油率测定结果比对**

样品编号	油页岩含油率 (%)						平均值差 I - II
	自然干燥法 (I)			电热鼓风干燥法 (II)			
	1	2	平均	1	2	平均	
2014 油-43	14.3	14.1	14.2	14.5	14.6	14.6	-0.4
2014 油-44	13.4	13.2	13.3	12.9	12.1	12.5	0.8
2014 油-52	12.1	12.2	12.2	11.9	12.6	12.3	-0.1
2014 油-55	12.3	12.8	12.6	12.5	12.8	12.7	-0.1
2014 油-60	13.5	13.9	13.7	13.1	13.3	13.2	0.5
2014 油-61	12.6	12.7	12.6	12.4	12.3	12.4	0.2
2014 油-74	13.7	13.8	13.8	13.9	14.4	14.1	-0.4
2014 油-80	13.5	13.7	13.6	13.8	13.7	13.8	-0.2
2014 油-123	14.2	14.7	14.5	14.7	13.6	14.4	0.1
2014 油-125	12.5	12.4	12.4	12.1	12.5	12.3	0.1
$\bar{d}$							0.1
s							0.3632
t							0.5485
t <sub>0.05</sub>							2.262
D							0.1
D							±0.8216

注：电热鼓风干燥法采用 40℃，鼓风干燥 2h。

### 3.8 “8 试样留存”

标准中关于试样留存的规定是“样品制备后 3 日内不能完成测试或备查样需要保留时间超过 3 日时，需将样品密封并放置在 0℃~5℃的条件下，含油率<10%的试样的留存时间为 15d，逾期作废；含油率

≥10%的试样的留存时间为 5d，逾期作废。”

前面已经论述过油页岩样品常温下保留时间超过 3 天，油页岩含油率的损失会很大，但是如果有样品制备后 3 日内不能完成测试或备查样需要保留较长时间的情况，就需要找到一种延长样品保留时间的办法。因此，考虑温度和氧气是导致油页岩含油率损失的关键，设计一系列实验，将样品密封放置于不同温度条件下，在不同的保存天数下测试含油率，以选择最佳的保存温度和时间。具体实验数据列于下列表格中。

**表 6 油页岩样品密封在 4℃ 下含油率在不同保存天数下测定数据比对**

样品密封保存温度 4℃	样品编号	含油率原测值%	保存 12-13d 含油率%	差值%	保存 14d 含油率%	差值%	保存 15d 含油率%	差值%
含油率含量 <10%	1285 油-82	5.2	4.7	-0.5	4.7	-0.5	4.6	-0.6
	1285 油-83	6.6	6.0	-0.6	6.0	-0.6	6.0	-0.6
	1285 油-84	9.1	8.5	-0.6	8.5	-0.6	8.6	-0.5
	1285 油-85	7.0	6.5	-0.5	6.5	-0.5	6.4	-0.6
	1285 油-100	8.8	8.2	-0.6	8.3	-0.5	8.3	-0.5
	2014 油-16	9.6	9.1	-0.5	9.0	-0.6	9.1	-0.5
	1285 油-186	9.4	9.0	-0.4	8.9	-0.5	8.8	-0.6
	1285 油-187	6.4	6.1	-0.3	5.9	-0.5	6.0	-0.4
	1285 油-188	6.4	5.9	-0.5	5.9	-0.5	5.8	-0.6
1285 油-189	8.9	8.4	-0.5	8.4	-0.5	8.3	-0.6	
样品密封保存温度 4℃	样品编号	含油率原测值%	保存 2-3d 含油率%	差值%	保存 4d 含油率%	差值%	保存 5d 含油率%	差值%
含油率含量 ≥10%	1285 油-174	10.2	9.4	-0.8	9.4	-0.8	9.1	-1.1
	1285 油-193	12.4	11.5	-0.9	11.5	-0.9	11.2	-1.2
	1285 油-809	11.5	10.7	-0.8	10.7	-0.8	10.4	-1.1
	2014 油-23	14.3	13.5	-0.8	13.5	-0.8	13.2	-1.1
	1285 油-202	10.8	10.6	-0.2	10.6	-0.2	10.1	-0.7
	1285 油-798	10.4	10.1	-0.3	10.1	-0.3	9.9	-0.5
	1285 油-810	10.8	10.2	-0.6	10.0	-0.8	9.8	-1.0
	1285 油-811	10.0	9.5	-0.5	9.0	-1.0	8.8	-1.2
	2014 油-14	12.4	12.0	-0.4	11.3	-1.1	11.2	-1.2
2014 油-15	11.1	10.6	-0.5	10.4	-0.7	10.2	-0.9	

3.8.1 表 6 是保存温度为 4℃ 下，含油率在不同天数下含油率测

试的数据比对,由表 6 可以看出当含油率 $<10\%$ ,油页岩样品密封在  $4^{\circ}\text{C}$  条件下,在 15 天内含油率变化均在允许误差范围内,所以稳定的保留时间是 15 天;当含油率 $\geq 10\%$ ,油页岩样品密封在  $4^{\circ}\text{C}$  条件下,稳定的保留时间是 5 天。

3.8.2 表 7 是保存温度为  $5^{\circ}\text{C}$  下,含油率在不同天数下含油率测试的数据比对,由表 6 可以看出当含油率 $<10\%$ ,油页岩样品密封在  $5^{\circ}\text{C}$  条件下,在 15 天内含油率变化均在允许误差范围内,所以稳定的保留时间是 15 天;当含油率 $\geq 10\%$ ,油页岩样品密封在  $5^{\circ}\text{C}$  条件下,稳定的保留时间是 5 天。

**表 8 油页岩样品密封在  $6^{\circ}\text{C}$  下含油率在不同天数下测定数据比对**

样品密封保存温度 $6^{\circ}\text{C}$	样品编号	含油率原测值%	保存 12-13d 含油率%	差值%	保存 14d 含油率%	差值%	保存 15d 含油率%	差值%
含油率含量 $<10\%$	1285 油-82	5.2	4.7	-0.5	4.2	-1.0	4.0	-1.2
	1285 油-83	6.6	6.0	-0.6	5.6	-1.0	5.4	-1.2
	1285 油-84	9.1	8.5	-0.6	8.1	-1.0	7.7	-1.4
	1285 油-85	7.0	6.4	-0.6	6.1	-0.9	5.9	-1.1
	1285 油-100	8.8	8.2	-0.6	7.8	-1.0	7.6	-1.2
	2014 油-16	9.6	9.1	-0.5	8.6	-1.0	8.5	-1.1
	1285 油-186	9.4	9.0	-0.4	8.6	-0.8	8.3	-1.1
	1285 油-187	6.4	6.0	-0.4	5.7	-0.7	5.4	-1
	1285 油-188	6.4	5.9	-0.5	5.7	-0.7	5.5	-0.9
1285 油-189	8.9	8.4	-0.5	8.2	-0.7	8.1	-0.8	
样品密封保存温度 $6^{\circ}\text{C}$	样品编号	含油率原测值%	保存 2-3d 含油率%	差值%	保存 4d 含油率%	差值%	保存 5d 含油率%	差值%
含油率含量 $\geq 10\%$	1285 油-174	10.2	9.4	-0.8	9.0	-1.2	8.7	-1.5
	1285 油-193	12.4	11.3	-1.1	10.4	-2.0	10.1	-2.3
	1285 油-809	11.5	10.6	-0.9	10.0	-1.5	9.9	-1.6
	2014 油-23	14.3	13.2	-1.1	13.1	-1.2	12.9	-1.4
	1285 油-202	10.8	10.1	-0.7	9.5	-1.3	9.1	-1.7
	1285 油-798	10.4	10.0	-0.4	10.0	-0.4	9.6	-1.8
	1285 油-810	10.8	10.2	-0.6	9.1	-1.7	8.9	-1.9
	1285 油-811	10.0	9.4	-0.6	8.6	-1.4	8.3	-1.7
	2014 油-14	12.4	11.8	-0.6	11.1	-1.3	10.5	-1.9
	2014 油-15	11.1	10.6	-0.5	9.8	-1.3	9.4	-1.7



表 7 油页岩样品密封在 5℃ 下含油率在不同保存天数下测定数据比对

样品密封保存温度 5℃	样品编号	不同保存天数下测定油页岩含油率 (%) 及与原测值的差值 (%)																			
		原测值	4d	差值%	5d	差值	6d	差值	9d	差值	11d	差值	13d	差值	14d	差值	15d	差值	16d	差值	
含油率 量< 10%	1285 油-82	5.2	4.9	-0.3	4.7	-0.5	4.8	-0.4	4.6	-0.6	4.7	-0.5	4.7	-0.5	4.7	-0.5	4.6	-0.6	4.4	-0.8	
	1285 油-83	6.6	6.1	-0.5	6.0	-0.6	6.0	-0.6	6.0	-0.6	6.0	-0.6	6.0	-0.6	6.0	-0.6	6.0	-0.6	5.8	-0.8	
	1285 油-84	9.1	8.5	-0.6	8.5	-0.6	8.5	-0.6	8.5	-0.6	8.5	-0.6	8.5	-0.6	8.5	-0.6	8.6	-0.5	8.5	-0.6	
	1285 油-85	7.0	6.6	-0.4	6.5	-0.5	6.5	-0.5	6.4	-0.6	6.6	-0.4	6.5	-0.5	6.5	-0.5	6.4	-0.6	6.2	-0.8	
	1285 油-100	8.8	8.4	-0.4	8.3	-0.5	8.3	-0.5	8.2	-0.6	8.3	-0.5	8.2	-0.6	8.3	-0.5	8.3	-0.5	8.0	-0.8	
	2014 油-16	9.6	9.2	-0.4	9.1	-0.5	9.1	-0.5	9.1	-0.5	9.2	-0.4	9.1	-0.5	9.0	-0.6	9.1	-0.5	8.9	-0.7	
含油率 ≥10%	1285 油-174	10.2	9.4	-0.8	9.1	-1.1	9.1	-1.1	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	
	1285 油-193	12.4	11.5	-0.9	11.2	-1.2	11.0	-1.4	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	
	1285 油-809	11.5	10.7	-0.8	10.4	-1.1	10.3	-1.2	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	
	2014 油-23	14.3	13.5	-0.8	13.2	-1.1	12.9	-1.4	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	

3.8.3 表 8 是保存温度为 6℃ 下，含油率在不同天数下含油率测试的数据比对，由表 7 可以看出当含油率 < 10%，油页岩样品密封在 6℃ 条件下，在 13 天内含油率变化均在允许误差范围内，所以稳定的保留时间是 13 天；当含油率 ≥ 10%，油页岩样品密封在 6℃ 条件下，稳定的保留时间是 3 天。

表 9 油页岩样品密封在 8℃ 下含油率在不同天数下测定数据比对

样品密封保存温度 8℃	样品编号	含油率原测值%	保存 12-13d 含油率%	差值%	保存 14d 含油率%	差值%	保存 15d 含油率%	差值%
含油率含量 < 10%	1285 油-82	5.2	4.2	-1.0	4.0	-1.2	3.9	-1.3
	1285 油-83	6.6	5.5	-1.1	5.4	-1.2	5.4	-1.2
	1285 油-84	9.1	8.0	-0.9	7.8	-1.4	7.8	-1.3
	1285 油-85	7.0	6.1	-0.9	5.9	-1.1	6.0	-1.0
	1285 油-100	8.8	7.8	-1.0	7.6	-1.2	7.6	-1.2
	2014 油-16	9.6	8.6	-1.0	8.4	-1.2	8.4	-1.2
	1285 油-186	9.4	8.6	-0.8	8.3	-1.1	8.2	-1.2
	1285 油-187	6.4	5.7	-0.7	5.4	-1.0	5.4	-1.0
	1285 油-188	6.4	5.7	-0.7	5.3	-1.1	5.1	-1.3
	1285 油-189	8.9	8.2	-0.7	8.1	-0.8	7.9	-1.0
样品密封保存温度 8℃	样品编号	含油率原测值%	保存 2-3d 含油率%	差值%	保存 4d 含油率%	差值%	保存 5d 含油率%	差值%
含油率含量 ≥ 10%	1285 油-174	10.2	9.0	-1.2	8.7	-1.5	8.2	-2
	1285 油-193	12.4	10.5	-1.9	10.1	-2.3	9.6	-2.8
	1285 油-809	11.5	10.2	-1.3	9.7	-1.8	9.4	-2.1
	2014 油-23	14.3	13.1	-1.2	12.8	-1.5	12.6	-1.7
	1285 油-202	10.8	9.7	-1.1	9.1	-1.7	9.1	-1.7
	1285 油-798	10.4	10.0	-0.4	9.6	-0.8	9.1	-1.3
	1285 油-810	10.8	9.4	-1.4	8.6	-2.2	8.3	-2.5
	1285 油-811	10.0	8.6	-1.4	8.1	-1.9	8.1	-1.9
	2014 油-14	12.4	11.1	-1.3	10.5	-1.9	10.1	-2.3
	2014 油-15	11.1	9.8	-1.3	9.1	-2.0	8.8	-2.3

3.8.4 表 9 是保存温度为 8℃ 下，含油率在不同天数下含油率测试的数据比对，由表 9 可以看出当含油率 < 10%，油页岩样品密封在 6℃ 条件下，在 12 天内含油率变化均在允许误差范围内，所以稳定的保

留时间少于 12 天；当含油率 $\geq 10\%$ ，油页岩样品密封在 6℃条件下，稳定的保留时间少于 3 天。

通过以上的实验结果，得出油页岩样品留存时间较长的最佳条件是：“样品密封放置在 0℃~5℃的条件下，含油率 $< 10\%$ 的试样的留存时间为 15d，逾期作废；含油率 $\geq 10\%$ 的试样的留存时间为 5d，逾期作废。”

而对于零摄氏度以下保存，油页岩样品中水分会结冰，测试时需要解冻并且解冻过程中会产生水蒸汽凝结在包装袋上，影响油页岩总水分产率的测试和增加测试难度，在本标准中不予考虑。

### 3.9 “附录 A 精密度”

油页岩样品的组成不论在粒度方面，还是在化学成分方面都极不均一。而分析化验所用的少量样品是由大量样品缩制成的。这就决定了不可能制得与原始样品质量完全相同的分析化验样品，只能得到与大量样品的平均质量相近似的分析化验样品，即有一定的偏差，并且这个偏差又不超过一定限度。制备出的样品就叫具有代表性的样品。制样偏差的限度就叫做制样精密度。

在分析化验准确的情况下，分析化验样品的质量越接近原始的大量样品的平均质量，分析样品就越具有代表性，制样精密度就越高。

在正确地进行采样、制样和分析化验的情况下，采样误差大于制样误差，制样误差大于分析化验误差。但制样操作不当造成的制样误差有时并不亚于采样误差。因此，样品制备工作必须予以足够的重视。

表 10 制样和化验精密度核验

第一组 10 对双份试样				
化验编号	干燥基灰分 Ad%			差值 d
	1	2	平均	
2014 油-1	59.36	59.42	59.390	-0.06
2014 油-2	59.34	59.36	59.350	-0.02
2014 油-3	58.69	58.54	58.615	0.15
2014 油-4	58.85	58.88	58.865	-0.03
2014 油-5	58.85	58.86	58.855	-0.01
2014 油-6	58.67	58.71	58.690	-0.04
2014 油-7	59.16	59.05	59.105	0.11
2014 油-8	61.16	61.17	61.165	-0.01
2014 油-9	63.30	63.35	63.325	-0.05
2014 油-10	64.80	64.49	64.645	0.31
平均值 $y_1$				0.035
标准差 $s_1$				0.0836
方差目标值 $v_{PT}^0$				0.0313
$0.70\sqrt{V_{PT}^0}$				0.1237
$1.75\sqrt{V_{PT}^0}$				0.3094
第二组 10 对双份试样				
化验编号	干燥基灰分 Ad%			差值 d
	1	2	平均	
2014 油-11	61.62	62.05	61.835	-0.43
2014 油-12	63.79	63.44	63.615	0.35
2014 油-13	61.96	62.08	62.020	-0.12
2014 油-14	62.82	63.40	63.110	-0.58
2014 油-15	60.60	61.02	60.810	-0.42
2014 油-16	62.23	61.43	61.830	0.80
2014 油-17	58.45	58.18	58.315	0.27
2014 油-18	60.41	60.28	60.345	0.13
2014 油-19	60.06	60.38	60.220	-0.32
2014 油-20	65.38	65.35	65.365	0.03
平均值 $y_2$				-0.029
标准差 $s_2$				0.2888
方差目标值 $v_{PT}^0$				0.0313
$0.70\sqrt{V_{PT}^0}$				0.1237
$1.75\sqrt{V_{PT}^0}$				0.3094

本标准的制样精密度计算见表 10。

使用表 10 的数据，将标准差与方差目标值进行比较可以看出如下关系式， $0.70\sqrt{V_{PT}^0} < s_1 < 1.75\sqrt{V_{PT}^0}$ ， $0.70\sqrt{V_{PT}^0} < s_1 < 1.75\sqrt{V_{PT}^0}$ ，连续两组 10 对双份试样的标准差都落在目标值范围内，可以认为制样和化验精密度符合要求。

#### 4 采用国际标准和国外先进标准的程度，以及与国际、国外同类标准水平的对比情况

油页岩属于非常规油气资源，以资源丰富和开发利用的可行性被列为 21 世纪非常重要的接替能源，国家非常重视油页岩的研究、开发和利用。在此形势下，沈阳岩土工程技术测试开发有限公司制定的标准《油页岩含油率测定（格金法）》，已经被国家能源局批准发布实施，该方法对油页岩的研究和利用领域具有十分重要的意义，但是其对油页岩制样方面的要求和说明不够详细。总的来说，为了我国油页岩开发和利用产业的发展，有必要制定一个适合油页岩制样的标准方法，以便为油页岩的各种测试项目提供具有代表性的样品。

工作组在编制本标准前详细查阅国内外相关标准，至标准编制之日尚未发现与计划编制标准相同或相似标准。

油页岩制样工作现借鉴 GB 474《煤样的制备方法》，处于无标准方法可以依据的局面。因此，研究油页岩制样方法，制定油页岩制样标准显得尤为重要。

#### 5 与有关的现行法律、法规和强制性国家标准的关系

至标准编制之日尚未发现与计划编制标准相冲突的现行法律、法

规和强制性国家标准。

## 6 重大分歧意见的处理经过和依据

无

## 7 标准作为推荐性标准的建议

由于本标准不涉及以下几方面的技术要求：

- (1) 有关国家安全的技术要求；
- (2) 保障人体健康和人身、财产安全的要求；
- (3) 产品及产品生产、储运和使用中的安全、卫生、环境保护要求及国家需要控制的工程建设的其他要求；
- (4) 工程建设的质量、安全、卫生、环境保护按要求及国家需要控制的工程建设的其他要求；
- (5) 污染物排放限值和环境质量要求；
- (6) 保护动植物生命安全和健康要求；
- (7) 防止欺骗、保护消费者利益的要求；
- (8) 国家需要控制的重要产品的技术要求。

因此，建议本标准为推荐性标准。

## 8 贯彻标准的要求和措施建议

标准发布后，建议由全国自然资源与国土空间规划标准化技术委员会制定贯标计划，举办《油页岩样品的制备方法》宣贯培训班，对标准方法实施的基本条件和关键环节进行培训，有利于本标准的推广应用。

建议标准发布后 3 个月内实施。

## 9 废止现行有关标准的建议

无

## 10 其他应予说明的事项

### 10.1 关于修改标准起草单位名称的说明

申报计划时起草单位名称为：辽宁省东煤测试分析研究院有限责任公司，2022年7月单位因改制换名，报批时起草单位名称为：沈阳岩土工程技术测试开发有限公司。