化学实验室常用标准汇编

（上）

试样的采取与制备
标准溶液的制备

中化化工标准化所
中国标准出版社第五编辑室 编



中国标准出版社

化学实验室常用标准汇编(上)

试样的采取与制备
标准溶液的制备

中化化工标准化所
中国标准出版社第五编辑室 编

中国标准出版社

图书在版编目（CIP）数据

化学实验室常用标准汇编．上/中化化工标准化所，中国标准出版社第五编辑室编．—北京：中国标准出版社，2006

ISBN 7-5066-4033-3

Ⅰ.化… Ⅱ.①中…②中… Ⅲ.化学-实验室-标准-汇编-中国 Ⅳ.06-31

中国版本图书馆 CIP 数据核字（2006）第 015655 号

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码：100045
网址 www.bzcbs.com
电话：68523946 68517548
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销
*
开本 880×1230 1/16 印张 43 字数 1 245 千字
2006 年 4 月第一版 2006 年 4 月第一次印刷
*
定价 125.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话：(010)68533533

出 版 说 明

当前，我国正进入完善社会主义市场经济体制，走新型工业化道路，实现经济社会和人的和谐发展，全面建设小康社会的新时期。大众对环境、健康、安全和产品质量等方面的要求也越来越高。实验室正是通过试验、化验、检验、检测和分析等手段为大众提供各种相关数据和信息的机构。根据权威部门的最新统计，我国各类对外开展检验检测服务的实验室资源总量约为2万家。为满足实验室及相关行业广大从业人员的工作需要和使用上的方便，我们编辑出版了《化学实验室常用标准汇编》，该汇编分上、下两册。

上册主要汇集了截止到2005年12月由国家质量监督检验检疫总局和国家标准化管理委员会发布的现行有效的国家标准66项。汇编收集的国家标准的属性已在本目录上标明(GB或GB/T)，年号用四位数表示。鉴于部分国家标准是在国家标准清理整顿前出版的，现尚未修订，故正文部分仍保留原样；读者在使用这些国家标准时，其属性以本目录上标明的为准(标准正文“引用标准”中标准的属性请读者注意查对)。

本汇编所包括的标准由于出版年代不同，其格式、符号代号、计量单位乃至名词术语不尽相同。这次汇编时，只对原标准中技术内容上的错误以及其他方面明显不妥之处做了更正。

由于编者的时间和水平有限，书中不当之处请读者批评指正。

编　　者

2006年2月

目　　录

一、试样的采取与制备

（一）化工产品

GB/T 619—1988　化学试剂　采样及验收规则 …… 5
GB/T 3723—1999　工业用化学产品采样安全通则 …… 9
GB/T 6678—2003　化工产品采样总则 …… 17
GB/T 6679—2003　固体化工产品采样通则 …… 35
GB/T 6680—2003　液体化工产品采样通则 …… 55
GB/T 6681—2003　气体化工产品采样通则 …… 69
GB/T 10248—2005　气体分析　校准用混合气的制备　静态体积法 …… 89
GB/T 10628—1989　气体分析　标准混合气体组成的测定　比较法 …… 114
GB/T 1605—2001　商品农药采样方法 …… 119
GB/T 8571—2002　复混肥料　实验室样品制备 …… 125
GB/T 2547—1981　塑料树脂取样方法 …… 129
GB/T 9352—1988　热塑性塑料压塑试样的制备 …… 136
GB/T 11997—1989　塑料多用途试样的制备和使用 …… 140
GB/T 3186—1982　涂料产品的取样 …… 144
GB/T 9865.1—1996　硫化橡胶或热塑性橡胶样品和试样的制备　第一部分：物理试验 …… 150
GB/T 15340—1994　天然、合成生胶取样及制样方法 …… 157
GB/T 17783—1999　硫化橡胶样品和试样的制备　化学试验 …… 165

（二）石油天然气产品

GB/T 2289—1994　焦化粘油类产品取样方法 …… 171
GB/T 4756—1998　石油液体手工取样法 …… 184
GB 7597—1987　电力用油（变压器油、汽轮机油）取样方法 …… 211
GB/T 11147—1989　石油沥青取样法 …… 216
GB/T 13609—1999　天然气取样导则 …… 220

（三）煤及非金属矿产品

GB 474—1996　煤样的制备方法 …… 249
GB 475—1996　商品煤样采取方法 …… 257
GB 481—1993　生产煤样采取方法 …… 265
GB 482—1995　煤层煤样采取方法 …… 267
GB/T 19222—2003　煤岩样品采取方法 …… 275
GB/T 1427—2000　炭素材料取样方法 …… 281
GB/T 1868—1995　磷矿石和磷精矿采样与样品制备方法 …… 287
GB/T 1997—1989　焦炭试样的采取和制备 …… 291

GB/T 2007.1—1987 散装矿产品取样、制样通则 手工取样方法 …… 300
GB/T 2007.2—1987 散装矿产品取样、制样通则 手工制样方法 …… 307
GB/T 2007.3—1987 散装矿产品取样、制样通则 评定品质波动试验方法 …… 317
GB/T 2007.4—1987 散装矿产品取样、制样通则 精密度校核试验方法 …… 326
GB/T 2007.5—1987 散装矿产品取样、制样通则 取样系统误差校核试验方法 …… 336
GB/T 2007.6—1987 散装矿产品取样、制样通则 水分测定方法——热干燥法 …… 341
GB/T 2007.7—1987 散装矿产品取样、制样通则 粒度测定方法——手工筛分法 …… 348
GB/T 2008—1987 散装氟石取样、制样方法 …… 351
GB/T 2009—1987 散装矾土取样、制样方法 …… 361
GB/T 2010—1987 散装滑石取样、制样方法 …… 372
GB 12573—1990 水泥取样方法 …… 382
GB/T 15057.1—1994 化工用石灰石采样与样品制备方法 …… 389
GB/T 17617—1998 耐火原料和不定形耐火材料 取样 …… 392

（四）金属及其矿产品

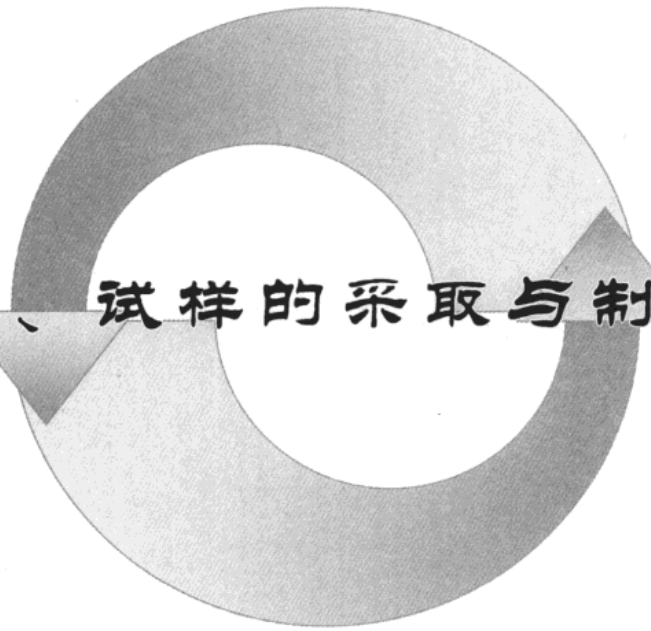
GB/T 719—1984 生铁化学分析用试样取制方法 …… 405
GB/T 2011—1987 散装锰矿石取样、制样方法 …… 408
GB/T 2460—1996 硫铁矿和硫精矿 采样与样品制备方法 …… 418
GB/T 4414—1984 包装钨精矿取样、制样方法 …… 421
GB/T 5314—1985 粉末冶金用粉末的取样方法 …… 443
GB/T 6884—1986 硬质合金制品——取样和试验方法 …… 450
GB/T 6885—1986 硬质合金——混合粉取样和试验方法 …… 452
GB/T 7146—1986 袋装锑矿石取样、制样方法 …… 454
GB/T 13449—1992 金块矿取样和制样方法 手工方法 …… 475
GB/T 14260—1993 散装重有色金属浮选精矿取样、制样通则 …… 481
GB/T 14261—1993 散装浮选锌精矿取样、制样方法 …… 505
GB/T 14262—1993 散装浮选铅精矿取样、制样方法 …… 512
GB/T 14263—1993 散装浮选铜精矿取样、制样方法 …… 519

（五）大气和水

GB/T 12997—1991 水质 采样方案设计技术规定 …… 531
GB/T 12998—1991 水质 采样技术指导 …… 543
GB/T 12999—1991 水质采样 样品的保存和管理技术规定 …… 553
GB/T 13580.2—1992 大气降水样品的采集与保存 …… 564
GB/T 14581—1993 水质 湖泊和水库采样技术指导 …… 567
GB/T 16157—1996 固定污染源排气中颗粒物测定与气态污染物采样方法 …… 574

二、标准溶液的制备

GB/T 601—2002 化学试剂 标准滴定溶液的制备 …… 613
GB/T 602—2002 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备 …… 643
GB/T 603—2002 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备 …… 659
GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法 …… 677



一、试样的采取与制备

（一）化工产品

中华人民共和国国家标准

UDC 543.06
:54-41
GB 619—88
代替 GB 619—77

化学试剂 采样及验收规则

Chemical reagent
Regulations for Sampling and acceptance

1 主题内容与适用范围

本标准规定了化学试剂包装前、后的采样和成品验收的基本原则及方法。

本标准适用于化学试剂的采样和成品的验收工作。

2 引用标准

GB 3723 工业用化学产品采样的安全通则

GB 4650 工业用化学产品采样词汇

GB 6679 固体化工产品采样通则

GB 6680 液体化工产品采样通则

3 采样

3.1 一般规定

3.1.1 对周期性生产流程的工艺，以一个工艺周期生产得到的物料为一批进行采样，对连续性生产流程的工艺，以一个班次生产得到的物料为一批进行采样。

3.1.2 包装前液体、固体的一批产品，是由多个采样单元所组成，可根据产品质量的均匀性程度自行决定采样数目。

3.1.3 所用采样器应清洁、干燥。

3.1.4 对易吸潮产品，采样时必须采取具体措施，以防止待采物料受潮变质。

3.1.5 采样后的样品，应尽快按照产品的技术标准进行检验。

3.2 产品类型

3.2.1 液体产品

在常温下易于流动的单相均匀液体。

3.2.2 固体产品

在正常条件下外形为粉末、小颗粒、小晶体和块状的固体。

3.3 盛样容器和采样器械

3.3.1 盛样容器

盛样容器应使用不得与样品发生化学反应和被样品溶解而使样品质量发生变化的材料制成。盛样容器可分二类：

a. 棕色或无色透明的可密封玻璃瓶；

b. 可密封的聚乙烯瓶。

3.3.2 采样器械

中华人民共和国化学工业部1988-06-20批准　　1989-04-01实施

采样器械应使用不与样品发生化学反应的材料制成，并应便于使用和清洗。其种类可分为二类：

a. 采样探子及采样勺〔见GB 6679中附录A（参考件）〕。

b. 采样管及采样瓶〔见GB 6680中附录A（参考件）的A.2.1.1、A.3.1〕。

注：可以根据需要选用适当的采样器械。

3.4 采样数目

按随机采样方法，对同一生产批号、相同包装的产品进行采样。基于目前各厂生产工艺和产品质量稳定性的差异，可根据产品质量自行决定采样数目，在产品质量正常情况下，采样数目推荐采用下表中的数字。

采样数目数

总体物料的单元数	选取的最小的单元数
2～10	2
11～50	3
51～100	4
101～500	5
501～700	6
701～1000	7

当总体物料的单元数超过1000时，均按1％采样。

3.5 采样

分为包装前产品采样和包装后成品采样两种。

3.5.1 包装前产品采样

3.5.1.1 瓶装液体产品

被采样物料在搅拌均匀后，用适当的采样管采得均匀样品，装入盛样容器中，盖严，做好标志。

3.5.1.2 桶装液体产品

被采样物料在滚动或搅匀后，用适当的采样管采得混合样品。或从桶内不同部位取相同量的样品，装入盛样容器内，混合均匀后，盖严，做好标志。

注：如需知表面或底部情况时，可分别采容器上部（距液面1/10处）或容器底部（距液面9/10处）样品。

3.5.1.3 贮罐装液体产品

当贮罐安有上、中、下采样口，在罐装满时，从各采样口分别取相同数量的样品，混合均匀成为平均样品。当罐内液面高度达不到上部或中部采样口时，按下列方法采得样品：

a. 当上部采样口比中部采样口更接近液面则分别从中部采样口采三分之二样品，从下部采样口采三分之一样品，混合均匀。

b. 当中部采样口比上部采样口更接近液面则从中部采样口采二分之一样品，从下部采样口采二分之一样品，混合均匀。

c. 当液面低于中部采样口，则从下部采样口采全部样品，混合均匀。

取得样品，装入盛样容器内，盖严，做好标志。

当贮罐只有顶部采样口时，可用适宜采样管或采样瓶从容器上部（距液面1/10处）、中部（距液面3/10处）、下部（距液面9/10处）三个不同水平部位，取相同数量的样品，混合均匀，装入盛样容器内，盖严，做好标志。

3.5.1.4 固体产品

可按下述两种方法进行采样：

a. 粉末、小颗粒、小晶体和块状样品，可用采样勺或采样探子从物料的一定部位和一定方向，取

部位样品或定向样品。每个采样单元中，所采得定向样品的部位、方向和数量依容器中物料的均匀程度确定。采得样品装入盛样容器中，盖严，做好标志。

b. 在常温下为固体，当受热时易变成流动液体（但不改变其化学性质）的样品，可将盛样容器预先放在熔器室中，使样品全部熔化成液体状态后，按液体产品采样之规定采得液体样品装入盛样容器内，盖严，做好标志。

3.5.2 包装后成品采样

按本标准第3.4条之规定，用随机采样方法采样。

3.6 最终样品的贮存与使用

从本标准第3.4条规定所选取的采样单元数中，留取适量样品，作为最终样品贮存。存放最终样品的瓶口应选择对产品成惰性的包装材质，盖严密封。贮存时间由生产单位自行决定。

3.7 安全注意事项

3.7.1 采样人员必须熟悉GB 3723的各项规定。

3.7.2 采样人员必须熟悉被采产品的特性和安全操作的有关知识和处理方法。

3.7.3 采样时必须采取措施，严防爆炸、中毒、燃烧、腐蚀等事故的发生。

4 验收

4.1 化学试剂应由商业部门的质量监督部门按照产品的技术标准进行验收，生产单位应保证每批出厂产品均符合质量标准要求。

4.2 验收部门要按产品编号，分批取样检验，每批出厂的产品必须附有一定格式的质量证明书。

4.3 要认真详细抽查被采物的包装容器是否受损、腐蚀或渗漏，并核对外部标志。如验收中发现可疑或异常现象，应及时报告，在双方未达成协议前，不得进行采样。

4.4 为了检查产品的质量是否符合该产品质量证书的要求，验收部门对交货的产品，必须按本标准第3.4条之规定进行采样。

4.5 验收部门有权对成批产品进行采样检验，若有一项不合格时，双方应按照包装后成品采样方法，从同一批产品中加倍进行采样，重复检验全部项目，如有一个样品一项不合格时，则成批产品以不合格论。

4.6 验收部门对交货的产品，在供需双方协商的规定日期内，应尽快进行采样验收，超过规定日期不采样，产品变质应由收货方负责。

附加说明：

本标准由全国化学标准化技术委员会化学试剂分会提出。

本标准由北京化学试剂总厂归口。

本标准由北京化学试剂总厂负责起草。

本标准于1965年首次发布，1977年修订。

GB/T 619—1988《化学试剂　采样及验收规则》第1号修改单

本修改单经国家技术监督局于1994年3月4日以技监国标函[1994]041号文批准，自1994年7月1日起实施。

3.4条的表中总体物料的单元数一栏修改为：

总体物料的单元数	
2～10 11～50 51～100 101～500 501～700 701～1 000	……

前　言

本标准是根据国际标准 ISO 3165:1976《工业用化学产品采样安全通则》(1976 年 6 月 15 日第一版)对 GB/T 3723—1983 进行第一次修订的,在技术内容和编写规则上都与之等同。

依据国际标准 ISO 3165:1976 第一版对 GB/T 3723—1983 进行修订时,采用程度由原来的等效采用,做了部分编辑性修改变成现在的等同采用;内容上增加了前言、ISO 前言及第一章引言。在编写格式上,为与 GB/T 1.1—1993 中的规定一致,现将国际标准中的每一章编号都加"1",即国际标准的第 0 章改成本标准的第 1 章、第 1 章改成本标准的第 2 章、第 2 章改成本标准的第 3 章、第 3 章改成本标准的第 4 章。各章中的条号没有改变。

本标准自实施之日起,代替 GB/T 3723—1983。

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由化工部综合基础标准化归口单位归口。

本标准起草单位:化工部标准化研究所。

本标准主要起草人:肖仰蕙、王晓兵。

本标准首次发布日期:1983 年 6 月 15 日。

ISO 前言

ISO(国际标准化组织)是世界性的国家标准协会(ISO 的成员)的联合机构。制定国际标准的工作是通过 ISO 技术委员会进行的。每个成员对所感兴趣的科目,有权派代表出席为该科目设置的技术委员会。政府的及非政府的国际组织,在与 ISO 有联系后,也可参加此项工作。

凡技术委员会所采纳的国际标准草案,在被 ISO 理事会批准为国际标准之前,先散发给各成员征求意见。

国际标准 ISO 3165 是由 ISO/TC 47 技术委员会化学分会制定的,并在 1973 年 7 月散发给各成员征求意见。

本国际标准已经下列成员国同意:

澳大利亚	匈牙利	南非共和国
奥地利	印度	西班牙
比利时	爱尔兰	瑞士
保加利亚	以色列	泰国
智利	意大利	土耳其
捷克斯洛伐克	荷兰	英国
埃及	新西兰	苏联
法国	葡萄牙	
德国	罗马尼亚	

没有成员表示不赞成该文件。

中华人民共和国国家标准

工业用化学产品采样安全通则

GB/T 3723—1999
idt ISO 3165:1976

Sampling of chemical products for industrial use—Safety in sampling

代替 GB/T 3723—1983

1 引言

在有些情况下进行采样时，采样者有受到人身伤害的危险，也可能造成危及他人安全的危险条件。本标准旨在帮助从事采样的操作人员，或指导采样者业务的人员及采样场所的负责人，以确保采样操作的安全。

同时应注意危险品运输的现行法规。本标准的使用者应切实遵守这些规定及承运者提出的要求。

2 范围

本标准对工业用化学产品采样的安全作出了规定。

3 一般规定

3.1 无论所采样品的性质如何，都要遵守下面采样操作的规定：

采样地点要有出入安全的通道，符合要求的照明、通风条件。

设置在固定装置上的采样点必须满足上述这些要求，还要满足所取物料性质的特殊要求。在储罐或槽车顶部采样时要预防掉下去，还要防止堆垛容器或散装货物的倒塌。

3.2 如果所采物料本身是危险品，应遵守下面的一般规定：

3.2.1 采样时，不应使该批物料受到损害。

特别在通过阀门取流体样品时，为了避免阀门开位卡住时可能导致流体的大量流出，采样设备应具有随时限制流出总量和流速的装置。

对液体采样时，为了预防溢出，应当准备排溢槽和漏斗，以便安全地收集溢出物，并为采样者设置常备防溅防护板。

对液体和气体的采样，在任何时候都应该能用阀门来切断采样点与物料或管线的联系。该阀门应安装在采样点附近，但不要太靠近，以便万一发生意外时可以安全地控制流体。

在任何情况下，采样者都必须确保所有被打开了的部件和采样口按照要求重新关闭好。

3.2.2 当需要用待采物料去清洗样品容器，而该物料又存在危险时，应准备适当的设施以处理那些清洗用过的物料。气体应排放到远离采样者和其他工作人员的地方。

3.2.3 采样量和采样次数应根据检验的需要来确定。

3.2.4 装有样品的容器，应使用适当的运载工具来运输。此运载工具的设计和制造应便于操作并尽量减少样品容器的破损及由此引起的危险性。

3.2.5 采样设备（包括所有的工具和容器）要与待采物料的性质相适应并符合使用要求。例如：样品容器要能密闭并附有减压装置。样品应同容易与它相互作用的化学产品隔离。

3.2.6 应在采样前或尽早地在容器上作出标记。标明物料的性质及其危险性。

国家质量技术监督局 1999-06-08 批准　　1999-12-01 实施

3.2.7 采样者要完全了解样品的危险性及预防措施，并受过使用安全设施的训练，包括灭火器、防护眼镜和防护服等。采样前及采样后应向有关主管人汇报，尤其要汇报发生的异常事件和情况。

若对毒物进行采样，采样者一旦感到不适时，应立即向主管人报告。

3.2.8 采样者应有第二者陪伴，此人的任务是确保采样者的安全。采样操作时，陪伴者应处于能清楚地看到采样点的地方并观察整个采样操作过程。陪伴者应受过专门训练，懂得在紧急情况时该采取什么行动，这些训练要求他首先报警，除非在极特殊的情况下，不要单独一人去进行营救。

3.2.9 这些一般规定和后面的具体规定应作为制备所有样品必要的安全指南。

3.2.10 无论在何处接触化学品时，都要坚持使用保护眼睛的设施。

3.2.11 应该强调，采样工作的指导者应详细考虑可能发生细小事故的后果，如：溢出、阀门失灵等。对采样者要进行专门训练，知道在正常情况下和一旦发生事故时应该怎样做。同样重要的是对陪伴者也要进行专门训练，使他们知道在对有毒物质和危险的腐蚀性物质采样时该怎样做(见 4.4 和 4.5)。

4 对危险物质的具体规定

待采物质的物理或化学性质可能会对人体直接产生生理上的影响，也可能是易燃易爆的。由于危险程度差异极大，所以只能作一般的指导。下面列出对危险物质的一般分类及相应的预防措施，作为对3.2的补充。当没有确切的资料说明它是无害时，所有新的待采物质都应认为是有危险的。

许多物质具有不止一种危险性，例如：苯有毒又易燃，它的蒸气能与空气混合，形成爆炸性混合物。

个别物质的详细情况，见下列参考资料：

欧洲委员会(工业安全及卫生分委会)化学部编，“危险化学品及有关标签的建议”，斯特拉斯堡，1971 年第三版。

恩·欧文·塞克斯著，“工业物料的危险性”，莱因霍尔德出版社出版。

埃塞尔·布朗宁著，“工业溶剂的毒性和代谢作用”，埃尔西文出版社出版。

吉·德·米尔著，“化学实验室中的危险”，皇家化学学会出版。

帕·杰·加斯顿著，“危险化学品的管理、运输和贮存”，科学技术协会出版。

另外，美国华盛顿特区的“化学制造家联合有限公司”发表了特殊化学物质的化学安全数据表。同时大部分化学品制造商也会向用户及其他人讲明产品的使用方法。

通常可能遇到的化学危险物质有以下几类：

a) 爆炸性物质，包括不用作炸药的不稳定物质(见 4.1)；

b) 氧化性物质(见 4.2)；

c) 易燃性物质(见 4.3)；

d) 毒物(见 4.4)；

e) 腐蚀性和刺激性物质(见 4.5)；

f) 由于物理状态(特别是温度和压力)而引起危险的物质(见 4.6)；

g) 放射性物质(见 4.7)。

4.1 爆炸物和不稳定物质

4.1.1 举例

保存在水和其他液体中不稳定物质，如：浓的过氧化氢、酮的过氧化物、有机酸的过氧化物、乙炔等。

4.1.2 应增加的预防措施

4.1.2.1 样品容器应密闭，以防止物料损失或挥发，但封盖上应有一个安全减压阀。

4.1.2.2 样品应防止受热和震荡。样品容器必须装在专门设计的运载工具中方可运输，该运载工具能保证在样品容器发生破裂和泄漏时不使样品外漏。

4.1.2.3 任何泄漏都应报告，以便及时采取措施。

4.1.2.4 禁止吸烟，禁止使用无防护的灯及可能发生火花的设备。

4.1.2.5 必须戴上防护眼镜和穿上防护服。

4.1.2.6 必须知道报警系统和灭火设备的位置。

4.2 氧化性物质

4.2.1 举例

液态空气和液态氧、氧化性酸及其盐类、过氧化氢等。

危险性随物质的性质和它可能接触的可燃物性质而变化，同时也与它们的细度有关。应该牢记采样者的衣服大多是可燃的。

4.2.2 应增加的预防措施

4.2.2.1 在采样地点附近应尽可能没有可燃物。

4.2.2.2 应准备足够的、适用的灭火器。

4.2.2.3 样品的运载工具内不应有可燃的填充物。

4.2.2.4 禁止吸烟、禁止使用无防护的灯。

4.2.2.5 任何泄漏都应报告并尽快排除。

4.2.2.6 应戴上防护眼镜、穿上防护服。

4.3 易燃性物质

4.3.1 举例

除易燃的气体、液体和固体(以氢、燃料油和煤为代表)外，还包括这样一些物质，虽然它们本身一般不看作是易燃物，但如果暴露在潮气中，会产生易燃性物质(例如：碱金属氢化物和碳化钙)，还有一些物质接触空气会发生自燃，如：白磷、自燃的金属等。

危险性随着物质、物质的温度及其细分状态的不同而不同。一般液体的危险性大于固体。如果物质是挥发性的并产生易燃气体或者易于分散在空气中时，其危险性就更大。应该特别注意含有残留痕量溶剂的物质的挥发分在密闭空间积累而引起的爆炸危险，还应注意可燃物质的尘埃：如：面粉、淀粉、煤粉存在的地方，如果飞扬起来也会形成爆炸性的混合物。负责采样的人应该熟悉这些物质的闪点、自燃点和它们的蒸气在空气中的爆炸极限浓度。

4.3.2 根据危险的严重程度应增加的预防措施

4.3.2.1 在采样地点附近，不应有潜在的着火因素和设施。禁止吸烟，禁止使用无防护的灯和产生火花的装置。

4.3.2.2 应采取预防措施以确保不存在静电荷。装有橡胶轮胎的车辆在开动前要接地。固定装置上的采样点应单独接地。还应注意，虽然这些预防措施可以确保所采物料上不带电荷，但采样者和他的衣服上都可能带有电荷。在干燥的天气，尼龙工作服总是带有大量电荷，因此，最好选用棉织品衣服。采样者应穿导电鞋。液体流动和液体混合时常会产生静电，因此，在液体运动停止之后应等候足够的时间以确保由运动而产生的电荷全部泄入地下后再进行采样。

4.3.2.3 应准备足够的、适用的灭火器。

4.3.2.4 任何泄漏都应报告并尽快排除。漏出的易燃液体不应排入下水道，除非它可以与水混溶并可被不断的水流冲走。

4.3.2.5 必须戴防护镜、穿防护服。这些服装本身应是不易燃的。不应穿合成纤维衣服或塑料衣服。

4.3.2.6 自燃性物质应放在惰性液体或惰性气体中处理。

4.4 毒物

4.4.1 引言

可能中毒的途径：

a) 摄入中毒(见 4.4.2)；

b) 呼吸中毒(见 4.4.3)；

c) 接触中毒(见 4.4.4)。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

急性中毒是来自一次大剂量的毒性反应，使人立即感到不舒服或出现其他症状；有时由于滞后效应，要过几小时后才出现中毒症状。所有情况都应及时治疗。

反复接触某些小剂量的毒物，会因为毒物本身在人体中积累或轻微的生理变化的积累而危害健康。经常接触这类毒物的人，应定期由医生做体格检查。

当处理毒物或对毒物采样时，应该使采样者了解毒物的危害性、中毒的症状以及各种迟后的中毒效应的特征。还应告诉他们，当感到任何不舒服时，应立即找医院大夫治疗。当采样物质有延迟中毒效应时，应给采样者建立一张有日期的卡片，写明他所处理的毒物名称，并填上可对该情况做处理的医务人员的姓名和电话号码。

当中毒人员被送去治疗时，应详细填写他的中毒情况并随中毒人员一道送去。

4.4.2 摄入中毒的毒物

4.4.2.1 概述

本条包括固体和低蒸气压的液体。这是因为毒物的蒸气压足够大时，就应认为主要危险是呼吸中毒。如果固体粉末很细能飞扬到空气中形成粉尘，则应按照引起呼吸中毒的毒物处理(见 4.4.3)。

4.4.2.2 根据危害严重程度应增加的预防措施

4.4.2.2.1 禁止在毒物附近吸烟、吸鼻烟或饮食。

4.4.2.2.2 应有合适的冲洗设施供采样者在安置好样品容器之后和离开现场以前使用。还要提供适当的设施供采样后清洗全部采样设备之用。

4.4.2.2.3 安装液体采样阀，应做到使液体不发生泄漏，万一漏出物料可以收入容器。还应装有将采样点和系统切断的阀门，该阀门应装在采样点附近，但不要太靠近。

4.4.2.2.4 全部采样容器和工具都应清洁到不用样品冲洗就可以使用的程度。如必须冲洗或要求样品管线做初次清洗时，要准备适宜的有标记的容器，以盛残余的液体，并提供处理这些残液的操作规程。

4.4.2.2.5 任何泄漏必须立即报告。必要时采样者应穿着合适的罩衣，以便沾污时好更换。沾污的衣服不要直接送洗衣房或清洁工人，要先由了解其危险性的内行人采取适当步骤消除沾污后再行洗涤。

4.4.3 呼吸中毒的毒物

4.4.3.1 概述

本条包括气体、挥发性液体及在处理时可能形成飞扬的雾滴或粉尘的其他有毒液体和固体。

在一定意义上，除氧气以外的所有气体都可以看作是有害于健康的。因为，当其浓度很高时，将使呼吸的空气中氧含量降低。甚至氮气，尽管它是正常呼吸的空气的主要成分，但它在上述意义下仍有潜在的致命性。所以在压力下对任何一种气体进行采样时，采样的场所一般应通风良好。

当存在引起呼吸中毒的毒物时，要提供劳动保护，可使用通入新鲜空气的面罩或用装有适当吸附剂的防毒面具。对于某些气体，特别是一氧化碳，在浓度很高时，宜使用补充新鲜空气的面罩。吸附罐防毒面具只用于低浓度或相对挥发性不大的物质，而吸附剂主要是对灰尘和液滴质点起过滤作用。

另一方面，当某些气体的性质使采样者不能发觉防毒面具失效时，则禁止使用吸附剂滤毒罐。实际上有些人不能辨别氰化氢气味，而且对硫化氢的嗅觉，在连续接触中也会变得迟钝。

4.4.3.2 应增加的预防措施

4.4.3.2.1 所有工作人员在操作中，都要配备并使用适当的呼吸防护器。

4.4.3.2.2 采样者应该有第二者陪伴，此人的任务是确保采样者的安全。采样操作时，陪伴者应处于能很清楚的看到采样点的地方并观察采样的全过程。他应受过专门训练，懂得在紧急情况时该采取什么行动，这些训练要求他首先报警，除极特殊的情况外，不要单独一人去进行营救。

4.4.3.2.3 安装的液体采样阀不应有泄漏，万一漏出物料应可以收入容器。还应装有将采样点和系统切断的阀门，此阀门须装在采样点附近，但不要太靠近。

4.4.3.2.4 在离开现场之前，盛样容器应密封好。

4.4.3.2.5 任何泄漏必须立即报告。必要时，采样者应穿着合适的罩衣，以备万一沾污可以更换。沾污

的衣服不要直接送洗衣房或清洁工，应先由了解其危险性的内行人采取适当步骤清除沾污后，再行洗涤。

4.4.4 接触中毒的毒物

4.4.4.1 概述

引起接触中毒的毒物有别于4.5将要说明的腐蚀性物质，它是通过皮肤进入人体的。一般说来，腐蚀性物质会使与它直接接触的组织立即受到损伤，它的危害只限于这种。而接触性毒物通常是通过皮肤吸收进入皮下组织，不一定会立刻引起皮肤表面的损伤和感觉。有些物质，如：氢氟酸，既是腐蚀性物质，也是接触性毒物。一般说来，接触性毒物比腐蚀性物质更危险。因为它进入人体后，受害者不能立即发现这种伤害。

属于这类物质的蒸气能象他们的液体或固体那样迅速地通过皮肤进入人体，同时也可以认为是呼吸中毒的毒物。这些物质也会摄入中毒。

应避免皮肤与任何有机液体接触。无论所处理的化学品性质如何，采样者必须洗掉手上的沾污物。

4.4.4.2 应增加的预防措施

4.4.4.2.1 必须配备和穿戴适当的防护用品。这些防护用品按照危害的严重性，可以分以下几种：

a）附有手套、靴子、套鞋和防毒面具的不渗透的防护外衣；

b）不渗透的围裙、手套、靴子以及防毒面具或面罩；

c）面罩和手套。

要注意不合适的靴子会成为喷溅物质的收集器；而不合适的手套会吸收或存留化学药品。

4.4.4.2.2 要提供适当的清洗设施，最好是热水淋浴器或冷水淋浴器。在采样之前，采样者应检查淋浴器是否正常并确保可以使用。

4.4.4.2.3 沾污的衣服要立刻脱去。

4.4.4.2.4 采样者应该有第二者陪伴，此人的任务是确保采样者的安全。采样操作时，陪伴者应处于能很清楚的看到采样点的地方并观察采样的全过程。他应受过专门训练，懂得在紧急情况时该采取什么行动，这些训练要求他首先报警，除极特殊的情况外，不要单独一人去进行营救。

4.4.4.2.5 安装的液体采样阀不应有泄漏，万一漏出物料应可以收入容器。还应装有将采样点和系统切断的阀门，此阀门须装在采样点附近，但不要太靠近。

4.4.4.2.6 全部采样容器和工具都应清洁到不用样品冲洗就可以使用的程度。如必须冲洗或要求样品管线做初次清洗时，要准备适宜的有标记的容器，盛残余的液体，并提供处理这些残液的操作规程。

4.5 腐蚀性和刺激性物质

4.5.1 概述

本条涉及的危险性包括众所周知的强酸和强碱的快速作用。但应注意，除有必要，一般勿使皮肤暴露于任何化学品中。就是相对无害的物质，如：碳酸钠也可能引起皮炎；有些物质可能引起过敏。其预防措施与接触中毒类似，特别强调要用防护眼镜保护眼睛。强酸和强碱的腐蚀作用很快，因此，溅到身上后应立即冲洗。在采样点附近必须有喷淋器或浴池。这些设施应加防冻保护，并在采样前确知可以使用。

还应遵守4.4.3.2所述的合适的其他预防措施。

4.6 由于本身的物理状态而造成危险的物质

4.6.1 概述

本条包括在极高、极低温度下和高压下的物质。一般极冷与极热的物质会产生类似于腐蚀性物质的损害，只是这种损害实际上是瞬时发生的，而且淋洗无效。

4.6.2 由于物质温度而造成的危险应增加的预防措施

4.6.2.1 主要是防止溅伤眼睛。

4.6.2.2 对于很热的物质，必须遮挡对面部和颈部的热辐射，也要避免对眼睛的热辐射。

4.6.2.3 应戴上不易吸收被处理物质的手套或长手套以防止溅到手上。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

4.6.2.4 要有围裙。靴子必须结实，并有适当的保护措施，防止溅出的物质进入靴内。

4.6.3 由于物质的压力而造成的危险应增加的预防措施

流体的采样可以在大气压下或在系统压力下完成。

4.6.3.1 采样设备应包括适当的装置，使高压系统出口有安全的流速，而出口的孔径应保证流体流出的速度不至造成伤害。

4.6.3.2 当在系统压力下采样时，所用的样品容器应由胜任的工作人员经常定期检查，验证容器的使用压力是否和标记在容器上的压力相符合，容器必须专用。容器与采样点的接头应适合于该系统，采样者应使用合适的工具把容器连接到采样点上，并且在采样之前应检查连接的可靠性。

4.6.3.3 样品容器装入液体时，必须留下适当的空间，在任何情况下，这空间必须不小于在可能遇到的最高温度时的总体积的5%。

4.7 放射性物质

4.7.1 概述

在正常情况下，具有潜在危险性的一定数量的放射性物质，只许受过专门训练的人员在特殊场所处理。该场所应有必要的防护设施，并有合格的保健物理学家作指导。**在任何其他的情况下，未得到专门和确切的指导之前，不许接近或处理放射性物质。**

4.7.2 规定

必须在采样前，要充分考虑到对全体工作人员在安全措施方面给以如下的指导和培训：

4.7.2.1 在任何可能预料的事故发生时，应遵守的预防措施和采取的行动。

4.7.2.2 穿适当的防护服。

4.7.2.3 携带放射性监测仪器。

4.7.2.4 在处理未加密封的放射性物质的场所，禁止吃东西、喝水和吸烟。

4.7.2.5 为了消除污染，应准备好用于手、鞋、衣服的监测仪器，以及用于消除放射性污染的舆洗盆和淋浴设备。

4.7.2.6 在适当的地方装置通风橱、手套箱和其他密闭和(或)屏蔽的设施以减少放射性污染，并使放射性影响减少至允许的水平。

4.7.2.7 根据所需的呼吸防护和(或)安全工作时间来考虑对放射性物质屏蔽的程度和(或)距离放射性物质的远近。

4.7.2.8 任何泄漏必须立刻报告当地的管理人员，并采取适当措施消除污染。

ICS 71.100.01
G 04

中华人民共和国国家标准

GB/T 6678—2003
代替 GB/T 6678—1986

化工产品采样总则

General principles for sampling chemical products

2003-10-11 发布　　2004-05-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局　发布

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

前　言

本标准与前版标准在技术内容上没有差异，按 GB/T 1.1—2000 的要求，仅是做了一些编辑性修改。

本标准自实施之日起，代替 GB/T 6678—1986《化工产品采样总则》。

本标准的附录 A 为资料性附录，附录 B 为规范性附录。

本标准与 GB/T 6679—2003《固体化工产品采样通则》、GB/T 6680—2003《液体化工产品采样通则》、GB/T 6681—2003《气体化工产品采样通则》三个标准互为补充。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会(SAC/TC 63)归口。

本标准委托全国化学标准化技术委员会负责解释。

本标准负责起草单位：中化化工标准化研究所。

本标准参加起草单位：常州出入境检验检疫局、南通出入境检验检疫局、天津裕华贸易总公司。

本标准主要起草人：陈莉平、梅建、周玮、王晓兵、周飞舟、王华、汪蓉。

本标准首次发布于 1986 年 8 月。

化 工 产 品 采 样 总 则

1 范围

本标准规定了化工产品采样术语及定义、采样目的、采样基本原则、采样方案、采样技术、采样安全、采样记录和采样报告、样品的容器和保存、计量一次采样检验等。

本标准适用于化工产品采样。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。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)或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准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标准。

GB/T 3723 工业用化学产品采样安全通则(GB/T 3723—1999，idt ISO 3165:1976)

GB/T 4650 工业用化学产品采样词汇(GB/T 4650—1998，idt ISO 6206:1979)

GB/T 6679 固体化工产品采样通则

GB/T 6680 液体化工产品采样通则

GB/T 6681 气体化工产品采样通则

3 术语及定义

GB/T 4650 确定的术语及定义适用于本标准。

4 采样目的

采样的基本目的为：从被检的总体物料中取得有代表性的样品，通过对样品的检测，得到在容许误差内的数据，从而求得被检物料的某一或某些特性的平均值及其变异性。

采样的具体目的可分为下列几方面，目的不同，要求各异，在设计具体采样方案之前，必须明确具体的采样目的和要求。

4.1 技术方面的目的

4.1.1 为了确定原材料、半成品及成品的质量；

4.1.2 为了控制生产工艺过程；

4.1.3 为了鉴定未知物；

4.1.4 为了确定污染的性质、程度和来源；

4.1.5 为了验证物料的特性或特性值；

4.1.6 为了测定物料随时间、环境的变化；

4.1.7 为了鉴定物料的来源等。

4.2 商业方面的目的

4.2.1 为了确定销售价格；

4.2.2 为了验证是否符合合同的规定；

4.2.3 为了保证产品销售质量满足用户的要求等。

4.3 法律方面的目的

4.3.1 为了检查物料是否符合法令要求；

4.3.2 为了检查生产过程中泄漏的有害物质是否超过允许极限；

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

4.3.3 为了法庭调查；

4.3.4 为了确定法律责任；

4.3.5 为了进行仲裁等。

4.4 安全方面的目的

4.4.1 为了确定物料是否安全或危险程度；

4.4.2 为了分析发生事故的原因；

4.4.3 为了按危险性进行物料的分类等。

5 采样基本原则

采样的基本原则是使采得的样品具有充分的代表性。

当采样的费用(如物料费用、作业费用等)较高，在设计采样方案时可以适当兼顾采样误差和费用，但应满足对采样误差的要求。

6 采样方案

6.1 影响采样方案的因素

6.1.1 被采总体物料的性质、物理状态和范围。范围可以是买卖双方协议的某交货批，或间断生产的某生产批，当连续生产时，可以是某时间间隔内生产的物料；

6.1.2 总体物料在生产时或产出后被污染或变质的可能性；

6.1.3 可以接受的采样误差；

6.1.4 被检物料的规格；

6.1.5 物料判定标准的特性定义；

6.1.6 检测方法的精密度；

6.1.7 物料的价值；

6.1.8 简化采样操作的可能性。

6.2 采样方案的基本内容

6.2.1 确定总体物料的范围；

6.2.2 确定采样单元和二次采样单元；

6.2.3 确定样品数、样品量和采样部位；

6.2.4 规定采样操作方法和采样工具；

6.2.5 规定样品的加工方法；

6.2.6 规定采样安全措施。

7 采样技术

7.1 采样误差

7.1.1 采样随机误差

采样随机误差是在采样过程中由一些无法控制的偶然因素所引起的偏差，这是无法避免的。增加采样的重复次数可以缩小这个误差。

7.1.2 采样系统误差

由于采样方案、采样设备、操作者以及环境等因素，均可引起采样的系统误差。系统误差的偏差是定向的，应极力避免。增加采样的重复次数不能缩小这类误差。

注：采得的样品都可能包含采样的随机误差和系统误差，因此在通过检测样品求得的特性值数据的差异中，既包括采样误差、也包括试验误差。后者也因试验方法本身或操作技术等的影响而有其随机误差和系统误差。所以在应用样品的检测数据来研究采样误差时，应考虑试验误差的影响。

7.2 物料特性值的变异性类型

物料按特性值的变异性类型可以分为两大类，即均匀物料和不均匀物料，不均匀物料可再细分，如下所示：

- 物料
  - 均匀物料
  - 不均匀物料
    - 随机不均匀物料
    - 非随机不均匀物料
      - 定向非随机不均匀物料
      - 周期非随机不均匀物料
      - 混合非随机不均匀物料

物料特性值的变异性类型如图 1 至图 5 所示。

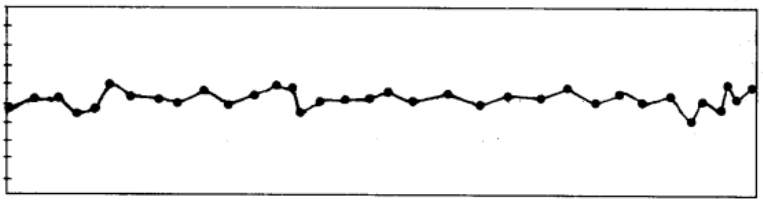


图 1 均匀

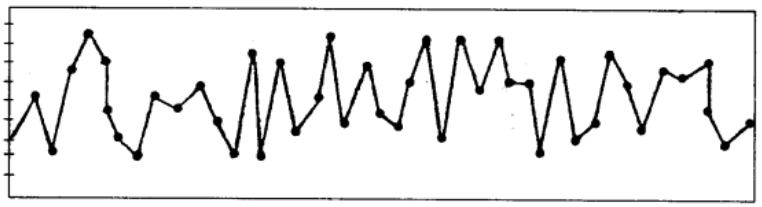


图 2 随机不均匀



图 3 定向非随机不均匀

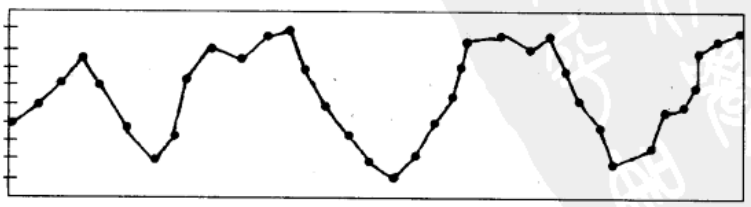


图 4 周期非随机不均匀

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

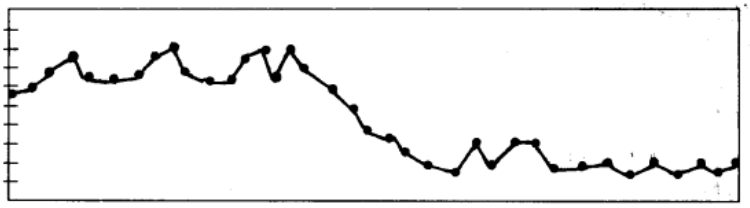


图 5 混合非随机不均匀

7.3 总体物料特性值的变异性及其类型的推断

总体物料特性值的变异性及其类型是设计采样方案的基础。它们是客观存在的，但要通过检测的数据来估计它们，所需费用高且操作困难，所以在设计采样方案时一般不进行实测，而是根据经验和已掌握的物料信息来推断和假设。

7.4 均匀物料的采样

7.4.1 均匀物料的均匀性随着规定考察单元大小的不同而可能有变化。例如 50 kg 桶包装的 10 t 物料，桶间特性平均值没有显著差异，因此，这批物料对桶单元来说是均匀物料。假如桶内物料在处理过程中有离析，从桶内的不同部位采得的每份为500 g的物料间的特性平均值就会有差异。所以，对 500 g 物料为考察单元来说物料则是不均匀的。

7.4.2 均匀物料的采样原则上可以在物料的任意部位进行。但要注意：

7.4.2.1 采样过程中不应带进杂质。

7.4.2.2 避免在采样过程中引起物料变化(如吸水、氧化等)。

7.5 不均匀物料的采样

对不均匀物料的采样除了要注意与均匀物料相同的两点以外，一般采取随机采样。对所得样品分别进行测定，再汇总所有样品的检测结果，可以得到总体物料的特性平均值和变异性的估计量。如果从总体物料中随机选取若干等量样品(或按所代表物料量的比例采得的不等量样品)，合并成大样，再缩分成最终样品，那么从它得到的特性平均值的估计量误差较大，同时也不能得到关于特性值变异性的信息。

根据已掌握的特性值的变异类型来设计采样方案，可使采得的样品更好地代表总体，费用也更节省。

7.5.1 随机不均匀物料的采样

随机不均匀物料是指总体物料中任一部分特性平均值与相邻部分的特性平均值无关的物料。对其采样可以随机选取，也可非随机选取。

7.5.2 定向非随机不均匀物料的采样

定向非随机不均匀物料是指总体物料的特性值沿着一定方向改变的物料。例如固体颗粒物料在输送时，由于颗粒大小、轻重的不同而引起垂直和水平方向分离的物料。又如在高温灌装后由近壁向中心逐渐凝固，其杂质含量必须随着凝固的先后而形成梯度的物料。对这样的物料要分层采样，并尽可能在不同特性值的各层中采出能代表该层物料的样品。

7.5.3 周期非随机不均匀物料的采样

周期非随机不均匀物料是指在连续的物料流中物料的特性值呈现出周期性变化的物料，其变化周期有一定的频率和幅度。对这类物料最好在物料流动线上采样，采样的频率应高于物料特性值的变化频率，切忌两者同步。增加采样单元数将有利于减少采样偏差。

7.5.4 混合非随机不均匀物料的采样

混合非随机不均匀物料是指由两种以上特性值变化性类型或两种以上特性平均值组成的混合物料。例如由几个生产批合并的物料。对这类物料，首先尽可能使各组成部分分开，然后按照上述各种物料类型的采样方法进行采样。

7.6 样品数和样品量

在满足需要的前提下，能给出所需信息的最少样品数和最少样品量为最佳样品数和最佳样品量。

7.6.1 样品数

对一般化工产品，都可用多单元物料来处理。其单元界限可能是有形的，如容器，也可能是设想的，如流动物料的一个特定时间间隔。

对多单元的被采物料，采样操作分两步，第一步，选取一定数量的采样单元；第二步，是对每个单元按物料特性值的变异性类型分别进行采样。

总体物料的单元数小于 500 的，采样单元的选取数，推荐按表 1 的规定确定。总体物料的单元数大于 500 的，采样单元数的确定，推荐按总体单元数立方根的三倍数，即 $3\times\sqrt[3]{N}$（N 为总体的单元数，如遇有小数时，则进为整数。如单元数为 538，则 $3\times\sqrt[3]{538}\approx24.4$，将 24.4 进为 25，即选用 25 个单元。

当物料的甲乙双方有明确的协议按计量型一次采样验收方案来判断产品的质量时，样品数可按第 11 章中规定的公式来计算。

7.6.2 样品量

在满足需要的前提下，样品量至少应满足以下要求：

7.6.2.1 至少满足三次重复检测的需求；

7.6.2.2 当需要留存备考样品时，应满足备考样品的需求；

7.6.2.3 对采得的样品物料如需做制样处理时，应满足加工处理的需要。

表 1 选取采样单元数的规定

总体物料的单元数	选取的最少单元数
1～10	全部单元
11～49	11
50～64	12
65～81	13
82～101	14
102～125	15
126～151	16
152～181	17
182～216	18
217～254	19
255～296	20
297～343	21
344～394	22
395～450	23
461～512	24

8 采样安全

见国家标准 GB/T 3723。

9 采样记录和采样报告

采样时应记录被采物料的状况和采样操作，如记录物料的名称、来源、编号、数量、包装情况、存放环境、采样部位、所采的样品数和样品量、采样日期、采样人姓名等。必要时根据记录填写采样报告。

对例行的常规采样，可以简化上述的规定。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

10 样品的容器和保存

10.1 样品容器

10.1.1 具有符合要求的盖、塞或阀门，在使用前必须洗净、干燥；

10.1.2 材质必须不与样品物质起作用，并不能有渗透性；

10.1.3 对光敏性物料，盛样容器应是不透光的，或在容器外罩避光塑料袋。

10.2 样品标签

10.2.1 样品名称及样品编号；

10.2.2 总体物料批号及数量；

10.2.3 生产单位；

10.2.4 采样部位；

10.2.5 样品量；

10.2.6 采样日期；

10.2.7 采样者等。

10.3 样品的保存和撤消

产品采样方法标准或采样操作规程中都应规定样品的保存量(作为备考样)、保存环境、保存时间以及撤消办法等。剧毒、危险样品的保存和撤消，除遵守一般规定外，还应遵守毒物或危险化学品的有关规定。

11 计量一次采样检验

所有的统计依据都假设总体特性值 X 服从正态分布，计算实例参见附录 A 。

11.1 总体特性平均值及其标准差的估计

总体物料特性平均值 μ 和它的标准差 σ 往往是未知的。对它们的估计可以根据过去的生产数据或从总体物料中选取有代表性的样品，根据对样品的测定值 x_1、x_2、……、x_n 的平均值 $\bar{x}$ 和样品标准差 s 来估计总体的特性平均值 μ 和标准差 σ。

$$\bar{x}=\frac{1}{n}\sum_{i=1}^{n}x_i \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中：

$\bar{x}$——平均值；

x_i——样品的测定值；

n——样品数。

$$s=\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n}(x_i-\bar{x})^2}{n-1}} \qquad \cdots\cdots(2)$$

式中：

s——样品标准差；

x_i——样品的测定值；

$\bar{x}$——平均值；

n——样品数。

上式中 n 愈大，估计愈精确。

11.2 用总体特性平均值来衡量产品质量的采样验收方案

11.2.1 单侧限的采样验收方案

11.2.1.1 单侧下限的采样验收方案

要求总体物料特性平均值 μ 愈大愈好，μ_1 和 μ_2 ($\mu_1>\mu_2$) 为质量指标，当 $\mu\geqslant\mu_1$ 时，以高概率(大于

$1-\alpha$)判为合格，当 $\mu \leqslant \mu_2$ 时，则以很小概率(不超过 β)判为合格。α 和 β 分别为事先规定的第一种和第二种错判概率。根据给定的 μ_1、μ_2、α 及 β，按表 2 中规定的公式计算验收方案的样品数 n 和 k 值，并应用相应的判定规则。

表 2

总体物料特性值的标准差 σ 为已知时	总体物料特性值的标准差 σ 为未知时
$n=\left[\dfrac{\phi^{-1}(\alpha)-\phi^{-1}(1-\beta)}{\mu_1-\mu_2}\sigma\right]^2$ ……(3) $k=\dfrac{\mu_2\phi^{-1}(\alpha)-\mu_1\phi^{-1}(1-\beta)}{\phi^{-1}(\alpha)-\phi^{-1}(1-\beta)}$ ……(4) 判定规则为： 当 $\bar{x}\geqslant k$ 时判为合格 当 $\bar{x}<k$ 时为不合格	$n=\left[\dfrac{\phi^{-1}(1-\beta)-\phi^{-1}(\alpha)}{\mu_1-\mu_2}\sigma\right]^2+\dfrac{[\phi^{-1}(\alpha)]^2}{2}$ …(5) $k=\dfrac{(\mu_1-\mu_2)\phi^{-1}(\alpha)}{\sigma[\phi^{-1}(1-\beta)-\phi^{-1}(\alpha)]}$ ……(6) (上两式中 σ 为未知，可根据已有资料估计) 判定规则为： 当 $\bar{x}-ks\geqslant\mu_1$ 时判为合格 当 $\bar{x}-ks<\mu_1$ 时判为不合格
式中： n——样品数； α——第一种错判概率； β——第二种错判概率； σ——标准差； μ——特性平均值； s——样品标准差。 注：计算式中 $\phi^{-1}(\alpha)$、$\phi^{-1}(1-\beta)$ 的值可从附录 B 的表 B.1 中查得，从公式算得的 n 如含有小数，则进为整数。	

11.2.1.2 单侧上限的采样验收方案

要求总体物料特性平均值 μ 愈小愈好，μ_1 和 μ_2($\mu_1>\mu_2$)为质量指标，当 $\mu\leqslant\mu_2$ 时，以高概率(大于 $1-\alpha$)判为合格，当 $\mu\geqslant\mu_1$ 时，则小概率(不超过 β)判为合格。α 和 β 分别为事先规定的第一种和第二种错判概率。根据给定的 μ_1、μ_2、α 及 β，按表 3 中规定的公式计算验收方案的样品数 n 和 k 值，并应用相应的判定规则。

表 3

总体物料特性值的标准差 σ 为已知时	总体物料特性值的标准差 σ 为未知时
$n=\left[\dfrac{\phi^{-1}(1-\alpha)-\phi^{-1}(\beta)}{\mu_1-\mu_2}\sigma\right]^2$ ……(7) $k=\dfrac{\mu_1\phi^{-1}(1-\alpha)-\mu_2\phi^{-1}(\beta)}{\phi^{-1}(1-\alpha)-\phi^{-1}(\beta)}$ ……(8) 判定规则为： 当 $\bar{x}\leqslant k$ 时判为合格 当 $\bar{x}>k$ 时为不合格	$n=\left[\dfrac{\phi^{-1}(\alpha)-\phi^{-1}(\beta)}{\mu_1-\mu_2}\sigma\right]^2+\dfrac{[\phi^{-1}(\alpha)]^2}{2}$ …(9) $k=\dfrac{(\mu_1-\mu_2)\phi^{-1}(\alpha)}{[\phi^{-1}(\alpha)+\phi^{-1}(\beta)]\sigma}$ ……(10) (上两式中 σ 为未知，可根据已有资料估计) 判定规则为： 当 $\bar{x}-ks\leqslant\mu_2$ 时判为合格 当 $\bar{x}-ks>\mu_2$ 时判为不合格
式中： n——样品数； α——第一种错判概率； β——第二种错判概率； σ——标准差； μ——特性平均值； s——样品标准差。 注：计算式中 $\phi^{-1}(\alpha)$、$\phi^{-1}(\beta)$、$\phi^{-1}(1-\alpha)$ 的值可从附录 B 的表 B.1 中查得，从公式算得的 n 如含有小数，则进为整数。	

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

11.2.2 双侧限的采样验收方案(标准差 σ 为已知)

要求总体物料特性平均值 μ 同时满足上、下限要求,μ_0 为质量指标,允许差为 $\pm d_0$,当 $\mu=\mu_0$ 时,应以高概率(大于 $1-\alpha$)判为合格,当 $|\mu-\mu_0|\geqslant d_0$ 时,要求以小概率(不超过 β)判为合格。α 和 β 分别为事先规定的第一种和第二种错判概率。根据给定的 μ_0、d_0、α 及 β,按以下公式计算验收方案的样品数 n 和 d 值,并应用相应的判定规则。

$$n=\left\{\frac{[\phi^{-1}(\alpha/2)+\phi^{-1}(\beta)]\sigma}{d_0}\right\}^2 \qquad \cdots\cdots(11)$$

$$d=\frac{d_0\phi^{-1}(\alpha/2)}{\phi^{-1}(\alpha/2)+\phi^{-1}(\beta)} \qquad \cdots\cdots(12)$$

式中:

n——样品数;

α——第一种错判概率;

β——第二种错判概率;

σ——标准差;

d_0——允许差。

判定规则为:

当 $|\bar{x}-\mu_0|\leqslant d$ 时判为合格

当 $|\bar{x}-\mu_0|>d$ 时判为不合格

注:计算式中 $\phi^{-1}(\alpha/2)$、$\phi^{-1}(\beta)$ 的值可从附录 B 的表 B.1 中查得。从公式算得的 n 如含有小数,则进为整数。

11.3 用总体不合格品率来衡量产品质量的采样验收方案

11.3.1 单侧限的采样验收方案

11.3.1.1 单侧下限的采样验收方案

当单位产品的特性值 $x\geqslant L$ 为合格品,否则为不合格品时,L 即为单侧下限。

事先规定两个不合格品率 P_1 和 $P_2(P_1<P_2)$,要求总体物料不合格品率 $P\leqslant P_1$ 时,应以大概率(大于 $1-\alpha$)判为合格,而当 $P\geqslant P_2$ 时,应以小概率(不超过 β)判为合格。α 和 β 分别为事先规定的第一种和第二种错判概率。根据给定的 L、P_1、P_2、α 及 β,按表 4 中规定的公式计算验收方案的样品数 n 和 k 值,并应用相应的判定规则。

表 4

总体物料特性值的标准差 σ 为已知时	总体物料特性值的标准差 σ 为未知时
$n=\left[\frac{\phi^{-1}(\alpha)-\phi^{-1}(1-\beta)}{\phi^{-1}(P_1)-\phi^{-1}(P_2)}\right]^2$ ……(13)	$n=\left[\frac{\phi^{-1}(\alpha)-\phi^{-1}(1-\beta)}{\phi^{-1}(P_1)-\phi^{-1}(P_2)}\right]^2\left(1+\frac{k^2}{2}\right)$ ……(15)
$k=L+\left[\frac{\phi^{-1}(P_1)\phi^{-1}(1-\beta)-\phi^{-1}(P_2)\phi^{-1}(\alpha)}{\phi^{-1}(\alpha)-\phi^{-1}(1-\beta)}\right]\sigma$ …(14)	$k=\frac{\phi^{-1}(P_1)\phi^{-1}(1-\beta)-\phi^{-1}(P_2)\phi^{-1}(\alpha)}{\phi^{-1}(\alpha)-\phi^{-1}(1-\beta)}$ …(16)
判定规则为: 当 $\bar{x}\geqslant k$ 时判为合格 当 $\bar{x}<k$ 时为不合格	判定规则为: 当 $\bar{x}-ks\geqslant L$ 时判为合格 当 $\bar{x}-ks<L$ 时判为不合格
式中: n——样品数; α——第一种错判概率; β——第二种错判概率; L——单侧下限; P——不合格品率; σ——标准差; μ——特性平均值; d_0——允许差; s——样品标准差。 注:计算式中 $\phi^{-1}(\alpha)$、$\phi^{-1}(1-\beta)$、$\phi^{-1}(P_1)$、$\phi^{-1}(P_2)$ 的值可从附录 B 的表 B.1 中查得,从公式算得的 n 如含有小数,则进为整数。	

11.3.1.2 单侧上限的采样验收方案

当单位产品的特性值 $x<U$ 为合格品，否则为不合格品时，U 即为单侧上限，其他与 11.3.1.1 相同。在此情况下根据给定的 U、P_1、P_2、α 及 β，按表 5 中规定的公式计算验收方案的样品数 n 和 k 值，并应用相应的判定规则。

表 5

总体物料特性值的标准差 σ 为已知时	总体物料特性值的标准差 σ 为未知时
$$n=\left[\frac{\Phi^{-1}(1-\alpha)-\Phi^{-1}(\beta)}{\Phi^{-1}(1-P_1)-\Phi^{-1}(1-P_2)}\right]^2 \quad \cdots\cdots(17)$$ $$k=U-\left[\frac{\Phi^{-1}(1-P_2)\Phi^{-1}(1-\alpha)-\Phi^{-1}(1-P_1)\Phi^{-1}(\beta)}{\Phi^{-1}(1-\alpha)-\Phi^{-1}(\beta)}\right]\sigma \quad \cdots\cdots(18)$$ 判定规则为： 当 $\bar{x}\leqslant k$ 时判为合格 当 $\bar{x}>k$ 时判为不合格	$$n=\left[\frac{\Phi^{-1}(\alpha)-\Phi^{-1}(1-\beta)}{\Phi^{-1}(P_1)-\Phi^{-1}(P_2)}\right]^2\left(1+\frac{k^2}{2}\right) \quad \cdots\cdots(19)$$ $$k=\frac{\Phi^{-1}(P_1)\Phi^{-1}(1-\beta)-\Phi^{-1}(P_2)\Phi^{-1}(\alpha)}{\Phi^{-1}(\alpha)-\Phi^{-1}(1-\beta)} \quad \cdots\cdots(20)$$ 判定规则为： 当 $\bar{x}-ks\leqslant U$ 时判为合格 当 $\bar{x}-ks>U$ 时判为不合格
式中： n——样品数； α——第一种错判概率； β——第二种错判概率； U——单侧上限； P——不合格品率； σ——标准差； μ——特性平均值。 注：计算式中 $\Phi^{-1}(\alpha)$、$\Phi^{-1}(\beta)$、$\Phi^{-1}(1-\alpha)$、$\Phi^{-1}(1-\beta)$、$\Phi^{-1}(P_1)$、$\Phi^{-1}(P_2)$、$\Phi^{-1}(1-P_1)$、$\Phi^{-1}(1-P_2)$ 的值可从附录 B 的表 B.1 中查得，从公式算得的 n 如含有小数，则进为整数。	

11.3.2 双侧限的采样验收方案

11.3.2.1 同时控制两侧不合格品率的采样验收方案

以产品的特性值上限为 U，下限为 L，如果特性值 x 满足 $L\leqslant x\leqslant U$ 为合格品，否则为不合格品。总体物料中特性值小于 L 的单位产品规定不超过 P_1，同一物料中特性值大于 U 的单位产品规定不超过 P_2。则判定规则为：

当 $\bar{x}-k_1s\geqslant L$ 和 $\bar{x}+k_2s\leqslant U$ 同时成立判为合格
当其他情况时判为不合格

判定规则中 k_1、k_2 值，是根据按实际可能而拟定的样品数 n 和给定 P_1 和 P_2 值从附录 B 的表 B.2 中查得的（表 B.2 给出的 k_1、k_2 值其错判概率为 0.1）。

11.3.2.2 控制两侧不合格品率之和的采样验收方案

要求在经过采样检测被判为合格的总体物料中，特性值小于 L 和大于 U 两部分单位产品的总数不超过给定的 P 值。其判定规则为：

当 $\bar{x}-ks\geqslant L$ 和 $\bar{x}+ks\leqslant U$ 同时成立判为合格
当其他情况时判为不合格

判定规则中的 k 值，是根据按实际可能而拟定的样品数 n 和给定 P 从附录 B 的表 B.3 中查得的（表 B.3 给出的 k 值错判概率为 0.1）。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

附 录 A
（资料性附录）
本标准的有关实例

A.1 例 1(11.2.1.1 中标准差已知时的实例)：

设有一批化学原料，某种化学成分的分布是正态的，且已知其标准差 $\sigma=0.45$(%)。希望此种化学成分的平均值不应低于 42(%)，如果它不超过 41(%)，只能以小概率接收。并且规定 $\alpha=0.05$、$\beta=0.01$，试给出满足上述要求的一次采样验收方案(n,k)。

解：已知 $\mu_1=42,\mu_2=41,\sigma=0.45,\alpha=0.05,\beta=0.01$。由附录 B 表 B.1 查得

$\phi^{-1}(\alpha)=\phi^{-1}(0.05)=-1.64$

$\phi^{-1}(1-\beta)=\phi^{-1}(0.99)=2.33$

代入公式，得 $n=3.2$(以 $n=4$ 计)，$k=41.6$，因此采样验收方案是：

从总体物料中采 4 个单位产品，检测并计算其化学成分的平均值 $\bar{x}$(%)，得到判定规则为：

$$\begin{cases}\text{当 } \bar{x}\geqslant 41.6 \text{ 判为合格}\\ \text{当 } \bar{x}<41.6 \text{ 判为不合格}\end{cases}$$

A.2 例 2(11.2.1.1 中标准差未知时的实例)：

在例 1 中，如果 σ 是未知的，0.45(%)仅是它的一个不太精确的估计值，求采样验收方案。

解：按公式求得 $n=4.54$(以 $n=5$ 计)，$k=-0.92$。因此采样验收方案是：

从总体物料中采 5 个单位产品，检测并计算其化学成分的平均值 $\bar{x}$(%)及样品标准差 s，得到判定规则为：

$$\begin{cases}\text{当 } \bar{x}+0.92s\geqslant 42 \text{ 判为合格}\\ \text{当 } \bar{x}+0.92s<42 \text{ 判为不合格}\end{cases}$$

A.3 例 3(11.2.1.2 中标准差已知时的实例)：

一批制造化工设备用钢板，规定当平均洛氏硬度不超过 70 时，认为是合格品，如果平均硬度等于 73，则认为是不合格的，并且规定 $\alpha=0.05$、$\beta=0.10$，已知 $\sigma=2$。求满足要求的一次采样验收方案(n,k)。

解：已知 $\mu_2=70,\mu_1=73,\alpha=0.05,\beta=0.10$。由附录 B 表 B.1 查得

$\phi^{-1}(\beta)=\phi^{-1}(0.1)=-1.28$

$\phi^{-1}(1-\alpha)=\phi^{-1}(0.95)=1.64$

代入公式，得 $n=3.79$(以 $n=4$ 计)，$k=71.68$，因此采样验收方案是：

从该批钢板中采样品 4 块，测定其硬度，计算它们的平均值 $\bar{x}$(%)，得到判定规则为：

$$\begin{cases}\text{当 } \bar{x}\leqslant 71.68 \text{ 判为合格}\\ \text{当 } \bar{x}>71.68 \text{ 判为不合格}\end{cases}$$

A.4 例 4(11.2.1.2 中标准差未知时的实例)：

在上例中，假定 σ 是未知的，求采样验收方案。

解：根据同类产品的最近若干批的检验资料，估计 σ 值约为 2.5。将数据代入公式，得 $n=7.26$(以 $n=8$ 计)，$k=0.67$。因此采样验收方案是：

从该批钢板中采样品 8 块，测它们的硬度，计算它们的平均值 $\bar{x}$ 和样品标准差 s，得到判定规则为：

$$\begin{cases}\text{当 } \bar{x}-0.67s\leqslant 70 \text{ 时判为合格}\\ \text{当 } \bar{x}-0.67s>70 \text{ 判为不合格}\end{cases}$$

A.5 例 5(11.2.2 的实例)：

物料中某成分的含量平均值 μ 的质量指标 $\mu_0=1.40(\%)$，要求偏离 μ_0 愈小愈好，允许差 $d_0=0.07$。根据历史资料，已知 $\sigma=0.043$，当 $\mu=\mu_0$ 时，要求判为一等品的概率为 0.999，而当 $|\mu-\mu_0|\geqslant 0.07$ 时，应判为降等，错判概率不超过 0.10，求它的一次采样验收方案(n、d)。

解：已知 $d_0=0.07$，$\sigma=0.043$，$\alpha=0.001$，$\beta=0.10$；由附录 B 表 B.1 查得

$\phi^{-1}(\alpha/2)\alpha=\phi^{-1}(0.000\ 5)=-3.29$，$\phi^{-1}(\beta)=\phi^{-1}(0.10)=-1.28$，代入公式，得 $n=7.89$(以 $n=8$ 计)，$d=0.050$，因此采样验收方案是：

从该批材料中采 8 个样品，测定样品的该成分含量 x，求出平均值 $\bar{x}$，得到判定规则为：

$$\begin{cases}\text{当 } |\bar{x}-1.40|\leqslant 0.050 \text{ 时判为合格}\\ \text{当 } |\bar{x}-1.40|>0.050 \text{ 时判为不合格}\end{cases}$$

A.6 例 6(11.3.1.1 中标准差已知时的实例)：

设有一批吸附器，规定合格品的吸附容量不能低于 60 L，已知此种产品的吸附容量的标准差 $\sigma=1$ L，规定 $P_1=0.001$，$P_2=0.01$，$\alpha=0.05$，$\beta=0.10$，求满足要求的采样验收方案。

解：由附录 B 的表 B.1 查得

$\phi^{-1}(P_1)=\phi^{-1}(0.001)=-3.09$

$\phi^{-1}(P_2)=\phi^{-1}(0.01)=-2.33$

$\phi^{-1}(\alpha)=\phi^{-1}(0.05)=-1.64$

$\phi^{-1}(1-\beta)=\phi^{-1}(0.90)=1.28$

根据公式可求得 $n=14.76$(以 $n=15$ 计)，$k=62.68$，因此采样验收方案为：

从该批吸附器中采样 15 个，测它们的吸附容量 x，并计算出平均值 $\bar{x}$，得到判定规则为：

$$\begin{cases}\text{当 } \bar{x}\geqslant 62.68 \text{ 时判为合格}\\ \text{当 } \bar{x}<62.68 \text{ 时判为不合格}\end{cases}$$

A.7 例 7(11.3.1.1 中标准差未知时的实例)：

在例 6 中如果标准差 σ 是未知的，求采样验收方案。

解：由公式求得 $n=67.1$(以 $n=68$ 计)，$k=2.66$ 。因此采样验收方案是：

从该批吸附器中采样 68 个，检测它们的吸附容量 x，并计算出平均值 $\bar{x}$ 和样品标准差 s，得到判定规则为：

$$\begin{cases}\text{当 } \bar{x}-2.66s\geqslant 60 \text{ 时判为合格}\\ \text{当 } \bar{x}-2.66s<60 \text{ 时判为不合格}\end{cases}$$

A.8 例 8(11.3.1.2 中标准差已知时的实例)：

设一种产品的特性值上限为 207，已知 $\sigma=6.55$。规定 $P_1=0.01$，$P_2=0.08$，$\alpha=0.05$，$\beta=0.10$，求满足要求的采样验收方案。

解：由附录 B 的表 B.1 查得

$\phi^{-1}(1-\alpha)=\phi^{-1}(0.95)=1.64$

$\phi^{-1}(\beta)=\phi^{-1}(0.10)=-1.28$

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

$\phi^{-1}(1-P_1)=\phi^{-1}(0.99)=2.33$

$\phi^{-1}(1-P_2)=\phi^{-1}(0.92)=1.41$

代入公式可求得 $n=10.07$(以 $n=11$ 计),$k=195.12$,因此采样验收方案是:

从该批产品中采样 11 个,测定它们的特性值 x,计算出平均值 $\bar{x}$,得到判定规则为:

当 $\bar{x}\leqslant 195.12$ 时判为合格

当 $\bar{x}>195.12$ 时判为不合格

A.9 例 9(11.3.1.2 中标准差未知时的实例):

在例 8 中如果标准差 σ 是未知的,其他条件相同,求采样验收方案。

解:由附录 B 的表 B.1 查得

$\phi^{-1}(\alpha)=\phi^{-1}(0.05)=-1.64$

$\phi^{-1}(1-\beta)=\phi^{-1}(0.90)=1.28$

$\phi^{-1}(P_1)=\phi^{-1}(0.01)=-2.33$

$\phi^{-1}(P_2)=\phi^{-1}(0.08)=-1.41$

代入公式可求得 $n=26.59$(以 $n=27$ 计),$k=1.81$,因此采样验收方案是:

从该批产品中采样 27 个,测定它们的特性值 x,计算出平均值 $\bar{x}$ 和样品标准差 s,得到判定规则为:

当 $\bar{x}-1.81s\leqslant 207$ 时判为合格

当 $\bar{x}-1.81s>207$ 时判为不合格

A.10 例 10(11.3.2.1 的实例):

设有一批产品要验收,拟用 6 个单位产品做试验,希望至少以 0.9 的概率保证在经采样验收判为合格的批中,特性值小于 L 的单位产品不超过 5%,同时特性值大于 U 的单位产品不超过 10%,求采样验收方案。

解:已知 $n=6$,$P_1=0.05$,$P_2=0.10$,查附录 B 的表 B.2,得 $k_1=3.092$,$k_2=2.494$。测 6 个样品的特性值 x,计算出平均值 $\bar{x}$ 和样品标准差 s,得采样验收方案的判定规则为:

当 $\bar{x}-3.092s>L$ 和 $\bar{x}+2.494s\leqslant U$ 同时成立时判为合格

当其他情况时判为不合格

A.11 例 11(11.3.2.2 的实例):

设有一批产品需要验收,拟用 10 个单位产品做试验,希望至少以 0.9 的概率保证在经过采样验收合格的批中,特性值小于 L 和大于 U 的单位产品的总数不超过 10%,求采样验收方案。

解:已知 $n=10$,$P=0.10$。查附录 B 的表 B.3,得 $k=2.112$。测 10 个样品的特性值 x,计算出平均值 $\bar{x}$ 和样品标准差 s,得采样验收方案的判定规则为:

当 $\bar{x}-2.112s\geqslant L$ 和 $\bar{x}+2.112s\leqslant U$ 同时成立时判为合格

当其他情况时判为不合格

附 录 B
（规范性附录）
本标准的有关附表

有关附表见表 B.1、表 B.2 和表 B.3。

表 B.1 标准正态分布累积分布函数 $W=\phi^{-1}(x)$ 的数值

x	0.000 05	0.000 1	0.000 5	0.001
$\phi^{-1}(x)$	−3.89	−3.72	−3.29	−3.09
x	0.999 95	0.999 9	0.999 5	0.999
$\phi^{-1}(x)$	3.89	3.72	3.29	3.09
x	0.005	0.01	0.02	0.03
$\phi^{-1}(x)$	−2.58	−2.33	−2.05	−1.88
x	0.995	0.99	0.98	0.97
$\phi^{-1}(x)$	2.58	2.33	2.05	1.88
x	0.04	0.05	0.06	0.07
$\phi^{-1}(x)$	−1.75	−1.64	−1.56	−1.48
x	0.96	0.95	0.94	0.93
$\phi^{-1}(x)$	1.75	1.64	1.56	1.48
x	0.08	0.09	0.10	0.15
$\phi^{-1}(x)$	−1.41	−1.34	−1.28	1.04
x	0.92	0.91	0.90	0.85
$\phi^{-1}(x)$	1.41	1.34	1.28	1.04

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

表 B.2 同时控制正态分布两侧的采样验收方案的 k_1(或 k_2)值

n	k_1(或 k_2)					
	P_1(或 P_2)=0.2	P_1(或 P_2)=0.1	P_1(或 P_2)=0.05	P_1(或 P_2)=0.025	P_1(或 P_2)=0.02	P_1(或 P_2)=0.01
2	6.987	10.253	13.090	18.586	16.331	18.500
3	3.039	4.258	5.311	6.244	6.523	7.340
4	2.295	3.188	3.957	4.637	4.841	5.438
5	1.976	2.742	3.400	3.981	4.156	4.866
6	1.795	2.494	3.092	3.620	3.779	4.243
7	1.676	2.333	2.894	3.389	3.538	3.973
8	1.590	2.219	2.754	3.227	3.369	3.783
9	1.525	2.133	2.650	3.106	3.242	3.641
10	1.474	2.066	2.568	3.011	3.144	3.532
11	1.433	2.011	2.503	2.935	3.065	3.443
12	1.398	1.966	2.448	2.872	3.000	3.371
13	1.368	1.928	2.402	2.820	2.945	3.309
14	1.343	1.895	2.363	2.774	2.898	3.257
15	1.321	1.867	2.329	2.735	2.857	3.212
16	1.301	1.842	2.299	2.701	2.821	3.172
17	1.284	1.819	2.272	2.670	2.789	3.117
18	1.268	1.800	2.249	2.643	2.761	3.105
19	1.254	1.782	2.227	2.618	2.736	3.077
20	1.241	1.765	2.208	2.596	2.712	3.052
21	1.229	1.750	2.190	2.576	2.691	3.028
22	1.218	1.737	2.174	2.557	2.672	3.007
23	1.208	1.724	2.159	2.540	2.654	2.987
24	1.199	1.712	2.145	2.525	2.638	2.969
25	1.190	1.702	2.132	2.510	2.623	2.952
30	1.154	1.657	2.080	2.450	2.561	2.884
35	1.127	1.624	2.041	2.406	2.515	2.833
40	1.106	1.598	2.010	2.371	2.479	2.793
45	1.089	1.577	1.986	2.343	2.450	2.761
50	1.075	1.559	1.965	2.320	2.426	2.735
60	1.052	1.532	1.933	2.284	2.389	2.694
70	1.035	1.511	1.909	2.256	2.360	2.662
80	1.022	1.495	1.890	2.235	2.338	2.638
90	1.011	1.481	1.874	2.217	2.320	2.618
100	1.001	1.470	1.861	2.203	2.304	2.601
120	0.986	1.452	1.841	2.179	2.280	2.574
150	0.970	1.433	1.818	2.154	2.254	2.546
300	0.931	1.386	1.765	2.094	2.192	2.477
500	0.910	1.362	1.736	2.062	2.159	2.442
∞	0.842	1.282	1.645	1.960	2.054	2.326

注：表中的 n 和 P_1(或 P_2)分别为采样验收方案中给定的样品数和两侧不合格。

表 B.3 控制正态分布两侧之和 P 的采样验收方案的 k 值

n	k					
	$P=0.2$	$P=0.1$	$P=0.05$	$P=0.025$	$P=0.02$	$P=0.01$
2	6.987	10.253	13.090	15.586	16.331	18.500
3	3.039	4.258	5.311	6.244	6.523	7.340
4	2.295	3.188	3.957	4.637	4.841	5.438
5	1.976	2.742	3.400	3.981	4.156	4.666
6	1.806	2.494	3.092	3.620	3.779	4.243
7	1.721	2.334	2.894	3.389	3.538	3.972
8	1.666	2.227	2.755	3.227	3.389	3.783
9	1.626	2.158	2.652	3.106	3.242	3.641
10	1.595	2.112	2.576	3.012	3.144	3.532
11	1.570	2.075	2.520	2.938	3.066	3.444
12	1.550	2.045	2.479	2.879	3.004	3.371
13	1.533	2.020	2.446	2.833	2.953	3.312
14	1.519	1.999	2.419	2.796	2.912	3.261
15	1.506	1.981	2.395	2.767	2.880	3.219
16	1.496	1.965	2.374	2.742	2.853	3.184
17	1.486	1.950	2.356	2.720	2.830	3.155
18	1.478	1.938	2.340	2.701	2.810	3.130
19	1.470	1.927	2.325	2.683	2.791	3.109
20	1.463	1.916	2.312	2.667	2.775	3.090
21	1.457	1.907	2.300	2.653	2.760	3.073
22	1.451	1.899	2.290	2.640	2.746	3.057
23	1.446	1.891	2.280	2.628	2.733	3.043
24	1.441	1.884	2.270	2.617	2.721	3.029
25	1.437	1.877	2.262	2.606	2.711	3.017
30	1.419	1.851	2.227	2.565	2.667	2.967
35	1.406	1.831	2.202	2.534	2.634	2.929
40	1.396	1.816	2.182	2.510	2.609	2.901
45	1.387	1.804	2.166	2.491	2.589	2.878
50	1.381	1.794	2.154	2.476	2.573	2.859
60	1.370	1.778	2.133	2.451	2.547	2.829
70	1.362	1.766	2.118	2.433	2.528	2.807
80	1.356	1.757	2.106	2.418	2.513	2.790
90	1.351	1.750	2.097	2.407	2.500	2.776
100	1.347	1.744	2.089	2.397	2.490	2.764
120	1.341	1.734	2.076	2.382	2.474	2.746
150	1.334	1.723	2.062	2.365	2.457	2.726
300	1.317	1.699	2.030	2.326	2.416	2.678
500	1.309	1.686	2.013	2.306	2.394	2.654
∞	1.282	1.645	1.960	2.241	2.326	2.567

注：表中的 n 和 P 分别为采样验收方案中给定的样品数和两侧不合格品率之和。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

ICS 71.100.01
G 04

中华人民共和国国家标准

GB/T 6679—2003
代替 GB/T 6679—1986

固体化工产品采样通则

General rules for sampling solid chemical products

2003-10-11 发布　　2004-05-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局　发布

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

前　言

本标准与前版标准在技术内容上没有差异，按照 GB/T 1.1—2000 对内容重新进行了编辑性修改。

本标准自实施之日起，代替 GB/T 6679—1986《固体化工产品采样通则》。

本标准的附录 A、附录 B、附录 C、附录 D 和附录 E 为资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会(SAC/TC63)归口。

本标准委托全国化学标准化技术委员会负责解释。

本标准负责起草单位：中化化工标准化研究所。

本标准参加起草单位：常州出入境检验检疫局、南通出入境检验检疫局、天津裕华贸易总公司。

本标准主要起草人：周玮、周飞舟、王晓兵、王华、梅建、汪蓉、张君玺。

本标准首次发布于 1986 年 8 月。

固体化工产品采样通则

1 范围

本标准规定了固体化工产品的采样技术、样品制备、采样报告。

本标准适用于固体化工产品的采样。本标准不适用于气体中的固体悬浮物和浆状物的采样。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。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)或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准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标准。

GB/T 3723 工业用化学产品采样安全通则(GB/T 3723—1999，idt ISO 3165:1976)

GB/T 6678—2003 化工产品采样总则

3 概述

3.1 固体化工产品样品类型

样品类型有部位样品、定向样品、代表样品、截面样品和几何样品。

应根据采样目的、采样条件、物料状况(批量大小、几何状态、粒度、均匀程度、特性值的变异性分布)确定样品种类。

3.2 对样品的基本要求

3.2.1 采样检验是通过检验样品而对总体物料的质量做出评价和判断的一种检验方法。样品必须能够代表总体物料的特性。

3.2.2 采集的样品量应能够代表总体物料的所有特性，并能满足检验需要的最佳量(按 GB/T 6678)。

3.2.3 采集的样品数：根据总体物料包装形式、物料的不均匀性，按 GB/T 6678—2003 中第 7.6 条和第 11 章决定采集的样品数，鉴于固体化工产品的特殊性，推荐采用下述方法决定采集的样品数。

3.2.3.1 单元物料：按 GB/T 6678—2003 中 7.6.1 条和第 11 章的规定。

3.2.3.2 散装物料

a) 批量少于 2.5 t，采样为 7 个单元(或点)；

b) 批量为 2.5 t～80 t，采样为：

$\sqrt{\text{批量(t)}\times 20}$个单元(或点)，计算到整数；

c) 批量大于 80 t，采样为 40 个单元(或点)。

3.3 采样步骤

3.3.1 确定采样目的(按 GB/T 6678)。

3.3.2 确定采样对象。

3.3.3 制定采样方案。

3.3.4 用适当的装置和技术采样。

3.3.5 制备样品。

3.4 采样方案

3.4.1 采样前必须制定采样方案。

3.4.2 制定采样方案的目的是以最低的成本，在允许的采样误差范围内获得总体物料有代表性的样品。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

3.4.3 制定采样方案时必须考虑的因素主要是采样目的、总体物料特性值的差异性、允许的采样误差和物料的包装及运输方式(按 GB/T 6678 的规定)。

3.4.4 制定采样方案的理论依据见 GB/T 6678 的规定。

3.4.5 采样方案的基本内容。

采样方案的基本内容见 GB/T 6678—2003 中第 6.2 条的规定。

3.5 其他

3.5.1 固体化工产品种类繁多,采样条件千变万化,采样应根据本标准中规定的基本原则和方法,按照实际情况及可能选择最佳采样方案和采样技术。

3.5.2 采样前应对待采样物料进行预检,根据双方制定的合约,检查物料名称、批号、数量、净含量、颜色、外观受损情况,采用一切可行的方法和手段,尽可能详细地了解物料的性质,物料特性值的差异性及包装情况。应对选用的采样方法和装置进行可行性实验,掌握偏差情况。

4 采样技术

4.1 选择采样技术的原则

4.1.1 选择采样技术的原则应依据被采物料的形态、粒径、数量、物料特性值的差异性、状态(静止或运动)。

4.1.2 采样技术应能保证在允许的采样误差范围内获得总体物料的有代表性的样品。

4.1.3 采样技术不能对物料的待测性质有任何影响。

4.1.4 采样技术应完全、方便、成本低。

4.1.5 要求特殊处理的固体和有危险性的固体,按有关规定选择适当的特殊技术采样。

4.2 对采样器和分样器的基本要求

4.2.1 所用材质不能和待采样物料有任何反应;不能使待采样物料污染、分层和损失。

4.2.2 应清洁、干燥、便于使用、清洗、保养、检查和维修。

4.2.3 任何采样装置(特别是自动采样器)在正式使用前均应做可行性试验。

4.2.4 采样器和分样器的型式参见附录 A、附录 B、附录 C、附录 D 和附录 E。

4.3 采样方法

4.3.1 粉末、小颗粒、小晶体的采样

4.3.1.1 件装

用采样探子或其他合适的工具,从采样单元中,按一定方向,插入一定深度取定向样品。每个采样单元中所取得的定向样品的方向和数量依容器中物料的均匀程度确定。

4.3.1.2 散装

a) 静止物料

根据物料量的大小及均匀程度,用勺、铲或采样探子从物料的一定部位或沿一定方向取部位样品或定向样品。

b) 运动物料

用自动采样器、勺子或其他合适的工具从皮带运输机或物质的落流中随机的或按一定的时间间隔取截面样品。

4.3.2 粗粒和规则块状物的采样

4.3.2.1 件装

直接沿一定方向,在一定深度上取定向样品。应注意用采样探子采样有可能改变物料的粒径。

4.3.2.2 散装

a) 静止物料

根据物料量的大小及均匀程度,用勺、铲或其他合适的工具在物料的一定部位取部位样品或沿一定

方向取定向样品。

b) 运动物料

用适当的工具或采用分流的方法，从皮带运输机上或从落流中，随机的或按一定的时间间隔取截面样品。

如果能用适当的装置粉碎物料，粉碎后按 4.3.1 中的方法采样。

4.3.3 大块物料的采样

4.3.3.1 静止物料

根据物料状况可分别取部位样品、定向样品、几何样品或代表样品。分述如下：

a) 部位样品

用合适的工具从所需部位取一定量的物料，若物料坚硬，用钻或锯在要求的部位处理物料。收集所有的钻屑或锯屑做为样品。处理对热敏感的物料时应用适当的惰性冷却剂对工具进行冷却。

b) 定向样品

对于单块或连续大块的物料，沿要求的方向把大块物料破成两块。切削新暴露的表面，收集所有切屑做为样品。

若物料坚硬，用钻或锯沿要求的方向处理物料，收集所有的钻屑或锯屑做为样品。

c) 几何样品

对于单块或连续大块的物料，用锤子和凿子，或用锯从物料上切下所要求的形状和重量的物料做为样品。

d) 代表样品

如果不要求保持物料的原始状态，可以把大块物料粉碎至可充分混合的粒度，再用适当的采样方法从总体物料中取出样品。

如果物料系在溶剂中使用，溶液不影响物料的待测特性，可把物料溶解后按溶液的采样方法采样。

4.3.3.2 运动物料

随机或按一定的时间间隔取截面样品。

如果可粉碎物料，粉碎后按 4.3.1 中的方法采样。

4.3.4 可以切割的固体的采样

用刀子或其他合适的工具（如金属线）在物料的一定部位取截面样品或一定形状和重量的几何样品。

4.3.5 要求特殊处理的固体

4.3.5.1 要求特殊处理的固体是指同周围环境中一种或多种成分有反应的固体及活泼或不稳定的固体。

4.3.5.2 进行特殊处理的目的是保护样品和总体物料的特性，不因所用的采样技术而产生变化。

4.3.5.3 有放射性的固体及有毒固体的采样，按 GB/T 3723 和产品标准中的有关规定执行。

4.3.5.4 和周围环境有反应的固体的采样

a) 和氧气、水、二氧化碳有反应的固体，应在隔绝氧气、水、二氧化碳的条件下采样，如果固体和这些物质的反应十分缓慢，在采样精确度允许的前提下，可以通过快速采样的办法。

b) 其他污染物

不能受灰尘或其他气体污染的固体，采样应在清洁空气中进行。

不能受真菌或细菌污染的固体，应在无菌条件下采样。

c) 受光影响的固体

易受光影响而发生变化的固体，应在隔绝有害光线的条件下采样。

d) 组成随温度变化的固体

此类固体应在其正常组成所要求的温度下采样。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

4.3.5.5 活泼或不稳定的固体

此类固体应按有关标准和规定进行采样。

5 样品制备

5.1 样品制备的目的

从较大量的原始样品中获取最佳量的、能满足检验要求的、待测性质能代表总体物料特性的样品。

5.2 样品制备的原则

5.2.1 原始样品的各部分应有相同的概率进入最终样品。

5.2.2 制备技术和装置在样品制备过程中不破坏样品代表性，不改变样品组成，不使样品受到污染和损失。

5.2.3 在检验允许的前提下，为了不加大采样误差，应在缩减样品的同时缩减粒度。

5.2.4 应根据待测特性、原始样品的量及粒度以及待采样物料的性质确定样品制备的步骤及应采用的技术。

5.3 样品制备阶段

一般包括粉碎、混合、缩分三个阶段。应根据具体情况一次或多次重复操作，直至获得最终样品。

5.4 样品制备技术

粉碎、混合、缩分均可根据情况及可能，选用手工或机械方法进行。

5.4.1 粉碎

5.4.1.1 手工方法

用研钵或锤子等手工工具粉碎样品。

5.4.1.2 机械方法

用适当装置和研磨机械粉碎样品。

5.4.2 混合

5.4.2.1 手工方法

根据样品量的大小，选用合适的手工工具(如手铲等)混合样品。

5.4.2.2 机械方法

用合适的机械混合装置混合样品。

5.4.3 缩分

5.4.3.1 手工方法

常用的方法有四等分法和交替铲法。选用何种方法应根据物料状况而定。

5.4.3.2 机械方法

用分样器、分格缩分铲或其他适当的机械分样器缩分样品。

5.5 最终样品的量及其保存

5.5.1 最终样品的量应满足检测及备考的需要。把样品一般等量分成两份。一份供检测用，一份留作备考。每份样品量至少应为检验需要量的三倍。

5.5.2 应根据样品及贮存时间选择对样品呈惰性的包装材质及合适的包装形式。

5.5.3 样品包装容器按 GB/T 6678 的规定。

5.5.4 容器在装入样品后应立即贴上写有规定内容的标签(按 GB/T 6678 的规定)。

5.5.5 样品制成后应尽快检验。备检样品贮存时间一般为六个月。根据实际的需要和物料的特性，可以适当延长和缩短。

6 采样报告

按 GB/T 6678 的规定。

附 录 A
（资料性附录）
采 样 探 子

此装置适用于粉末、小颗粒、小晶体等固体化工产品采样。采样探子分为末端开口的采样探子，末端封闭的采样探子，可封闭的采样探子和关闭式采样探子（见图 A.1、图 A.2 和图 A.3）。

单位为毫米

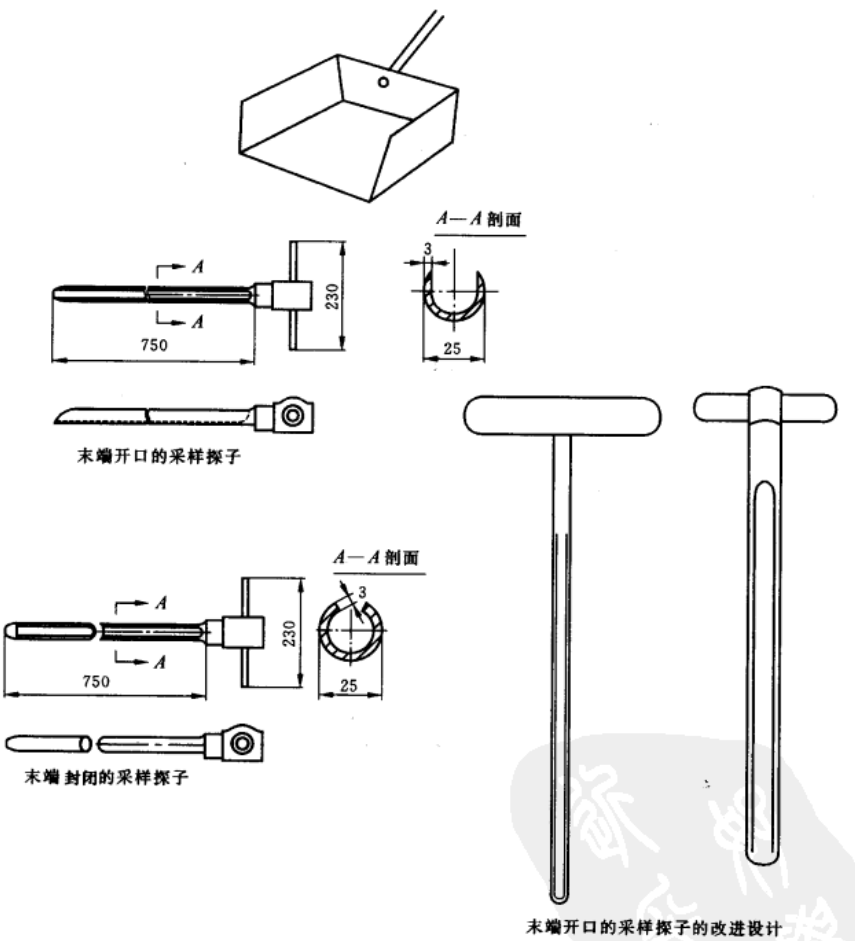


图 A.1 采样探子

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

单位为毫米

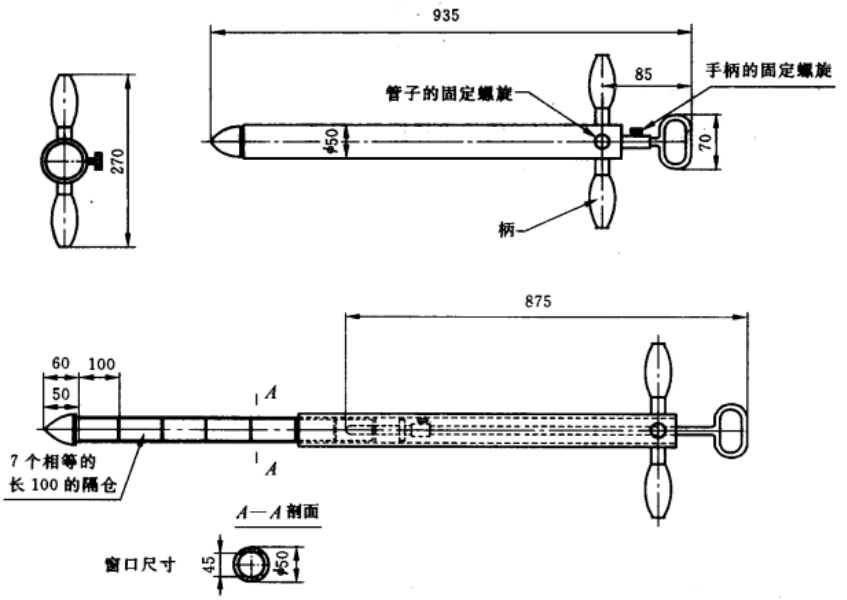


图 A.2 可封闭的采样探子

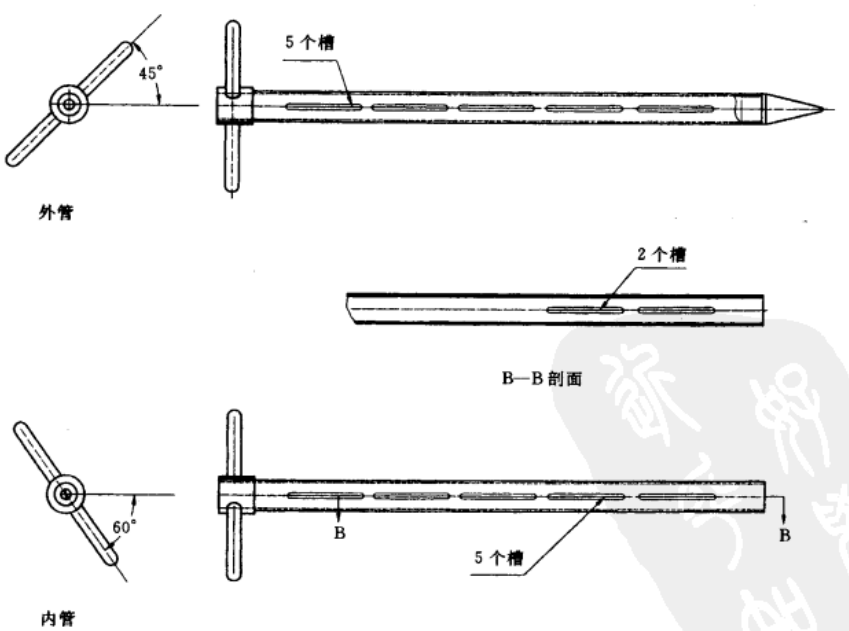


图 A.3 窗口关闭式采样探子

采样探子是由一根金属管构成，材质是钢、铜、合金等，依需要而定。管子的一端有一个 T 形手柄，另一端有一个锥形钝点，管子的一侧切掉，使金属管成 U 形，其长度依需要而定。

采样时采样探子按一定角度插入物料，插入时，应槽口向下，把探子转动两三次，小心地把探子抽回，并注意抽回时应保持槽口向上，再将探子内物料倒入样品容器内。

可封闭的采样探子是由两根紧密配合的金属管构成，外管的一侧切一槽子，内管的一侧相应地切开一组槽子，关闭式采样探子的内管的另一侧远离手柄的一端切两个槽，可用来采部位样品(见图 A.2)。槽宽至少应为所采物料最大直径的三倍，固定两管的手柄用的套管上有标记，并应和槽子的中心线相对应。

当内外管线上的标记成一线时，槽开启。如果要取代表或定向样品时，旋转内管，使所有的槽相配合，如果要取部位样品，并使较下面的槽相配合以便取样。如果物料粒子堵在两管之间而有碍两管间的相对运动，可用一根比外管长 150 mm 的金属棒或木棍代替内管与外管一起插入物料，若采代表样或定向样品，将棒全部抽出。若取部位样品，则只抽出一部分。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

附 录 B
（资料性附录）
采 样 钻

采样钻适用于较坚硬的固体采样（见图 B.1）。

关闭式采样钻是由一个金属圆筒和一个装在内部的旋转钻头构成。

关闭式采样钻的使用方法是牢牢地握住外管，旋转中心棒，使管子稳固地进入物料，必要时可稍加压力，以保持均等的穿透速度。到达指定部位后，停止转动，提起钻头，反转中心棒，将所取样品移进样品容器中。

单位为毫米



样品钻头

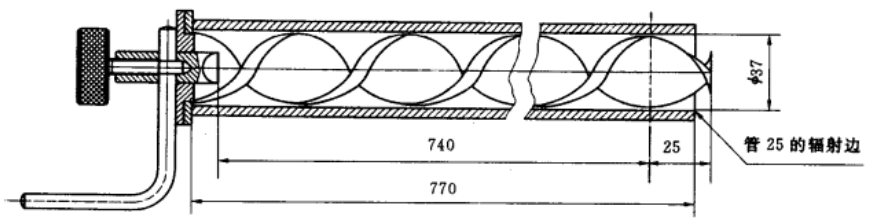


图 B.1 窗板关闭式采样钻

附 录 C
（资料性附录）
气动和真空探针

气动和真空探针适用于粉末和细小颗粒等松散物料的采样（见图 C.1 和图 C.2）。

气动探针是由一个软管将一个装有电动空气提升泵的旋风集尘器和一个由两个同心管组成的探子构成的（见图 C.1）。开动空气提升泵，使空气沿着两管之间的环形通路流至探头，并在探头产生气动而带起样品，同时使探针不断地插入物料。

真空探针是由一个真空吸尘器通过装在采样管上的的探针把物料插入样品容器中。容器的盖上装有一个金属网过滤器，组织空气中的飞尘进入真空吸尘器。探针是由内管和一节套筒构成，一端固定在采样管上，另一端开口。套筒可在内管上自由滑动，但受套筒上伸入内管的销子的限制，套筒允许行程，恰能使其上的孔完全开启和关闭。套筒的上部带一个凸缘，采样时由于物料的阻力，使探针处于关闭状态，提取采样管，使内管后滑，由于物料堵住凸缘，套筒不动，使孔开启，把采样管上端连到玻璃样品容器上，使用真空吸尘器，把样品吸入容器中。

单位为毫米

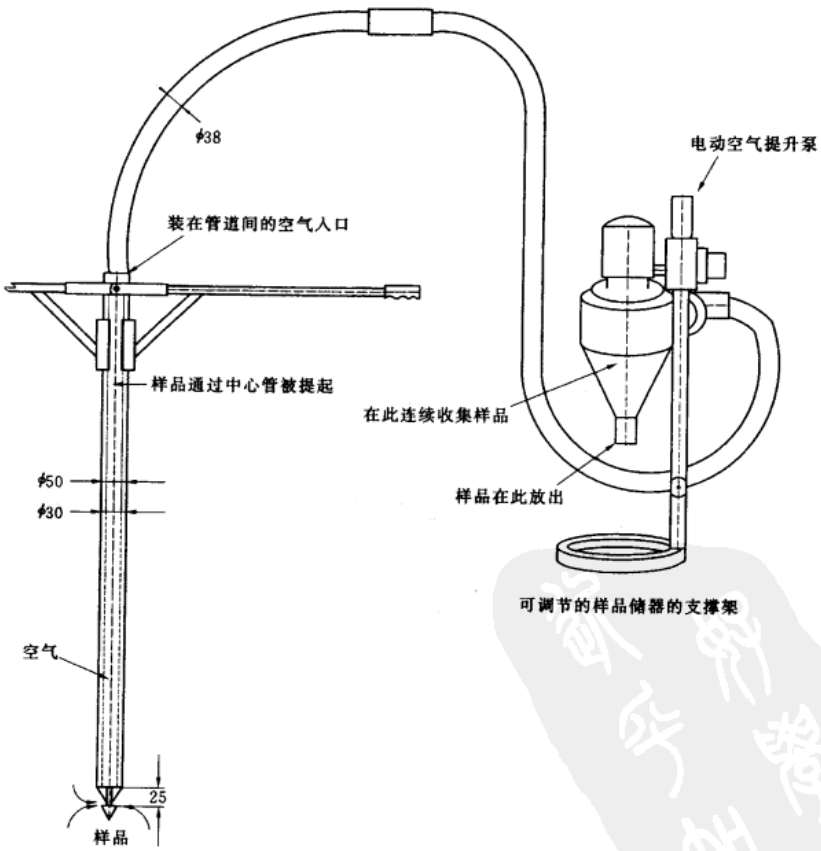
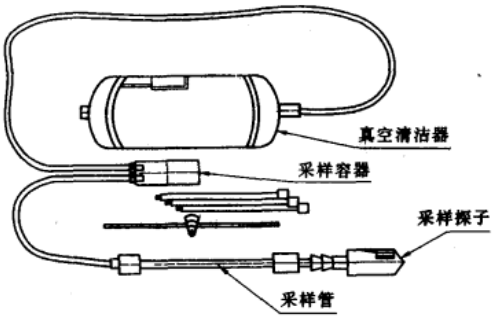
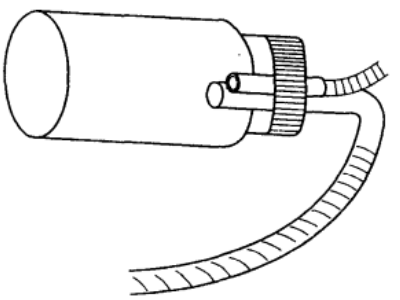


图 C.1 典型的气动采样探子

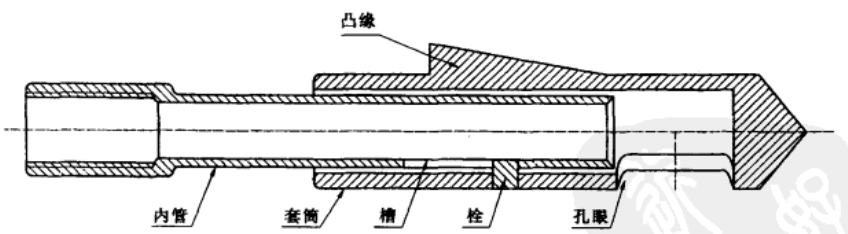
标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载



(a) 抽吸式采样装置



(b) 容器上的空气过滤器的分布图



(c) 抽吸采样装置用的典型采样探子剖面图

图 C.2 真空采样探子

附 录 D
（资料性附录）
分 样 器

分样器用于缩分样品。有格槽式分样器（见图 D.1），固定锥形分样器（见图 D.2 和图 D.3），格形分样器（见图 D.4）。

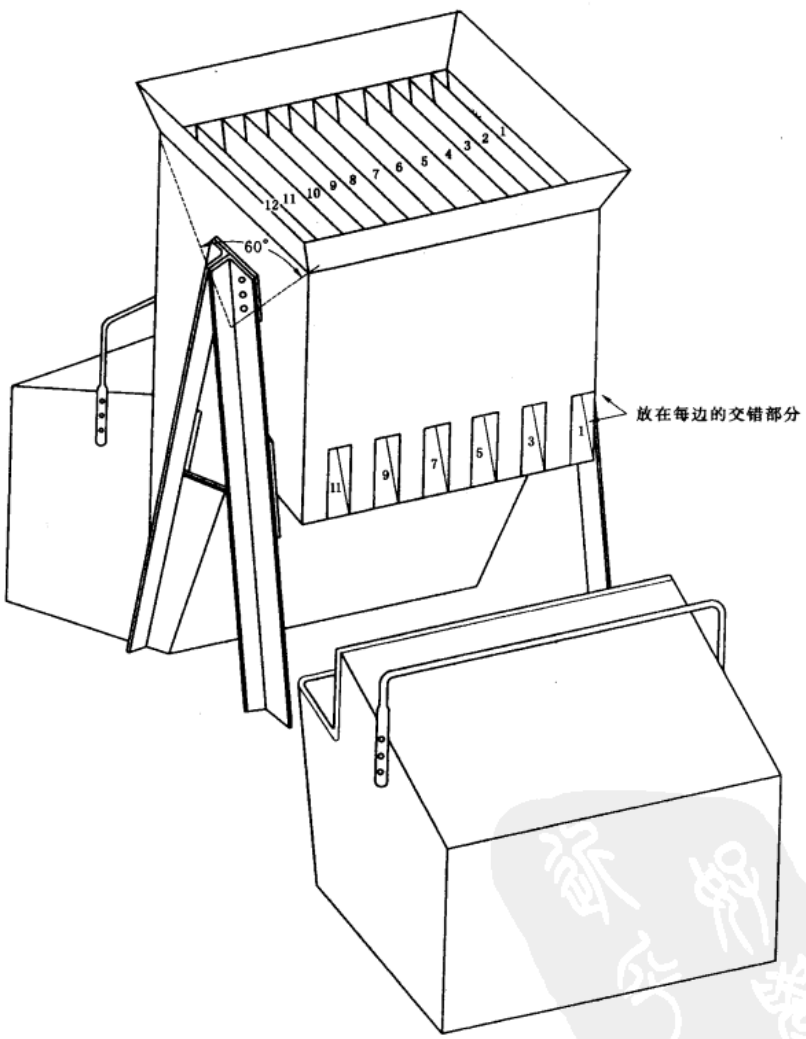


图 D.1 典型的格槽式分样器

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

格槽式分样器适用于粒径在 2.5 mm 和 5 mm 之间的固体，是一种非机械型分样器。它把物质流分成数个纵向单元，这些单元的物料互相交错，一部分成为样品，一部分丢弃。

固定锥形分样器是一种静止分样器。槽子分布在一个圆周上，产品均匀分布在所有槽子中，这种装置必须注意减少系统误差。

格形分样器可把 0.5 m^3 样品缩减至 0.05 m^3。其构造是一个有 64 个通道的格子，按 8×8 行分布，任一行上的格子相间按反方向倾斜，格子下方有一个九个格的槽子，有一个可使物料在格子均匀分布的旋转门，使用时将待分样品装入漏斗，盖上盖子，打开旋转门，待全部样品分别进入两个接受器后，取一舍一，按同样方法循环操作，直至达到符合要求的量。

单位为毫米

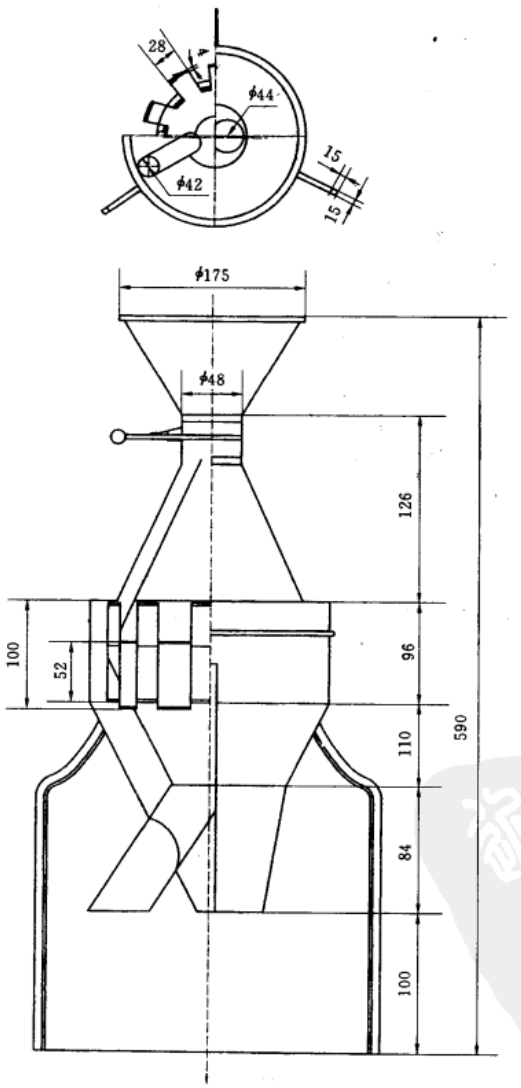


图 D.2　固定锥形分样器

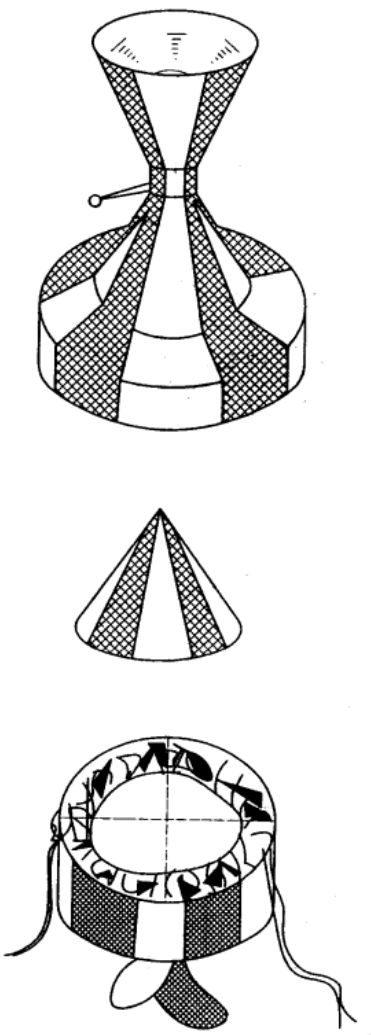


图 D.3　固定锥形分样器零件图

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

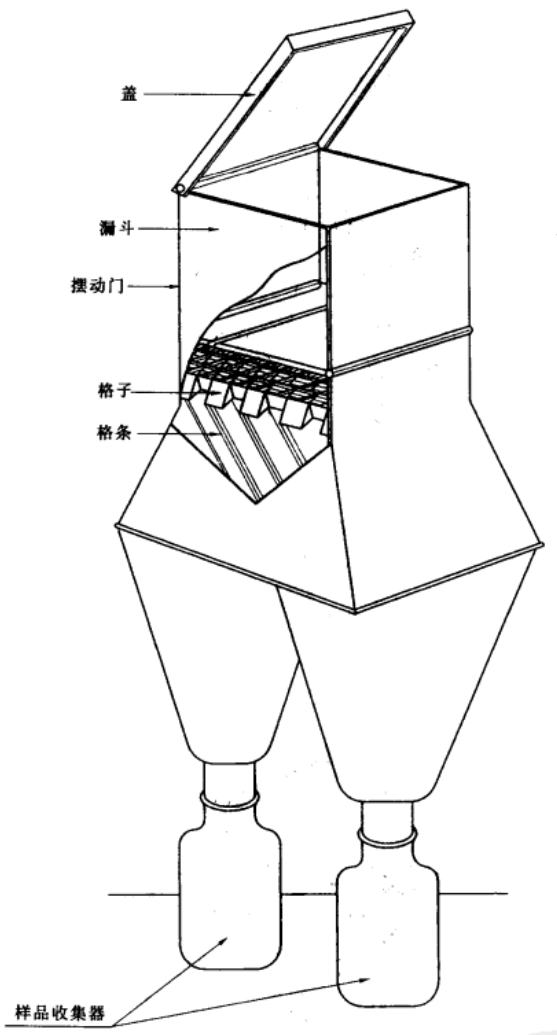


图 D.4 格形分样器

附 录 E
（资料性附录）
自动采样器

自动采样器分为间歇式自动采样器、连续式自动采样器、输送带用的自动采样器（见图 E.1、图 E.2 和图 E.3）。

间歇式自动采样器（见图 E.1），利用一个斜槽工作。此斜槽运动切过产品流，把产品流分出一部分作为样品。在导轨上有一个变向架，此变向架按预定间隔在导轨上前后运动。切割臂牢牢地固定在变向架上，斜槽又和切割臂相连。

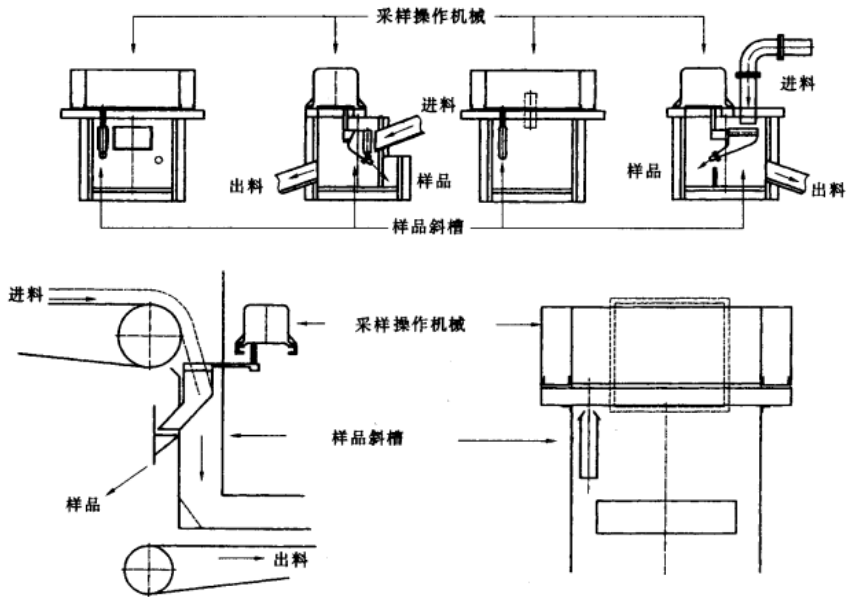


图 E.1 间歇式自动采样器

连续式自动采样器（见图 E.2），带筒仓斜槽的吊桶升降机和螺旋输送机的连续式自动采样器，在物料产生压力的地方，例如筒仓底部，提取器的管子有一块防护板，样品提取器的管子配有和欲采样物料类型相适合的孔，依靠弹簧装置把振动传给管子，使物料通过管子，沿着管子运动。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

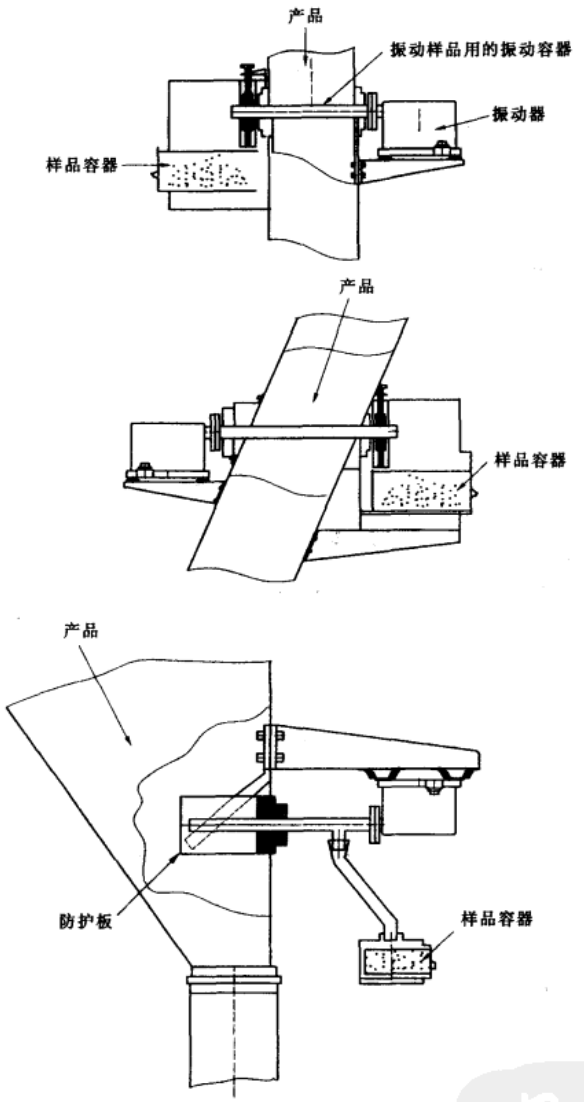


图 E.2　连续式自动采样装置

输送带用的自动采样装置(见图 E.3),有一个绞接刮刀曲柄,此曲柄通过一个链环机械螺旋管驱动,链环机带有一个横跨带的刮刀,此刮刀可移走一个截面的物料并送到位于侧边的一个斜槽内,刮刀的下部是绞接的,这样可使刮刀返回时从物料的上方走过,而不碰到物料。

单位为毫米

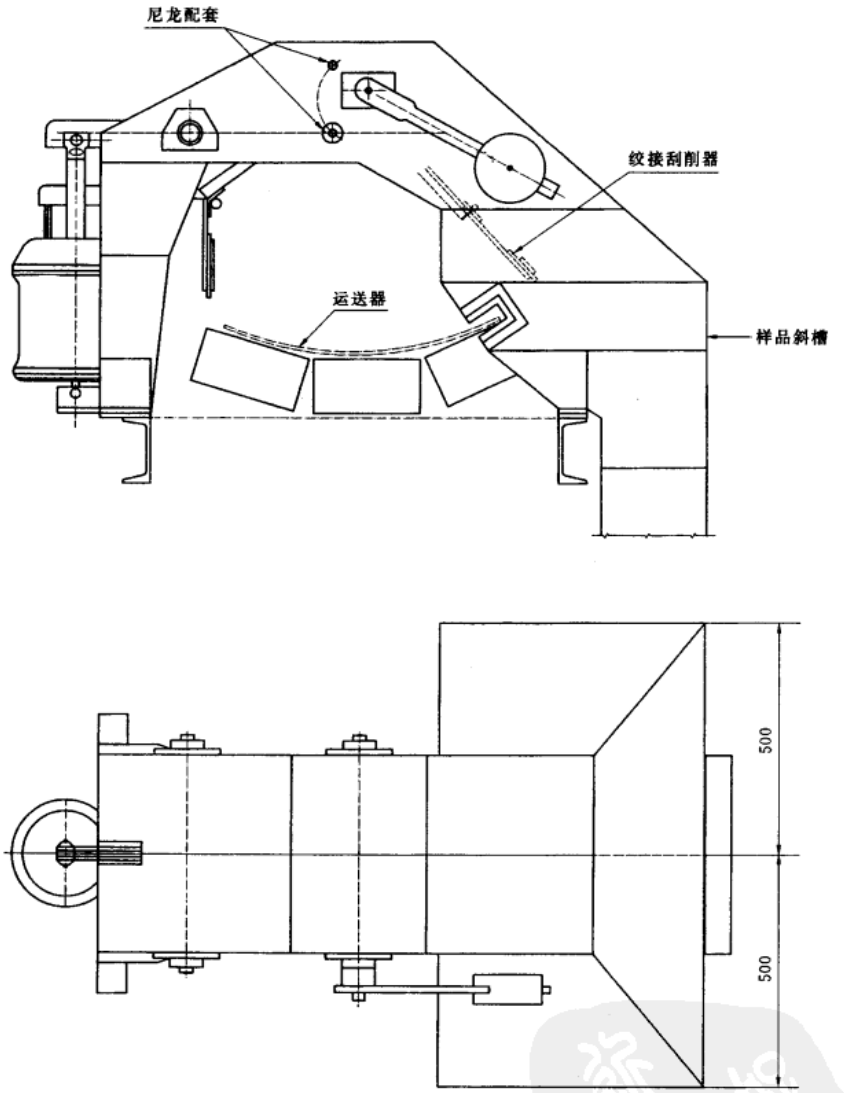


图 E.3　输送带用的自动采样装置

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

ICS 71.100.01
G 04

中华人民共和国国家标准

GB/T 6680—2003
代替 GB/T 6680—1986

液体化工产品采样通则

General rules for sampling liquid chemical products

2003-10-11 发布　　2004-05-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局　发布

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

前　言

本标准参考 ISO 3170:1988《液体石油产品取样法(手工法)》(英文版)修订。

本标准与前版标准技术性差异:

——删除了前版的第 6 章液化气体的内容;

——修改了采样设备(前版的附录 A,本版的第 6 章)。

本标准实施之日起,代替 GB/T 6680—1986《液体化工产品采样通则》。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会(SAC/TC63)归口。

本标准负责起草单位:中化化工标准化研究所。

本标准参加起草单位:南通出入境检验检疫局、常州出入境检验检疫局、天津裕华贸易总公司。

本标准主要起草人:王晓兵、王华、周玮、顾海东、梅建、周飞舟、陈莉平。

本标准委托全国化学标准化技术委员会负责解释。

本标准首次发布日期:1986 年 8 月。

液体化工产品采样通则

1 范围

本标准规定了液体化工产品采样的术语及定义、基本要求、采样方案、采样设备和操作方法。

本标准适用于温度不超过100℃，压力为常压或接近常压的液体化工产品。本标准不适用于在产品标准中有特殊要求的液体产品的采样。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。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)或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准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标准。

GB/T 6678—2003 化工产品采样总则

GB/T 6679—2003 固体化工产品采样通则

GB/T 6681—2003 气体化工产品采样通则

GB/T 3723—1999 工业用化学产品采样安全通则(idt ISO 3165:1976)

3 术语及定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

部位样品 spot sample

从物料的特定部位或在物料流的特定部位和时间采得的一定数量或大小的样品。它是代表瞬时或局部环境的一种样品。如图1所示。

3.2

表面样品 surface sample

在物料表面采得的样品，以获得关于此物料表面的资料。如图1所示。

3.3

底部样品 bottom sample

在物料的最低点采得的样品，以获得关于此物料在该部位的资料。如图1所示。

3.4

上部样品 upper sample

在液面下相当于一定体积(总体积的1/6)的深处采得的一种部位样品。如图1所示。

3.5

中部样品 middle sample

在液面下相当于总体积一半的深处采得的一种部位样品。如图1所示。

3.6

下部样品 lower sample

在液面下相当于一定体积(总体积的5/6)的深处采得的一种部位样品。如图1所示。

3.7

全液位样品 full level sample

从容器内全液位采得的样品。如图1所示。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

3.8

平均样品　average sample

把采得的一组部位样品按一定比例混合成的样品。

3.9

混合样品　composite sample

把容器中物料混匀后随机采得的样品。

3.10

样品容器　sample container

用于储存和运送样品的容器。

3.11

采样装置　sampling device

可携带的或固定的用于采取样品的设备。

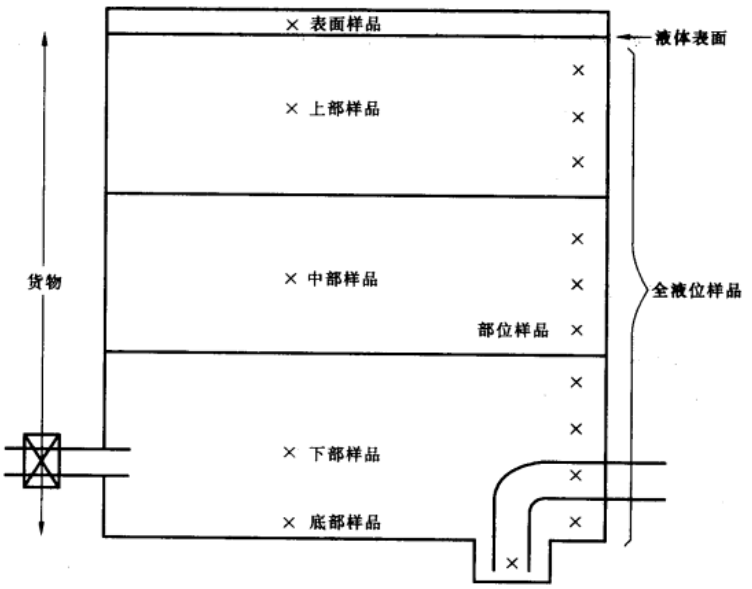


图 1　样品类型分布图

4　采样的基本要求

4.1　采样操作人员必须熟悉被采液体化工产品的特性、安全操作的有关知识及处理方法，严格遵守 GB/T 3723 的各项规定。

4.2　采样前应进行预检，并根据检查结果制定采样方案，按此方案采得具有代表性的样品。由于液体化工产品一般是用容器包装后贮存和运输，应根据容器情况和物料的种类来选择采样工具，确定采样方法。预检内容如下：

4.2.1　了解被采样物料的容器大小、类型、数量、结构和附属设备情况。

4.2.2　检查被采样物料的容器是否受损、腐蚀、渗漏并核对标志。

4.2.3　观察容器内物料的颜色，粘度是否正常；表面或底部是否有杂质、分层、沉淀、结块等现象；判断物料的类型和均匀性。

4.3　物料的混匀

对于单相低粘度液体可用以下几种方法混匀：

a) 小容器(如瓶、罐)用手摇晃进行混匀。

b) 中等容器(如桶、听)用滚动、倒置或手工搅拌器进行混匀。

c) 大容器(如贮罐、槽车、船舱)用机械搅拌器、喷射循环泵进行混匀。

对于多相液体可用上述各种方法使其混合成不会很快分离的均匀相后采样。如不易混匀,就分别采各层部位样品混合成平均样品作为代表性样品。

4.4 样品的代表性

如被采容器内物料已混合均匀,采取混合样品作为代表性样品。如被采容器内物料未混合均匀,可采部位样品按一定比例混合成平均样品作为代表性样品。

4.5 采样其他注意事项

4.5.1 样品容器必须清洁、干燥、严密,采样设备必须清洁、干燥、不能用与被采取物料起化学作用的材料制造,采样过程中防止被采物料受到环境污染和变质。

4.5.2 样品的缩分

一般原始样品量大于实验室样品需要量,因而必须把原始样品量缩分成二到三份小样。一份送试验室检测,一份保留,在必要时封送一份给买方。

4.5.3 样品标签和采样报告

样品装入容器后必须立即贴上标签,在必要时写出采样报告随同样品一起提供。其内容按GB/T 6678中的有关规定。

4.5.4 样品的贮存

在买卖双方协商的规定日期内妥善保存样品。

a) 对易挥发物质,样品容器必须有预留空间,需密封,并定期检查是否泄漏。

b) 对光敏物质,样品应装入棕色玻璃瓶中并置于避光处。

c) 对温度敏感物质,样品应贮存在规定的温度之下。

d) 对易和周围环境物起作用的物质,应隔绝氧气、二氧化碳和水。

e) 对高纯物质应防止受潮和灰尘浸入。

5 采样方案

采样方案包括以下内容:采样单元数(按 GB/T 6678—2003 的 7.6 和第 10 章规定);样品类型及样品量;采样时间、地点、位置;采样方法、步骤和使用的工具等。

6 采样设备

6.1 采样勺

用不与被采取物料发生化学作用的金属或塑料制成。

6.1.1 表面样品采样勺

边沿成锯齿形,齿高 10 mm,齿底角 60°,大小视样品量及能否进入容器而定。如图 2(a)所示。

6.1.2 混合样品采样勺和采样杯

物料混匀后用它随机采样,如图 2(b)、(c)所示。

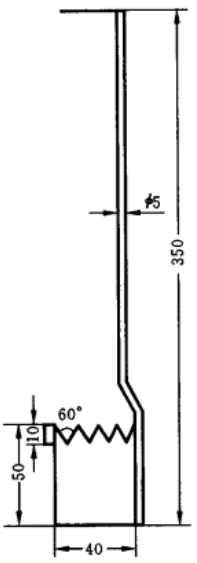
6.2 采样管

这是一个由玻璃、金属或塑料制成的管子,能插入到桶、罐、槽车中所需要的液面上。它也可以用于从一个选择的液面上采取点样或采取底部样,以检查存在的污染物,或者当其设计和处置适宜并插入缓慢时,也可以用于从液体的纵向截面采取代表性的样品。

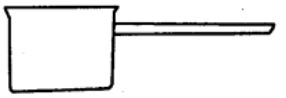
对大多数桶装物料用管长 750 mm 为宜,对其他容器可增长或缩短。管上端的口径收缩到姆指能按紧,一般为 6 mm;下端的口径视被采物料粘度而定,粘度近似于丙酮和水的物料用口径 3 mm,粘度较小的用 1.5 mm,较大的用 5 mm。如图 3(a)、(b)所示。对于桶装粘度较大的液体和粘稠液、多相液,也可采用不锈钢制双套筒采样管,如图 3(c)所示。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

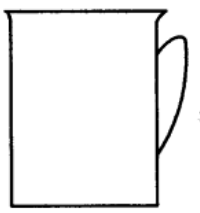
单位为毫米



(a) 表面取样勺



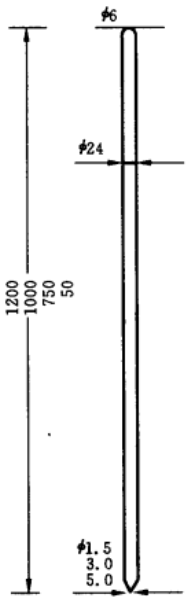
(b) 勺子



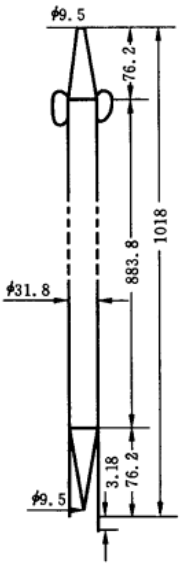
(c) 混样杯

图 2 采样勺和采样杯

单位为毫米



(a)



(b)



(c)

图 3 采样管

6.3 采样瓶、罐

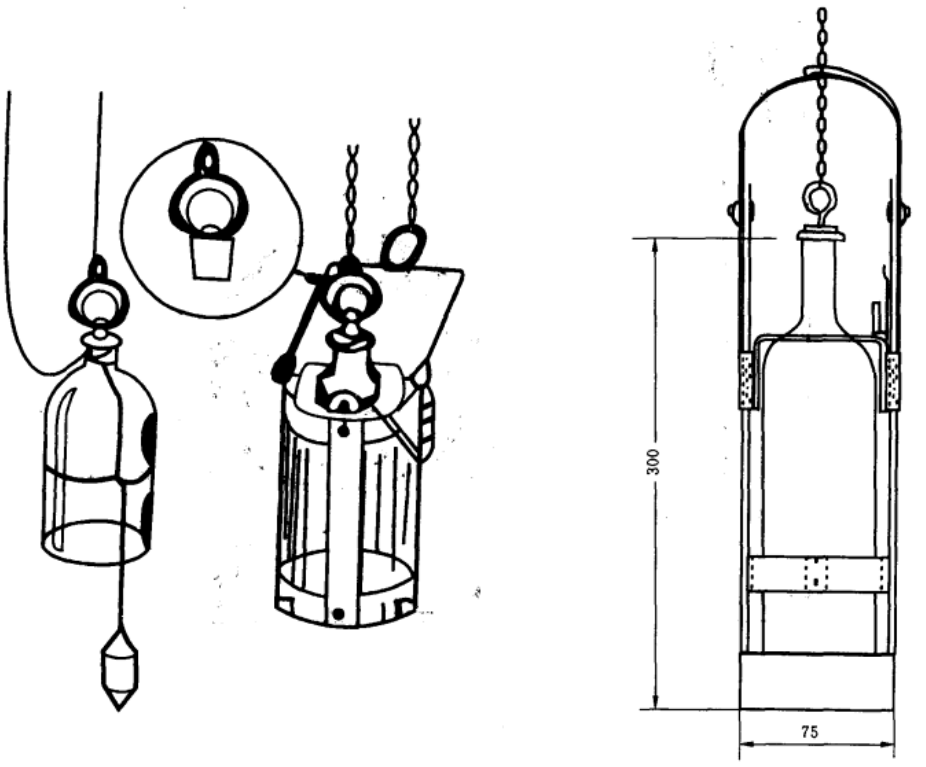
6.3.1 玻璃采样瓶

一般为 500 mL 具塞玻璃瓶，套上加重铅锤。如图 4(a)所示。

6.3.2 采样笼罐

把具塞金属瓶或具塞玻璃瓶放入加重金属笼罐中固定而成。如图 4(a)、(b)所示。

单位为毫米



(a)　　(b)

图 4　玻璃采样瓶和采样笼罐

6.3.3 金属制采样瓶、罐

6.3.3.1 普通型采样器

通常为不锈钢制采样瓶，体积 500 mL，适用于贮罐、槽车和船舶采样，如图 5 所示。这是一个均匀直径的管状装置，配有上部和下部隔离翼阀或瓣阀。向上运动时，可以从罐中任一所选液面收集正确的和相对地未经扰动的试样。但是所选择的液面不能低于罐底的上方 12 mm。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

单位为毫米

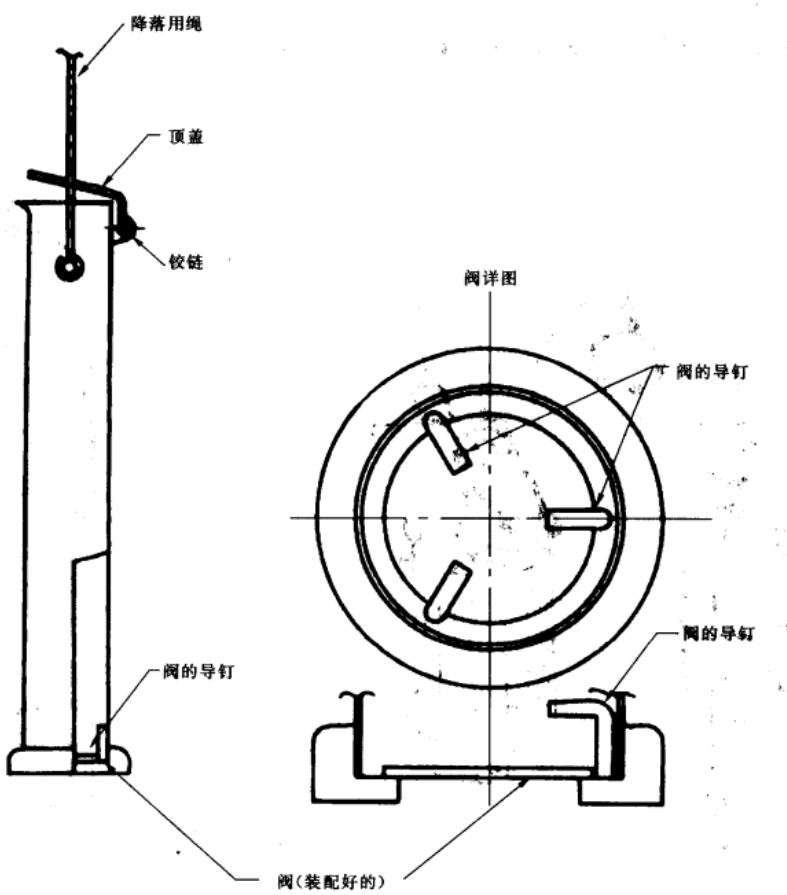


图 5 普通型采样器

6.3.3.2 加重型采样器

对于相对密度较大的液体化工品如浓硫酸等,宜采用加重型采样器。加重型采样器应有适当的容量(一般为 500 mL)和在被采样的液体化工品中迅速下沉的重量。如图 6 所示。

6.3.3.3 底阀型采样器

运用于贮罐、槽车、船舱底部采样,如图 7 所示。当底阀型采样器与罐底接触时,它的阀或塞子就被打开,当其离开罐底时,它的阀或塞子就被关闭。

单位为毫米

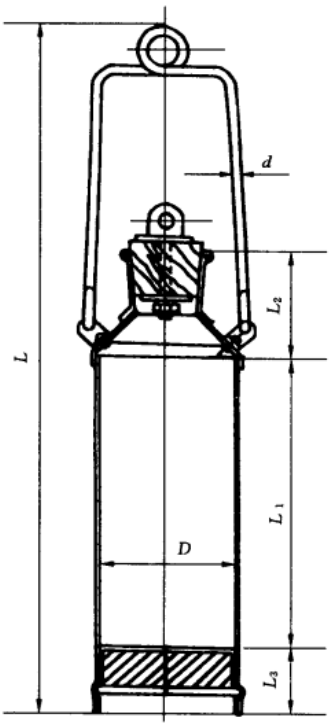


图 6　加重型采样器

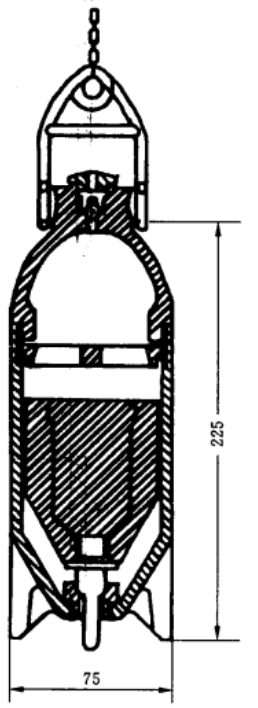


图 7　底阀型采样器

6.4　管线取样设备

是一个伸到管线内的管线取样器，其试样入口中心点应在不小于管线内径的三分之一处，如图 8 所示。取样点应位于湍流范围内，湍流常在管线的冲洗段或在泵的输出侧。如果没有冲洗段的话，取样器应水平安装在管线的垂直段，且靠近泵出口。取样线路应尽可能地短。建议取样点应距离任何组分的最后注入点的下游约 25 倍于管线直径之处，以保证所有组分能充分地混合。

为了保证混合均匀和消除分层，可在朝向取样器开口的方向安装钻有小孔的板、一系列的挡板或缩小管径。也可以把这些方法结合起来应用。

可以提供一种合适的设备，用预定的或自动的方法进行自动取样。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

单位为毫米

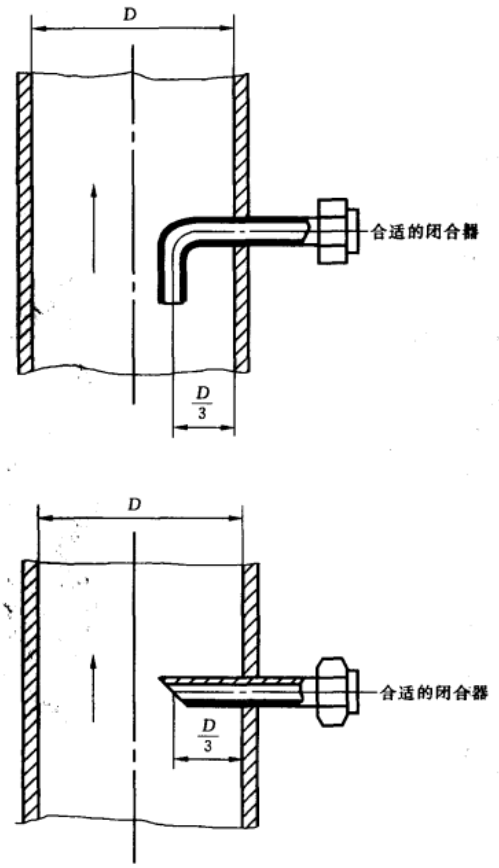


图 8 管道取样装置

7 操作方法

液体化工产品的采样可根据其常温下的物理状态分为 4 大类来进行：常温下为流动态的液体、稍加热即成为流动态的化工产品、粘稠液体和多相液体。

7.1 常温下为流动态的液体

在常温下易于流动的单相均匀液体。但要验证其均匀性还需从容器的各个部位采样进行检验。为了保证所采得的样品具有代表性，必须采取一些具体措施，而这些措施取决于被采物料的种类、包装、贮运工具及运用的采样方法。

7.1.1 件装容器采样

7.1.1.1 小瓶装产品(25 mL～500 mL)

按采样方案随机采得若干瓶产品，各瓶摇匀后分别倒出等量液体混合均匀作为样品。也可分别测得各瓶物料的某特性值以考查物料特性值的变异性和均值。

7.1.1.2 大瓶装产品(1 L～10 L)和小桶装产品(≈19 L)

被采样的瓶或桶用人工搅拌或摇匀后，用适当的采样管采得混合样品。

7.1.1.3 大桶装产品(≈200 L)

在静止情况下用开口采样管采全液位样品或采部位样品混合成平均样品。在滚动或搅拌均匀后，

用适当的采样管采得混合样品。如需知表面或底部情况时，可分别采得表面样品或底部样品。

7.1.2 贮罐采样

7.1.2.1 立式圆形贮罐采样

7.1.2.1.1 从固定采样口采样

在立式贮罐侧壁安装上、中、下采样口并配上阀门。当贮罐装满物料时，从各采样口分别采得部位样品。由于截面一样，所以按等体积混合三个部位样品成为平均样品。如罐内液面高度达不到上部或中部采样口时，建议按下列方法采得样品：

如果上部采样口比中部采样口更接近液面，则从中部采样口采三分之二样品，而从下部采样口采三分之一样品。如果中部采样口比上部采样口更接近液面，从中部采样口采二分之一样品，从下部采样口采二分之一样品。如果液面低于中部采样口，则从下部采样口采全部样品。

如贮罐无采样口而只有一个排料口，则先把物料混匀，再从排料口采样。

7.1.2.1.2 从顶部进口采样

把采样瓶或采样罐从顶部进口放入，降到所需位置，分别采上、中、下部位样品，等体积混合成平均样品或采全液位样品。也可用长金属采样管采部位样品或全液位样品。

7.1.2.2 卧式圆柱形贮罐采样

在卧式贮罐一端安装上、中、下采样管，外口配阀门。采样管伸进罐内一定深度，管壁上钻直径2 mm～3 mm 的均匀小孔。当罐装满物料时，从各采样口采上、中、下部位样品并按一定比例(见表1)混合成平均样品。当罐内液面低于满罐时液面，建议根据表1所示的液体深度用采样瓶、罐、金属采样管等从顶部进口放入，降到表1上规定的采样液面位置采得上、中、下部位样品，按表1所示比例混合成为平均样品。

当贮罐没有安装上、中、下采样管时，也可以从顶部进口采得全液位样品。

贮罐采样要防止静电危险，罐顶部要安装牢固的平台和梯子(见 GB/T 3723)。

7.1.3 槽车和船舱采样

7.1.3.1 槽车采样(火车和汽车槽车)

7.1.3.1.1 从排料口采样

在顶部无法采样而物料又较为均匀时，可用采样瓶在槽车的排料口采样。

7.1.3.1.2 从顶部进口采样

用采样瓶、罐或金属采样管从顶部进口放入不敷出槽车内，放到所需位置采上、中、下部位样品并按一定比例混合成平均样品。由于槽车罐是卧式圆柱形或椭圆柱形，所以采样位置和混合比例按表1所示进行。也可采全液位样品。

表1 卧式圆柱形贮罐采样部位和比例

液体深度(直径百分比)	采样液位(离底直径百分比)			混合样品时相应的比例		
	上	中	下	上	中	下
100	80	50	20	3	4	3
90	75	50	20	3	4	3
80	70	50	20	2	5	3
70		50	20		6	4
60		50	20		5	5
50		40	20		4	6
40			20			10
30			15			10
20			10			10
10			5			10

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

7.1.3.1.3 对一列槽车采样

按 7.1.3.1.1 或 7.1.3.1.2 对每辆槽车采得的样品混合成平均样品作为一列车的代表性样品。

7.1.3.2 船舱采样

把采样瓶放入船舱内降到所需位置采上、中、下部位样品，以等体积混合成平均样品。对装载相同产品的整船货物采样时，可把每个舱采得的样品混合成平均样品。当舱内物料比较均匀时可采一个混合样或全液位样作为该舱的代表性样品。以上采样都要防静电危险，用铜制采样设备或让被采样容器接地泄放静电后采样。

7.1.4 从输送管道采样

7.1.4.1 从管道出口端采样

周期性地在管道出口端放置一个样品容器，容器上放只漏斗以防外溢。采样时间间隔和流速成反比，混合体积和流速成正比。

7.1.4.2 探头采样

如管道直径较大，可在管内装一个合适的采样探头。探头应尽量减小分层效应和被采液体中较重组分下沉。良好的探头需具备以下条件：

a) 均相和随机不均匀液体常用孔径约 12 mm 的管安装在管壁上，伸进管中心弯曲 90°，管口面对液流，45°斜口。

b) 非均相和不均匀液体采样时探头应安放在雷诺数为 2 000 以上的紊流面上，探头的前方放一个阻流混合装置。

7.1.4.3 自动管线采样器采样

当管线内流速变化大，难以用人工调整探头流速接近管内线速度时，可采用自动管线采样器采样。

7.1.4.4 管道采样分为与流量成比例的试样和与时间成比例的试样

a) 流速变化大于平均流速 10%时，按流量比采样，如表 2 所示。

b) 流速较平稳时，按时间比采样，如表 3 所示。

表 2 与流量成比例的采样规定

单位为立方米

输送数量	采样规定
不超过 1 000	在输送开始和结束时各一次
超过 1 000～10 000	开始一次，以后每隔 1 000 m^3 一次
超过 10 000	开始一次，以后每隔 2 000 m^3 一次

表 3 与时间成比例的采样规定

单位为小时

输送时间	采样规定
不超过 1	在输送开始和结束时各一次
超过 1～2	在输送开始、中间和结束时各一次
超过 2～24	在输送开始时一次，以后每隔 1 h 一次
超过 24	在输送开始时一次，以后每隔 2 h 一次

7.2 稍加热即成为流动态的化工产品

一些在常温下为固体，当受热时就易变成流动的液体而不改变其化学性质的产品。

7.2.1 采样方法

建议在生产厂的交货容器灌装后立即采取液体样品。当必须从交货容器中采样时，一种是把容器放入热熔室中使产品全部熔化后采液体样品；另一种是劈开包装采固体样品。

7.2.1.1 在生产厂采样

在生产厂的交货容器灌装后立即用采样勺采出样，倒入不锈钢盘或不与物料起反应的器皿中，冷却后敲碎装入样品瓶中；也可把采得的液体趁热装入样品瓶中。

7.2.1.2 在件装交货容器中采样

把件装交货容器放入热熔室内，待容器内物料全部液化后，用开口采样管插入搅拌，然后采混合样或用采样管采全液位样。劈开包装的采样见 GB/T 6679。

7.2.2 采样设备及注意事项

a) 采样设备应是耐热材料制成并不和物料起化学作用。

b) 采样器应慢慢放入热液体中，在其中停留一下使其达到温度平衡后采样。

c) 在加热交货容器时注意排气，防止容器破漏。

d) 在采热液体时，防止溅出引起烧伤。

7.3 粘稠液体

粘稠液体在容器中采样难以混匀，建议在生产厂的交货容器灌装过程中采样。当必须从交货容器中采样时，应按有关标准中规定的采样方法或按协议方商定的采样方法进行。

7.3.1 在生产厂的最终容器中采样

如果产品外观上均匀，则用采样管、勺或其他适宜的采样器从容器的各个部位采样。采样方法按 7.1.2 进行。

7.3.2 在生产厂的产品装桶时采样

在产品分装到交货容器的过程中，以有规律的时间间隔从放料口采得相同数量的样品混合成平均样品。

7.3.3 在交货容器中采样

这类产品通常是以大口容器交货。采样前先检查所有容器的状况，然后根据供货数量确定并随机选取适当数量的容器供采样用。打开每个选定的容器，除去保护性包装后检查产品的均一性及相分离情况。如果产品呈均匀状态或通过搅拌能达到均匀状态时，用金属采样管或其他合适的采样器从容器内不同部位采得部位样品，混合成平均样品。

7.3.4 采样设备及注意事项

a) 采样器及样品容器应当选用不使样品变质，对物料不造成污染的材料制成。

b) 采样器的形状应考虑到使用和清洗的方便。如无棱角，无槽沟，无不能接触和不能直接观察的部位。

c) 样品从采样器中倒出之前应有足够的时间让外挂液体流净，也可以用其他强制设施刮净外部液体。

7.4 多相液体

含有可分离液相或固相的液体。如乳液、悬浮液、浆状液等和一种或两种液相与一种或多种固相所组成的化工产品。

均匀悬浮液可以按常温下为流动态的液体采样程序进行采样。如果产品中有可分离相，可能呈现悬浮状态，也可能迅速沉降形成沉淀层，对这类产品来说是属于正常情况。如果不能使这种沉淀重新悬浮就不可能按正常的液体采样进行。

7.4.1 采样方法

多相液的采样可以按 7.1 进行。但根据其特性应按下列事项进行预检查后采样。

7.4.1.1 表皮

产品制成后经过一段时间贮存。采样前应先检查表面情况，记录表皮厚度和性质，在搅拌之前先除去表皮。必要时过筛。

7.4.1.2 沉淀层

在搅拌及采样之前应先探查沉淀层，记录沉淀的程度和沉淀层的性质。如软、硬、干硬，如果沉积物干硬不易再分散，应按 4.2 中规定提出货物可疑报告。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

7.4.1.3 胶凝作用

如果发现产品成为不可逆性凝胶，即不得进行采样操作。不可以将胶凝作用和产品的触变性相混淆。

7.4.1.4 搅拌混匀(再分散)

产品采样前应混匀，这类产品通常以不超过 20 L 的容器供货，如果物料在大贮槽中，则贮槽经常装有机械混合设备或其他混合工具。

采样前需用一个机械搅拌器或尺寸适宜的刮铲搅拌，使沉淀再分散，并记录再分散的难易程度及确认已经完全混合均匀所需要的时间。

对于较小的容器或产生严重沉淀的产品也可以将上层液体全部倒入一个清洁的容器内，破碎沉淀的固体，搅成均匀的糊状物，再将液体倒回慢慢搅匀。回注时应连续地用小流量缓缓注入。

在采代表性样品时必须在采样操作的全过程中连续不断地搅拌。在固相物质的沉降速度快时最好使用机械搅拌。如果不可能连续搅拌，应在停止搅拌后当液体还处于运动状态时快速采样。

7.4.2 采样设备及注意事项

a) 为了适应快速采样的要求，采样瓶、罐的进口部分不应狭窄。

b) 为了防止所采样品的固相物质减少而影响到样品液固比例的代表性，必须选用能关闭的采样器，确保在采样操作完毕时采样器能一直保持密闭状态。

ICS 71.100.01
G 04

中华人民共和国国家标准

GB/T 6681—2003
代替 GB/T 6681—1986

气体化工产品采样通则

General rules for sampling gaseous chemical products

2003-10-11 发布　　2004-05-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局　发布

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

前　言

本标准是参考国际标准 ISO 4257:2001《液化石油气体取样方法》和 BS 5309-2:1976《气体化工产品取样法》修订。

本版与前版的主要差异：

——增加了前言。

——增加了部分广泛使用的采样设备和示意图(本版的 6.3.3、6.3.4)。

——增加了 GB/T 6680—1986 中第 6 章液化气体的内容(本版的 6.3.2、6.3.5)。

本标准实施之日起，代替 GB/T 6681—1986《气体化工产品采样通则》。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会(SAC/TC63)归口。

本标准负责起草单位：中化化工标准化研究所。

本标准参加起草单位：南通出入境检验检疫局、常州出入境检验检疫局、天津裕华贸易总公司。

本标准主要起草人：周玮、王华、王晓兵、侯晋、梅建、王伟、张君玺。

本标准委托全国化学标准化技术委员会负责解释。

本标准首次发布日期：1986 年 8 月。

气体化工产品采样通则

1 范围

本标准规定了气体化工产品采样的基本原理、采样方案、采样设备和采样技术。

本标准适用于气体、液化气体化工产品采样。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。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)或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准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标准。

GB/T 6678—2003 化工产品采样总则

GB/T 3723—1999 工业用化学产品采样安全通则(idt ISO 3165:1976)

GB/T 4650—1998 工业用化学产品采样词汇(idt ISO 6206:1979)

GB 16692 便携灶用丁烷气瓶

3 术语及定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

部位样品 spot sample

从物料的特定部位或在物料流的特定部位和时间采得的一定数量或大小的样品。它是代表瞬时或局部环境的一种样品。

3.2

混合样品 composite sample

将采集的一组样品混合在一起得到的样品。

3.3

间断样品 intermittent sample

一种从物料流中间断取得的样品。

3.4

连续样品 continuous sample

一种从物料流中连续取得的样品。

3.5

样品容器 sample container

用于储存和运送样品的容器。

3.6

采样设备 sample equipment

可携带的或固定的用于采取样品的设备。

3.7

液化气体 liquefied gas

在环境温度和压力适当的情况下，能以液相贮存和输送的气体。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

4 概述

许多气体化工产品的分析是在仪器上进行的，通常把采样步骤与分析的第一步相结合，但有时还需要在一单独容器中采取个别样品。气体采样在理论上存在的问题较少些而实践中遇到的问题较多。气体容易通过扩散和湍流而混合均匀，成分上的不均匀性一般都是暂时的；气体往往具有压力、易于渗透、易被污染和难以贮存。本标准致力于一般情况下气体采样的设备和技术。

5 采样方案

5.1 方案内容

采样方案包括以下内容：采样单元数(按 GB/T 6678—2003 中第 6.6 条和第 10 章规定)；样品类型及样品量；采样时间、地点、位置；采样方法、步骤和使用的工具等。除瓶装气体外，大部分气体是由管道输送的，因此采样与时间、流速的关系较大，与采样量的关系较小。在制定采样方案时应考虑下面两个问题：

a) 采样目的决定采样的类型；

b) 样品气是处于静态还是流动态。

5.2 采样的类型及有关事项

采样的类型有部位样品、混合样品、间断样品或连续样品。

最小采样量根据分析方法、被测成分的含量范围和重复分析的需要而定。

依体积计量的样品，必须换算成标准状态下的体积。

5.3 钢瓶中压缩或液化气体

钢瓶中的压缩气体基本上是均匀的，采样方案应考虑容器间特性值的差异来选择采样数(见GB/T 6678)。

加压状态的液化气体样品根据贮运条件的不同，可分别从成品贮罐、装车管线、卸车管线或钢瓶中采取。在成品贮罐、装车管线和卸车管线上选定采样点部位的首要因素是必须能在此点采得代表性的液体样品。由于各种液化气体成品贮罐结构不同，当遇到有的成品贮罐难以使内装的液化气体产品达到完全均匀时，可按供需双方达成协议的采样方法和采样点采取样品。

5.4 贮罐中的气体

大型贮罐中的气体在不断得到补充的情况下，通常以采取部位样品或在气体离开贮罐出口进行间断或连续采样。

5.5 管内流动的气体

引起管内气体特性值差异的原因有：

a) 气体在断面上不同流动态引起的分层；

b) 气体在生产过程中，特性值的周期或间断性波动；

c) 以上两因素的综合作用。

可采取断面上不同点的样品，检测后确定采样的最佳位置(一般在管中心 1/3 半径的断面内)。

6 采样设备

采样设备包括采样器、导管、样品容器、预处理装置、调节压力或流量的装置、吸气器和抽气泵等。对分析之前接触样品的设备材料有如下要求：对样品气不渗透，不吸收，在采样温度下无化学活性，不起催化作用，机械性能良好，容易加工连接。见表 1 和表 2。

对于污染样品的部件，例如湿式流量计应安装在分析仪器之后。

6.1 采样器

6.1.1 硅硼玻璃采样器

使用温度不得超过 450℃。

6.1.2 耐火采样器

通常用透明石英、瓷器、富铝红柱石或重结晶的氧化铝制成。它们易碎，若无底座在高温下会变形，除石英外受到突然的温度变化会破裂。石英采样器可在温度900℃以下长期地使用，在1 100℃时尽管有失去透明性的趋势，仍可使用。在最高温度1 500℃可短期使用。

由于热灰颗粒能与石英熔融造成采样器的毁坏，石英质采样器可用合金钢保护套保护，但在石英采样器两端可露出几厘米，不加保护。并推荐将采样器捆上石棉线作绝热层再插入护套中。

珐琅质采样器一般能耐1 400℃高温，但易受热灰所侵蚀。氧化铝瓷器适于在1 500℃连续使用，富铝红柱石可在1 700℃使用，而重结晶的氧化铝可在1 900℃使用。

表1 不同材料对气体的适应性

材料	适应性							
	稀有气体	O_2	SO_2	烃类	CO、CO_2	Cl_2（干燥）	NO、NO_2	H_2S
铜/黄铜	a	a	c	b	a	c	c	c
不锈钢	a	a	a	a	a	b	b	a
玻璃	a	a	a	a	a	a	a	a
天然橡胶	c	c	c	c	c	c	c	c
丁基橡胶	a	b	c	c	b	b	c	c
聚四氟乙烯	a	b	a	b	b	b	b	b
铝	a	b	b	a	a	b	b	b

注：a表示合适，b表示有保留，c表示不能用。

表2 分析不同气体所需采样管、导管等的材料

分析气体、共存气体	采样管、导管的材料	包装材料	过滤材料
溴	1、2、6		d、e
酚	1、2、4、6	6、8	d、e
吡啶	1、2、6	6、8	d、e
苯	1、2、6	6、8	d、e
丙烯醛	1、2	6、8	d、e
光气	1、2、4、6	6、8	d、e
二硫化碳	1、2、6	6	d、e
硫醇	1、2、4、6		d
一氧化碳	1、2、4、5、6、7	6、8、9	d、e
氨	1、2、3、4、5、6、7	6	d、e、f
硫的氧化物及二氧化物	1、2、4、5、6、7	6	d、e、f
氮的氧化物	1、2、4、5、6	6、8、9	d、e
氟化物	4、6	6	f
氯	1、2、5、6、7	6	d、e、f
氯化氢	1、2、5、6、7	6	d、e、f
硫化氢	1、2、4、5、6、7	6	d、e、f
氰化氢	1、2、4、5、6、7	6	d、e、f

注：1—硬质玻璃；2—石英；3—普通钢；4—不锈钢；5—陶瓷；6—氟树脂或氟橡胶；7—氯乙烯树脂；8—硅橡胶；9—氯丁二烯；d—无碱玻璃棉或石英棉；e—矿渣棉；f—无定型碳。

所用材料除考虑气体的性质外，还需考虑使用的温度。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

6.1.3 金属采样器

广泛使用。低碳钢在高于300℃易受气体腐蚀并能渗透氢气。在1 100℃的较高温度，可选用一种适当的合金，但要注意大气的氧化、还原性能及热的样品气中硫含量对合金的稳定性有影响。

制造采样器的材料取决于样品气的种类。不锈钢或铬铁可在950℃使用。一些镍合金适于1 150℃在无硫样品气中使用。用水冷却可减少采样时产生化学反应的可能性。可燃性气体，如含有可燃成分的烟道气而且温度高到足以继续反应，或被热采样器所引爆，就特别需要这一措施。

图1和图2为典型的式样，后者用作测定湿气或硫的氧化物。在保证不堵塞前提下，应选用最小直径的气体采样管。

单位为毫米

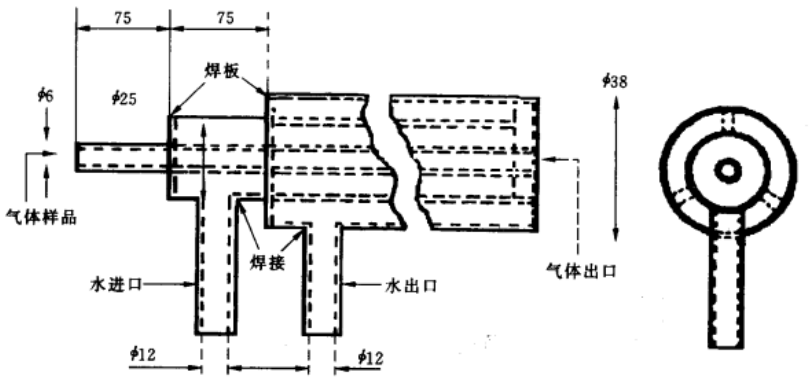


图1 典型的水冷采样器

单位为毫米

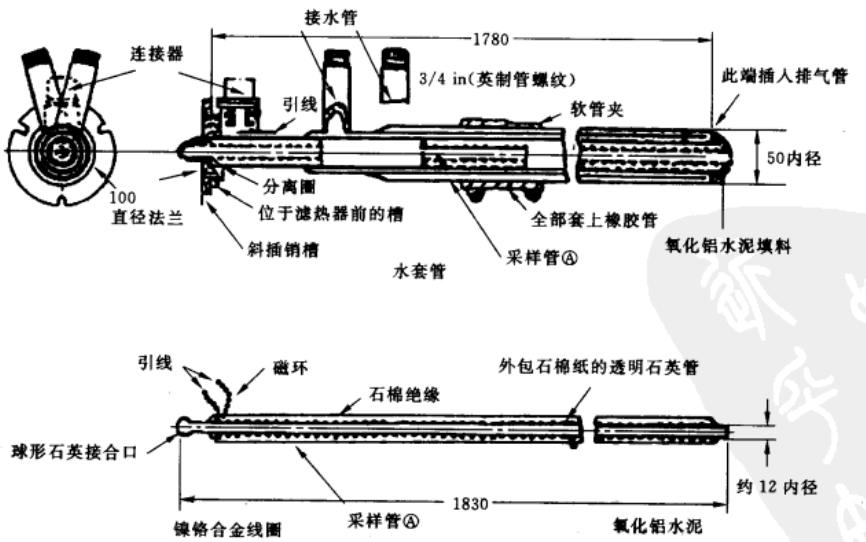


图2 典型的带水冷套管的加热器部件

6.2 导管

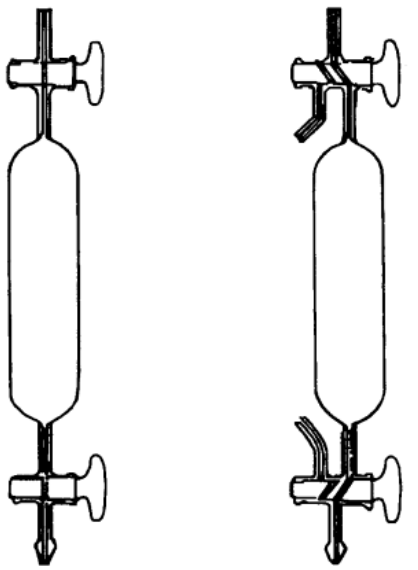
导管采用不锈钢管、碳钢管、铜管、铝管、特制金属软管、玻璃管、聚四氟乙烯或聚乙烯等塑料管和橡胶管。塑料管、乳胶管和橡胶管不能用于高纯气体的输送。高纯气体的采样，应采用不锈钢管或铜管，管间用硬焊或活动连接，但必须紧密连接确保不漏。只有在要求不高时才能用橡胶或塑料管。

磨口玻璃器具，磨口面上应很好地润滑，推荐采用硅酮润滑剂，无水羊毛脂也可用。高真空润滑油在一般温度可用，温度较低时粘性不合要求不好用。纯凡士林不适于用作润滑剂。用凡士林、石蜡和生橡胶或凡士林和松香按一定配方混熔可调制出良好的润滑剂。

6.3 样品容器

6.3.1 玻璃容器

两头带考克的采样管，带三通的玻璃注射器和真空采样瓶见图3～图5。



a) 带直通活塞　　b) 带双斜孔活塞

图3 玻璃采样管

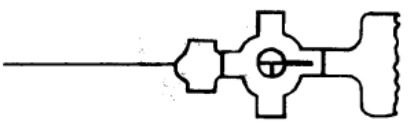


图4 带金属三通的玻璃注射器

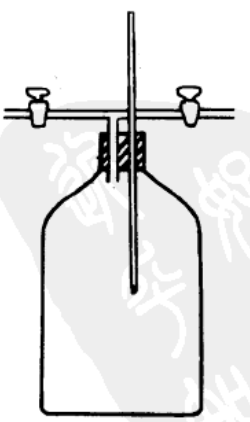


图5 真空采样瓶

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

6.3.2 金属钢瓶

有不锈钢瓶、碳钢瓶和铝合金瓶等，有单阀型、双阀型、非预留容积管型和预留容积管型。双阀预留容积管型采样钢瓶应在连通预留容积管的阀门上作有标志。两头带针形阀的比单头的使用方便。常用的是小钢瓶，容积为 0.1 L～5 L，一般分耐高压和中压两类。对含微量硫化氢或水等的样品不能较长期保留。微量水的含量随钢瓶的压力和温度而变。钢瓶必须定期作强度试验和气密性试验。钢瓶要专瓶专用。见图 6。



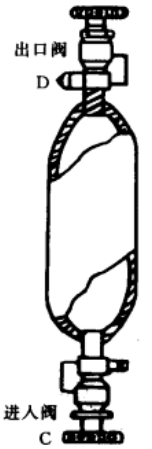
单阀型采样钢瓶

(a)



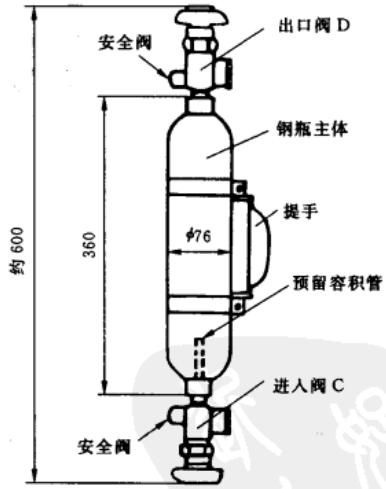
单阀预留容积管型采样钢瓶

(b)



双阀型采样钢瓶

(c)



(d)

图 6 小钢瓶

6.3.3 卡式气罐

由金属材料制成，瓶口配有气密阀门，容积约为 500 mL，其质量必须符合 GB 16692 的技术要求。与适当的采样导管和接口相联接，可用于高压气体和液化气体的采样和样品贮存。这种卡式气罐在实际采样工作中携带方便，经济实用。见图 7。

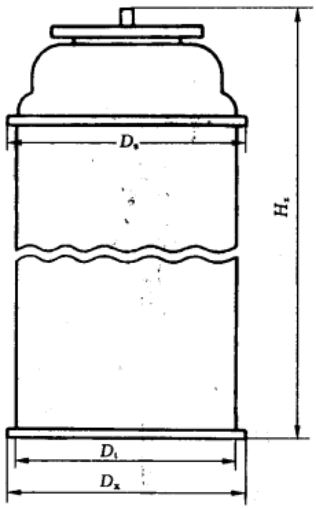
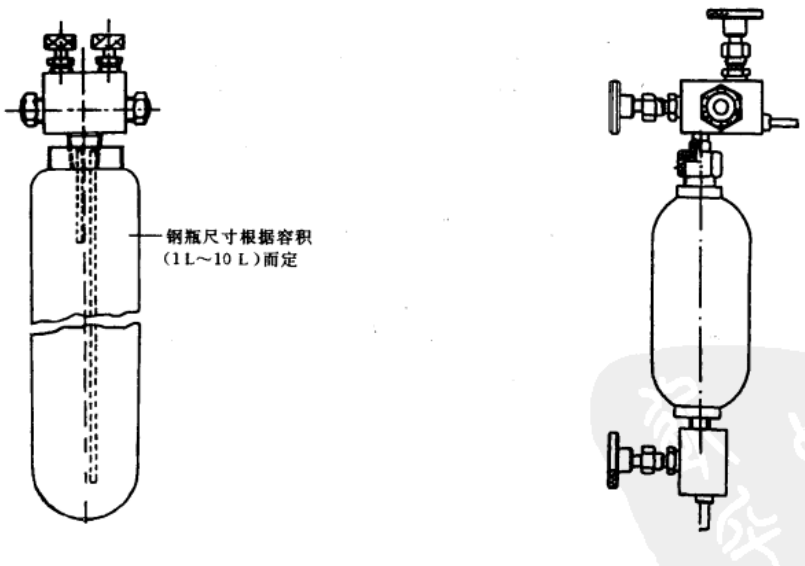


图 7　卡式气罐

6.3.4　液氯钢瓶

由适宜的钢材制成，容积可为 0.5 L～10 L，带有一长一短双内管连通双阀门的瓶头，在瓶头上对应于长管和短管的各阀门上应作好标志。液氯钢瓶经检验符合规定压力的水压试验和规定压力的气密性试验后方准使用。液氯钢瓶可用于有毒化工液化气体产品如液氯等的采样。见图 8(a)、图 8(b)。



(a)　　(b)

图 8　液氯钢瓶

6.3.5　金属杜瓦瓶

由金属材料制成，隔热良好，用于从贮罐中采取低温液化气体(例如液氮、液氧和液氩等)的液体样品。见图 9。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

单位为毫米

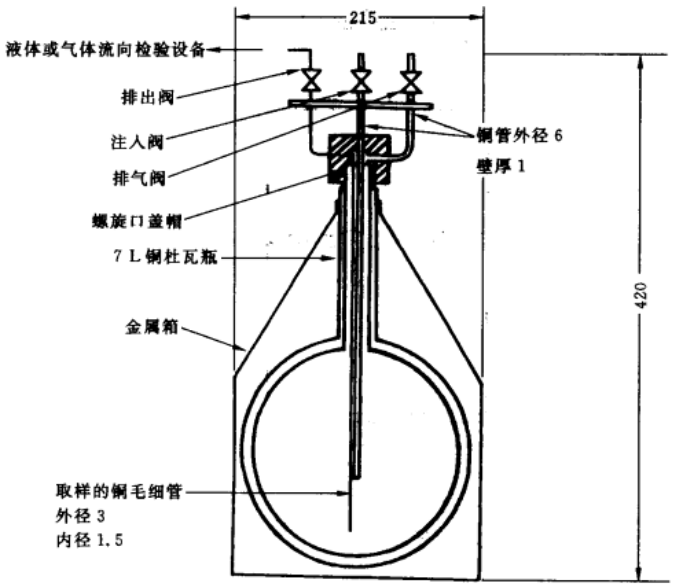


图 9 金属杜瓦瓶

6.3.6 吸附剂采样管

有活性炭采样管(见图 10)和硅胶采样管。活性炭采样管常用来吸收并浓缩有机气体和蒸气。

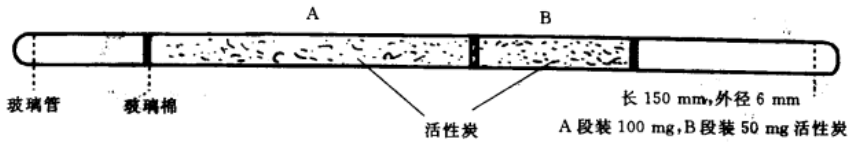


图 10 典型活性炭采样管

6.3.7 球胆

球胆采样有严重缺陷:球胆易吸附烃类等气体,易渗透氢气等小分子气体,故放置后成分会发生变化。但因其价廉易得,使用方便,故在要求不高时尚可使用。用球胆采样时必须先用样品气吹洗干净(至少吹洗三次以上),采样后必须立即分析,应固定球胆专取某种样品。

6.3.8 塑料袋

有聚乙烯、聚丙烯、聚酯、聚四氟乙烯或聚全氟乙丙烯制成的袋子。含氟袋子比球胆保存样品时间长。

6.3.9 复合膜气袋

复合膜气袋优于塑料袋,适于盛装质量较高的气体。

6.4 预处理装置

见 7.2“气体的处理”。

6.5 调节压力和流量的装置

高压采样,一般可安装两级型式的减压调节器。高压或中压采样,可在采样导管和采样器之间装一个三通,将三通的一端连接一个合适的安全装置或放空装置。

爱德华兹瓶能在内压起伏约 10^3 Pa 的情况下，给出一个基本稳定的流速，见图 11。

补偿式流量计，其流速是靠改变一个封闭排气管中的液体高度来调节的，见图 11。

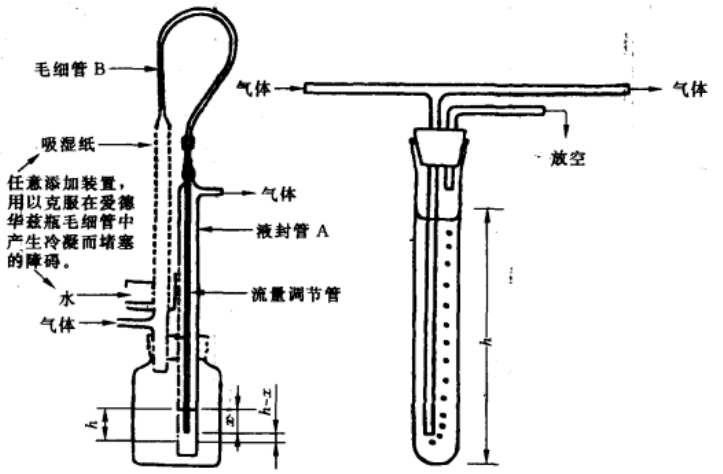


图 11 流量调节装置

6.6 吸气器和抽气泵

常压采样常用橡胶制的双联球，但它排气能力低，容积小，某些蒸气与橡胶作用易使双联球腐蚀。配有出气口阀门的手动橡皮球在使用上与双联球相似。也有用玻璃（或聚乙烯）瓶组成的吸气瓶。见图 12。

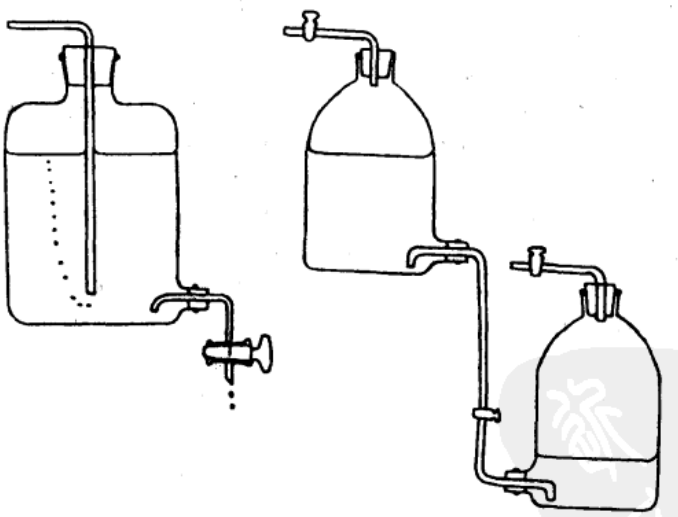


图 12 吸气瓶

使用水流抽引器可方便地产生中度真空。见图 13。常用机械式真空泵，它可产生较高度真空。应根据现有的条件，具体的采样要求来选择合适的装置。

有毒或易燃蒸气采样泵，其放空气应作适当处理或排放到安全区。在易燃、易爆地区操作的真空泵，应符合安全规定。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

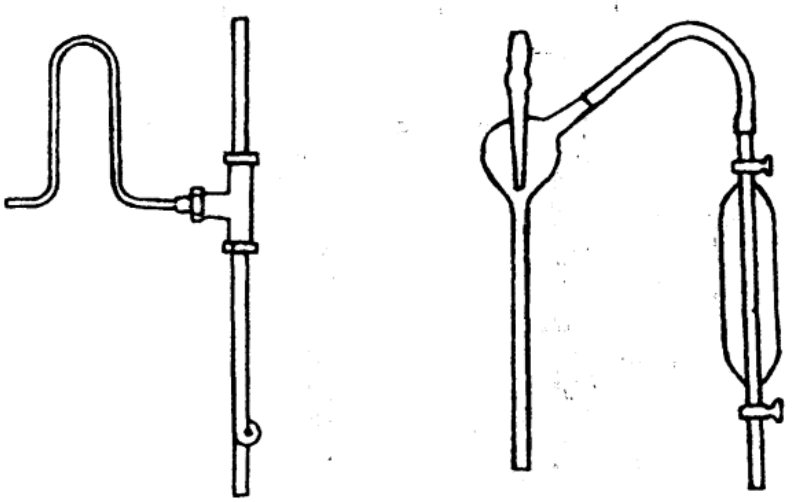


图 13 水流抽引器

7 采样技术

7.1 产生误差的因素和消除办法

在采样前应预先分析产生误差的因素，从而采取措施使误差减少到最低程度。

a) 因分层引起组成的变化。

在直径较大的管道或容器中，流动速度较低的气体混合物常发生分层，各点的组成可能不同，需要预先测量管道不同断面上的许多点，才能决定采样点的正确位置。在管道湍流源的下游采样最有利。应避免在气体静止点采样(如靠近锐孔的下游、尖端障碍物和器壁处)。

b) 在采样前应严格试漏。影响测定结果的漏气必须消除。

c) 在取平均样品或混合样品时，流速变化会引起误差。应对流速进行补偿和调整。

d) 系统不稳定引起的误差和消除办法：如热的气体采样后在管内燃烧、爆炸或腐蚀管道；气体冷却到露点以下凝结并失去液体成分；气体中某些成分被液体溶解或被管壁吸收。以合适的冷凝或加垫部件的方法控制采样系统的温度，可减少上述因素所造成的误差。

e) 采样导管过长引起采样系统的时间滞后，这样取得的样品没有代表性。应尽量采用短的、孔径小的导管。连续采样时，可加大流速；间断采样时，应在采样前彻底吹洗导管。

f) 封闭液造成的误差。

先用样品气将封闭液饱和，以封闭液充满样品容器，然后用样品气将封闭液置换出去，从而在样品容器中充满了样品气，完成采样操作。

但由于气体组成改变、温度改变和振荡的影响，原来饱和的封闭液可能变成不饱和或过饱和，这就会再溶解一部分气体或释放一部分气体，从而导致样品气组成的改变。

常使用水、稀酸或盐的水溶液作封闭液。应仔细选择封闭液以避免微分溶解效应。表 3 为工业气体在水中的溶解度。汞对一般气体溶解度小，但易与含硫、卤化合物等反应，而且毒性大、价格高，用作封闭液也不理想。气体在稀酸或盐水中溶解度比在水中小，但微量杂质溶于稀酸或盐水中影响检出。因此本法只能用于常量分析。工业气体在水中的溶解度见表 3。

表 3　工业气体在水中的溶解度

气　　体	溶　解　度
氮气	0.014 0
氧气	0.027 7
氢气	0.017 2
一氧化碳	0.020 9
二氧化碳	0.739
硫化氢	2.225
甲烷	0.029 4
乙烷	0.041 5
乙烯	0.106 4
乙炔	0.811
注：溶解度——在 25℃和 101 325 Pa 压力下测量出的气体体积毫升数，它与 1 mL 水达到溶解度平衡。	

7.2　气体的处理

7.2.1　处理的目的、步骤

为了使气体符合某些分析仪器或分析方法的要求，需将气体加以处理。处理包括过滤、脱水和改变温度等步骤。

7.2.2　过滤

装一个过滤器或阱(见图 14 和图 15)，可分离灰、湿气或其他有害物，但应以试验证实所用的干燥剂或吸收剂不会改变被测成分的组成。颗粒的分离装置主要包括：

a)　栅网、筛子或粗滤器，可用金属织物、多孔板、烧结块或熔渣物、层片物质制成，能机械地截留较大的颗粒(粒径大于 2.5 μm)。

b)　过滤器由金属、陶瓷或天然与合成纤维的多孔板制成。

c)　各种专用的装置：磁的或电的装置、冲击器、鼓泡器、洗涤器、冷凝器、旋风器等。

为防止过滤器堵塞，常采用滤面向下的过滤器装置。

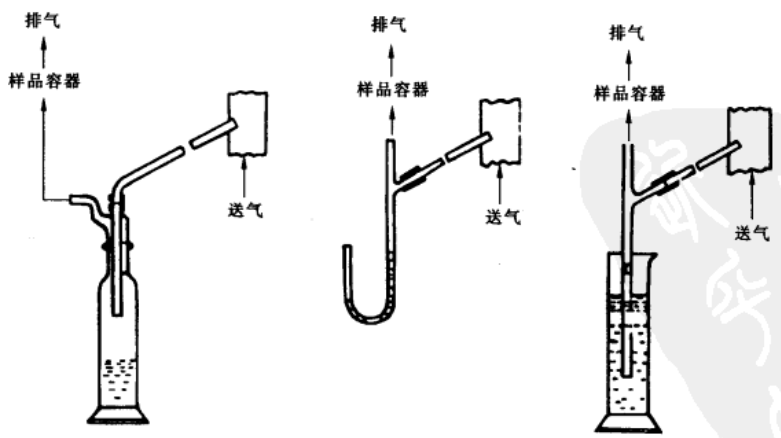
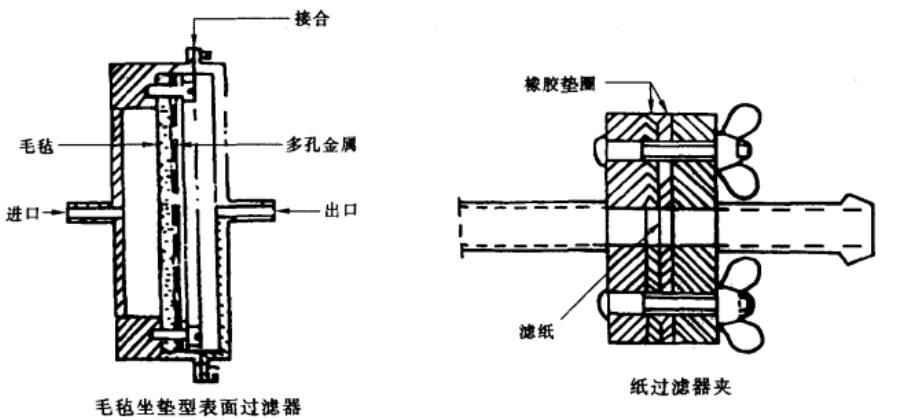


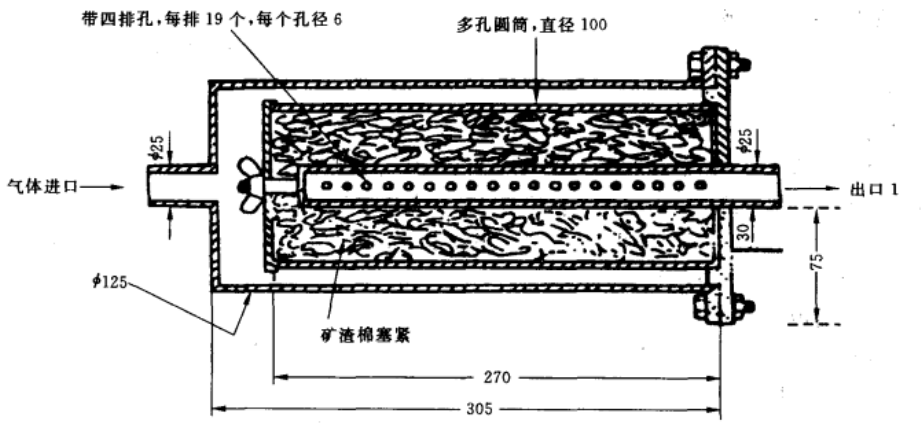
图 14　冷阱

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载



a) 灰尘过滤器的两种式样

单位为毫米



b) 筒状过滤器

图 15 过滤器

7.2.3 脱水方法

脱水方法的选择一般随给定样品而定。脱水方法有以下四类：

a) 化学干燥剂 常用的有氯化钙、硫酸、五氧化二磷、过氯酸镁、无水碳酸钾和无水硫酸钙。在最佳条件下被干燥空气中水的极限值见表 4。

表 4 被干燥空气中水的极限值

干 燥 剂	水的极限值[在标准状态下(0℃、101 325 Pa)每立方米被干燥空气中的毫克数]
五氧化二磷	小于 0.02
熔凝的氢氧化钾	2
无水高氯酸钾	2
无水硫酸钙	5
熔凝的氯化钙	340
粒状的氯化钙	1 500

b) 吸附剂　比表面积大，通常为物理吸附。常用的有硅胶、活性氧化铝及分子筛。吸附剂的吸附能力取决于使用前的干燥度、气体进入的状态、使用的压力和温度。吸附剂可能吸附气体的其他成分。该成分在以后的步骤中可能被气体的其他成分脱附或置换影响气体样品的组成。

c) 冷阱　对难凝样品，可在0℃以上几度的冷凝器中缓慢通过脱去水分。过程的效率依赖于冷凝器的几何形状和工作状态即气流速度和温度。其缺点是某些成分溶解于形成的冷凝液中。

d) 渗透　用半透膜让水分由一个高分压的表面移至分压非常低的表面。此膜形成为一组管子，待干燥的气体在其中通过，干吹洗气在外夹套中通过。在正常操作条件下，有良好的选择性，但在每一种单独情况下需要校验气体的渗透性比水蒸气低。

7.2.4 改变温度

气体温度高的需加以冷却，以防止发生化学反应。在可能冷凝为液体的场合，采样导管应往下倾斜连至冷阱(最小梯度1/12)。

为了不使某些成分凝聚，有时也需加热，如煤气管旁用水蒸气加热以防萘等凝聚堵塞管道。

7.3 导管(包括采样器)的处理

导管内壁要除去润滑剂、油脂、固体渣粒和其他污染物。在采样前还要除去管内残留的气体和痕量湿气。防止表面发生化学反应，产生吸附和被残留气体污染。

7.3.1 表面的处理

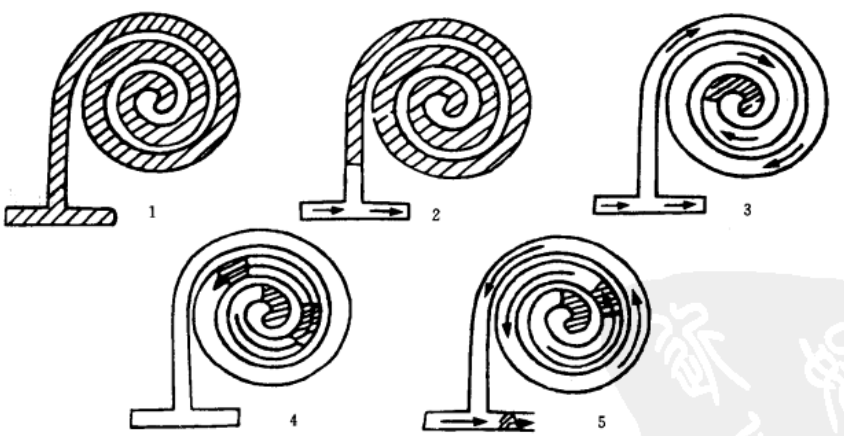
可用化学方法(酸洗、碱洗、钝化或用其他类似的化学表面剂处理)或机械方法(如超声波的方法)进行净化。金属容器、金属导管内壁进行抛光处理。玻璃容器内用硅烷化试剂处理能减少吸附性。

7.3.2 导管的清洗

导管的清洗方法随气体存在的量、压力等而定。一般用10倍以上体积的气体清洗。若样品气体积很小，可采用真空采样或置换封闭液的方法。若气源是处在负压情况下，可用一个合适的吸气器或泵来采样。

7.3.3 间断的清洗

减压器、阀和导管都有一定的死体积，使用简单清洗操作并不非常有效。因为残留气体和痕量湿气在死体积中停留并缓慢扩散入被送入的气体中，采取反复增减压力的清洗操作效果更好。见图16。



1——管道和死体积中充满了一个大气压的空气；

2——单一清洗，当空气从管道中排出而未从死体积中排出；

3——压力升高时，残余空气被压缩到管尾的"死胡同"中；

4——当维持压力时，空气扩散入清洗气中；

5——气体排出并带出一些残余空气。

图16　间断的清洗——波顿管的反复清洗示意图

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

7.4 试漏

导管、螺纹连接或焊接处都应试漏，经过装卸的部件更应试漏。分段试漏是行之有效的好方法。试漏方法有：

a) 将系统加压或减压，然后关闭出口，观察压力计(或流量计)的变化；

b) 将系统加压，用表面活性剂(如肥皂水、洗涤剂溶液)涂抹所有连接点；

c) 真空管线可用高频火花放电器或氦质谱探漏仪检查。

7.5 部位样品的采样

7.5.1 略高于大气压的气体

将清洁、干燥的采样器连到采样管路，打开采样阀，用相当于采样管路和容器体积至少10倍以上的气体清洗，然后关上出口采样阀再关上进口采样阀，移去采样器。

7.5.2 高压气体

应先减压(装调压器、针阀或节流毛细管等)至略高于大气压，再照7.5.1采样。

7.5.3 等于或低于大气压的气体

将采样器的一端连到采样导管，另一端连到一个吸气器或抽气泵。抽入足量气体彻底清洗采样导管和采样器，先关采样器出口再关采样器进口采样阀，移出采样器。

若采样器装着双斜孔旋塞，可在连到采样器前用一个泵将采样器抽空。清洗采样器后，通过旋塞的开口端转到抽空管，然后在移去采样器之前转回到连接开口端。

可用定型的采样仪，在规定时间内采取固定流速的气体样品。

7.6 连续样品的采样

在整个采样期内需要保持同样速度往样品容器充气。

7.7 间断样品的采样

间断样品的采样常用手动操作。也可用电子时间程序控制器接到气体采样系统，控制固定间隔时间自动采样。

7.8 混合样品的采样

混合样品的采样方法通常有两种：

a) 分取混合采样法

将不同容器内的气体分别按气体的体积采取等比例的气体样品，然后将其混合。此混合物可代表这几个容器内的气体混合后得到的样品。

b) 分段采样法

对一种气流，按规定距离由几个采样点采取部位样品，同时在每一个采样点测量气体的流速。逐个分析这些样品，混合样品中某一成分 R 的平均浓度可由下式(1)计算。

$$R=\frac{V_1X_1+V_2X_2+V_3X_3+\cdots\cdots+V_nX_n}{V_1+V_2+V_3+\cdots\cdots+V_n} \quad \cdots\cdots(1)$$

式中：

V_1、V_2、V_3、……、V_n——采样点的气体流速(成正比)；

X_1、X_2、X_3、……、X_n——成分的相应比例。

7.9 高纯气体的采样

高纯气体应每瓶采样。需用15倍以上体积的样品气置换分析导管。

7.10 液化气体的采样

气体产品通过加压或降温加压转化为液体后，再经精馏分离而制得可作为液体一样贮运和处理的各种液化气体产品。几种不同类型液化气体产品的采样方法分述如下：

7.10.1 石油化工低碳烃类液化气体产品采样

根据检验需要的试样量，选用不同规格型号的采样钢瓶或卡式气罐，常用的石油化工低碳烃类液化

气产品的采样设备见 6.3.2 和 6.3.3。采样钢瓶应保持清洁干燥，对于非预留容积管型的采样钢瓶应在采样前称定其皮重。卡式气罐应用待采物料冲洗至少 3 次。用待采物料冲洗采样钢瓶后，采取液体样品约至采样钢瓶容积的 80%。

7.10.1.1 冲洗导管和采样器

将采样钢瓶连接到采样口的管线上，如图 17 所示。各连接处须严密不漏。通过打开或关闭控制阀和排出阀用待采物料充分冲洗导管。通过开或关控制阀、排出阀和进入阀充分冲洗单阀型采样钢瓶，单阀型采样钢瓶在冲洗前，可经连接在排出阀上的真空抽气系统进行适当的减压，以利冲洗顺利进行。同样冲洗双阀型采样钢瓶。

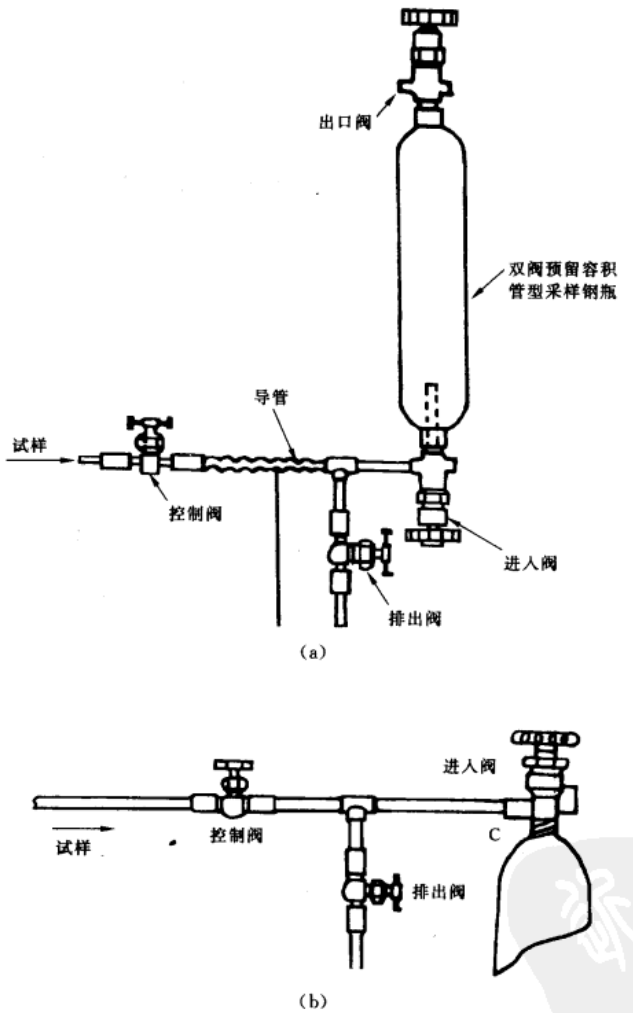


图 17 导管和采样器的冲洗

7.10.1.2 采取样品

冲洗后的单阀采样钢瓶经连接在排出阀上的真空抽气系统进行适当减压后，通过打开或关闭控制阀和进入阀采满液体样品。冲洗后的双阀型采样钢瓶通过打开或关闭控制阀、进入阀和出口阀采满液体样品。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

7.10.1.3 调整采样量

取下采满液体样品的钢瓶，按下法调整采样量。对于非预留容积管型采样钢瓶，放出过多的液体样品，用称量法调整液体样品约为采样钢瓶容积的80%。对于预留容积管型采样钢瓶，将钢瓶垂直竖立，使预留容积管在上面，轻轻地打开连通预留容积管的阀门，排出过多的液体样品，当排出量达到规定的预留容积量时，观察到排出的液体变成气体时，立即关闭阀门。

7.10.2 有毒化工液化气体产品采样

有毒化工液化气体产品(以液氯为例)的采样方法，使用带有一长一短双内管连通双阀门瓶头的液氯钢瓶(见6.3.4)，根据计算好的短内管长度可采得预留容积为液氯钢瓶容积12%～15%的液氯样品。采样方法分为装车管线采样方法和卸车管线采样方法。

7.10.2.1 装车管线采样方法

清洁干燥的液氯钢瓶按图18连接好，各连接处须严密不漏，所有阀门都是关闭的，打开连接在液氯贮罐与槽车之间的阀门A，打开阀门2和3，然后打开阀门1，液氯沿图18箭头标示的方向流动。在装车过程中用阀门1调节液氯流速，当液氯液面到达短内管最低点后，继续使液氯流经液氯钢瓶至少10 min，顺序关闭阀门1、2、3，并立即打开阀门4，使管线中的液氯蒸发掉。关闭阀门4，取下液氯钢瓶。

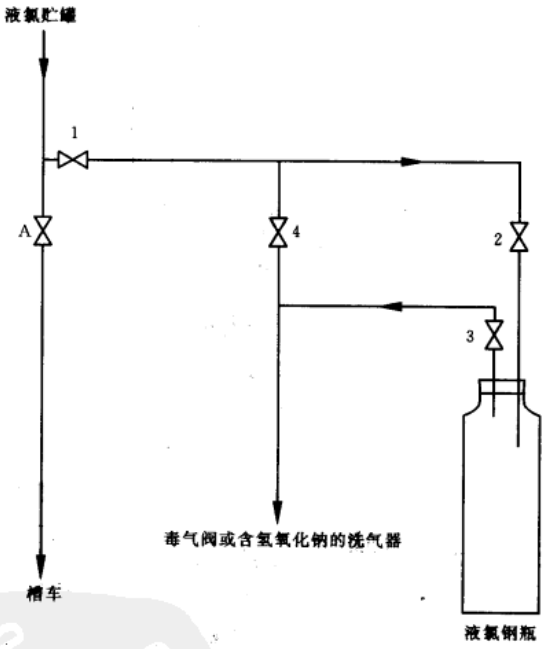


图18 装车管线采样方法

7.10.2.2 卸车管线采样方法

清洁干燥的液氯钢瓶按图19连接好，各连接处经检查须严密不漏，所有阀门都是关闭的。打开连接在槽车与液氯贮罐之间的阀门A，打开阀门3和2，然后打开阀门1，液氯沿图19箭头标示的方向流动，在卸车过程中用阀门1调节液氯流速，当液氯液面到达短内管最低点后，继续使液氯流经液氯钢瓶至少10 min。顺序关闭阀门3、2和1，并立即打开阀门4，使管线中的液氯蒸发掉，关闭阀门4，取下液氯钢瓶。

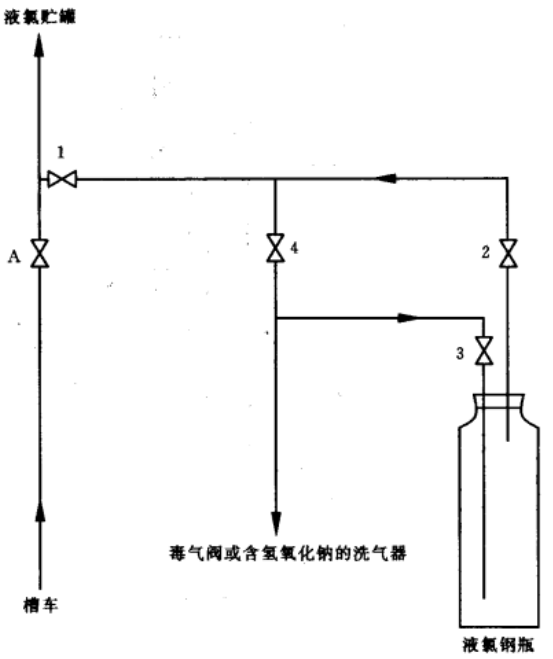


图 19　卸车管线采样方法

7.10.3　低温液化气体产品采样

使用隔热良好的金属柱瓦瓶(见 6.3.5)通过延伸轴阀门从贮罐中采取低温液化气体(例如液氮、液氧和液氩等)的液体样品。金属杜瓦瓶使用前应保持清洁干燥。安装在隔热良好的贮罐上的采样点如图 20 所示,采样阀门使用闸阀或球形阀,此阀门须装有轴密封盘根,把轴从液体中延伸出来以防冻结。在采样管线靠近液体处安装一个鹅颈液封,当阀门关闭后此鹅颈液封可防止液体进入阀门。阀门的末端安装一个接头供连接采样器用。根据对样品要求的不同,可使用下述方法之一采取液体样品。

7.10.3.1　直接注入法

允许样品可与大气接触的可使用此采样方法。由于注入速度快,样品中易挥发组分蒸发损失很少。首先卸下金属杜瓦瓶上的盖帽,把连接在采样口上的采样管放入金属杜瓦瓶中,充分打开延伸轴阀门,当收集到足够的液体样品后,立即关闭延伸轴阀门,取出采样管,把已经打开排气阀的螺旋口盖帽旋紧在金属杜瓦瓶上,立即送去检验。

7.10.3.2　通过盖帽注入法

不允许样品与大气接触的可使用此采样方法,因注入速度慢,由于蒸发造成易挥发组分损失较大。把旋紧在金属杜瓦瓶盖帽上的所有阀门都关闭好,将注入阀连接在采样口接头上,顺序打开排气阀、注入阀和采样点上的延伸轴阀门。在注入样品过程中要经常检查排气阀出口是否被凝结物堵塞,以确保排气阀通畅。当所需体积的液体样品收集完毕后,关闭延伸轴阀门和注入阀,取下金属杜瓦瓶,立即送去检验。除了为排出液体样品用于检验时关闭排气阀外,自采得液体样品后,排气阀是始终打开着的,以防金属杜瓦瓶中压力增大造成危险。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

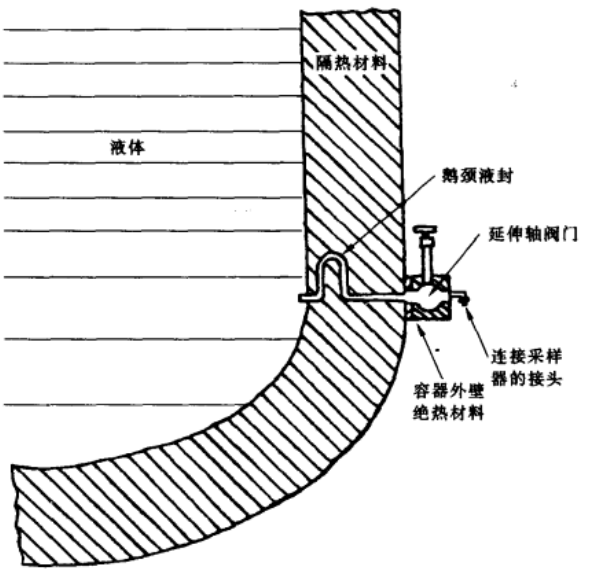


图 20 低温液化气体产品采样

7.10.4 注意事项

a) 采样安全见 GB/T 3723 的各项规定，采样员应熟悉各种液化气的潜在危险及安全技术。采样时严防爆炸、火灾、窒息、中毒、腐蚀、冻伤等事故发生。

b) 采样瓶应按照国家质量监督检验检疫总局发布的《气瓶安全监察规程》中的有关规定定期地进行技术检验。经检验符合规定压力的水压试验和气密性试验后，方准使用。

c) 采样时，采样钢瓶不能装满，通常只装至其容积的 80%，严防试样中低沸点组分挥发和外界杂质进入样品中。

d) 采样区应有良好通风，远离火源。装有样品的采样器应防止高温、曝晒，存放在阴凉处。

e) 对极低温液化气体液氢、液氦的采样，应用特殊采样器。

7.11 样品的预检

采样时，应观察样品容器是否有破损、污染、泄漏等现象，容器标记是否符合。有异常现象时必须记录。

ICS 71.040.40
N 30

中华人民共和国国家标准

GB/T 10248—2005/ISO 6144:2003
代替 GB/T 10248—1988,GB/T 10627—1989

气体分析
校准用混合气体的制备
静态体积法

Gas analysis—Preparation of calibration gas mixtures—Static volumetric methods

(ISO 6144:2003,IDT)

2005-05-18 发布　　2005-12-01 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

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

前　言

本标准等同采用 ISO 6144:2003《气体分析　校准用混合气体的制备　静态体积法》(英文版)。

本标准代替 GB/T 10248—1988《气体分析　校准用混合气体的制备　静态体积法》和 GB/T 10627—1989《气体分析　校准用混合气体的制备　静态容积法》。

本标准等同翻译 ISO 6144:2003(E)。

为便于使用,本标准做了下列编辑性修改:

a) "本国际标准"一词改为"本标准";

b) 用小数点符号"."代替作为小数点的逗号",";

c) 删除公式(5)中的重复注释;

d) 用 V_{xg} 代替 $V_{(xg)}$;V_{xi} 代替 $V_{(xi)}$。

本标准与 GB/T 10248—1988、GB/T 10627—1989 相比主要变化如下:

a) 将"主题内容与适用范围"改为"范围";

b) 增加了"规范性引用文件";

c) 增加了"术语和定义";

d) 将"方法原理"改为"原理";

e) 增加了"装置";

f) 增加了"制备校准用混合气的程序";

g) 删除原标准中附录 A、附录 B。

本标准的附录 A、附录 B、附录 C 和附录 D 为资料性附录。

本标准由中国机械工业联合会提出。

本标准由北京分析仪器研究所归口。

本标准起草单位:北京氦普北分气体工业有限公司。

本标准主要起草人:简红、赵俊秀、朱济兴。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 10248—1988、GB/T 10627—1989。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

气体分析
校准用混合气体的制备
静态体积法

1 范围

本标准规定了用静态体积法制备校准用混合气体的方法，还给出了计算混合气的体积分数的指南。

本标准适用于制备二元混合气体(平衡气体中含有一种校准组分，平衡气体通常是氮气或空气，见参考文献[1]、[2])，也适用于制备平衡气体中含有多于一种校准组分的混合气。

本标准给出了确定混合气中每一种校准组分的体积分数的扩展不确定度的方法。

注1：本标准适用于制备校准组分体积分数浓度范围是 10×10^{-9}(10 ppb)至 50×10^{-6}(50 ppm)校准用混合气；然而选择正确的静态稀释程序可以制备高的或低的体积分数的混合气；

注2：在上述浓度范围内，95%置信度时相对扩展不确定度不大于1%，提供：

——由分析确定的有关气体的纯度和所有主要杂质的量及浓度测量的不确定度；

——在气态组分和装置内表面之间不发生吸附反应和化学反应，任何气态组分之间不发生反应，比如，校准组分和平衡气之间，校准组分之间；

——校准所有用于标准气制备的设备并给出测量不确定度，计算制备标准混合气的最终扩展不确定度。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。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)或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准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标准。

ISO 7504 气体分析 词汇

3 术语和定义

ISO 7504 确立的术语和定义适用于本标准。

4 原理

用注射器移取校准组分，在一个气体混合器中将平衡(稀释)气和一种或多种校准组分混合制备校准用混合气，通常校准组分是存于钢瓶的纯气，或者是能够在气体混合器中蒸发的纯的挥发性液体。

——已知气态校准组分的体积(每种校准组分的体积按压力约为 1×10^5 Pa 时计算)；

——已知液态校准组分的质量或体积。

将校准组分注入充装有平衡气的混合器中(气体压力约为 1×10^5 Pa)，然后加入足够的平衡气直至混合气的总压力超过大气压力，精确测量最终压力。通常总压力超过大气压力，便于校准在大气环境下工作的气体分析器。

使用适当的滚动装置，保证在制备程序中的每一步混合都是均匀的，并与大气温度平衡。

计算校准组分的体积与混合气的总体积的比率，确定校准混合气中的每一种校准组分的体积分数。

5 装置

5.1 气体混合器

其组成部件见5.1.1～5.1.8。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

注：附录 A 给出了一个实用的气体混合器实例。

5.1.1 容器

就是气体混合器，它有充足的内容积存储校准混合气以满足多次校准仪器的需要，制备材料与所有气体组分都不发生化学反应，其形状易于抽空并能承受高于大气压的工作压力。同时容器应装备有真空泵/高压法兰盘，方便混合器中组分的存取。

注 1：容器的内容积是 0.1 m^3～0.5 m^3，能够承受约 2×10^5 Pa (2 bar)高的压力，同时能够保持优于 0.1×10^2 Pa (0.1 mbar)的真空度。实验证明满足上述条件的容器是适用的(见附录 A)。

注 2：实验证明用硼硅酸盐玻璃和不锈钢制造的混合器适用于一般选用的气态元素(比如校准混合气包含的校准组分是 SO_2，NO，NO_2，CO 和 C_6H_6)，当然，选择混合器及其他与混合气有接触的部件的材质必须严谨，它们不能影响混合气，特别是活性较强的混合气的稳定性。

5.1.2 真空泵

包括一个合适的真空开关阀，能够将混合器和有关联的器件抽真空至一定的低压。应该定义这个低压，确定此压力下残留气体带来的气体污染不会影响制备的混合气浓度的准确度，或此压力下残留气体的影响可以对混合气浓度做定量修正。

注：残留气体的压力主要是残留空气中的氮气产生的。应该确保残留气体中可能会和混合气产生反应的其他气体不能超过一定的浓度。(例如，酸性气体用作校准组分时微量的水蒸气，或是制备一氧化氮校准混合气时微量的氧气。)

5.1.3 气体管路

包括开关阀并有足够的长度，用于平衡气的导入。

5.1.4 压力表

真空表和温度计，用于监测混合容器内的这些参数。

5.1.5 隔膜

便于注射器将已知体积或质量的气体或液体注入混合器中(5.2)。

5.1.6 电动气体混合装置

比如扇叶，能够将混合器内的气态组分混合均匀，设计要求提供实现所有气态组分充分混合，满足在规定时间内混合均匀度的要求。应该进行试验测试以证明混合装置能在规定时间内达到所需的均匀度。

5.1.7 泄压阀

用于确保混合器和相关部件内的压力不超过最大额定安全工作压力。

5.1.8 出口气体取样管路

用于实现制备的混合气校准的目的。包括一个用于平衡混合器内的混合气的压力和大气压力的装置，满足在环境压力下检测混合气的校准的要求。

5.2 计量注射器的校准

通过一个针头，借助活塞的作用将已知体积的气体或液体导入混合器中，注射器装备有气密的密封垫以保证不发生严重的气体或液体泄漏。

注 1：实验证明，当注射器与定体积混合器一起使用时，或用于制备校准环境气体分析器的混合气时，以聚四氟乙烯(PTFE)套管为密封件，其容积是 10 mL、5 mL、1 mL、0.5 mL、0.1 mL 的玻璃注射器是适用的。

注 2：要求注射器的内容积测定的相对不确定度不大于 1%(95%置信度时)，另外，抽真空到 5 Pa(5×10^{-2} mbar)时注射器的最大泄漏率不大于 10×10^{-2} Pa(10 mbar)/h。

5.3 计量注射器充装设备

包括 5.3.1 ～ 5.3.9 描述的器件。

注：附录 A 描述了一个适用的注射器充装配置实例。

5.3.1 易抽空的气体储存容器

能够储存压力大于大气压力的气体，满足正压充装计量注射器的目的，要求气体储存容器的内表面

材料不与任何校准组分发生反应。

注：内容积为 100 mL，能够承受高达 1.4×10^5 Pa 的压力并且能够保持真空度好于 0.1×10^2 Pa(0.1 mbar)的气体储存容器是适用的。

5.3.2 高压瓶

气瓶内装有所选择的纯的气体组分(或是预先制备的高浓度的混合气)。

5.3.3 压力调节阀

用于调节储存器的气体压力，实现预先确定的高于大气压力的目的。

5.3.4 隔膜

由适当的材料制成，便于注射器的针头注入气体储存容器内。

5.3.5 真空泵

能够完成气体储存容器和它的关联部件被抽空至低的真空度的要求。

注：任何气态组分都可能是危险的，确保通过真空泵，以安全的方式将气体全部排放到大气中。

5.3.6 压力表

用于监测制备过程中储存容器内不同阶段的气体压力。

5.3.7 气体开关阀

用于隔离气瓶和储存容器，隔离存储器和真空泵。

5.3.8 泄压阀

能够降低气体压力以保护设备(常规安全压力是 1.4×10^5 Pa)，气体要排放到安全区域。

5.3.9 合适的导管

当计量注射器中注入的是可挥发的液体而不是气体时使用，能够在注入可挥发液体时阻止其他任何组分进入。

6 制备校准用混合气的程序

6.1 测定气体混合器的体积

实际上，测定气体混合器的体积有多种途径，这个体积的主体是空的容器自身的内体积，通常是将其注满水或是另一种已知密度的液体，然后测定这种液体的质量来完成体积的测定，当然，也可以采用其他方法，但要满足准确度的要求。例如通过几何测量或是液体转移法，据此测定气体混合器内的组件的体积，当确定混合器的净体积时要修正这些附加组件的体积，一些组件(比如气体混合装置)的修正将导致体积减小，然而另一些部件(比如压力表和连接开关阀的导出管)的修正将导致体积增加。

组成整套气体混合器的部件的体积的所有测量(见 5.1)可能是在不同温度下进行，在这种情况下，测量的体积将被修正为一个公认的环境温度下的体积，如果装备整套混合器的所有部件在不同的环境温度下使用，则需要进一步的修正，进行这种修正是重要的。

6.2 制备混合气前气体混合器的条件要求

通常一个新的气体混合器内是充满空气的，可能含有微量的污染物，能够影响校准用混合气的准确度，另外，混合器的内表面可能被污染，与构成混合器的某些元素发生反应形成一个表面层，因此使用前必须清洗混合器，以避免因这些因素带来的对校准气潜在的污染。首先抽空容器至 5×10^2 Pa(5 mbar)以下，用制备校准用混合气的平衡气填充至高于大气压，然后将混合器出口与监测空气污染物的仪器连接(例如，监测 SO_2、NO_x、CO 和碳氢化合物的分析器)，将混合器中平衡气导入这些仪器并观察检测到的杂质的浓度。要求这些仪器有足够的测量灵敏度，能够确定此时混合器内的平衡气中的杂质浓度是否超标。

多次重复这个过程，包括抽真空，填充平衡气，直到有关的杂质浓度低于要求值，防止在这个容器中制备的校准用混合气受到严重污染。当这样做不能满足要求时，选用其他方法清洁容器以消除污染，或者在计算校准用混合气中校准组分的浓度时做合适的修正以消除杂质带来的误差。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

当分析平衡气中杂质是唯一减小误差的方法时，使用的分析器的检测限表示校准用混合气中杂质的浓度上限。在这种情况下，确定制备的校准用混合气的扩展不确定度时应当考虑到用检测极限表示的杂质浓度。如果用其他方法做了另外的、更灵敏的杂质分析，应用这些结果来代替组成校准用混合气的扩展不确定度。

采用上述操作预处理的混合器，不能使用足够长时间也是可能的。如果出现这种情况，用选择的平衡气重新填充混合器高于环境气压，将因环境大气渗入容器引起的气体污染减到最小。

接着完成以下步骤，制备校准混合气。

6.3 用平衡气填充混合容器

首先，用真空泵(5.1.2)将容器抽空至残留气体压力某一负压值(通常约为 5×10^{2} Pa)，此时残留气体成分产生的污染不会对最终校准混合气的准确度和稳定性有严重影响。然后通过导管(5.1.3)将选择的平衡气充入容器直到容器内的压力高于大气压(约是 0.1×10^{5} Pa(0.1 bar)。向容器中填充平衡气后容器内的气体的温度通常高于环境温度(源于绝热压缩)。此时静止、等待气体温度过渡到容器温度，最后与环境温度平衡。

注：0.2℃的温差对组分的最终体积分数浓度值带来不确定度小于0.1%(相对)。因此，在实际中必须确保平衡气的温度和环境温度的温差在0.2℃内。

平衡气的温度和外部温度均衡后，打开与泄压阀(5.1.7)相连的开关阀，使容器内的平衡气压力和外部大气压力相同。记录此时容器中平衡气的温度和压力，这些数据将用于确定校准混合气浓度。

6.4 校准组分体积的确定

注入混合容器中的所需校准用混合气的体积根据以下条件计算出：最终混合气的组成、混合容器自身体积、容器中最终气体压力值。当注入的是液体时，知道校准组分液态的密度很重要，以便当制备最终校准混合气时获得所需的气态浓度。

已知注射器内容积的准确度和通过针头及注射器密封圈泄漏到大气中的气体质量，是影响校准混合气的总准确度的因素。附录B举例说明了用试验的方法确定注射器内气体的体积，证明了注射器的密封性和通过针头泄漏的气体量。

选择适当容积的注射器，确保制备的最终混合气的浓度的不确定度满足要求。选用最少次数将校准组分注入混合容器的注射器，对最终组分体积分数的不确定度的影响最小。当然，实际中注射器的选择依据其体积不确定度满足要求时注射器的实用性。必须记录注射次数。

6.5 用校准组分填充注射器

6.5.1 气态校准组分

当选用气态校准组分时，用5.3中描述的设备进行填充注射器取样。然后执行下面的程序。

首先，关闭校准组分钢瓶的开关阀。然后用真空泵抽空整个配气装置，包括储存容器，直到确保在储存容器中任何残留气体不会对最终混合气的浓度或稳定性产生严重影响的足够低的压力。

注：一般来说残留气体压力约 1×10^{2} Pa(1 mbr)是合适的。然而，在实际中将根据制备的混合气的种类和校准组分的浓度来决定。当评估混合气中校准组分浓度的不确定度时要考虑残留气体压力的影响。

关闭真空泵和储存容器之间的开关阀，并向储存容器中注入校准组分至压力约为 1.4×10^{5} Pa(1.4 bar)。再次抽空储存容器然后再次注入校准组分。多次重复吹扫清洗过程，确保储存容器中不含影响校准组分的气态杂质。填充后，检查储存容器中气体压力，确保足够正压力填充注射器。

注：如果校准组分有害，应当采取适当的预防措施确保气体从设备中安全排放。

通过储存容器隔膜密封垫(5.3.4)将空的已计量的注射器的针头插入储存容器中，抽取组分样品清洗注射器多次，确保没有严重污染物残留。

拔出活塞到注射器最大刻度气体充满注射器。然后取出注射器并压下活塞，使注射器中气体体积达到目标值(在有条件的地方，采取合适的预防措施，避免任何有害校准组分排放到大气中)。

6.5.2 液态校准组分

原理上，和填充气态校准组分相比，用已计量的注射器抽取液体样品的过程更直接。但是操作程序要合理，确保在填充过程中没有过多的污染，包括空气被抽入注射器。

6.6 在混合容器中加入样品组分

注射器的气体体积达到目标值后，应尽可能快地将注射器的针头插入气体混合容器的隔膜(5.1.5)完成气体注入，但当注射器中的初始气压高于大气压时，使之气压与大气压平衡。如可能，对每个使用的注射器，通过实验方法测定从填充设备隔膜上取出针头到把气体注入混合容器中花费的时间。

慢慢地压下注射器活塞，将校准组分注入混合容器中，然后将针头从隔膜中退出。

按上述过程填充注射器并将它们注入混合容器，重复操作至所需的注射次数(在6.4中确定)，制备所需浓度的校准气体。

用气体混合装置(5.1.6)使混合容器中的气体混合均匀。达到所需均匀度的时间取决于混合容器的形状和尺寸及混合装置的性能。如果使用特殊设备，应通过试验测定达到所需均匀度的时间。

当加入多于一种校准组分时，对每种加入的校准组分都重复6.5、6.6的过程。

6.7 充入平衡气

充入平衡气增加气体压力(不超过设备的安全工作压力)，以有足够多的气体可用于仪器校准(通常在大气压力下用校准混合气进行仪器校准)。

注：混合容器的尺寸和容器中混合气的压力(更精确地说是与大气压的压力差值)决定了能够在大气压力下用于校准的气体体积值。

加入平衡气后，用气体混合装置使气体混合器中的气体再次混匀，经过一段时间后达到所需的均匀度。

允许混合气再次均衡到环境温度(见6.3注)。记录混合容器中测量仪测量出混合气的最终压力和温度(见5.1.4)，进行校准混合气的浓度计算。

7 计算混合气校准组分的体积分数

7.1 气态校准组分

二元校准混合气中校准组分 X 的体积分数用下面的公式计算：

$$\varphi(x)=\frac{p_1\times V_{xg}}{p_2\times V_{cg}+p_1\times V_{xg}} \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中：

$\varphi(x)$——用于气体分析器校准时混合气中组分 x 的体积分数；

V_{cg}——混合容器中平衡气的体积；

V_{xg}——注射器中气态组分 xg 的体积，要换算成与混合容器相同温度时的体积；

p_1——平衡气加入之前容器中混合气的压力；

p_2——平衡气加入之后容器中混合气的压力。

体积 V_{cg}、V_{xg} 要求对应同一环境温度[实际上，如果气态(或液态)校准组分是用和气体混合容器具有相同温度的注射器注入时，那么温度就是相同的]。

在相同温度和压力下测定的体积 V_{xg} 比 V_{cg} 小的多，从公式(1)可以导出一个近似的，而且简单的公式。在这种情况下，公式(1)变为：

$$\varphi(x)=\frac{p_1\times V_{xg}}{p_2\times V_{cg}} \qquad \cdots\cdots(2)$$

7.2 液态校准组分

用7.1中讨论的相同的方法，通过在气体混合容器中蒸发液态校准组分获得的校准混合气，校准组

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

分的体积分数由下面公式给出：

$$\varphi(x)=\frac{p_1\times V_{xi}}{p_2\times V_{cg}+p_1\times V_{xi}} \qquad \cdots\cdots(3)$$

式中：V_{xi}是校准组分 xi 蒸发成气体后的体积，用和 V_i 相同的单位表示(见下面)。

在这种情况下，用注射器将液态校准组分注入混合容器中，然后蒸发，混合容器中校准组分的相应气态体积可以用下面的公式计算：

$$V_{xi}=\frac{V_i\times\rho\times V_M}{M} \qquad \cdots\cdots(4)$$

式中：

V_i——校准组分 x 的液态体积；

ρ——校准组分在使用温度时液态密度；

M——校准组分的摩尔质量；

V_M——校准组分的摩尔体积，参考注入液体时混合容器的温度和压力(假设服从理想气体特性)。

注：在公式(3)、(4)中，假设从液态向气态转变时遵守理想定律。当然，在计算中可以使用液态组分的压缩系数，其值可以从相关科学文献得到。

另外，和导出公式(2)相似，通过注入液态组分制备的二元校准气，当 V_{xi} 比 V_{cg} 小的多时，最终的校准组分体积比 $\varphi(x)$ 简化为：

$$\varphi(x)=\frac{p_1\times V_{xi}}{p_2\times V_{cg}} \qquad \cdots\cdots(5)$$

8 混合气中校准组分浓度不确定度的确定

8.1 扩展不确定度

应当确定二元校准混合气体中校准组分的浓度(体积分数)的扩展不确定度，实际上，用试验方法分别评估有影响的、全部变量中每个变量的测量不确定度，这些单独的不确定度用平方和的平方根方法组合在一起，产生校准用混合气浓度总的测量不确定度。这将在下面讨论。

8.2 与特定设备和采用的制备过程相关的影响变量

8.2.1 注入混合容器中校准组分体积 V_{cg} 或 V_{xi} 的不确定度

用已计量的注射器注入到混合容器中的校准组分体积的准确度受很多因素的影响，包括以下几方面：

a) 注射器的容积，要根据使用时的环境温度做修正，一般注射器生产厂给出数值，但建议使用者通过试验的方法进行验证。

注：从那些通过认证的生产厂购买容积变化小于±0.5%的注射器是可行的。

b) 校准组分气体可能通过注射器针头扩散到大气中。非常明显，至少在实际中，这个因素的重要性取决于从储存容器隔膜上取出注射器针头到将气体注入混合容器中的时间间隔。

如果可能，对每个使用的注射器应通过试验确定。然而，在实际使用中试验表明从储存容器隔膜上取出注射器针头到将气体注入混合容器中的时间间隔在 5 s～ 30 s 之间，注入的校准组分气体的体积没有显著差异。

c) 气体可能通过注射器密封圈扩散到大气中(其可能性不大，最好选用有足够密封的注射器，如 6.4 中规定的)。

在校准混合气的浓度的总不确定度中应当包括由这些原因引起的不确定度。附录 B 给出测定计

量注射器的容积的一个实例。

8.2.2[1] 由气体混合容器容积不确定度引起的平衡气体积 V_{eq} 的不确定度

测量气体混合容器总容积的每一种方法(在6.1中描述)都将产生一个测量不确定度。这些应用标准平方和的平方根法组合起来得到由实际测量容器容积引起的总的测量不确定度。

也应注意到(见6.1)每一次容积测量可能是在不同环境温度下完成的。因此必须进行修正,而且修正是非常重要的,把它们转变成同一环境温度下的容积。从而得到在某一特定环境温度下的容器的容积。当然可能在其他环境温度下使用这个容器,因此要进行修正,确定该容器在实际使用时的环境温度下的容积。在这些情况下,在校准混合气的浓度的总不确定度中应当包括由这些原因引起的不确定度。

8.2.3 压力 p_1 和 p_2 测量的不确定度

这两个压力测量直接影响组分的最终体积分数[见公式(5)],因此必须考虑这些压力测量的不确定度。

8.2.4 与体积 V_{xi} 比和 V_{eq} 相关联的环境温度和压力测量的不确定度

如果显著,此不确定度应以某种方式包括在扩展不确定度中,要进行修正,将工作条件下容器的压力 p 和温度 T 换算到环境条件[见公式(1)的下文]。

8.2.5 校准组分中气态杂质和平衡气中主要杂质引起的不确定度

当用静态体积方法或其他方法[例如称量法制备(ISO 6142,见参考文献[3])和动态体积法(ISO 6145的不同部分,见参考文献[4])]制备混合气时,所有气体含有的杂质,可能会影响校准组分的体积分数的准确度,制备的混合气的准确度或稳定性会降低。因此,必须分析校准组分和平衡气中杂质。

气体校准组分中杂质对混合气准确度的影响一般不同于平衡气中杂质的影响,如下所述:

a) 假设用于确定 $\varphi(x)$(见第7章)的校准气中校准组分仅含有所选定的气体种类,因此,这些组分中的任何气态杂质的存在将导致混合气的校准组分实际浓度系统地低于用第7章的方法计算所得浓度值。

   如果不对这些杂质进行修正,校准组分浓度的相对误差可达几个百分点。因此要分析校准组分中可能存在的杂质,如果这些杂质达到一定浓度,对计算结果进行适当的修正。

b) 平衡气中的杂质以不同的方式影响制备的混合气的浓度。例如:

   ——如果平衡气中杂质是校准组分,那么混合气中每种组分实际浓度将高于用第7章的方法计算所得浓度值。这种情况下,要么用足够灵敏的仪器测定这些平衡气中的每一种校准组分的浓度,从而不对扩展不确定度产生重要影响;要么证明其含有每一种校准组分的浓度都低于测试仪器的检测限。对后一种情况,考虑平衡气中这种组分的体积分数的扩展不确定度时应当包括这一检测限。

   ——另一方面,如果平衡气中杂质会和校准组分发生反应,那将对最终混合气的精度和稳定性带来影响。因此选用有足够灵敏度的分析器检测这些杂质以证明平衡气中不含有足够浓度的杂质,或在计算校准组分的体积分数的扩展不确定度时对发生的任何不稳定性给出修正量。附录C给出了确定含有这些组分的扩展不确定度的实例。

8.2.6 在制备和使用过程中,校准混合气的稳定性引起的不确定度

这将取决于:

a) 所选作为校准组分的物质,及它和容器内壁及其他部件的相互作用(可以是校准气浓度的一个函数)。

b) 平衡气中微量杂质或校准组分间的反应(例如,在氮中一氧化氮混合气,氮中的微量氧将会影响混合气的稳定性,这取决于混合气中一氧化氮的浓度)。

如果可能,应通过试验确定混合气的稳定性,这是与时间及用特定组分和设备制备的混合气有关联的一个函数。附录D给出一个测试实例。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

8.2.7 混合气体组分的压缩性引起的不确定度

这是因混合气用作校准时的压力与制备混合气时的压力不同所带来的不确定度。因为实际中这些压力仅有轻微差别，而且通常校准组分浓度很低，用不正确压缩因子得到混合气的体积浓度产生误差不会对最终混合气的校准组分的浓度带来明显的影响。

8.3 计算组分体积分数的扩展不确定度

所有严重影响最终混合气浓度不确定度的因素用平方和的平方根组合起来得到总的测量不确定度。扩展不确定度通常在置信度95%水平，用从适当的多个对扩展不确定度有影响的自由度导出的统计 t 因子表示。

附录C给出计算制备混合气浓度的扩展不确定度的实例。

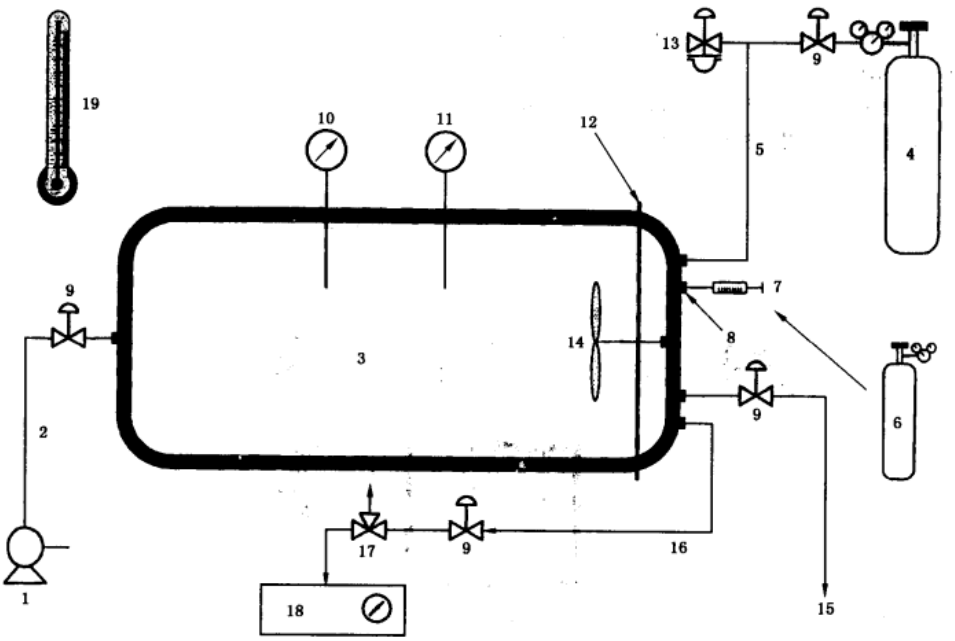
附 录 A
（资料性附录）
适用于静态体积法制备校准用混合气体的一种装置实例

A.1 总则

整套装置要求气密，抽真空约至 5 Pa(5×10^{-2} mbar)，装置的泄漏速度小于 10×10^{2} Pa/h。

A.2 混合装置

图 A.1 是一种示意图。



1——真空泵；
2——真空泵连接管路；
3——混合器；
4——平衡气体；
5——平衡气体导入管路；
6——校准组分；
7——计量注射器；
8——隔膜；
9——开关阀；
10——压力表；
11——混合器之温度传感器；
12——平整光滑的法兰用于连接标准玻璃件(螺纹连接)；
13——泄压阀；
14——电动扇叶；
15——排放至安全处；
16——标准混合气出口；
17——压力平衡装置；
18——参比分析；
19——用于测量环境温度的温度传感器。

图 A.1 静态体积法制备校准用混合气体装置示意图

A.2.1 压力计：压力测量范围 0.1×10^{5} Pa～2.0×10^{5} Pa(0.1 bar～2.0 bar)，不确定度 1.0×10^{2} Pa(1.0 mbar)。

A.2.2 泄压阀：在压力 1.4×10^{5} Pa(1.4 bar)时泄压。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

A.2.3 开关阀。

A.2.4 压力平衡装置。

注：试验证明装有水的洗瓶是适用的。

A.2.5 温度传感器：分别安装在混合器内外，能够测量温度的变化，其不确定度为 0.2℃。

A.2.6 真空泵：要求真空度达 5 Pa(5×10^{-2} mbar)。

A.2.7 风扇：适宜的形状和大小，确保系统不漏气和气体混合均匀。

A.3 注射取样装置

A.3.1 储存容器：气密，容积约 100 mL，工作原理和连接见图 A.2，工作压力满足正压 1.4×10^{5} Pa，负压 0.1×10^{2} Pa，其构成物质不与校准组分气体发生反应。

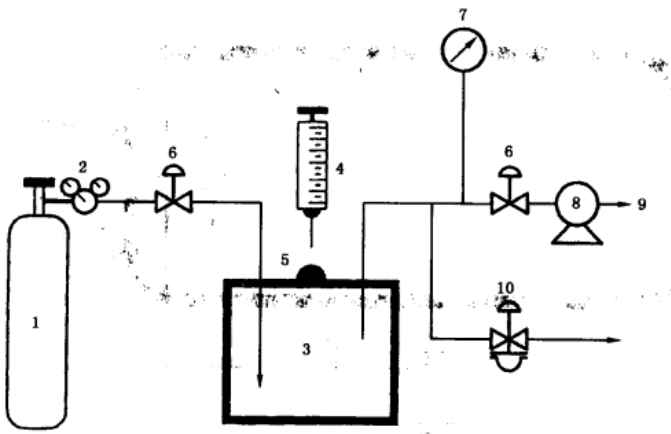
A.3.2 压力计：压力测量范围 0.1×10^{5} Pa～2.0×10^{5} Pa(0.1 bar～2.0 bar)，不确定度 1.0×10^{2} Pa (1.0 mbar)。

A.3.3 泄压阀：在压力 1.4×10^{5} Pa(1.4 bar)时泄压。

A.3.4 开关阀。

A.3.5 真空泵：要求真空度达 5 Pa(5×10^{-2} mbar)。

A.3.6 隔膜：例如，用硅橡胶制成。



1——校准组分；
2——双级减压阀；
3——储存容器；
4——计量注射器；
5——隔膜；
6——开关阀；
7——压力表；
8——真空泵；
9——排放到安全区域；
10——泄压阀。

图 A.2 用注射器移取气态校准组分示意图

A.4 注射器

A.4.1 计量注射器：气密，针头与注射器主体是一体的，最大相对不确定度 1%，试验证明装有 PTFE 套管密封件的 0.1 mL、1.0 mL 和 10 mL 三种规格的注射器是适用的。

A.5 制备物质

A.5.1 平衡气体：氮气或合成空气，其纯度要求取决于预定目的。

A.5.2 校准组分：纯气，混合气或液体，取决于预定目的。

附 录 B
（资料性附录）
计量注射器的体积校准实例

B.1 注射器的体积 V 校准

通过注满水的方式，用高灵敏度天平（METTLEAT201）称量能够确定 NO 和 SO_2 注射器的体积，根据注射器内的液体的质量（假设 22℃时水的密度是 0.998 g/cm³）计算出体积。在一连续周期内，重复测定几次。结果见表 B.1。

表 B.1 注射器体积

NO 注射器 1 1×10^{-6}	NO 注射器 2 1×10^{-6}	NO 注射器 2 1×10^{-6}	NO 注射器 3 1×10^{-6}	NO 注射器 4 1×10^{-6}	SO_2 注射器 1 1×10^{-6}	SO_2 注射器 2 1×10^{-6}	SO_2 注射器 3 1×10^{-6}
24.71	39.9	40.0	78.49	99.37	39.72	49.22	69.47
24.80	39.6	39.9	78.40	99.30	39.81	49.28	69.52
24.69	39.6	40.0	78.48	99.50	39.67	49.31	69.42
24.80	39.9	40.0	78.60	99.50	39.76	49.24	69.45
24.77	40.0	40.0	78.58	99.45	39.72	49.20	69.44
24.76	39.9	40.1	78.65	99.43	39.66	49.37	69.36
24.74	39.9	39.9	78.69	99.47	39.74	49.23	69.37
24.76	39.8	40.1	78.63	99.44	39.74	49.32	69.39
24.85	39.9	40.0	78.52	99.33	39.68	49.22	69.43
24.73	39.9	39.9	78.56	99.47	39.72	49.27	69.37
24.73	40.2	39.7	78.60	99.55	39.69	49.28	69.47
24.74	39.9	—	78.58	99.48	39.81	49.24	69.47
24.74	40.1	—	78.65	99.46	39.69	49.27	69.46
24.71	40.0	—	78.79	99.36	39.76	49.25	69.44
24.84	40.1	—	78.63	99.36	39.76	49.18	69.36

注：数据是由欧洲共同体委员会研究中心提供（Ispra Itaiy）。

B.2 体积测定的不确定度

测量体积中的变化与注入水和排出水的过程中的变化及天平的性能有关，表 B.1 给出的体积 V 的标准偏差是 $u_{V_1}^2$ 的平方根，见表 B.2。

在 0 g～5 g 的范围内，天平也有＋0.02 mg（0.02 μL）的线性误差。假设是正态分布，那么 V 的标准不确定度的最佳估计值是 $u_{V_2}^2$ 的平方根，在表 B.2 中给出。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

表 B.2 注射器的体积测量

注射器	平均体积 1×10^{-6}	u_{v_1} 1×10^{-6}	u_{v_2} 1×10^{-6}
NO 注射器 1	24.71	4.68×10^{-2}	1.15×10^{-2}
NO 注射器 2	39.86	4.56×10^{-2}	1.15×10^{-2}
NO 注射器 3	78.43	9.44×10^{-2}	1.15×10^{-2}
NO 注射器 4	99.23	7.15×10^{-2}	1.15×10^{-2}
SO_2 注射器 1	39.65	4.56×10^{-2}	1.15×10^{-2}
SO_2 注射器 2	49.16	4.94×10^{-2}	1.15×10^{-2}
SO_2 注射器 3	69.29	4.86×10^{-2}	1.15×10^{-2}

对附录 C 所描述的静态体积法而言，表 B.2 所示的不确定度是指一种扩展不确定度。

显然，用注射器注入气体和注入液体是有区别的，但是获得准确的体积是可能的，要遵守 6.5 中所述的预防措施。

附 录 C
（资料性附录）
确定静态体积法制备校准混合气的浓度的不确定度的实例

C.1 程序

在环境温度和压力下，将 SO_2 纯气充入已知体积为 V_{xg} 的注射器内。V_{xg} 体积的 SO_2 被注入到一个已知体积 V_{cg} 的大容器中，该容器充有环境温度和压力下无碳氢的空气，然后将无碳氢的空气导入该容器直到获得要求的最终压力，通常最终压力约是 1.5×10^5 Pa(1 500 mbr)，目的是便于混合气的使用，当混合气达到室温时即可使用。

C.2 计算公式

$$\varphi(x)=\varphi(X)\times\frac{V_{xg}}{V_{cg}+V_{xg}}\times\frac{p_1}{p_2} \qquad \cdots\cdots(C.1)$$

当 $V_{cg}+V_{xg}\approx V_{cg}$ 时，这个公式可以简化为

$$\varphi(x)=\varphi(X)\times\frac{V_{xg}}{V_{cg}}\times\frac{p_1}{p_2} \qquad \cdots\cdots(C.2)$$

根据测量中不确定度表达式(见参考文献[5])，公式(C.3)给出组合不确定度(假设变量没有经过修正)。

$$u_c^2[\varphi(x)]=\left(\frac{p_1V_{xg}}{p_2V_{cg}}\right)^2u_{\varphi(X)}^2+\left(\frac{\varphi(X)\times V_{xg}}{p_2V_{cg}}\right)^2u_{p_1}^2+\left(\frac{\varphi(X)\times p_1}{p_2V_{cg}}\right)^2u_{V_{xg}}^2$$
$$+\left(\frac{\varphi(X)\times p_1V_{xg}}{{p_2}^2V_{cg}}\right)^2u_{p_2}^2+\left(\frac{\varphi(X)\times p_1V_{xg}}{p_2V_{xg}^2}\right)^2u_{V_{cg}}^2 \qquad \cdots\cdots(C.3)$$

C.3 变量列表

C.3.1 总则

表 C.1 中列出有关的变量。

表 C.1 变量列表

变量	单 位	定 义
$\varphi(x)$	—	制备的混合气中 SO_2 的体积分数
$\varphi(X)$	—	注入的纯的或一定浓度 SO_2 的体积分数
V_{xg}	L	注入 SO_2 的体积，以升为单位(或和 V_{cg} 用相同单位)
V_{cg}	L	无碳氢化合物空气的体积，以升为单位(或和 V_{xg} 用相同单位)
p_1	Pa$\times10^2$(mbar)	注射器中 SO_2 的压力(和 p_2 单位相同)
p_2	Pa$\times10^2$(mbar)	容器中气体的最终压力(和 p_1 单位相同)

C.3.2 $\varphi(x)$

由公式 C.2 计算得到(也见表 C.1)。

C.3.3 $\varphi(X)$

B 类不确定度

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

值:0.999(9)

分布曲线的半宽度:0.0001

注入的 SO_2 的体积分数(后面称为纯度),其不确定度应由最终用户测定或经被认可的外部试验室测定。

有些情况下,钢瓶中 SO_2 的纯度由生产厂给出,由此确定瓶中 SO_2 的含量是可以接受的。但是,如果没有合格证,生产厂仅提供纯度高于 99.98%的信息,那么该纯度的下、上限分别为 0.999 8 和 1,纯度为 0.999 9 的概率最大,纯度为 1 或 0.999 8 的概率为 0。概率分布是三角型分布,纯度落在这个区间内的概率为 100%。$\varphi(X)$的标准不确定度如下:

$$u[\varphi(X)]=\sqrt{\frac{0.000\ 1^2}{6}}=40.8\times10^{-6}$$

C.3.4 V_{xg}

A 类不确定度

值:0.000 039 65 L

标准不确定度:4.97×10^{-8} L

自由度:18

注射的体积,可以通过注入水,然后依据注射器中水的质量计算出体积值(假设 22℃时水的密度为 0.998 g/cm³)。连续测量体积 15 次。测量值的变化与注水、排水过程及天平的性能有关。当 V_{xg}=39.65 μL时,由以下测量值(单位是 μL)计算得出标准偏差是 2.15×10^{-15} L² 的平方根,自由度是 14。

39.64	39.58	39.61
39.73	39.66	39.73
39.59	39.66	39.61
39.68	39.60	39.68
39.64	39.64	39.68

用天平称得的质量也有不确定度。在一个月内不同的 18 天,分别对标准 10 g 质量称重 3 次来估算天平的重复性。天平的读数总在质量数值认可的范围内。分析表明,隔天与一天内的变化没有显著区别,所以所有数据可用来评估天平的标准不确定度是 3.12×10^{-16} L² 的平方根,自由度是 53。最后,注射器体积的标准不确定度为:

$$u[V_{xg}]=\sqrt{2.15\times10^{-15}+3.12\times10^{-16}}=4.97\times10^{-8}\ \text{L}$$

自由度为:

$$V_{eff}=\frac{(4.97\times10^{-8})^4}{\frac{(\sqrt{2.15\times10^{-15}})^4}{14}+\frac{(\sqrt{3.12\times10^{-16}})^4}{53}}=18.4$$

C.3.5 V_{cg}

A 类不确定度

值:111.84 L

标准不确定度:0.111 84 L

自由度:2

总体积可用水填充整个系统来测定。三次的平均值为 111.84 L,标准不确定度为 0.1%。因容器用 4 mm 厚硼硅酸盐玻璃制成,气压为 1.7×10^5 Pa 时,体积不会增大。

C.3.6 p_1

B 类不确定度

值:1 013×10^2 Pa(1 013 mbar)

扩展不确定度:2.32×10^2 Pa(2.32 mbar)

包含因子:2

在室压下注射 SO_2,使用气压计测量。生产厂给出的气压计的精度为(1 013±0.25)×10^2 Pa。假设压力位于 999.75×10^2 Pa～1 000.25×10^2 Pa 之间的概率服从矩形分布,标准不确定度的最佳估计值为:

$$u(p_1)_1 = \sqrt{\frac{(0.25\times10^2)^2}{3}} = 14.4\ \text{Pa}$$

压力受针头拔出隔膜到将 SO_2 注入容器的时间间隔的影响。研究不同时间间隔下得到的 SO_2 的浓度。结果表明,虽然不能消除短暂的 0%～0.2%的过压,时间间隔在 5 s～15 s 内仅有很小的差别。假设服从矩形分布,标准不确定度的最佳估计值为:

$$u(p_1)_2 = \sqrt{\frac{(0.002\times1\,000\times10^2)^2}{3}} = 115\ \text{Pa}$$

最后,p_1 的标准不确定度为:

$$u(p_1) = \sqrt{2.088\,3\times10^{-2}\times10^{-4}+1.33\times10^4} = 116\ \text{Pa}$$

C.3.7 p_2

B 类不确定度

值:1 500×10^2 Pa(1 500 mbar)

扩展不确定度:1.78×10^2 Pa(1.78 mbar)

包含因子:2

生产厂给出压力探头的准确度为±0.04%,读数精度为±0.025%。因此压力为 1.5×10^5 Pa 时,出厂额定准确度是 0.375×10^2 Pa。但是,应该想到有效位数至少为 1 位数字,即 1×10^2 Pa。假设服从正态分布,p_2 标准不确定度的最佳估计值为:

$$u(p_2)_1 = \sqrt{\frac{(0.6\times10^2)^2}{3}} = 35\ \text{Pa}$$

和

$$u(p_2)_2 = \sqrt{\frac{(1\times10^2)^2}{3}} = 58\ \text{Pa}$$

当未与室温平衡时,不能准确测量最终压力 $p_2$1.5×10^5 Pa(1 500 mbar)。已经观察到,容器温度比室温高 0.5℃会对最终压力 p_2 产生的偏差是 1×10^2 Pa(1 mbar)。假设服从矩形分布,标准不确定度的最佳估计值为:

$$u(p_2)_3 = \sqrt{\frac{(1\times10^2)^2}{3}} = 58\ \text{Pa}$$

最后,p_2 的标准不确定度为:

$$u(p_2) = \sqrt{35^2+58^2+58^2} = 89\ \text{Pa}$$

C.4 不确定度估算

表 C.2 中给出不确定度估算。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

表 C.2 不确定度估算

变量	值	标准不确定度	自由度	灵敏度系统	不确定度基值	指数
$\varphi(X)$	0.999	40.8×10^{-6}	∞	239×10^{-9}	9.77×10^{-12}	0%
V_{xg}	39.650 0×10⁻⁶ L	49.7×10^{-9} L	26	6.03×10^{-3}	300×10^{-12}	37.2%
V_{cg}	111.840 L	0.118 L	2	2.14×10^{-9}	239×10^{-12}	23.7%
p_1	1.013 00×10⁵ Pa	1.16×10^{2} Pa	50	236×10^{-12}	274×10^{-12}	30.8%
p_2	1.500 000×10⁵ Pa	0.890×10^{2} Pa	50	159×10^{-12}	142×10^{-12}	8.3%
$\varphi(x)$	239.4×10^{-9}	492×10^{-12}	26	—	—	—

结果：

变量：$\varphi(X)$

值：239.4×10^{-9}

相对扩展不确定度：0.98×10^{-9}

包含因子：2.0

附 录 D
（资料性附录）
测定校准气随时间变化的稳定性的实例

D.1 分析方法

采用本标准描述的静态体积法，在硼硅酸盐玻璃容器中制备 CO，NO/NO_x 和 SO_2 校准混合气。借助分析器测定混合气中校准组分的浓度。在压力降到低于维持流向分析器的流量所需压力前，大约可以从容器中取出约 50 L 气体。

注：相对其他气体，用较小的容器和注射器制备 CO 校准混合气。

使用以下分析方法：

——CO，非色散红外光谱；

——NO/NO_x 化学发光光谱；

——SO_2 UV 萤光光谱。

D.2 结果

D.2.1 总则

表 D.1～D.3 及图 D.1～图 D.3 给出分析结果[经德国联邦环境署之国家标准实验室认可(UBA，Germany)]。

注：图表中，浓度是体积分数(1 ppb=1×10^{-9} vol/vol，1 ppm=1×10^{-6} vol/vol)，压力单位用 Pa(1 bar=10^5 Pa)表示。

D.2.2 NO_x/NO

在下列条件下完成分析：

容器体积：111.490 L

注射器体积：50 μL

容器压力：1.520×10^{-5} Pa～1.007×10^{-5} Pa

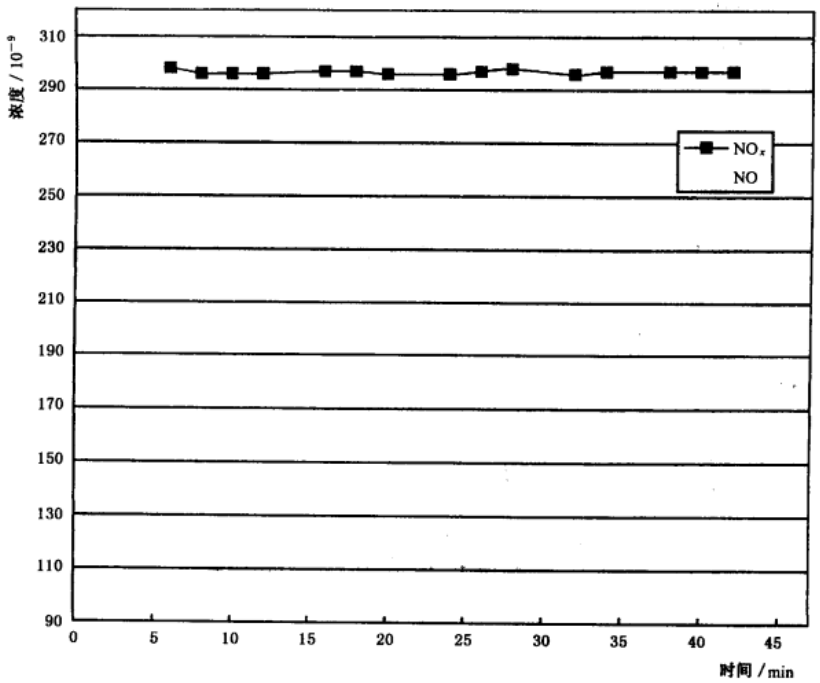
表 D.1 校准中 NO_x/NO 浓度的稳定性

时间 min	NO_x 浓度 1×10^{-9}	NO 浓度 1×10^{-9}	压力 1×10^{-5} Pa
0	0	0	1.520
6	298	285	1.453
8	296	286	1.418
10	296	287	1.395
12	296	286	1.371
16	297	287	1.319
18	297	288	1.283
20	296	287	1.263
24	296	287	1.211
26	297	287	1.192
28	298	287	1.166
32	296	288	1.115

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

表 D.1(续)

时间 min	NO_x 浓度 1×10^{-9}	NO 浓度 1×10^{-9}	压力 1×10^{-5} Pa
34	297	287	1.089
36	297	287	1.064
38	297	286	1.041
40	297	287	1.022
42	297	286	1.009



NO_x 的计算浓度： 299×10^{-9}

NO 的计算浓度： 299×10^{-9}

NO_x 的测量平均值： 296.75×10^{-9}

NO 的测量平均值：286.75×10^{-9}

图 D.1 校准过程中 NO_x/NO 浓度的稳定性

D.2.3 CO

在下列条件下完成分析：

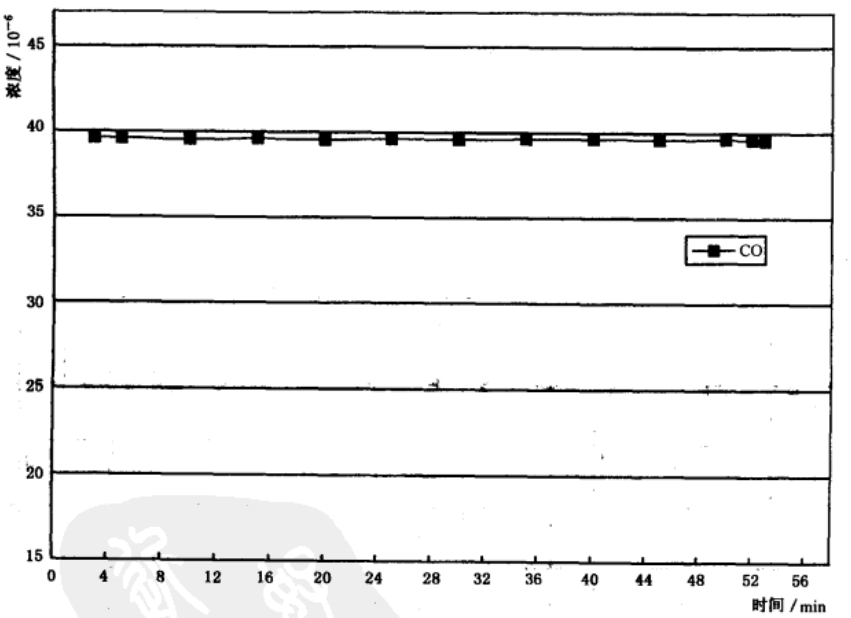
容器体积： 14.019 L

注射器体积： 5 000 μL

容器内压力： 9.140×10^{-5} Pa～1.002×10^{-5} Pa

表 D.2 校准过程中 CO 浓度的稳定性

时间 min	CO 浓度 1×10^{-6}	压力 1×10^{-5} Pa
0	0	9.140
3	39.60	7.700
5	39.61	7.494
10	39.56	6.964
15	39.60	6.400
20	39.56	6.005
25	39.61	5.487
30	39.59	5.014
35	39.64	4.223
40	39.65	3.438
45	39.63	2.630
50	39.64	1.856
52	39.60	1.075
53	39.57	1.015



计算结果： 39.63×10^{-6}

测量平均值： 39.60×10^{-6}

图 D.2 校准过程中 CO 浓度的稳定性

D.2.4 SO_2

在下列条件下完成分析：

容器体积： 111.490 L

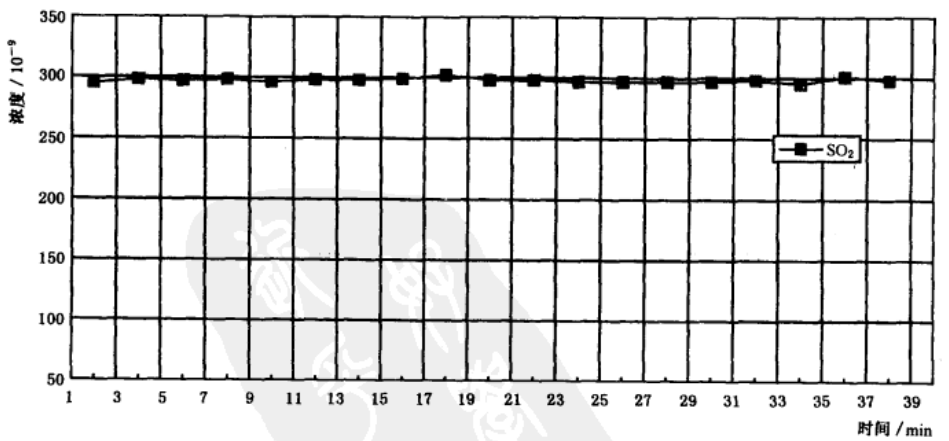
注射器容积： 50 μL

容器内压力： 1.526×10^{-5} Pa～$1.002\,8\times10^{-5}$ Pa

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

表 D.3 校准过程中 SO_2 浓度的稳定性

时间 min	SO_2 浓度 1×10^{-9}	压力 1×10^{-5} Pa
0	0	1.526
2	295	1.496
4	298	1.478
6	297	1.460
8	298	1.442
10	296	1.416
12	298	1.387
14	298	1.360
16	299	1.332
18	302	1.307
20	298	1.277
22	298	1.253
24	297	1.228
26	297	1.200
28	297	1.166
30	297	1.135
32	298	1.105
34	295	1.073
36	301	1.035
38	298	1.014



计算结果： 299×10^{-9}

测量平均值： 297.5×10^{-9}

图 D.3 校准过程中 SO_2 浓度的稳定性

参 考 文 献

[1] Approach to uncertainty estimation for ambient-air measurement, Technical Report Rev 12.9,CEN/TC 264 in co-operation with the European Commission's Joint Research Center, Ispra,Italy

[2] GERBOLES,M. ,DIAZ,E. , NORIEGA,A. : Uncertainty calculation and implementation of the static volumetric method for the preparation of NO and SO_2 standard gas mixtures, Quality Assurance Journal, 3,pp. 69-78,1998

[3] ISO 6142, Gas analysis—Preparation of Calibration gas mixtures—Gravimetric method

[4] ISO 6145 (All Parts), Gas analysis—Preparation of calibration gas mixtures using dynamic volumetric methods

[5] Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM), published jointly by BIPM, IEC,IFFCC,ISO,IUPAC, IUPAP and OIML, 1st edition, 1995

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

中华人民共和国国家标准

UDC 543.27

GB 10628—89
ISO 6143—1981

气体分析　标准混合气体组成的测定　比较法

Gas analysis — Determination of composition of calibration gas mixtures —Comparison methods

本标准等同采用国际标准ISO 6143—1981《气体分析——标准混合气体组成的测定——比较法》。

比较法通常用于制备大量的、带压的标准混合气。这些标准混合气的制备方法的准确度不一定高，但是，从实用的观点出发，将混合气组分的浓度准确测定之后用于校准是很方便的。

1　主题内容和适用范围

本标准规定了用比较法测定标准混合气的组成。

本标准适用于测定混合气中每一组分的浓度。但是，由于所使用的仪器的类型不同，每一浓度值的准确度可以在相当大的范围内变化。

比较法主要用于制备大量的标准混合气，以满足常规分析仪经常校准的需要。

2　原理

混合气可以用不同的方法制备。一般说来，大量使用的混合气常常采用快而不很精确的方法制备。所制备的具有一定稳定性和均匀性的混合气，其组成通过分析仪与一个或一个以上的、组成相近的标准混合气相比较而进行测定。

比较法的准确度取决于精心的分析操作，所用的分析仪器以及标准混合气的质量。

为了把分析仪的不确定度减至最小，必须进行多次测定并取统计分析结果。

3　步骤

3.1　用一个标准混合气的比较法

用一种适当的其他国家标准规定的方法，制备标准混合气E，其组成与待测混合气X相同且浓度相近，令c_E表示混合气E中某种组分的浓度，c_X表示待测混合气X中相同组分的浓度。将待测混合气X和标准混合气E相继导入分析仪，由分析仪读取响应值Y_X和Y_E，计算其比率r。每一组分的浓度是r的函数，由式（1）计算：

$$c_X = c_E \cdot \frac{Y_X}{Y_E} = c_E \cdot r \quad \cdots\cdots (1)$$

由于实际上的限制，需要由误差计算求得最大误差。在计算误差$\Delta c_X / c_X$时，应包括原标准混合气的误差和测量误差ΔY。ΔY为95%置信水平下，n次测量的平均值Y的置信区间。

在相同条件（温度、压力，如果适宜，还包括流速）下进样，且$Y_X \approx Y_E = Y$，则浓度c_X的最大相对误差由式（2）给出：

$$\frac{\Delta c_X}{c_X} < \frac{\Delta c_E}{c_E} + \frac{2\Delta Y}{Y} \quad \cdots\cdots (2)$$

中华人民共和国化学工业部1989－03－01批准　　1990－05－01实施

上述计算假定分析仪响应曲线为线性且通过原点。如果分析仪不具线性响应，则比较必须使用多个标准混合气。

由于分析仪的不确定性产生的偶然误差由结果的统计分析求得。假定结果服从高斯分布，则：

$$\Delta Y = S_Y \frac{t}{\sqrt{n}} \quad \cdots\cdots (3)$$

式中：ΔY ——为95%的置信水平时，n次测量的平均值Y 的置信区间；

S_Y ——测量偏差；

t ——Student－Fischer 系数。

随着测量次数的增加，结果将越逼近真值，误差影响将减至最小。

3.2 用两个标准混合气的比较法

使用两个标准混合气比较时，允许忽略分析仪响应曲线的形状。

标准混合气的组分必须与被分析混合气相同。

令Y_i 为由浓度c_i 得到的响应值，给定$c_1 < c_x < c_2$，且c_1和c_2非常接近c_x，则在该测量范围内，线段AB 与分析仪响应曲线相吻合（见图1）。

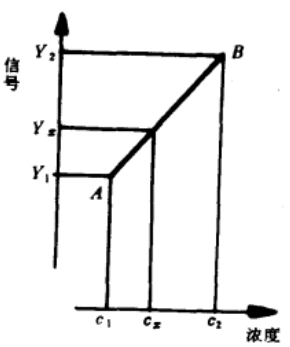


图 1 信号与浓度关系图

在上述条件下，浓度c_X 由式（4）或式（5）计算：

$$c_X = \frac{1}{S}(Y_X - Y_1) + c_1 \quad \cdots\cdots (4)$$

$$或 c_X = c_1 + m\ (c_2 - c_1) \quad \cdots\cdots (5)$$

式中：$S = \dfrac{Y_2 - Y_1}{c_2 - c_1}$，为在所研究范围内的响应曲线的斜率；

$m = \dfrac{Y_X - Y_1}{Y_2 - Y_1}$，$0 < m < 1$。

浓度c_X 的最大绝对误差由式（6）给出：

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

$$\Delta c_X < (1-m)\Delta c_1 + m\Delta c_2 + \frac{1}{S}[(1-m)\Delta Y_1 + m\Delta Y_2 + \Delta Y_X] \quad \cdots\cdots (6)$$

式中：Δc_1、Δc_2、ΔY_1、ΔY_2和ΔY_X 分别为浓度和响应的绝对误差。

考虑到

$$\frac{\Delta c_1}{c_1} = \frac{\Delta c_2}{c_2} = \frac{\Delta c}{c}$$

以及

$$\frac{\Delta Y_1}{Y_1} = \frac{\Delta Y_2}{Y_2} = \frac{\Delta Y_X}{Y_X} = \frac{\Delta Y}{Y}$$

而且

$$Y_X \approx Y_1 \approx Y_2$$

则最大相对误差由式（7）表示：

$$\frac{\Delta c_X}{c_X} < \frac{\Delta c}{c} + \frac{2Y_X \cdot \Delta Y}{S c_X Y} \quad \cdots\cdots (7)$$

式中：$\frac{\Delta Y}{Y}$ —— 分析仪响应值的测量重复性。

3.3 多点校准比较法

用多个标准混合气可以测定分析仪的响应曲线（线性或非线性），该校准方法允许在分析仪整个有效的响应范围内进行比较。为了消除对分析仪响应可能的干扰，标准混合气，以及那些被比较的混合气必须具有相同的组分，除非已知所存在的其他组分不影响分析仪响应。

校准时，需要用一定数目的混合气。由每一已知混合气测量的分析仪的响应值，统计确定响应曲线。所用标准混合气的数目，取决于分析仪的响应类型，但最少应有三个。在校准之后，当未知混合物的响应不超过（或不低于）由最高（或最低）已知浓度得到的响应值时，被比较的混合气即可按已知的分析仪响应曲线进行分析。多点校准必须的重复次数，取决于所用分析仪的工作状况。为了获得分析仪真实的代表性响应所必须的测量次数，由统计分析确定，且事前应考虑到分析仪的精密度和所要求的准确度。

附录A 给出了多点校准的实例。

附 录 A
多点校准实例
（参考件）

本例用比较法和多点校准，测定二氧化碳浓度为0～14%范围的一组标准混合气。采用非色散红外分析仪，用一组浓度已知并经核实的二氧化碳标准混合气测定仪器响应。

已知二氧化碳标准混合气的准确度为±1%，要求对未知混合气测定的总不确定度不超过二氧化碳含量的±5%。

在分析仪有效量程为0、10%、30%、50%、75%和95%处，用标准混合气测定非色散红外分析仪的响应。选择这些点是为了准确地测定分析仪的响应，得到要求的±5%的总不确定度。在经回归计算之后，绘制分析仪响应曲线，示于图A 1。仪器的响应会发生小的变化，这种变化可用标准混合气进行校正，该标准混合气的浓度与未知混合气非常接近，这些变化在任一点均须小于±2%。如果超过2%，或响应的稳定性未知，整个校准曲线每次使用时均必须重新确定。

重复三次测定标准混合气和未知样的响应值。

在本例中，标准混合气中二氧化碳的浓度为7.20%，测定结果见表A 1，未知样品的浓度c_X由式（A 1）计算：

$$c_X = c_X^0 \cdot \frac{c_E}{c_E^0} = c_X^0 \cdot K \qquad \text{(A1)}$$

式中：c_X^0——由分析仪响应曲线读取的未知样X的初读浓度；

c_E^0——由分析仪响应曲线读取的标准混合气E的初读浓度；

c_E——标准混合气E的浓度真值；

K——校正系数。

由表A 1，未知样品浓度的平均值为8.89%，相对于平均值的最大偏差为：

$$\frac{8.97 - 8.89}{8.89} \times 100 = 0.9\%$$

表 A1

试验号	标准混合气			校正系数	未知混合气		
	真值 %	响应值 %	初读浓度 %		响应值 %	初读浓度 %	校正值 %
1	7.20	65.6	7.20	1.000	74.7	8.86	8.86
2	7.20	65.3	7.17	1.004	74.2	8.81	8.85
3	7.20	65.0	7.13	1.010	74.8	8.88	8.97
						平均值	8.89

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

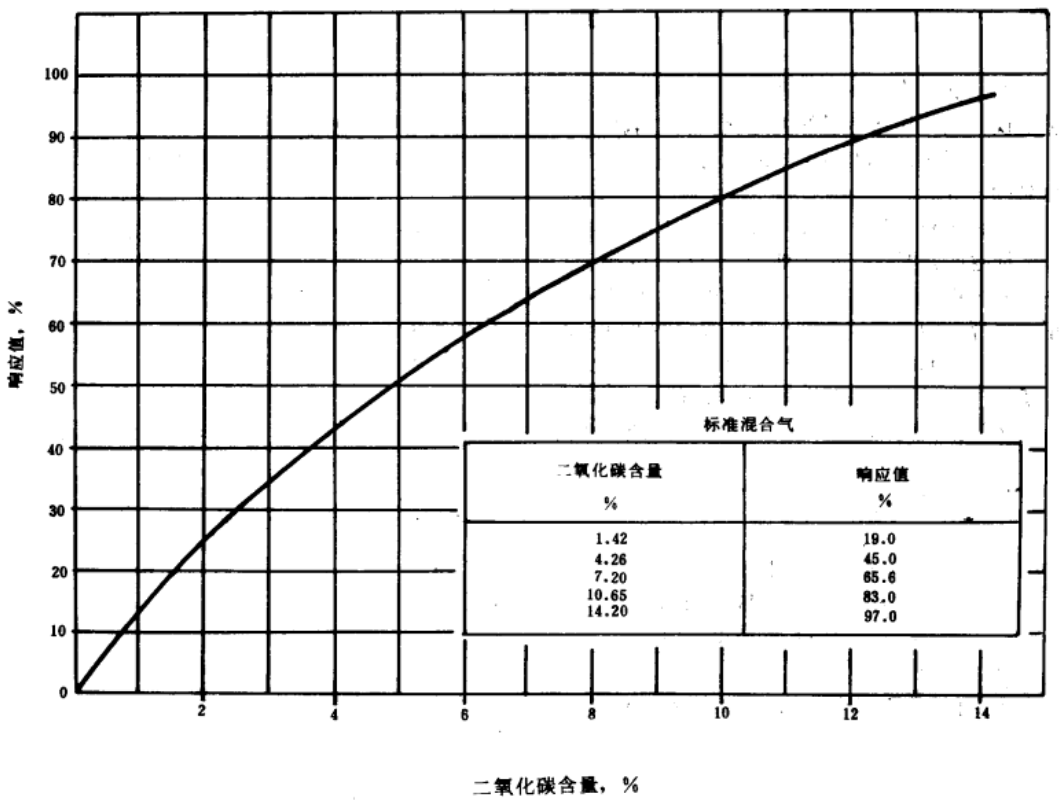


图 A1　标准混合气的响应曲线

对每一待测混合气均需重复上述步骤，必需的测定次数取决于所得重复性和再现性。在本例中，要求总不确定度不大于 ± 5 %，故三次测定已满足要求。

附加说明：

本标准由化学工业部西南化工研究院归口。

本标准由化学工业部西南化工研究院负责起草。

本标准主要起草人何道善。

前　言

本标准是结合国内外农药采样的有关规定和发展现状，在GB/T 1605—1979(1989)《商品农药采样方法》的基础上修订的版本。

本标准与GB/T 1605—1979(1989)的主要差异如下：

1　在第4章“采样安全”中增加了农药取样时的安全注意事项及安全处理方法；

2　在第5章“采样技术”中

1）增加了采样的一般要求，规定了固体样品混合的一般方法；

2）规定了不同部位采样应用随机法确定采样的包装件及加工制剂产品采样所需包装件数；

3）采样报告和记录。

3　在第6章“农药定量包装净含量的检查”中增加了单个和批量定量包装农药净含量的检查；

4　在第7章“样品的包装、运输和贮存”中增加了样品的标签、运输和贮存要求；

5　增加了第8章“检验规则”。

本标准自实施之日起，代替GB/T 1605—1979(1989)。

本标准为第一次修订。HG 2—899—1977《商品农药采样方法》于1977年10月首次发布，1979年修订为GB 1605—1979《商品农药采样方法》。

本标准由国家石油和化学工业局提出。

本标准由全国农药标准化技术委员会归口。

本标准负责起草单位：沈阳化工研究院。

本标准参加起草单位：河北新丰农药化工股份有限公司。

本标准主要起草人：楼少巍、侯宇凯、周国柱、张进娥。

本标准委托全国农药标准化技术委员会秘书处负责解释。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

中华人民共和国国家标准

GB/T 1605—2001

商品农药采样方法

代替 GB/T 1605—1979(1989)

Sampling method for commodity pesticides

1 范围

本标准规定了商品农药的采样安全、采样技术、净含量检验以及样品的包装、运输和贮存。

本标准适用于商业和监督检验部门对商品农药原药及加工制剂的常规取样和质量检定；不适用于农药生产、加工和包装过程中的质量控制。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 3723—1983 工业用化学产品采样的安全通则

GB/T 4650—1984 工业用化学产品采样词汇

GB/T 6679—1986 固体化工产品采样通则

GB/T 6680—1986 液体化工产品采样通则

3 术语

本标准中，有关采样方面的术语，应符合 GB/T 4650 的规定。

4 采样安全

农药是有毒化学品，如果处置不当，会造成中毒。因此采样人员在遵循 GB/T 3723 的同时，还应熟悉并遵守具体农药安全事项，并根据农药标签和图示的警示，穿戴合适的防护服。具体注意事项如下：

4.1 要避免农药与皮肤接触，避免误食、吸入粉尘和蒸气，避免污染个人用品或周围环境，不要在农药附近存放食品。

4.2 避免液体农药泄漏和溅出，防止农药粉尘扩散；处置泄漏的容器或开口处已积累了一些农药的容器应特别当心。

4.3 取样前，要确认已具备冲洗条件，万一发生溢出泄漏事故，应立即彻底冲洗。

4.4 取样期间以及脱下保护服装未完全充分清洗之前，不得进食、吸烟、饮水等。

4.5 要保证可用设备及时安全清洗，并能安全地处理污染物品，如个人保护服、用具和手巾等。

5 采样技术

5.1 一般规定

5.1.1 批次和对批次采样的基本原则

对周期性生产流程的工艺，将生产、加工和存放条件相同的一个工艺周期生产得到的物料视为一批，由生产或加工者用批号标示。对连续性生产流程的工艺，视一个班次生产得到的物料为一批。对不

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 2001-07-13 批准　　2002-02-01 实施

同批次产品质量的检验，一定要每批单独采样。如果已经证明一个批号中不同包装的产品，由于种种原因质量不尽相同(不均匀)，应视为多个批次进行采样。

5.1.2 采样准备

5.1.2.1 采样器械如采样铲、吸管应清洁、干燥，由不与样品发生化学反应的材料制成。如采样探子[见GB/T 6679—1986 中附录 A(参考件)]、采样钻[见 GB/T 6679—1986 中附录 B(参考件)]和液体采样设备[见 GB/T 6680—1986 中附录 A(参考件)]。根据需要选用不同的采样器械，如对容易变质或易潮解的样品，应选用可封闭的采样探子，抽取较坚硬的样品应选用采样钻等。

5.1.2.2 准备清洁、干燥的混样用烧杯、聚乙烯袋、塑料布及开盖工具等。

5.1.2.3 盛样容器应由不与样品发生化学反应和被样品溶解而使样品质量发生变化的材料制成。样品瓶可用可密封的玻璃瓶，对光敏感的样品应用棕色玻璃瓶或高密度聚乙烯氟化瓶。遇水易分解的农药，不应用一般塑料瓶和聚酯瓶包装。固体样品可用铝箔袋密封包装。

5.1.3 随机采样原则

采样应在一批或多批产品的不同部位进行，这些位置应由统计上的随机方法确定，如随机数表法等。如不能实现随机采样，应在采样报告中说明选定采样单元的方法。

5.1.4 采样混合

固体样品的混合可采用在聚乙烯袋中进行，样品占袋子容积的三分之一，密封袋口后颠倒 10 次以上。样品的缩分一般采用四分法。

液体样品的混合可在大小适宜的烧杯中进行，将采得的样品混匀后取出部分或全部，置于另一较小的烧杯中，样品不超过烧杯容积的三分之二，再次加以混合，分装成所需份数。混合、分装应在通风橱中或通风良好的地方快速进行。

5.1.5 样品份数

根据采样目的不同，可由按采样方案制备的最终样品再分成数份样品，如实验室样品、备考样品和存样。每份样品的数量应符合本标准对不同制剂的规定要求。

5.2 采样分类

5.2.1 商品原药

5.2.2 液体制剂

液体制剂包括溶液、乳油、悬浮剂、悬乳剂、微乳剂、水乳剂等。

5.2.3 固体制剂

固体制剂包括粉剂、可湿性粉剂、水溶性粉剂、片剂、水分散粒剂和其他颗粒产品等。

5.2.4 其他类型产品

以上 3 种类型以外的产品的采样，如气体农药采样等。

5.3 采样

5.3.1 商品原药采样

对已包装好的产品，采样件数取决于被采样产品的包装件总数，规定如下：小于 5 件(包括 5 件)，从每个包装件中抽取；6～100 件，从 5 件中抽取；100 件(不包括 100 件)以上，每增加 20 件，增加 1 个采样单元。采样应从包装容器的上、中、下三个部位取出，每个采样单元采样量应不少于 100 g。采得块状的样品应破碎后缩分，最终每份样品应不少于 100 g。

对于 500 kg 以上大容器包装的产品，应从不同部位随机取出 15 个份样，混合均匀。

商品液体原药如有结晶析出，应采取适当安全措施，温热熔化。混匀后再进行采样。

5.3.2 液体制剂采样

采样时，需打开包装件的数量一般应符合表 1 要求。液体产品采样时，在打开包装容器前，要小心地摇动、翻滚，尽量使产品均匀。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

表 1 农药加工制剂产品采样需打开包装件数

所抽产品的包装件数	需打开包装件数
≤10	1
11～20	2
21～260	每增加 20 件增抽 1 件，不到 20 件按 20 件计
≥261	15

打开容器后应再检查一下产品是否均匀，有无结晶、沉淀或分层现象。对悬浮剂、水乳剂等贮存易分层产品，还应倒出农药进一步确认容器底部是否还有不能悬浮起来的沉淀。如当加工制剂出现沉淀不能重新使其混匀时，应在取样报告中加以说明。

大贮罐和槽车等应从上、中、下不同深度采样，或在卸货开始、中间和最后时间采样。每个采样单元的样品量应不少于 200 mL。

液体制剂最终每份样品量，应不少于 200 mL。

5.3.3 固体制剂采样

采样时，需打开包装件的数量一般应符合表 1 要求。从多个小包装中分别取出再制备混合样时，应从每个小包装中取出部分或全部产品，混合均匀，必要时进行缩分。

从较大包装中取样时，应选用插入式取样器或中间带凹槽的取样探头。所取样品应包括上、中、下三个部位。如用取样管或取样探头取样时，应从包装开口处对角线穿过直达包装底部。根据所需样品的量，决定从每个包装中取出产品的量。将所取样品混合均匀，必要时进行缩分。

固体制剂根据均匀程度每份样品量为 300 g～600 g，必要时，可根据实验要求适当增加样品量。如粉剂、可湿性粉剂每份样品量 300 g 即可，而粒剂、大粒剂、片剂等每份样品量应在 600 g 以上。

5.3.4 其他

对于特殊样品，应根据具体情况，采取适宜的方法采样。如溴甲烷，对每批产品可从任一钢瓶中抽取。

5.4 采样报告和记录

5.4.1 采样报告

采样报告至少应包括以下内容（根据采样不同目的可增加内容）：

1）生产厂（公司）名称和地址；

2）产品名称（有效成分含量＋中文通用名称＋剂型）；

3）生产日期或（和）批号；

4）执行标准（生产和抽样检验）；

5）产品等级；

6）产品总件数和每件中包装瓶（袋）的数量和净含量；

7）采样件数；

8）采样方法；

9）采样地点；

10）采样日期；

11）其他说明；

12）采样人姓名（签字）；

13）采样产品生产、销售或拥有者代表姓名（签字）。

每份样品应有采样报告，采样报告一式数份，采样方应保存一份。

5.4.2 记录

采样时，除填写报告规定的内容外，还应记录采样产品现场环境条件和采样当时天气情况等；记录

产品异常现象，如结晶、沉淀、分层和无法混匀等；记录包装、包装标签破损和产品渗漏等；检查包装净含量时，应记录所检查包装的数量、每个包装的装量偏差和平均净含量等。

6 农药定量包装净含量的检查

6.1 单个定量包装农药净含量的检查

先称原包装容器与内容物的总质量，再称相同的包装容器的质量，至少称3个包装容器。如果没有相同空包装容器，应将容器的内容物全部小心地转移到另外容器，再称该空包装容器，可能时至少称3个空包装容器。将称得空包装容器的质量进行平均。单个包装容器及内容物的总质量与空包装容器平均质量之差为单个包装的净含量，单个包装的净含量与标明净含量之差为单个包装的偏差。单个包装负偏差应符合表2要求。

6.2 计量器具

检查定量包装农药净含量所用的计量器具，其最大允许测量误差，应小于或等于表2中规定的单个包装负偏差的四分之一。

表2 单个包装负偏差

净含量 Q	负偏差	
	Q的百分数	g或mL
1 g(mL)～3 g(mL)	15	/
3 g(mL)～5 g(mL)	/	0.45
5 g(mL)～50 g(mL)	9	/
50 g(mL)～100 g(mL)	/	4.5
100 g(mL)～200 g(mL)	4.5	/
200 g(mL)～300 g(mL)	/	9
300 g(mL)～500 g(mL)	3	/
500 g(mL)～1 kg(L)	/	15
1 kg(L)～10 kg(L)	1.5	/
10 kg(L)～15 kg(L)	/	150
15 kg(L)～20 kg(L)	1.0	/
25 kg(L)～50 kg(L)	/	200
50 kg(L)～100 kg(L)	0.4	/
100 kg(L)～200 g(L)	/	400

6.3 批量定量包装农药净含量的检查

6.3.1 抽样原则

批量农药包装净含量的检查是对未开封产品按随机取样原则进行的。检查时，需打开包装件的数量应符合表3要求。

表3 净含量检查采样件数和超出负偏差件数

抽查产品包装总件数	采样件数	单个包装超出负偏差件数
≤5	全抽	0
6～100	5	0
>100	每增加20件增抽1件，不到20件按20件计	≤1

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

6.3.2 检查

根据确定要检查的包装件数，从每个包装件中取一瓶（桶、袋），按本标准 6.1 检查单个包装农药的净含量，再计算所抽查包装的平均偏差。批量定量包装产品平均偏差应大于或者等于零，并且单个包装超出计量负偏差件数应符合表 3 要求。

7 抽取样品的包装、运输和贮存

7.1 包装

7.1.1 标签

抽取的样品装入符合要求的样品瓶（袋）后，应进行密封，粘贴封条和牢固、醒目的标签。标签内容推荐为：

1）产品名称（有效成分含量＋中文通用名称＋剂型）；

2）净含量（以质量计，g 或以体积计，mL）；

3）生产日期或（和）批号；

4）生产厂（公司）名称；

5）毒害等级；

6）采样日期。

7.1.2 包装

需要运输的样品，应将包装瓶（袋）先装入塑料袋中，密封。再装入一容积较大、结实的塑料袋中，四周填塞吸附剂，封口。然后装入牢固容器中，周围用柔软物固定，密封。贴上有防毒、防火和防潮等标记的标签，并用箭头表示样品朝上的方向。

7.2 运输

农药样品的运输应符合国家有关危险货物的包装运输规定。

7.3 贮存

7.3.1 农药样品，应贮存在通风、低温、干燥的库房中，并远离火源。

7.3.2 贮存时，不得与食物、种子、饲料混放，避免让儿童接触。

8 检验规则

8.1 采样应严格按本标准的规定进行，以确保所采样品的代表性和人身安全。

8.2 当用户、生产厂等对采样有争议时，有权提出置疑，经权威部门审核后作出是否重新采样的决定。

ICS 65.080
G 20

中华人民共和国国家标准

GB/T 8571—2002
代替 GB/T 8571—1988

复混肥料　实验室样品制备

Preparation of laboratory samples for compound fertilizers

2002-09-24 发布　　2003-04-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局　发布

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

前　言

本标准是复混肥料试验方法系列标准之一，下面列出了这些系列国家标准：

——GB/T 8571—2002《复混肥料　实验室样品制备》；

——GB/T 8572—2001《复混肥料中总氮含量的测定　蒸馏后滴定法》；

——GB/T 8573—1999《复混肥料中有效磷含量的测定　磷钼酸喹啉重量法》；

——GB/T 8574—2002《复混肥料中钾含量的测定　四苯基合硼酸钾重量法》；

——GB/T 8576—2002《复混肥料中游离水含量的测定　真空烘箱法》；

——GB/T 8577—2002《复混肥料中游离水含量的测定　卡尔·费休法》。

本标准代替 GB/T 8571—1988《复混肥料　实验室样品制备》。

本标准与 GB/T 8571—1988 的主要差异是：根据 GB/T 1.1—2000《标准化工作导则　第 1 部分：标准的结构和编写规则》对标准格式进行了重新编写。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国肥料和土壤调理剂标准化技术委员会归口并负责解释。

本标准由上海化工研究院负责起草。

本标准主要起草人：周勇明、刘刚。

本标准于 1988 年首次发布。

复混肥料　实验室样品制备

1　范围

本标准规定用缩分、研磨等操作，将取得的原始颗粒肥料样品制备成供分析用的实验室样品。

本标准只适用于由化学方法制得的复合肥料或由氮肥、磷肥、钾肥为基础肥料经二次加工制成的复混肥料。

2　原理

通过缩分器或四分法将样品分成两个相等部分，借弃去部分样品和混合部分样品以将样品缩小至需要量，然后研磨至通过规定的筛孔，以获得均匀的、有代表性的、供分析用的实验室样品（通称试样）。

3　仪器

3.1　**格槽缩分器**：见图 1；

3.2　**研磨器或研钵**；

3.3　**试验筛**：孔径为 0.5 mm，1.00 mm，带底盘和筛盖；

3.4　**搪瓷盘或铲子**：其宽度应和格槽缩分器（3.1）加料斗宽度相等。

4　样品缩分

4.1　格槽缩分器缩分

将两只接受器分别放在缩分器两侧接受样品的位置，将肥料样品平铺在搪瓷盘（或铲子）内，用两手置样品盘于缩分器加料斗上方，尽可能靠近中心并成正交位置，缓缓地将肥料加入，使其形成一层薄的物料流，颗粒肥料能垂直地、等量地落入所有的格槽中。注意，一定要使肥料连续加入，否则样品将落在某一接受器中，以致得不到等量的、均匀的、有代表性的样品。弃去一只接受器中样品，将另一接受器中样品返回缩分器缩分。重复此操作直至获得分析所需的样品量（包括物理分析和化学分析）。如需缩分的原始样品较少，则可将第一次缩分所得的两只样品分别重新缩分至需要的样品量。若原始样品量大于缩分器容量，则可将样品先分成若干等分，然后一份一份地按上述操作进行缩分，丢弃一只接受器中的样品，将另一只接受器中的样品混合再缩分。缩分操作应尽可能快，以免样品失水或吸湿。

4.2　四分法缩分

用铲子或油灰刀将肥料在清洁、干燥、光滑的表面上堆成一圆锥形，压平锥顶，沿互成直角的二直径方向将肥料样品分成四等份，移去并弃去对角部分，将留下部分混匀。重复操作直至获得所需的样品量。

4.3　将 4.1 或 4.2 缩分后混合均匀的样品装入二个密封容器中密封，贴上标签并标明样品名称、取样日期、制样人姓名、单位名称或编号。一瓶作物理分析，一瓶经研磨后作化学分析。

5　样品研磨

将缩分样品用研磨器或研钵研磨至所有样品都通过 0.5 mm 孔径筛（对于湿肥料可通过 1 mm 孔径筛），研磨操作要迅速，以免在研磨过程中失水或吸湿，并要防止样品过热。对易吸湿样品应在干燥手套箱中进行。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

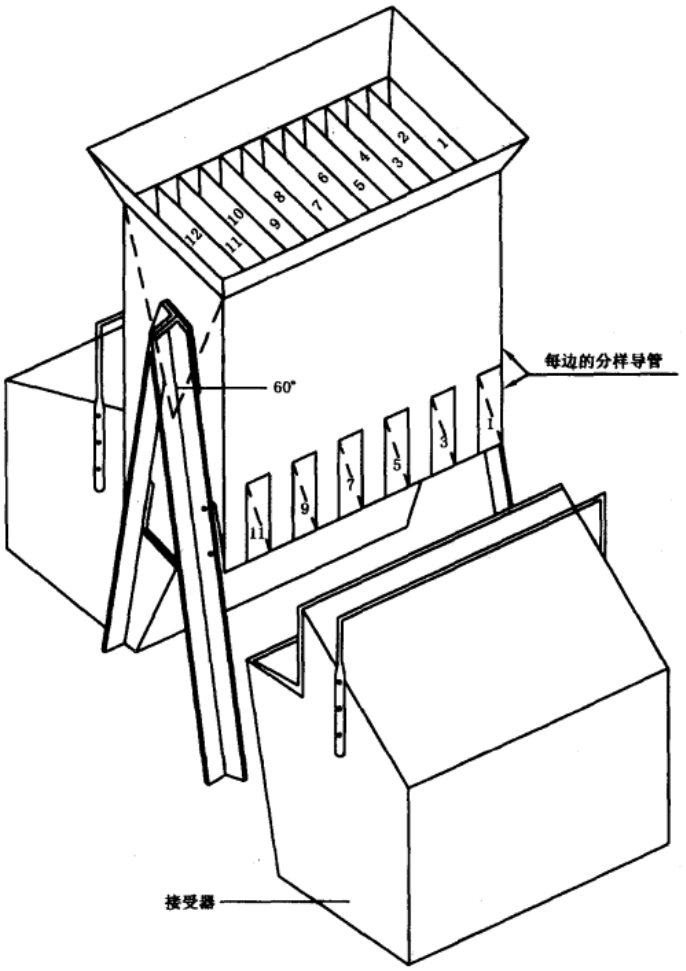


图 1 格槽缩分器

为使样品均匀，可将全部研磨后样品放在可折卷的釉光纸片上或光滑油布片上，按不同方向慢慢滚动样品直到充分混匀为止。将样品放入密闭的广口容器中，样品放入后，容器应留有一定空间。密封，贴上标签并标明样品名称、取样日期、制样人姓名、单位名称或编号。

中 华 人 民 共 和 国

国 家 标 准

GB 2547—81
（1989年确认）

塑料树脂取样方法

本标准旨在指导抽样检验时如何从一批塑料树脂产品中抽取部分产品组成有代表性样本，它利用数理统计原理确定样本大小，并用随机的方法抽取。

一、样本大小的确定

1. 为了使由样本得到的产品总体质量平均值的估计值能满意地反映总体的真实情况，必须从总体中求取适量的抽样单位（即最小包装件）。样本大小可由下式求得：

$$n=(A\sigma_0/E)^2 \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中：n——样本大小，即抽样单位数；

σ_0——产品总体质量的标准差估计值；

E——由样本得到的产品总体质量平均值的估计值与用相同方法对每个抽样单位测量得到的产品总体质量平均值之间存在的最大允许误差；

A——概率系数，它表示从样本得到的产品总体质量平均值的估计值与对每个抽样单位测量得到的产品总体质量平均值之间存在的误差超过最大允许误差E的相应的概率。

由（1）式可变换为（2）式，有时使用起来更为方便：

$$n=(AV_0/e)^2 \qquad \cdots\cdots(2)$$

式中：$V_0=\sigma_0/\overline{X}$——产品总体质量的变差系数估计值；

$e=E/\overline{X}$——用$\overline{X}$的百分数表示的最大允许误差；

$\overline{X}$——产品总体质量平均值。

（1）σ_0或V_0的求取：

a. 根据同种产品的历史数据，分别用下式算出样本大小相等或相近的几批产品的样本的标准差或变差系数。

$$S=\sqrt{\Sigma(x_i-\overline{x})^2/n'-1} \qquad \cdots\cdots(3)$$

$$V'=S/\overline{x} \qquad \cdots\cdots(4)$$

式中：S——批的样本的标准差；

x_i——单个测定值；

$\overline{x}$——单个测定值的算术平均数；

n'——批的样本大小；

V'——批的变差系数。

然后，再算出它们的平均值。

$\overline{S}=\sqrt{\Sigma S_i^2/l}$或$\overline{V}=\sqrt{\Sigma V'^2_i/l}$分别作为$\sigma_0$或$V_0$的估计值。

国 家 标 准 总 局 发布　　1 9 8 2 年 3 月 1 日 实施
中华人民共和国化学工业部 提出　　化工部晨光化工研究院等 起草

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

式中：l为批数。

注：在按a求取σ_0或V_0时，一般地讲，样本大小n'越大，批数l越大，则所得结果越准确，但在实际应用时，若n'数越大，则批数l可小些，若n'数越小，则批数l要大些。如n'大于20时，l取4～5即可。n'为10左右时，则l最好大于10。

b．若没有这样的历史数据可用时，则可按a中“注”的原则，着手资料的积累工作，以便估计出符合要求的σ_0或V_0。

必须定期地抽取足够的样本进行分别检验，以便不断地修正σ_0或V_0。

（2）最大允许误差E或e的确定。

最大允许误差E或e可根据需要和可能进行规定。

所谓“需要”是指对某项质量特性估计值所要求的准确度，这要根据该项质量特性对产品的应用所产生的影响大小来考虑。如某项质量特性的一点变化就会使产品转型，或对成型加工、制品应用，产生很大影响，则从样本得到的特性估计值的准确度就该高些，即E或e要规定得小些，反之E或e可规定得大些。

所谓“可能”是指对样本大小n进行测试所需要花费的人力物力是否合适而言。根据(1)或(2)式可知，样本大小n与最大允许误差E或e的平方成反比，若不必要地把E或e规定得太小，则n将会变得过大，花费的检验费用就很大，这往往是不经济的，所以如果对某一规定的E或e求出的n太大，则可调整E或e（将E或e增大，也即降低估计值的准确度）以求出较小的n。

总之，确定最大允许误差E或e时，所考虑的问题是在所要求的估计值准确度和要得到这样准确度的估计值所花的费用大小之间取得适当的平衡。

（3）概率系数A的确定。

概率系数可根据对结果所要求的可信区间来定。在工业生产上一般定为1.96就够了，这时从样本得到的产品总体质量平均值的估计值与对每个抽样单位测量得到的产品总体质量平均值之间，存在的误差超过最大允许误差E或e的概率为5％。相应于其它概率的A值，可根据需要，从正态分布表得到，例如：

系数	概率
3	3‰
2.58	1％
2	4.5％
1.64	10％

（4）对于塑料树脂产品来说，通常有几项质量特性，则可分别算出各项质量特性所需要的n数，然后取其中最大的一个作为检验批的样本大小。也可用与产品主要用途有关的关键性质量特性中变差系数最大的一个来计算n数。

二、样本的抽取——抽样单位的选定

2．根据(1)或(2)式计算得到的样本大小n要随机地从产品总体中选出，具体步骤可按下述两种方法之一进行：

（1）随机抽样法

a．将产品的抽样单位总数N，按一定（或生产）顺序连续编号，从1开始编到N。

b．利用随机数表，确定被抽取的抽样单位的号数（随机数表及其使用法参见附录一）。

（2）系统抽样法

a．把产品的抽样单位总数N用样本大小n除，取其商值的整数部分h为取样间隔。

b．在第1至第h个抽样单位中，随机地确定一个抽样单位，然后每隔h个抽样单位取一个样。

注：如果于放料口取样是方便的或产品处在移动过程中，则可采用系统抽样法。

三、取　　样

3．取样方法

从2（1）b或2（2）b确定的抽样单位中取样，所用的取样工具、取样方式应保证能取出该抽样单位中有代表性的样品，特别对那些在包装中或运输中会造成不均匀性的产品（如大小颗粒的分离、水分含量不一等）更要注意这一点。这时用大小合适的扦筒从不同部位（上、中、下、中心、外围等处）取样是适宜的。对于包装件中均匀的产品，勺状取样器是合适的。

4．取样量

（1）若取样目的只是要求得到产品总体质量平均值，则由各包装件中取出的样品可以混合试验。取出的样品总量至少应为做试验的需要用量的二倍。在每个选中的抽样单位中取出大体等量的样品混合均匀后，一分为二，一份送交试验，一份放在密封、不污染产品的容器中保存。每份都得注明产品名称、批号、生产日期、取样日期等。

（2）若取样目的是要求得到整批产品内各抽样单位间质量分散性情况，则取出的样品决不可混合，要分开单独试验，这时从每个抽样单位中取出的样品量应为做试验必须用量的二倍，分别混合均匀后，一分为二，一份送交试验，一份放在密封、不污染产品的容器中保存。每份都得注明产品名称、批号、生产日期、取样日期等。

（3）对用样量极少的试验，应从确定的抽样单位中取出几倍、几十倍于试验用量的样品（以能取出有代表性的样品为原则）。取出后，用锥形四分法均匀缩样（见附录二），直至取得合适的用量。有些颗粒料粒子较大，可在缩至一定程度后，用机械粉碎的方法，粉碎成小颗粒后，再行缩样，直至取得合适的用量为止。

注：机械粉碎时，注意不要使样品过热，以防降解。

5．对塑料树脂而言，求取质量平均值的情况较多，故在日常检验中，可进行混合试验。这时在产品传送过程中，或在产品包装过程中，用自动连续取样器进行连续取样也是合理的取样方法。但为了了解和掌握批内质量分散性的资料，则必须定期地抽取适当大小的样本进行分别试验。由此积累的分散性资料，可用于σ_0或V_0的求取及控制改进生产工艺。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

附录一

随机数表及在随机抽样中的用法

随机数表是由 0 到 9 的数字随机排列而成的。本附录中给出两页，每页有50×50＝2500个数字，排成50行（横）50列（纵，一个数字为一列），根据需要可把它当作任何位数来使用。

随机数表在随机抽样中的用法如下：

1. 决定页码。闭上眼睛把铅笔放在随机数表上，若笔尖落到的数字是奇数，则决定从第 1 页上取，若笔尖落到的数字是偶数，则决定从第 2 页上取。

2. 决定起点。闭上眼睛把铅笔放在随机数表上，用笔尖落到的二位数来决定行、以相同的做法来决定列（当笔尖落到的二位数是51—99或00时，则减去或加上50使之成为01—49或50）。

3. 前进方向。从 1 和 2 决定的第几页、第几行第几列出发，如果取的是一位或二位数（决定为起点的列是第一位数，其右边的一个为第二位数），则从左往右边取，到达右端时，移到下一行的左端，继续往右取；如果取的是三位以上的数，则从上往下取，到达下端时，移到下一列的上端继续往下边取。所取的位数取决于抽样单位总数N。

4. 取出的数小于N时，取原数，大于N时用N来除，取余数。按先后次序排列，去掉重复的数直至确定了n个数为止。这就是选中的抽样单位号数。

例：从批量为 200 个抽样单位的产品中要随机地取出10个样品，我们按 1 和 2 的方法决定从第 2 页第47行，第 7 列出发，取出的三位数是798，再从上往下取988、034、055、761、499、606、965、601、971、248、……经处理（用200除后的余数）得198、188、34、55、161、99、6、165、1、171、48……。其中没有重复的数，则前10个数便是选中的取样单位号数。

随机数表（第 1 页）

03 47 43 73 86	36 96 47 36 61	46 98 63 71 62	33 26 16 80 45	60 11 14 10 95
97 74 24 67 62	42 81 14 57 20	42 53 32 37 32	27 07 36 07 51	24 51 79 89 73
16 76 62 27 66	56 50 26 71 07	32 90 79 78 53	13 55 38 58 59	88 97 54 14 10
12 56 85 99 26	96 96 68 27 31	05 03 72 93 15	57 12 10 14 21	88 26 49 81 76
55 59 56 35 64	38 54 82 46 22	31 62 43 09 90	06 18 44 32 53	23 83 01 30 30
16 22 77 94 39	49 54 43 54 82	17 37 93 23 18	87 35 20 96 43	84 26 34 91 64
84 42 17 53 31	57 24 55 06 88	77 04 74 47 67	21 76 33 50 25	83 92 12 06 76
63 01 63 78 59	16 95 55 67 19	98 10 50 71 75	12 86 73 58 07	44 39 52 38 79
33 21 12 34 29	78 64 56 07 82	52 42 07 44 38	15 51 00 13 42	99 66 02 79 54
57 60 86 32 44	09 47 27 96 54	49 17 46 09 62	90 52 84 77 27	08 02 73 43 28
18 18 07 92 45	44 17 16 58 09	79 83 86 19 62	06 76 50 03 10	55 23 64 05 05
26 62 38 97 75	84 16 07 44 99	83 11 46 32 24	20 14 85 88 45	10 93 72 88 71
23 42 40 64 74	82 97 77 77 81	07 45 32 14 08	32 98 94 07 72	93 85 79 10 75
52 36 28 19 95	50 92 26 11 97	00 56 76 31 38	80 22 02 53 53	86 60 42 04 53
37 85 94 35 12	83 39 50 08 30	42 34 07 96 88	54 42 06 87 98	35 85 29 48 39
70 29 17 12 13	40 33 20 38 26	13 89 51 03 74	17 76 37 13 04	07 74 21 19 30
56 62 18 37 35	96 83 50 87 75	97 12 25 93 47	70 33 24 03 54	97 77 46 44 80
99 49 57 22 77	88 42 95 45 72	16 64 36 16 00	04 43 18 66 79	94 77 24 21 90
16 08 15 04 72	33 27 14 34 09	45 59 34 68 49	12 72 07 34 45	99 27 72 95 14
31 16 93 32 43	50 27 89 87 19	20 15 37 00 49	52 85 66 60 44	38 68 88 11 80
68 34 30 13 70	55 74 30 77 40	44 22 78 84 26	04 33 46 09 52	68 07 97 06 57
74 57 25 65 76	59 29 97 68 60	71 91 38 67 54	13 58 18 24 76	15 54 55 95 52
27 42 37 86 53	48 55 90 65 72	96 57 69 36 10	96 46 92 42 45	97 60 49 04 91
00 39 68 29 61	66 37 32 20 30	77 84 57 03 29	10 45 65 04 26	11 04 96 67 24
29 94 98 94 24	68 49 69 10 82	53 75 91 93 30	34 25 20 57 27	40 48 73 51 92
16 90 82 66 59	83 62 64 11 12	67 19 00 71 74	60 47 21 29 68	02 02 37 03 31
11 27 94 75 06	06 09 19 74 66	02 94 37 34 02	76 70 90 30 86	38 45 94 30 38
35 24 10 16 20	33 32 51 26 38	79 78 45 04 91	16 92 53 56 16	02 75 50 95 98
38 23 16 86 38	42 38 97 01 50	87 75 65 81 41	40 01 74 91 62	48 51 84 08 32
31 96 25 91 47	96 44 33 49 13	34 86 82 53 91	00 52 43 48 85	27 55 26 89 62
66 67 40 67 14	64 05 71 95 86	11 05 65 09 68	76 83 20 37 90	57 16 00 11 66
14 90 84 45 11	75 73 88 05 90	52 27 41 14 86	22 98 12 22 08	07 52 74 95 80
68 05 51 18 00	33 96 02 75 19	07 60 62 93 55	59 33 82 43 90	49 37 38 44 59
20 46 78 73 90	97 51 40 14 02	04 02 33 31 08	39 54 16 49 36	47 95 93 13 30
64 19 58 97 79	15 06 15 93 20	01 90 10 75 06	40 78 78 89 62	02 67 74 17 33
05 26 93 70 60	22 35 85 15 13	92 03 51 59 77	59 56 78 06 83	52 91 05 70 74
07 97 10 88 23	09 98 42 99 64	61 71 62 99 15	06 51 29 16 93	58 05 77 09 51
68 71 86 85 85	54 87 66 47 54	73 32 08 11 12	44 95 92 63 16	29 56 24 29 48
26 99 61 65 53	58 37 78 80 70	42 10 50 67 42	32 17 55 85 74	94 44 67 16 94
14 65 52 68 75	87 59 36 22 41	26 78 63 06 55	13 08 27 01 50	15 29 39 39 43
17 53 77 58 71	71 41 61 50 72	12 41 94 96 26	44 95 27 36 99	02 96 74 30 83
90 26 59 21 19	23 52 23 33 12	96 93 02 18 39	07 02 18 36 07	25 99 32 70 23
41 23 52 55 99	31 04 49 69 96	10 47 48 45 88	13 41 43 89 20	97 17 14 49 17
60 20 50 81 69	31 99 73 68 68	35 81 33 03 76	24 30 12 48 60	18 99 10 72 34
91 25 38 05 90	94 58 28 41 36	45 37 59 03 09	90 35 57 29 12	82 62 54 65 60
34 50 57 74 37	98 80 33 00 91	09 77 93 19 82	74 94 80 04 04	45 07 31 66 49
85 22 04 39 43	73 81 53 94 79	33 62 46 86 28	08 31 54 46 31	53 94 13 38 47
09 79 13 77 48	73 82 97 22 21	05 03 27 24 83	72 89 44 05 60	35 80 39 94 88
88 75 80 18 14	22 95 75 42 49	39 32 82 22 49	02 48 07 70 37	16 04 61 67 87
90 96 23 70 00	39 00 03 06 90	55 85 78 38 36	94 37 30 69 32	90 89 00 76 33

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

随机数表（第2页）

53 74 23 99 67	61 32 28 69 84	94 62 67 86 24	98 33 41 19 95	47 53 53 38 09
63 38 06 86 54	99 00 65 26 94	02 82 90 23 07	79 62 67 80 60	75 91 12 81 19
35 30 58 21 46	06 72 17 10 94	25 21 31 75 96	49 28 24 00 49	55 65 79 78 07
63 43 36 82 69	65 51 18 37 88	61 38 44 12 45	32 92 85 88 65	54 34 81 85 35
98 25 37 55 26	01 91 82 81 46	74 71 12 94 97	24 02 71 37 07	03 92 18 66 75
02 63 21 17 69	71 50 80 89 56	38 15 70 11 48	43 40 45 86 98	00 83 26 91 03
64 55 22 21 82	48 22 28 06 00	61 54 13 43 91	82 78 12 23 29	06 66 24 12 27
85 07 26 13 89	01 10 07 82 04	59 63 69 36 03	69 11 15 83 80	13 29 54 19 28
58 54 16 24 15	51 54 44 82 00	62 61 65 04 69	38 18 65 18 97	85 72 13 49 21
34 85 27 84 87	61 48 64 56 26	90 18 48 13 26	37 70 15 42 57	65 65 80 39 07
03 92 18 27 46	57 99 16 96 56	30 33 72 85 22	84 64 38 56 98	99 01 30 98 64
62 93 30 27 59	37 75 41 66 48	86 97 80 61 45	23 53 04 01 63	45 76 08 64 27
08 45 93 15 22	60 21 75 46 91	98 77 27 85 42	28 88 61 08 84	69 62 03 42 73
07 08 55 18 40	45 44 75 13 90	24 94 96 61 02	57 55 66 83 15	73 42 37 11 61
01 85 89 95 66	51 10 19 34 88	15 84 97 19 75	12 76 39 43 78	64 63 91 08 25
72 84 71 14 35	19 11 58 49 26	50 11 17 17 76	86 31 57 20 18	95 60 78 46 75
88 78 28 16 84	13 52 53 94 53	75 45 69 30 96	73 89 65 70 31	99 17 43 48 76
45 17 75 65 57	28 40 19 72 12	25 12 74 75 67	60 40 60 81 19	24 62 01 61 16
96 76 28 12 54	22 01 11 94 25	71 96 16 16 88	68 64 36 74 45	19 59 50 88 92
43 31 67 72 30	24 02 94 08 63	38 32 36 66 02	69 36 38 25 39	48 03 45 15 22
50 44 66 44 21	66 06 58 05 62	68 15 54 35 02	42 35 48 96 32	14 52 41 52 48
22 66 22 15 86	26 63 75 41 99	58 42 36 72 24	58 37 52 18 51	03 37 18 39 11
96 24 40 14 51	23 22 30 88 57	95 67 47 29 83	94 69 40 06 07	18 16 36 78 86
31 73 91 61 19	60 20 72 93 48	98 57 07 23 69	65 95 39 69 58	56 80 30 19 44
78 60 73 99 84	43 89 94 36 45	56 69 47 07 41	90 22 91 07 12	78 35 34 08 72
84 37 90 61 56	70 10 23 98 05	85 11 34 76 60	76 48 45 34 60	01 64 18 39 96
36 67 10 08 23	98 93 35 08 86	99 29 76 29 81	33 34 91 58 93	63 14 52 32 52
07 28 59 07 48	89 64 58 89 75	83 85 62 27 89	30 14 78 56 27	86 63 59 80 02
10 15 83 87 60	79 24 31 66 56	21 48 24 06 93	91 98 94 05 49	01 47 59 38 00
55 19 68 97 65	03 73 52 16 56	00 53 55 90 27	33 42 29 38 87	22 13 88 83 34
53 81 29 13 39	35 01 20 71 34	62 33 74 82 14	53 73 19 09 03	56 54 29 56 93
51 86 32 68 92	33 98 74 66 99	40 14 71 94 58	45 94 19 38 81	14 44 99 81 07
35 91 70 29 13	80 03 54 07 27	96 94 78 32 66	50 95 52 74 33	13 80 55 62 54
37 71 67 95 13	20 02 44 95 94	64 85 04 05 72	01 32 90 76 14	53 89 74 60 41
93 66 13 83 27	92 79 64 64 72	28 54 96 53 84	48 14 52 98 94	56 07 93 89 30
02 96 08 45 65	13 05 00 41 84	93 07 54 72 59	21 45 57 09 77	19 48 56 27 44
49 83 43 48 35	82 88 33 69 96	72 36 04 19 76	47 45 15 18 60	82 11 08 95 97
84 60 71 62 46	40 80 81 30 37	34 39 23 05 38	25 15 35 71 30	88 12 57 21 77
18 17 30 88 71	44 91 14 88 47	89 23 30 63 15	56 34 20 47 89	99 82 93 24 98
79 69 10 61 78	71 32 76 95 62	87 00 22 58 40	92 54 01 75 25	43 11 71 99 31
75 93 36 57 83	56 20 14 82 11	74 21 97 90 65	96 42 68 63 86	74 54 13 26 94
38 30 92 29 03	06 28 81 39 38	62 25 06 84 63	61 29 08 93 67	04 32 92 08 09
51 29 50 10 34	31 57 75 95 80	51 97 02 74 77	76 15 48 49 44	18 55 63 77 09
21 31 38 86 24	37 79 81 53 74	73 24 16 10 33	52 83 90 94 76	70 47 14 54 36
29 01 23 87 88	58 02 39 37 67	42 10 14 20 92	16 55 23 42 45	54 96 09 11 06
95 33 95 22 00	18 74 72 00 18	38 79 58 69 32	81 76 80 26 92	82 80 84 25 39
90 84 60 79 80	24 36 59 87 38	82 07 53 89 35	96 35 23 79 18	05 98 90 07 35
46 40 62 98 82	54 97 20 56 95	15 74 80 08 32	16 46 70 50 80	67 72 16 42 79
20 31 89 03 43	38 46 82 68 72	32 14 82 99 70	80 60 47 18 97	63 49 30 21 30
71 59 73 05 50	08 22 23 71 77	91 01 93 20 49	82 96 59 26 94	66 39 67 98 60

附录二

锥形四等分均匀缩样法

本方法可用来均分样品，把样品量均匀地缩小到所需要的最少量为止，具体方法如下：

1. 把混合均匀的样品倒在一块干净的布或光滑的纸上。

2. 用铲子把样品铲成一堆，形成一个锥形，每一铲都要从锥底铲起，倒到锥顶上，让物样沿圆锥四周均匀流下。

3. 用一块干净的平板把锥顶压平，成一个圆台，直到圆台的高度为圆锥高度的四分之一。

4. 用一根干净的直尺，把圆台形的样品，通过其中心平分成四份。

5. 随机地舍去相对的二份，把留下的二份合起来，重复上述操作，直到获得所需要的样品量为止。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

中华人民共和国国家标准

UDC 678.073:678
.027.72:620
.11
GB 9352—88

热塑性塑料压塑试样的制备

Plastics—Compression moulding test specimens of thermoplastic materials

本标准参照采用国际标准 ISO 293—1986《塑料——热塑性材料的压塑试样》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了制备热塑性塑料压塑试样和制备可用于机械或冲压加工成试样的压塑片料所必须遵循的总的原则和步骤。

本标准的试验步骤不推荐用于热塑性增强塑料。

2 引用标准

GB 1800—79 公差与配合总论 标准公差与基本偏差

GB 1031—83 表面粗糙度参数及其数值

3 定义

为了本标准的实施，特应用以下定义：

3.1 模塑温度：预热和模塑期间在最接近模塑材料的区域测得的模具或压板的温度。

3.2 脱模温度：冷却结束时，在最接近模塑材料的区域测得的模具或压板的温度。

3.3 预热时间：在保持接触压力下，把模具内的材料加热到模塑温度所需要的时间。

3.4 模塑时间：在保持模塑温度下，施加全压的时间。

3.5 平均冷却速率(非线性)：以恒定冷流体进行冷却，用模塑温度和脱模温度之差除以将模具冷却至脱模温度所需的时间。平均冷却速率用℃/min 表示。

3.6 冷却速率：在一定温度范围内，用控制冷却流体的流速得到的恒定冷却速率。使每隔10 min 与规定的冷却速率的偏差不超过规定公差。冷却速率用℃/h 表示。

4 设备

4.1 模压机

模压机的合模力应能提供不低于10 MPa 的压力(合模力与施压方向模腔投影面积的比值)。在整个模塑期间，压力波动范围应在规定压力的10%以内。

对压板的要求：

a. 能加热到不低于240℃；

b. 能按5.3.2冷却方法表中给定的冷却速率冷却。

模具表面任何部位间的温差在加热时不超过±2℃，在冷却时不超过±4℃。当加热和冷却系统设置在模具内时，也应满足上述要求。

压板或模具的加热，可用高压蒸汽或通过适当管道系统传送的导热液或使用电加热元件进行；压板

中国石油化工总公司1988-04-06批准 1989-05-01实施

或模具的冷却，可用管道系统中的导热液（通常为冷却水）进行。急冷时（见5.3.2冷却方法表中方法C），需要用两台模压机，一台用于模塑加热，另一台用于冷却。

对于指定的冷却方法，导热液的流速应在模具内没有任何材料时通过试验预先定出。

模压机上下模板间中心处的温度能控制保持恒定。

4.2 模具

4.2.1 概述

使用不同类型模具制备的试样其特性也不相同。通常使用的模具有两种类型，即溢料式模具（见图1）和不溢式模具（见图2）。

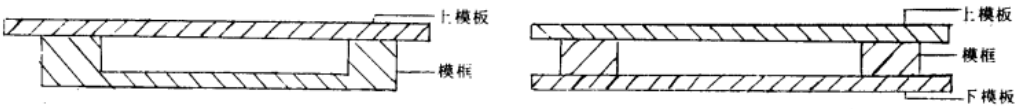


图 1 溢料式（“画框”）模具

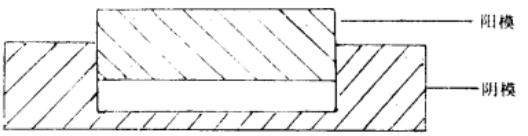


图 2 不溢式模具

溢料式模具适用于制备厚度相似或具有可比性的低内应力的试样或片料。

不溢式模具适合制备表面坚固平整、内部没有空隙的试样。

4.2.2 模具制作

模具要使用耐模塑温度和压力的材料制作。一般可用抗机械冲击并经热处理，其拉伸强度达到2 200 MPa的合金钢制作。在模塑聚氯乙烯材料的特殊情况下，推荐使用经过处理、其拉伸强度达到1 050 MPa的马氏体不锈钢制作。为了使试样表面平整光滑，模具与模塑材料接触的表面要抛光（推荐表面粗糙度为0.16 *Ra*，见GB 1031）。表面镀铬可以使试样易于取出。对于小尺寸的试样推荐有2°的锥度。

模具上可钻有盲孔，以便用热电偶或水银温度计在模塑材料附近测量温度。

根据模压机的性能，模具上也可装配类似于模压机压板上装配的内加热和内冷却系统。

4.2.3 类型

根据有关标准规定的试样类型和状态，使用相应的模具。

4.2.3.1 溢料式（“画框”）模具

溢料式模具由模框及上下模板组成（见图1），上、下模板厚度为1～2 mm。为便于脱模，模具可用抛光钢材或镀铬黄铜制成。为防止塑料粘到模板上，可在模板上覆上一层软质箔，如铝箔或聚酯膜。不允许使用脱模剂。

模框的厚度应与模塑片料的厚度相适应。模框的尺寸大小应能保证片料在被切割或机械加工成试样时，不使用片料周边宽20 mm的部分。

模塑片料时，可使用经济而简单的溢料式模具。使用这类模具时，多余的材料被挤出，在冷却时，模塑压力仅施加于模框上而不施加于材料上。由于模塑件在冷却时收缩，所以其中心部分的厚度要比边缘部分稍薄；直接模塑试样时，如果材料粘模而阻碍模塑件收缩时，会产生缩痕和空隙。为了避免这些缺陷的影响，建议从模压片料中心部分用机械或冲压加工来制取试样。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

4.2.3.2 不溢式模具

不溢式模具由一个或两个阳模和一个阴模座组成(见图2)。

使用不溢式模具时,在热压及冷却过程中,材料受到恒定的压力(摩擦力忽略不计)。在整个冷却期间,全部的模塑压力都施加在模塑材料上。所得模塑件的厚度,应力和密度取决于模具的结构、加料量的多少及模塑和冷却条件。在热压期间,由于材料受热熔融膨胀,以及模具存在间隙而造成物料损失。损失量的多少与选定的模塑温度、施加的压力、加压时间以及模具结构有关。

使用不溢式模具时,模塑件的力学性能取决于冷却时施加于材料的压力。

圆形模腔可正确引导阳模在阴模内移动,阴阳模之间的配合推荐使用 H7g6(见 GB 1800)。例如,直径为200 mm 的圆模腔间隙是15～90 μm。模具可装一个或几个脱模销以便于脱模。

不溢式模具可使用薄垫片来控制厚度,在冷压开始时应将薄垫片去掉。

5 操作步骤

5.1 模塑材料的准备

5.1.1 物料的干燥

如需对物料进行干燥,应按有关标准的规定或材料提供者的说明进行干燥,如果没有说明,则可在温度为70±2℃的烘箱内干燥24±1 h。

5.1.2 预成型

通常,用物料直接模塑能得到平整均匀的片料,如果物料需要均化时,可用热熔辊炼或混炼的预成型方法使其均化。为了不使聚合物降解,辊炼或混炼时物料的熔融状态不要超过5 min。

预成型片需在干燥密封的容器内贮存。

5.2 模塑

将压板或模具的湿度调节到有关标准规定的模塑温度。当温度恒定后,将称量过的材料(粒料或预成型片)放入模具中。如使用粒料,应将粒料铺平在模具里面,材料的量要足够在材料熔融后充满模腔。对溢料式模具允许有约10%的损失;对不溢式模具允许有约3%的损失。然后将模具置于模压机的下压板上。

闭合压板,在接触压力下对材料预热5 min,然后施加全压2 min,随即冷却(见5.3)。在预热和热压期间,温度波动允许在±5℃之内。

注:① 对厚度为2 mm 的试片,标准的预热时间是5 min。对较厚的模塑件预热时间应相应调整。

② 接触压力是指压机刚好闭合时不致使材料流动的最高压力。全压是指足够使材料成型并把多余的材料挤出的压力。

5.3 冷却

5.3.1 概述

对于某些热塑性塑料冷却速率影响其最终性能,本标准中规定了四种冷却方法(见5.3.2)。

冷却方法应同试片的最终物理性能一起说明,通常,在材料的有关标准中给出相应的冷却方法。如果未指定方法,可使用方法 B(见5.3.2)。

5.3.2 冷却方法

冷却方法见下表:

冷却方法表

冷 却 方 法	平均冷却速率 ℃/min	冷 却 速 率 ℃/h	备 注
A	10±5	—	—
B	15±5	—	—
C	60±30	—	急冷
D	—	5±0.5	缓冷

当采用急冷方法C时，应使用合适的工具迅速将模具从加热压机移到冷却压机上。

如果没有说明，脱模温度应低于40℃。

注：对制备没有任何内应力的试片或对以前准备好的片料热处理后缓冷时，推荐使用方法D。

6 模塑试样或片料的检验

在冷却后，取出模塑件，检验外观并检查是否符合规定的尺寸。如发现有缩痕、收缩孔或变色时，试样或片料应舍弃。

根据有关标准规定，确认没有降解或不需要的交联现象。

7 试验报告

试验报告应包括下列内容：

7.1 注明参照本标准。

7.2 试验日期。

7.3 试样尺寸及预期用途。

7.4 模塑材料的品种、牌号等。

7.5 模塑材料的准备：

a. 粒料或粉料的干燥条件；

b. 在制备预成型片时的加工条件。

7.6 模具和箔的类型。

7.7 模塑条件：

a. 预热时间；

b. 模塑温度、压力及时间；

c. 冷却方法；

d. 脱模温度。

7.8 试样状态。

7.9 其他现象。

附加说明：

本标准由全国塑料标准化技术委员会石化塑料树脂产品分会技术归口。

本标准由燕山石油化工公司树脂应用研究所负责起草。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

中华人民共和国国家标准

塑料多用途试样的制备和使用

GB 11997—89

Plastics—Preparation and use of multipurpose test specimens

本标准等效采用国际标准 ISO 3167—1983《塑料——多用途试样的制备和使用》。

多用途试样，直接或经过简单机械加工即可用于多种性能试验，其主要优点在于能使多种试验的全部试样均由同一模塑条件制备。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了塑料模塑材料用注射模塑或压缩模塑加工的多用途试样的技术要求。

本标准适用于以多用途试样测定多种力学性能和热性能。

2 引用标准

GB 1040 塑料拉伸试验方法

GB 1043 塑料简支梁冲击试验方法

GB 1633 热塑性塑料软化点(维卡)试验方法

GB 1634 塑料弯曲负载热变形温度(简称热变形温度)试验方法

GB 1843 塑料悬臂梁冲击试验方法

GB 2408 塑料燃烧性能试验方法 水平燃烧

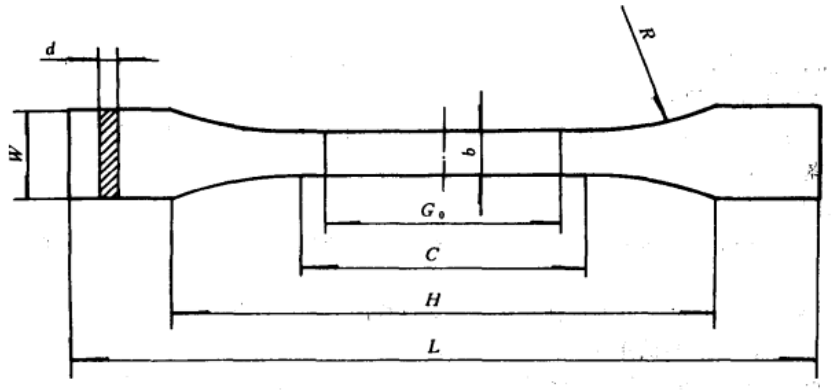
GB 3398 塑料球压痕硬度试验方法

GB 9341 塑料弯曲性能试验方法

3 试样

3.1 多用途试样尺寸规定如下图(单位：mm)。

国家技术监督局 1989-12-25 批准　　1990-11-01 实施



多用途试样

R—半径不小于 60；b—狭窄平行部分宽度 10±0.2；G_0—测量标距 50±0.5；C—狭窄平行部分长度 60±0.5；H—夹具间起始距离 115±5；L—总长不小于 150；W—端部宽度 20±0.2；d—厚度 4±0.2

3.2 所需的试样数量由各有关的塑料性能试验方法规定。

3.3 因为多用途试样与各种试验方法中所规定的标准试样之间有明显差别，所以使用多用途试样，应由有关双方商定。

3.4 多用途试样及其经机械加工试样应用项目见下表。

多用途试样及其经机械加工试样应用项目表 mm

应用项目	试样尺寸[1]		试验方法[1]
	$L \times W/b \times d$	$L_1 \times b \times d$[2]	
拉伸弹性模量	150×20/10×4		GB 1040
断裂/屈服拉伸应力	150×20/10×4		GB 1040
断裂/屈服拉伸伸长率	150×20/10×4		GB 1040
拉伸蠕变	150×20/10×4		附录 A 中 A1
弯曲弹性模量		80×10×4	GB 1042
断裂/屈服弯曲应力		80×10×4	GB 1042
悬臂梁冲击强度		60×10×4	GB 1843
简支梁冲击强度		60×10×4	GB 1043
球压痕硬度		80×10×4	GB 3398
环境应力开裂		80×10×4	附录 A 中 A2
热变形温度		110×10×4	GB 1634
维卡软化温度		10×10×4	GB 1633
塑料的燃烧性		>80×10×4	GB 2408

注：1）表中所用符号与试样图中符号相同。

2）L_1 为从多用途试样中截取的试样长度。

采用说明：

1）ISO 3167 中，试验方法为相应的 ISO 标准，与本标准中所采用的各试验方法有差异。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

4 试样制备

4.1 模塑

4.1.1 本标准应按附录 A 中 A3 推荐规定及有关产品标准规定的条件模塑，使用单模腔模具浇口的最小直径应至少等于试样的最小尺寸。

4.1.2 为保证所有试样处于相同状态，必须严格控制模塑条件。为使注塑试样获得可比的试验结果，必需商定模具浇口的统一位置。

4.2 机械加工

4.2.1 试样的机械加工应按附录 A 中 A4 推荐规定或双方的协议进行，试样的中部表面应保持模塑状态。

4.2.2 长度等于或小于 60 mm 的试样应从多用途试样的中间平行部分切取。

4.2.3 长度大于 60 mm 的试样，应从多用途试样的宽端部分机械加工到中间平行部分的宽度，其宽度不应小于中间平行部分，超过中间平行部分宽度的量不大于 0.2 mm。机械加工时，应注意避免损伤该部分的模塑表面。

4.2.4 用多用途试样横切成较短的试样时，应使短试样的中心与原来试样的中心相同。

5 试样制备报告

试样制备报告应包括下列各项：

a. 注明按照本国家标准；
b. 模塑材料的名称、规格及生产厂；
c. 使用的模塑方法及条件；
d. 预处理，包括退火与所产生的收缩(如果观察到的话)；
e. 使用的机械加工方法及条件；
f. 所得试样的最终尺寸；
g. 其他有关的情况；
h. 制备日期、制备人员。

附 录 A
推荐使用的国际标准目录
（补充件）

A1 拉伸蠕变试验方法参照 ISO 899—1981《塑料拉伸蠕变的测定》。

A2 环境应力开裂试验方法参照 ISO 4600—1981《塑料——环境应力开裂(ESC)的测定——球压法或针压法》。

A3 试样的制备参照 ISO 2557《塑料——无定形热塑性模塑料——具有一定收缩率试样的制备》。

A4 试样的机械加工参照 ISO 2818—1980《塑料——机械加工制备试样》。

附加说明：

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由全国塑料标准化技术委员会物理力学方法分会归口。

本标准由上海市塑料研究所负责起草。

本标准主要起草人黄尚元、龚志高。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

中华人民共和国国家标准

UDC 667.61

GB3186—82

1988 年确认

涂料产品的取样

Sampling paint products

本标准适用于色漆、清漆和有关产品的取样。目的是得到适当数量的代表性样品。对不适用于本标准的产品应按产品说明或供需双方商定的方法进行取样。

本标准参考下列ISO标准制订：

ISO 1512《色漆和清漆取样》；

ISO 1513《色漆和清漆试样的检查和制备》；

ISO 842《色漆和清漆用原材料取样》。

1 产品类型

A型：单一均匀液相的流体，如：清漆和稀释剂。

B型：两个液相组成的流体，如：乳液。

C型：一个或两个液相与一个或多个固相一起组成的流体，如：色漆和乳胶漆。

D型：粘稠状，由一个或多个固相带有少量液相所组成，如：腻子，厚浆涂料和用油或清漆调制的颜料色浆，也包括粘稠的树脂状物质。

E型：粉末状，如：粉末涂料。

2 盛样容器和取样器械

2.1 盛样容器

应采用下列适当大小的洁净的广口容器：

a. 内部不涂漆的金属罐；

b. 棕色或透明的可密封玻璃瓶；

c. 纸袋或塑料袋。

2.2 取样器械

2.2.1 取样器械应分别具有下述两种功效：

2.2.1.1 能使产品尽可能混合均匀。

2.2.1.2 取出确有代表性的样品。

2.2.2 材质与设计

取样器械应使用不和样品发生化学反应的材料制成。并应便于使用和清洗（应无深凹的沟槽、尖锐的内角，难于清洗和难于检查其清洁程度的部位）。

2.2.3 种类

2.2.3.1 搅拌器

a. 不锈钢或木制搅棒；

b. 机械搅拌器。

2.2.3.2 取样器（见附录A）

a. QYG-Ⅰ型取样管；

b. QYG-Ⅱ型取样管；

c. QYG-Ⅲ型取样管；

国家标准局1982－09－01发布

1983－05－01实施

d. QYG-Ⅳ型取样管；

e. QYQ-Ⅰ型贮槽取样器。

效果类似的取样器也可采用。

3 取样数目

产品交货时，应记录产品的桶数，按随机取样方法，对同一生产厂生产的相同包装的产品进行取样，取样数应不低于$\sqrt{\frac{n}{2}}$（n 是交货产品的桶数）。

取样数建议采用以下的数字。

表 1

交货产品的桶数	取样数
2～10	2
11～20	3
21～35	4
36～50	5
51～70	6
71～90	7
91～125	8
126～160	9
161～200	10
此后每增加50桶取样数增加1	

4 待取样产品的初检程序

4.1 桶的外观检查

记录桶的外观缺陷或可见的损漏，如损漏严重，应予舍弃。

4.2 桶的开启

除去桶外包装及污物，小心地打开桶盖，不要搅动桶内产品。

4.3 对A、B类流体状产品的初检程序

4.3.1 目测检查

4.3.1.1 结皮

记录表面是否结皮及结皮的程度，如：软、硬、厚、薄，如有结皮，则沿容器内壁分离除去，记录除去结皮的难易。

4.3.1.2 稠度

记录产品是否有触变或胶凝现象。

注：色漆和清漆的触变性和胶凝两者都呈胶冻状，但是触变性样品的稠度通过搅拌或摇动会明显降低，而胶凝的色漆和清漆经搅拌后稠度不能降低。

4.3.1.3 分层、杂质及沉淀物

检查样品的分层情况，有无可见杂质和沉淀物，并予记录。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

4.3.2 混合均匀

充分搅拌，使产品达到均匀一致。

4.4 对C、D类流体状产品及粘稠产品的初检程序。

4.4.1 目测检查

4.4.1.1 结皮

记录表面是否结皮及结皮的程度，如：硬、软、厚、薄，如有结皮，则沿容器内壁分离除去，记录除去结皮的难易。

4.4.1.2 稠度

记录产品是否假稠、触变或胶凝。

4.4.1.3 分层、沉淀及外来异物

检查样品有无分层、外来异物和沉淀，并予记录。沉淀程度分为：

a. 软；

b. 硬；

c. 干硬：用调漆刀切割结块时，使内部容易碎裂。

4.4.2 混合均匀

4.4.2.1 胶凝或有干硬沉淀不能均匀混合的产品，则不能用来试验。

4.4.2.2 为减少溶剂损失，操作应尽快进行。

4.4.2.3 除去结皮

如结皮已分散不能除尽，应过筛除去结皮。

4.4.2.4 有沉淀的产品

有沉淀的产品，可采用2.2.3.1的搅拌器械使样品充分混匀。有硬沉淀的产品也可使用搅拌器。在无搅拌器或沉淀无法搅起的情况下，可将桶内流动介质倒入一个干净的容器里。用刮铲从容器底部铲起沉淀，研碎后，再把流动介质分几次倒回原先的桶中，充分混合。如按此法操作仍不能混合均匀时，则说明沉淀已干硬，不能用来试验。

4.5 对E类粉末状产品初检程序

检查是否有反常的颜色、大或硬的结块和外来异物等不正常现象，并予记录。

4.6 初检报告

4.6.1 报告应包括如下内容：

a. 标志所列的各项内容；

b. 外观；

c. 结皮及除去的方式；

d. 沉淀情况和混合或再混合程序；

e. 其它。

5 取样

5.1 贮槽或槽车的取样

对A、B、C、D类产品，搅拌均匀后，选择适宜的取样器，从容器上部（距液面$\frac{1}{10}$处）、中部（距液面$\frac{5}{10}$处）、下部（距液面$\frac{9}{10}$处）三个不同水平部位取相同量的样品，进行再混合。搅拌均匀后，取两份各为0.2～0.4 l的样品分别装入样品容器中，样品容器应留有约5 %的空隙，盖严，并将样品容器外部擦洗干净，立即作好标志。

5.2 生产线取样

应以适当的时间间隔，从放料口取相同量的样品进行再混合。搅拌均匀后，取两份各为0.2～0.4 l

的样品分别装入样品容器中，样品容器应留有约5％的空隙，盖严，并将样品容器外部擦洗干净，立即作好标志。

5.3 桶（罐和袋等）的取样

按本标准规定的取样数，选择适宜的取样器，从已初检过的桶内不同部位取相同量的样品，混合均匀后，取两份样品，各为0.2～0.4 l分别装入样品容器中，样品容器应留有约5％的空隙，盖严，并将样品容器外部擦洗干净，立即作好标志。

5.4 粉末产品的取样

按本标准规定的取样数，选择适宜的取样器，取出相同量的样品，用四分法取出试验所需最低量的四倍。分别装于两个样品容器内，盖严，立即作好标志。

6 样品的标志和密封

6.1 标志

6.1.1 标志应贴在样品容器的颈部或本体上，应贴牢，并能耐潮湿及样品中的溶剂。

6.1.2 标志应包括如下内容：

a. 制造厂名；
b. 样品的名称、品种和型号；
c. 批号、贮槽号、桶号等；
d. 生产日期和取样日期；
e. 交货产品的总数；
f. 取样地点和取样者。

6.2 密封

样品容器应予密封。

7 样品的贮存和使用

样品应按生产厂规定条件贮存和使用。样品取出后，应尽快检查。

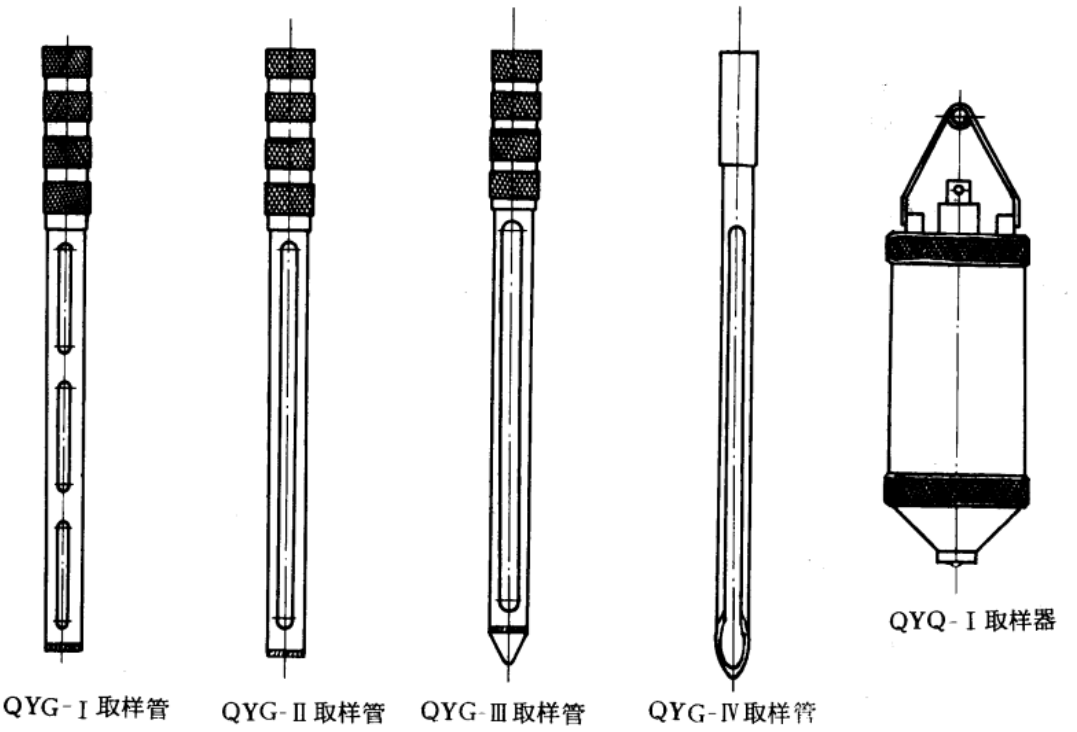
8 安全注意事项

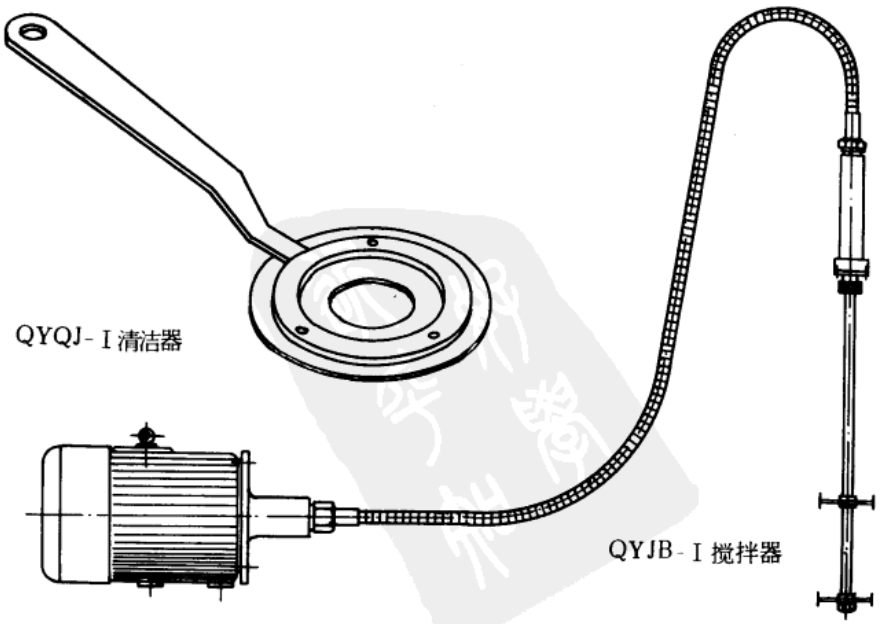
8.1 取样者必须熟悉被取产品的特性和安全操作的有关知识及处理方法。

8.2 取样者必须遵守安全操作规定，必要时应采用防护装置。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

附 录 A
五件取样器及搅拌器简图
（参考件）





附加说明：

本标准由全国涂料和颜料标准化技术委员会提出。

本标准由全国涂料和颜料标准化技术委员会第一工作组负责起草。

本标准主要起草人陆秀敏、杨文纬、潘英杰。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

前　言

本标准是根据国际标准 ISO 4661-1:1993《硫化橡胶或热塑性橡胶样品和试样的制备》中的第一部分物理试验对 GB 9865—88 进行修订的，在技术内容和编写规则上与之等同。根据 GB/T 1.1—1993 的规定，本标准增加了前言、保留了 ISO 前言、引言。

ISO 4661 在总标题下分为两部分，这次修订的标准采用其第一部分：物理试验。

本标准第二版主要在编辑方面进行修订并取代第一版(GB 9865—88)。

本标准自生效之日起，同时代替 GB 9865—88。

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由中华人民共和国化学工业部北京橡胶工业研究设计院归口。

本标准起草单位：化学工业部北京橡胶工业研究设计院。

本标准主要起草人：沈辉、梅凤国、张菊秀。

本标准首次发布日期：1988 年 7 月。

本标准委托化学工业部北京橡胶工业研究设计院负责解释。

ISO 前言

ISO(国际标准化组织)是各国家标准团体(ISO 成员团体)的世界性联合机构,制订国际标准的工作通常由 ISO 各技术委员会进行,凡对已建立的技术委员会项目感兴趣的成员团体均有权参加该技术委员会,与 ISO 有联系的政府和非政府的国际组织,也可参加此项工作。在电工技术标准化的所有方面,ISO 与国际电工技术委员会(IEC)紧密合作。

技术委员会采纳的国际标准草案,要发给各成员团体进行投票。作为国际标准出版时,要求至少有75%投票的成员团体投赞成票。

国际标准 ISO 4661-1 是由 ISO/TC 45 橡胶和橡胶制品技术委员会 SC2 物理和降解试验分技术委员会提出的。

本标准第二版主要在编辑方面进行修订并取代第一版(ISO 4661-1:1986)。

ISO 4661 由下列部分组成,并且冠以"硫化橡胶或热塑性橡胶——样品和试样的制备"的总标题。

第一部分:物理试验

第二部分:化学试验

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

ISO 引言

为了保证尽可能利用ISO中的有关试验方法，国际标准ISO 4661第一部分包括了许多关于物理试验用试样制备的重要因素。

本标准规定了调整试样厚度的程序。如果不能从成品上制备合适的试样，或需要测定胶料性能时，可用特制的模压胶片制备试样。使用特制模压胶片评定成品性能，关键是成品和胶片必须使用同一批胶料制备，并且有相同的硫化程度，这样从胶片上获得的测定结果才能验证成品性能。

本标准对从模压胶片或成品上制备试样用的裁刀也进行了规定。

中华人民共和国国家标准

硫化橡胶或热塑性橡胶 样品和试样的制备 第一部分：物理试验

GB/T 9865.1—1996
idt ISO 4661-1:1993

代替 GB 9865—88

Rubber, vulcanized or thermoplastic— Preparation of samples and test pieces— Part 1: Physical tests

1 范围

本标准第一部分规定了在执行其他橡胶物理试验用标准时，硫化橡胶或热塑性橡胶样品和试样的制备方法。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效，所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 2476—94 普通磨料代号

GB/T 2477—83 磨料粒度及其组成

GB/T 2479—83 白刚玉技术条件

GB/T 2484—94 普通模具 代号和标记

GB 2941—91 橡胶试样环境调节和试验的标准温度、湿度及时间(eqv ISO 471:1983 ISO 1826:1981

GB/T 5723—93 硫化橡胶或热塑性橡胶 试验用试样和制品尺寸的测定(eqv ISO 4648:1991)

3 试样厚度

试样厚度应符合有关试验方法的规定。除非从技术上考虑试样必须采用其他厚度，建议所有试验中用特制模压胶片制备的试样均采用下列厚度。

1 mm±0.1 mm

2 mm±0.2 mm

4 mm±0.2 mm

6.3 mm±0.3 mm

12.5 mm±0.5 mm

试样厚度应按 GB/T 5723 方法进行测量。

4 厚度调整

需要试验的样品，特别是成品，可能不具备第 3 章中规定的厚度要求，因此需要采用各种方法将厚度调整到前面所述的范围内。一般情况下厚度调整应在样品裁成试样前进行。

国家技术监督局 1996-10-28 批准　　1997-06-01 实施

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

4.1 除掉与橡胶粘合的织物

除掉织物时应避免使用会引起溶胀的液体，如果做不到，则可以使用一种低沸点的无毒液体，例如用异辛烷湿润接触面。为避免橡胶被过度拉伸，除掉织物过程中应小心夹住靠近分离点的橡胶，每次分离不应过多。

如果使用了液体则橡胶应停放，停放时间要足以使液体完全挥发，至少放置 16 h。

4.2 切割设备

当需要将厚橡胶片制备成薄胶片时，应使用 4.2.1 和 4.2.2 叙述的切割设备。

4.2.1 旋转刀设备

此设备参照工业生产用切片机，由电动或手动圆盘切割刀及可移动的切割台组成。切割台上装有可调节慢速供料装置，将橡胶送至切割作业线，并控制切片的厚度。此设备还应设有固定橡胶的夹紧装置。为便于切割操作，刀具需用稀释的洗涤液润滑。

4.2.2 切割机

此机参照工业生产用皮革切条机，可用于切割宽度约 50 mm，最大厚度约 12 mm 的胶条。机台上装有供料辊和能改变切割厚度的调整装置，切刀的刀刃要保持锋利。此机还设有从电缆外护胶上切割长条胶和其断面的辅助装置。

4.3 打磨设备

当需要修平除去织物后留下的印痕或切割后留下的波纹等不平整的表面时，应使用 4.3.1 或4.3.2 叙述的打磨设备。

4.3.1 砂轮

打磨装置包括一个装有电机驱动砂轮的打磨机。砂轮运行应平稳无振动，氧化铝或碳化硅磨面要平整锋利。打磨机应装有慢速供料装置，以便进行极轻微的磨削，避免橡胶过度生热。还应采用适当方法固定橡胶，防止橡胶横向移动，产生过度变形。

注：砂轮的直径为 150 mm，线速度为 10～12 m/s。砂轮型号 C-30-P-4-V 用于粗磨，C-60-P-4-V 用于细磨（见 GB/T 2476，GB/T 2477，GB/T 2479，GB/T 2484）。

第一次磨削时的最大磨削深度不得超过 0.2 mm，连续磨削应逐渐减小打磨厚度，避免过度生热。橡胶的平整部分不得打磨，要去掉较大厚度的橡胶应使用 4.2 叙述的切割设备。

4.3.2 挠性打磨带

此设备由上面固定有旋转形打磨带的电动转鼓或两个滑轮组成，其中一个由电动机传动，另一个可调整打磨带的张力和平行位移。打磨带由织物、纸或两者并用制作，表面粘有一层用防水树脂粘合的氧化铝或碳化硅磨料。应装有慢速供料和固定橡胶的装置，防止橡胶过度变形。

注：打磨带线速度为(20±5) m/s。

操作时，橡胶磨削厚度为零点几毫米比较合适。用这种方法比用 4.3.1 所述方法磨削时产生的热量要少得多。打磨可以靠着转鼓进行，也可靠着一个滑轮或靠着滑轮之间绷紧的打磨带进行。

5 试样调节

试样厚度按照第四章中推荐的任何一种方法调整后，应在 GB 2941 规定的标准温度下至少调节 16 h。

6 试样裁刀

6.1 裁刀设计

应根据试验样品的厚度和硬度变化选用不同结构和型号的裁刀。裁薄材料时应使用 6.1.1、6.1.2 或 6.1.3 叙述的冲切或旋转裁刀。裁切 4 mm 以上的较厚样品时，为减轻裁切过程中因样品压缩引起的切边凹陷程度，最好使用 6.1.3 叙述的旋转裁刀。这些裁刀不适用于硬质橡胶，硬质橡胶应使用金属加

工设备。

固定刀刃裁刀的刃口设计如图 1 所示。

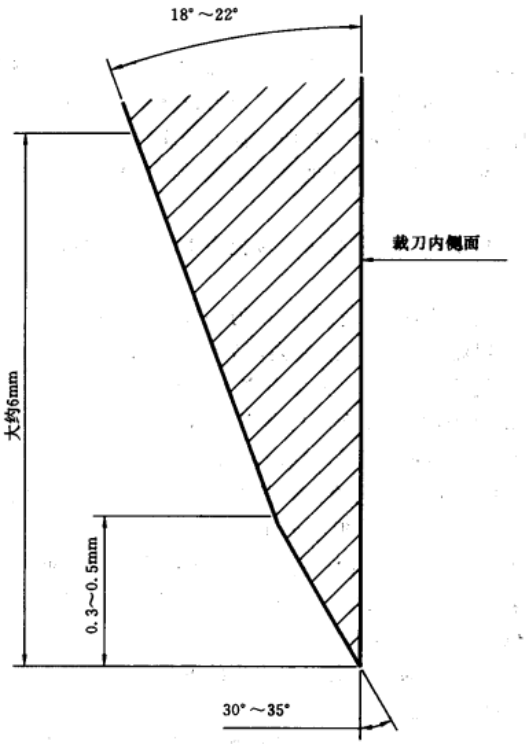


图 1　裁刀的刃口

6.1.1　固定刀刃的裁刀

这种裁刀应使用优质工具钢整体制造，也可采用拼装结构。裁刀可以设计成一次能够冲切一个或多个试样，裁刀结构应具有足够的刚度防止裁切时变形。裁刀装有顶出装置以便取出试样。这种顶出装置的设计应适于裁切厚度在 4.2 mm 以下的样品。如果没有装有顶出装置应有从裁刀后部通至刃口的通道，以便操作人员在不损伤刃口的情况下取出试样。

为保证试样断面光滑，刃口的保养如 6.2 所述。

6.1.2　可换刀片裁刀

这种裁刀使用磨刃的高碳钢条，如单刃刀片，其柔韧性足以满足裁刀的形状要求，刀片与裁刀形状要相吻合，并能牢固地装在刀体上。

刀体要有足够的厚度用以支撑裁切刀片，刀片通常伸出表面不超过 2.5 mm。裁刀应装有顶出装置以便取出试样。顶出装置的设计应适于裁切厚度在 2.2 mm 以下的样品。如果没装有顶出装置，则应有从裁刀后部通至刃口的通道，以便操作人员在不损伤刃口的情况下取出试样。应经常对刀片进行检查，确保裁刀裁切时，特别是裁切高硬度模压胶片时刀片不发生变形。

6.1.3　旋转裁刀

将环形或弧形裁刀固定在与钻床连接的刀架上，在裁切过程中应有固定样品的装置，这个装置包括安装到刀架上的压脚，用于固定样品中心部分的柱塞和中心孔尺寸大于裁切尺寸的金属压板，或者是可在样品下面施加负压的真空夹具。应设置在裁切过程中向样品表面提供润滑剂的装置。为了得到环形

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

试样的垂直切口，应采用内外环同时裁切。裁刀的行程应充分满足被裁切样品厚度的要求。弧形裁刀的前沿有一定角度并要磨锋利，以利于切入样品。应装有对裁切过程能进行检查的透明罩，也可采用让样品与固定裁刀相对旋转的其他设备。

6.2 裁刀的保养

应经常维护和保养裁刀的刃口，因为刃口变钝、崩刃或卷刃都会使试样带有缺陷，影响试验结果。裁刀不使用时刃口部位应放置在柔软的海绵胶上，或者使刃口部位不与任何表面接触。

裁刀应贮存在干燥的环境中并涂上防护油，防止裁刀被腐蚀。

使用时应保护刃口，在样品下边垫上软硬适宜的覆胶带或优质纸板保护刃口不受损伤。刃口应定期研磨以保持锋利。

当需要大的研磨时，首先用安装在通用磨床上直径为 12.5 mm 的碳化硅磨石研磨。

准备 4 种磨石：

A 种，具有与磨石轴垂直的平整面用以打磨与裁刀底部平行的刃口；

B 种，直径小到足以安装到裁刀刃口内侧，使内侧表面垂直于通过刃口端点确定的平面；

C 种，具有 36°至 44°角的锥形端，可以在刃口上产生 18°至 22°角；

D 种，具有 60°至 70°角的锥形端，可以在刃口上产生 30°至 35°角。

把每种磨石安装到机器上并用砂轮打磨，对磨石进行整形。

沿着机器加工台移动裁刀，依次接触各个旋转的磨石，使裁刀重新磨锐。

使用 A 种磨石直到裁刀整个刃口上出现小平面。

接着使用 B 种磨石精磨裁刀内侧垂直面（见图 1），裁刀的宽度及其他外形尺寸不得超出公差。

然后使用 C 种磨石直至刃口整个长度上出现宽度均匀，非常窄的平面。

最后使用 D 种磨石，要保证刃口宽度均匀。

这些操作完成后用手工磨刃口，除去沿着刃口出现的羽状毛刺。

裁刀磨锐后用工具显微镜对关键尺寸进行测量。

注：裁刀刃口的保养是十分重要的。可以用磨石经常轻轻地研磨和修整刃口，并通过一系列试验后试样的断裂点来评价刃口的状况。当把断裂的试样从试验机的夹持器上取下时，检验试样是否有总在同一点，或接近同一点上出现断裂的趋势，如果有这一趋势，表明刃口在这个特定部位上可能变钝，有缺口或卷刃。

6.3 裁切润滑

用稀释的洗涤液对裁刀或样品表面进行润滑。使用润滑剂后应注意擦干金属表面，防止刃口锈蚀。当润滑剂在旋转裁刀上使用时，由于液体会从裁刀下溅射出来，因此需要加防护罩。

中华人民共和国国家标准

天然、合成生胶取样及制样方法

GB/T 15340—94
ISO 1795：1992

Rubber, raw, natural and synthetic—
Sampling and further preparative procedures

本标准等同采用国际标准 ISO 1795：1992《天然、合成生胶取样及制样方法》。

1 范围

本标准规定了成包、成块及袋装生胶的取样方法，同时规定了由所取胶样制备理化测试试样的操作步骤。

2 引用标准

GB/T 1232 未硫化橡胶门尼粘度的测定
GB 6038 橡胶试验胶料的配料、混炼和硫化设备及操作程序
GB 6378 不合格品率计量检查抽样程序及图表
GB/T 6737 合成生胶挥发分含量的测定
GB/T 8087 天然生胶挥发分含量测定法
GB/T 9869 橡胶胶料硫化特性的测定(圆盘振荡硫化仪法)

3 术语

本标准采用以下术语，其中“包”均包含“块”和“袋”(屑状、粉末状及片状胶均为袋装)。

3.1 批：品级和批号相同的全体胶包。
3.2 样品：抽选出代表批的一组胶包。
3.3 实验室样品：取自一个样品胶包并代表该胶包的胶样。
3.4 实验室混合样品：将各实验室样品等量混合制成的代表样品的胶样。
3.5 试料：取自实验室样品或实验室混合样品用于测试(包括试样制备)的胶样。
3.6 试样：取自试料用于某项测试的胶样。

4 抽样方法

样品的包数越多，样品对批的代表性越强。但在多数情况下要从实际考虑规定一个合理的限度。随机抽选的胶包数应当由供需双方商定；如果可行，可从 GB 6378 选一个统计抽样方案。

5 实验室样品的选取

实验室样品按下面推荐的方法从选出的各胶包选取：从胶包上去掉外层包皮、聚乙烯包装膜、胶包涂层或其他表面物；垂直于胶包最大表面切透两刀且不得用润滑剂；从胶包中部取出一整块胶。做仲裁检验应按此法取样；实验室样品也可从胶包任何方便的部位选取。

根据所要测试的项目，每个实验室样品的总量定为 600～1 500 g。如果橡胶为屑状或粉末状，应从胶袋随机取出相同重量的胶样。

国家技术监督局 1994-12-22 批准　　1995-09-01 实施

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

实验室样品如不马上进行测试，则应放入容积不超过样品体积两倍的防潮容器或包装袋中备验。

注：表层如被滑石粉或其他隔离剂沾污可以去掉。

6 取样报告

取样报告应包括以下内容：

a. 鉴别样品所需全部细节，如批标记；

b. 胶型及品级；

c. 组成批的胶包或胶袋数量及类别；

d. 样品的胶包或胶袋数量；

e. 与本标准不同之处。

7 测试

每个实验室样品要单独测试、单独提出报告。

注：做质量检验时可用实验室混合样品测定化学性质和硫化特性。

8 试料制备

炼胶均采用符合 GB 6038 的开炼机。

8.1 天然橡胶

称取实验室样品，精确至 0.1 g，将开炼机辊距调至 1.3±0.15 mm；辊温保持在 70±5℃，过辊 10 次使实验室样品均匀。第 2～9 次过辊时，将胶片打卷后把胶卷一端放入辊筒再次过辊，散落的固体全部混入胶中；第 10 次过辊后下片，将胶片放入干燥器冷却后重新称量，精确至 0.1 g。

注：均匀化过程有挥发性组分损失，因而可用质量的初值和终值计算挥发分（见 GB/T 8087 烘箱法）。如果不立刻测挥发分，则将均匀化胶样放入容积不超过其体积两倍的密闭容器或用两层铝箔包紧备验。

8.1.1 化学和物理测试

从均匀化实验室样品剪取试样，按具体测试项目的要求分配试料。各项测试均按相应国家标准进行，挥发分含量按 GB/T 8087 规定的烘箱法测定。

8.1.2 门尼粘度

取 30～40 g 均匀化胶样按 GB/T 1232 测门尼粘度。

8.1.3 硫化特性

按 GB 6038 和附录 B 规定方法用均匀化胶样测定硫化特性。

8.2 合成橡胶

8.2.1 化学物理测试

从实验室样品剪取 250±5 g 试料（如果是屑状胶或粉末胶，则随机取出相同重量的试料），按 GB/T 6737规定的热辊法测挥发分含量。从测过挥发分的胶样取料进行规定的化学试验。

有些橡胶用热辊法会粘辊，如发生这种情况改用 GB/T 6737 烘箱法。即使采用烘箱法测挥发分含量，在进行化学测试前仍需用热辊法干燥胶样。如果做不到这一点，则直接从实验室样品取试料。

注：如果按第 7 章注的步骤测试，则将测过挥发分的各胶样按 8.2.2.2 规定的步骤混合制成 250±5 g 的实验室混合样品。

8.2.2 门尼粘度

8.2.2.1 直接法（优先采用）

从实验室样品剪取厚度适宜的试料，按 GB/T 1232 测定门尼粘度。试料应尽可能不带空气，以免夹带的空气附在转子和模腔表面。屑状或粒状胶应均匀分布在转子上下。

8.2.2.2 过辊法

有时在测试前需用开炼机将胶压实(见 8.2.2.2 条注),对某种特定的橡胶,相应的评价方法将规定是否采用过辊法,过辊应按下列步骤进行:

从实验室样品取约 250±5 g 试料,将开炼机辊距调至 1.4±0.1 mm,辊筒表面温度保持在 50±5℃,将试料过辊 10 次(注意下面对顺丁胶、三元乙丙胶、氯丁胶和某些丁腈胶作了特别规定)。在第 2～9 次过辊时,将胶片对折,第 10 次过辊后不对折直接下片,随后按 GB/T 1232 测门尼粘度。

顺丁胶(BR)、三元乙丙胶(EPDM):辊筒表面温度为 35±5℃。

氯丁胶(CR):辊筒表面温度为 20±5℃,辊距为 0.4±0.05 mm 过辊二次。

某些丁腈胶(NBR):辊距为 1.0±0.1 mm,辊筒表面温度为 50±5℃。

注:在以下情况需采用"过辊法":

a. 橡胶多孔或极不均匀;

b. 橡胶粘度过高;

c. 半成品胶粉;

d. 炭黑母炼胶。

过辊法测出的门尼粘度值与直接法测出的可能有差异,此外过辊法的测定结果再现性较差。

8.2.3 硫化特性

从实验室样品剪取试料(如为屑状或粉末状胶,则随机取料),按与被测胶相应的评价方法测定硫化特性。

如按第 7 章注的步骤,则从各实验室样品取足胶样,以混炼程序初始操作步骤制备适量混合实验室样品。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

附 录 A
天然橡胶鉴定程序
（补充件）

A1 范围

本附录规定了生胶的物理和化学试验方法以及评价天然橡胶(NR)硫化特性用的标准材料、标准试验配方、设备和加工方法。

A2 引用标准

GB/T 528 硫化橡胶和热塑性橡胶拉伸性能的测定
GB 2941 橡胶试样环境调节和试验的标准温度、湿度及时间
GB/T 3510 生胶和混炼胶的塑性测定 快速塑性计法
GB 6038 橡胶试验胶料的配料、混炼和硫化 设备及操作程序
GB/T 8085 天然生胶 灰分含量的测定法
GB/T 8086 天然生胶 挥发物含量的测定法

A3 取样和制样方法

A3.1 应当采用本标准所述方法制备质量约 1 500 g 的实验室样品。
A3.2 试料制备应符合本标准的规定。

A4 生胶的物理和化学试验

A4.1 门尼粘度

按照 GB/T 1232 的规定测定按 A3.2 条规定所制备试样的门尼粘度。记录 ML(1+4)100℃的结果。

A4.2 挥发分

按照 GB/T 8086 的规定用烘箱法测定按 A3.2 条规定所制备试样的挥发分含量。

A5 试验胶料的制备

推荐用三种配方：

a. 天然橡胶硫化特性对比试验用两种非炭黑填充纯胶配方。

b. 天然橡胶硫化特性对比试验用填充炭黑胶料配方。

注：它也可用于异戊胶(IR)的对比试验。

A5.1 标准试验配方

标准试验配方列于表 A1。

原材料应为表 A1 中所示的 NIST 标准参比材料或其他相当的国家标准参比材料。

表 A1 标准试验配方

原材料	NIST 标准参比材料	质量份数		
		配方 1 ACSI	配方 2 TBBS	配方 3 填充炭黑
天然橡胶	—	100.00	100.00	100.00
氧化锌	370	6.00	6.00	5.00
硫黄	371	3.50	3.50	2.25
硬脂酸	372	0.50	0.50	2.00
油炉法炭黑(HAF)[1]	IRB	—	—	35.00
MBT[2]	383	0.50	—	—
TBBS[3]	384	—	0.70	0.70
		110.50	110.70	144.95

注：1) 可以使用 NBS378 代替目前的工业参比炭黑，但所得结果可能稍有不同。

2) 2-巯基苯并噻唑。

3) N-叔丁基-2-苯并噻唑次磺酰胺。这种促进剂应为粉状，初始的醚或乙醇不溶物含量不得超过 0.3%。这种材料应在室温、密闭容器内贮存，每隔 6 个月检查一次醚或乙醇不溶物的含量。如果发现不溶物含量超过了 0.75%，则材料应废弃或重结晶。

A5.2 程序

A5.2.1 设备和程序

配料、混炼和硫化的设备及操作程序应符合 GB 6038 的规定。混炼过程中开炼机辊筒表面温度应始终保持 70±5℃。生胶应按照本标准的规定均化。

A5.2.2 配方 1 和 2(纯胶胶料)的混炼程序

A5.2.2.1 生胶在辊距为 0.2 mm 的辊筒间通过两次，不包辊。

A5.2.2.2 将辊距调至 1.4 mm，使生胶包辊。包辊胶平滑后，将辊距调至 1.8 mm。持续时间 4 min。

A5.2.2.3 加氧化锌、硬脂酸、硫黄和 MBT 或 TBBS。持续时间 4 min。

A5.2.2.4 从开炼机每一侧，进行 3 次 3/4 割刀。持续时间 3 min。

A5.2.2.5 从开炼机上取下胶料。将辊距调至 0.8 mm，让打卷胶料从一端送入过辊 6 次。持续时间 2 min。

以上总计时间 13 min。

A5.2.2.6 核对胶料质量(见 GB 6038)。如批料质量与理论值之差超过 0.5%，则废弃该批料并重新进行混炼。

A5.2.2.7 从批料上割取足量胶料进行硫化仪试验，如果需要，按照 GB/T 1232 的规定测定未硫化胶料的门尼粘度。将胶料压成约 2.2 mm 厚的胶片，用于制备试验用胶片，或压成适当厚度的胶片，用于制备 GB/T 528 环形试样。

A5.2.2.8 混炼后胶料在硫化前应调节 2～4 h，如果可能应在 GB 2941 规定的标准温度和湿度下调节。

A5.2.3 用母炼胶混炼配方 1 和 2(纯胶胶料)的混炼程序

促进剂、硫黄或填充剂可以混入胶中制成母炼胶。这种工艺除便于操作外，还可改善配合剂混入的精度。

制备母炼胶和纯胶试验胶料的程序见附录 B。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

A5.2.4 配方3(填充炭黑胶料)的混炼程序

A5.2.4.1 将生胶加到辊距为0.5 mm的开炼机上,塑炼至获得平滑的包辊胶和滚动积胶为止。

塑炼后,按照GB/T 3510的规定测定快速塑性值。快速塑性值不得超过45,此值约相当于按GB/T 1232规定测定的70个门尼粘度值。混炼过程如下:

a. 将开炼机辊距调至1.4 mm,使塑炼胶包辊。持续时间1 min。

b. 加入硬脂酸,在开炼机每一侧进行一次3/4割刀。持续时间1 min。

c. 加入氧化锌和硫黄,在开炼机每一侧进行一次3/4割刀。持续时间2 min。

d. 在整个辊筒上均匀地加入炭黑。在约混入二分之一炭黑后,将辊距调至1.9 mm,在开炼机每一侧进行一次3/4割刀,然后加入其余炭黑。所有炭黑都加入后,在开炼机每一侧进行一次3/4割刀。要确保把落入落料盘中的炭黑加到胶料里。持续时间10 min。

e. 加入TBBS,在开炼机每一侧进行三次3/4割刀。持续时间3 min。

f. 从开炼机上取下胶料。将辊距调至0.8 mm,使打卷胶料水平地通过辊筒6次。持续时间3 min。

以上总计时间20 min。

A5.2.4.2 核对胶料质量,如胶料质量与理论值之差超过0.5%,则废弃该批料并重新进行混炼。

A5.2.4.3 从胶料上割取足量胶料进行硫化仪试验,如果需要,则按照GB/T 1232的规定测定未硫化胶料的门尼粘度。将胶料压成约2.2 mm厚的胶片,用于制备试验用胶片,或压成适当厚度的胶片,用于制备环形试样。

A5.2.4.4 混炼后的胶料硫化前应调节2～24 h,如果可能,应在GB 2941规定的标准温度和湿度下调节。

A6 用硫化仪评价硫化特性

按照GB/T 9869的规定,测定下列试验参数:M_L,M_{HR},t_{si},$t'_{c(50)}$,$t'_{c(90)}$。

使用的试验条件如下:

振荡频率 1.7 Hz(100 r/min)

振荡弧度 1°

选择量程 应选择在M_{HR}时至少能达到全量程的75%

模腔温度 160±0.3℃

预热时间 无

A7 硫化胶拉伸性能的评估

分别将胶片在140℃下硫化20、30、40和60 min。将硫化胶片在GB 2941规定的标准温度和湿度下调节16～96 h。按照GB/T 528的规定测量硫化胶拉伸性能。

A8 试验报告

试验报告应包括下列内容:

a. 引用本标准的说明。

b. 鉴定样品所需的全部详情。

c. 所用的标准试验配方。

d. 所用的参比材料。

e. 测定挥发分含量所用的方法。

f. 达到A6中M_{HR}的时间。

g. A6中所用的硫化仪试验(GB 9869)。

h. 测定过程中出现的异常情况。

i. 未包括在本标准或引用标准内的操作步骤以及任选操作步骤，例如是否使用了母炼胶。

j. 试验结果和表达结果使用的单位。

k. 试验日期。

附 录 B
使用母炼胶制备纯胶胶料的程序
（补充件）

B1 母炼胶配方

制备母炼胶的生胶质量应与所测试的生胶类似。所用配合材料的重量比例见表 B1。

表 B1

母炼胶	促进剂 M	硫 黄	促进剂 NS
原材料	质 量 份 数		
天然橡胶	100	100	100
氧化锌	120	120	100
硬脂酸	10	10	40
促进剂 M	20	—	—
促进剂 NS	—	—	28
硫黄	—	140	—
总计	250	370	268

B2 试验胶料配方

试验胶料的成分见表 B2。

表 B2

	质 量 份 数	
	ASC1	促进剂 NS
试验生胶	95.00	95.00
促进剂 M 母炼胶	6.25	—
促进剂 NS 母炼胶	—	6.45
硫黄母炼胶	9.25	9.25
总计	110.50	110.70

B3 用开炼机混炼程序的母炼胶制备

混炼过程中用自来水使开炼机辊筒保持冷却，混炼过程如下：

a. 将辊距调至 0.6 mm，使生胶包辊并进行塑炼。操作时间 1 min。

b. 加氧化锌、硬脂酸以及促进剂 M 或 NS 或硫黄。逐渐加大辊距以保持滚动积胶。当约加入 80% 原材料时（辊距约为 1.0 mm），从辊筒每一侧进行一次 3/4 割胶。操作时间 2 min。

c. 混入剩余原材料，当粉料全部吃尽后，从辊筒每一侧进行 3/4 割胶，直至分散完全均匀。操作时

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

间 5 min。

以上总操作时间 8 min。

d. 从开炼机上割下母炼胶并检查总质量。

e. 用环境温度的自来水将辊筒冷却至 27±5℃。

f. 将辊距调至尽量小的间隙，将母炼胶通过辊筒碾压 3 次，每次过辊时都将胶料卷成三角包。

将辊距调至 1.4 mm，将母炼胶下片。

将母炼胶贮存于温度 23±2℃的密闭容器中。贮存期不超过 3 个月。

B4 试验胶料的制备

混炼期间开炼机辊筒表面温度应保持在 70±5℃，混炼过程如下：

a. 将辊距调至 0.8 mm，使生胶包辊。从每一侧进行两次 3/4 割胶。操作时间 0.75 min。

b. 加促进剂 M 或 NS 和硫黄母炼胶。从每一侧进行 6 次 3/4 割胶。操作时间 2.00 min。

c. 从开炼机上割取全部胶料，使打卷胶料垂直通过辊筒两次。操作时间 0.25 min。

以上总操作时间 3.00 min。

d. 将辊距调至 1.4 mm 下片。

混炼后和硫化前将胶料置于 GB 2941 规定的温度和湿度下调节 2～24 h。

附加说明：

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由全国橡胶与橡胶制品标准化技术委员会归口。

本标准由化学工业部北京橡胶工业研究设计院负责起草。

本标准主要起草人易有元、张涛。

前　言

本标准等同采用国际标准 ISO 4661-2:1987《硫化橡胶样品和试样的制备　第二部分:化学试验》。

本标准由国家石油和化学工业局提出。

本标准由全国橡胶与橡胶制品标准化技术委员会通用化学试验方法分委会归口。

本标准起草单位:沈阳橡胶研究设计院。

本标准主要起草人:李国新、殷人寿。

本标准于 1999 年 6 月 29 日首次发布。

本标准委托全国橡胶与橡胶制品标准化技术委员会通用化学试验方法分委会负责解释。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

ISO 前言

ISO(国际标准化组织)是各国家标准协会(ISO 成员团体)的世界性联合机构。制订国际标准的工作通常由 ISO 各技术委员会进行。凡对已建立技术委员会的项目感兴趣的成员团体均有权参加该委员会。与 ISO 有联系的政府和非政府的国际组织,也可参加此项工作。

被技术委员会采纳的国际标准草案,要发给成员团体进行投票。作为国际标准发布时,要求至少有75%的成员团体投赞成票。

国际标准 ISO 4661-2 是由 ISO/TC 45 橡胶与橡胶制品技术委员会制定。

使用者应注意,所有国际标准都随时进行修订,本国际标准所引用的其他国际标准,如无另外说明即指最新版本。

中华人民共和国国家标准

硫化橡胶样品和试样的制备 —化学试验

GB/T 17783—1999
idt ISO 4661-2:1987

Rubber, vulcanized—Preparation of samples and test pieces—Chemical tests

1 范围

本标准规定了化学试验用硫化橡胶样品和试样的制备方法。

本标准适用于硫化橡胶化学试验用样品和试样的制备。

2 总则

为化学试验所制备的硫化橡胶样品，应注意所取的试验部分能代表所测样品的性质和组成。假如要得出原配方的组成，任何表面喷出物都应并入试验样品中，但是当需要最终的产品组成时，最好用机械方法将喷出物除去。从橡胶制品直接取样，应先将硫化橡胶和其他可能有的成分从制品中分开，例如：金属、线绳、扎带、纤维以及其他覆盖的涂膜或覆盖物等。进行分离时，应尽量使用机械方法——刀片、砂轮、锉刀等等。并应避免发热。

3 样品和试样的制备

3.1 软质硫化橡胶

用剪刀、锉、研磨机或冷冻捣碎等方法将样品粉碎，并通过孔径约 1.7 mm 的试验筛，或者将样品通过实验室开炼机，在小辊距下冷辊压成厚度不超过 0.5 mm 的薄片。使用研磨机或开炼机制备试样时，注意不要污染样品或使样品过分发热。

3.2 硬质硫化橡胶

用锉将样品锉成粉末，通过孔径约 0.4 mm 的试验筛，并用磁铁除去粉末中的铁屑。

3.3 橡胶复合材料

用机械方法不能将橡胶与其他材料分开时，可按以下方法处理。

3.3.1 把样品暴露在相适应的溶剂蒸气中使橡胶溶胀，再将橡胶与其他材料分离。然后在通风橱中将溶胀橡胶中的溶剂完全挥发，并按 3.1 所叙述的方法进行处理。对于以 NR、SBR 和 BR 为基础的复合材料，二氯甲烷或 1,1,1-三氯乙烷是较合适的溶剂。

注：样品暴露在蒸汽中的时间以橡胶与其他材料能分离为限并应尽可能短，以免橡胶中的增塑剂被抽出。

3.3.2 在橡胶以化学键与其他基材结合时，应注意在结合区的橡胶组成，可能与总体材料有很大不同。

无论什么情况，取样都应与所要进行的试验相适应。即使基材被清除得很“干净”，但剩下的橡胶组成也可能不只是一种配方，在其后按 3.1 进行捣胶，会导致用于分析的样品不能代表原来的任何一个配方，可以用显微镜观察其他材料一系列横断面的方法将该材料的复合层区分开来。然后尽可能小心地打磨或切割成一个含有一种或多种橡胶成分的样品，再逐一进行分析。

3.3.3 在橡胶不能从基材上分离时，可将其切成小块，并通过孔径约为 2 mm 的试验筛作为整体进行

国家质量技术监督局 1999-06-29 批准　　2000-05-01 实施

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

分析。

在这种情况下，橡胶在复合材料中的质量比例可以将该复合材料放在高沸点溶剂中加热分解，并称出处理前后的质量差而求得，但应注意复合材料中的任何有机材料（例如纤维）可能会部分溶解，其结果应该慎重地加以说明。

复合材料样品的非橡胶部分也可以用类似的方法进行分析。

在分析结果的报告中应详细说明所用的分离方法，假若不能分离，被分析样品显然是橡胶和基材的非均一混合物，应指出由于材料非均匀性或分离不当，导致误差的可能性。

（二）石油天然气产品

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

中华人民共和国国家标准

GB/T 2289—94

焦化粘油类产品取样方法

代替 GB 2289—80

Viscous oil products of coal carbonization—Sampling

1 主题内容与适用范围

本标准规定了焦化粘油类产品取样的术语、取样工具、试样的采取方法及试样的处理和保管。

本标准适用于高温炼焦时从煤气中冷凝所得的煤焦油和分馏煤焦油所得的木材防腐油、炭黑用原料油、洗油、蒽油、燃料油等焦化粘油类产品。

2 术语

全层样——在容器内从上至下采取液体整个深度获得的试样。

间隔样——在容器内的液体中按一定高度间隔采取的试样。

上、中、下样——在容器内从液体表面向下，其深度的 1/6、1/2、5/6 液面处采取的试样。

时间比例样——在整批液体输送期间，按规定的时间间隔，从输送管线中取出的相等数量组成的试样。

3 取样工具

3.1 全层取样器：如图 1a、b、c，容积 1 200 mL，质量约 2 000 g。取样器上盖、筒体和下体材质为黄铜或不锈钢；进油管为 ϕ16 mm，壁厚为 1 mm 铜管或铝合金管；磨口塞为 F_4 或 UHMW-PE(塑料王或超高分子量聚乙烯)。压缩弹簧的弹力应略小于取样器自重。

国家技术监督局 1994-09-26 批准　　1995-06-01 实施

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

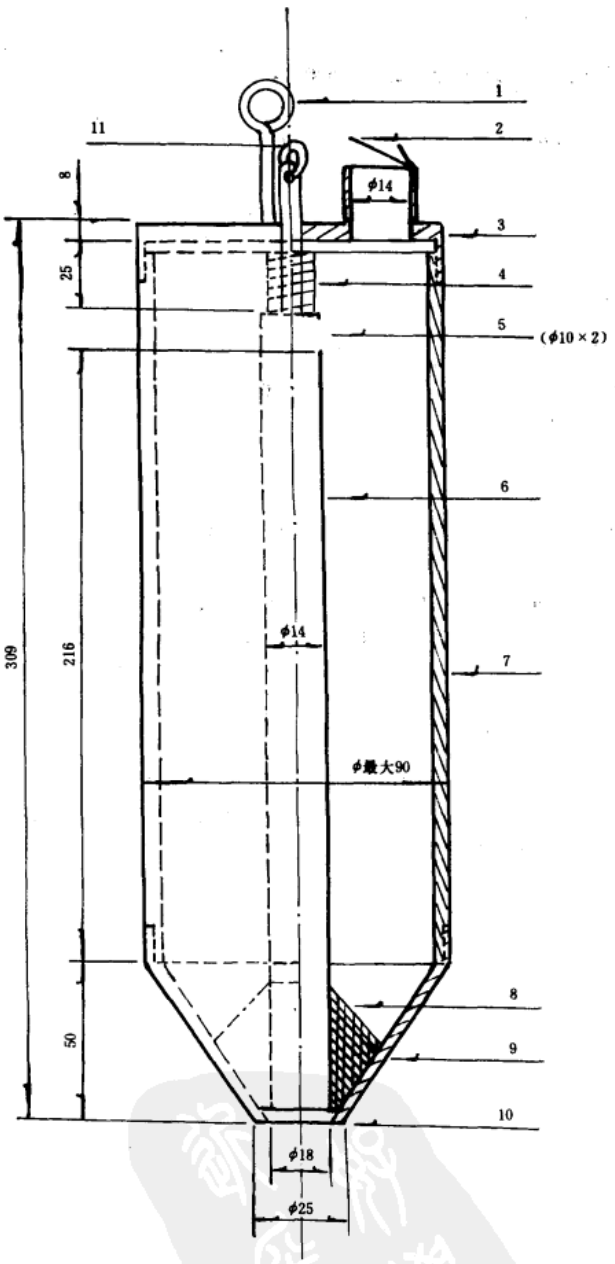


图 1a

1—挂钩；2—排气口活动盖；3—上盖；4—压缩弹簧；5—油品进口；6—进油管；7—筒体；8—磨口塞；9—底部阀口；10—油品进出口；11—放空用拉手

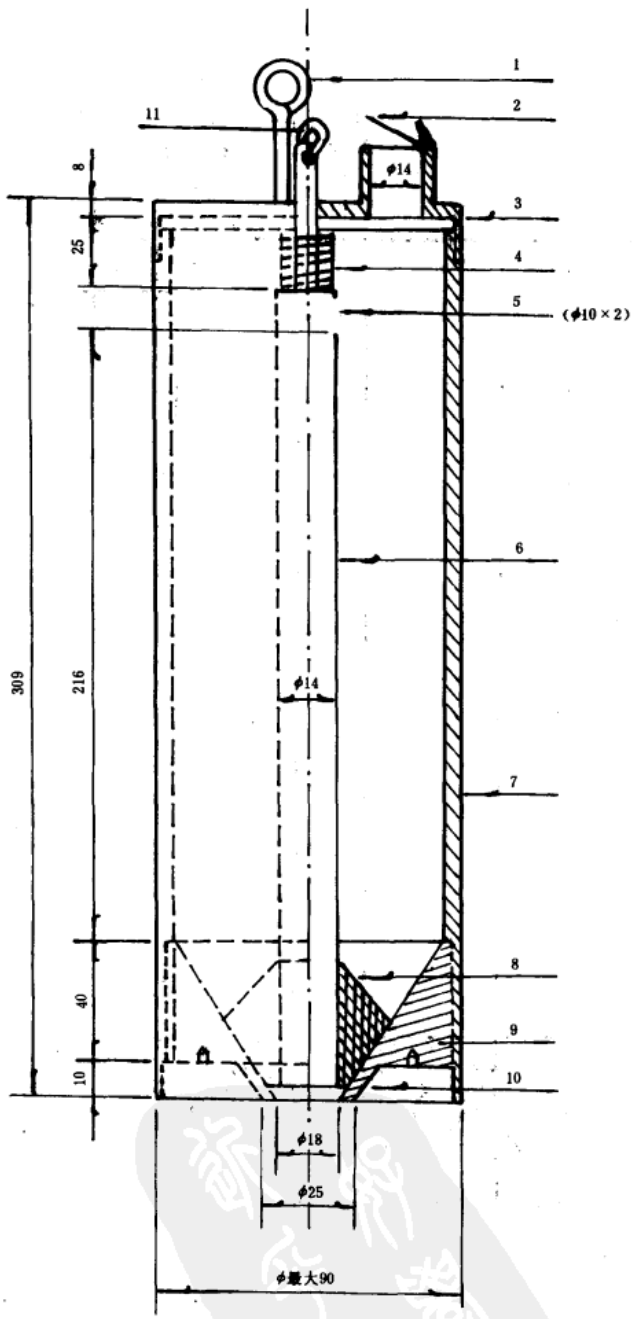


图 1b

1—挂钩；2—排气口活动盖；3—上盖；4—压缩弹簧；5—油品进口；6—进油管；7—筒体；8—磨口塞；9—底部阀口；10—油品进出口；11—放空用拉手

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

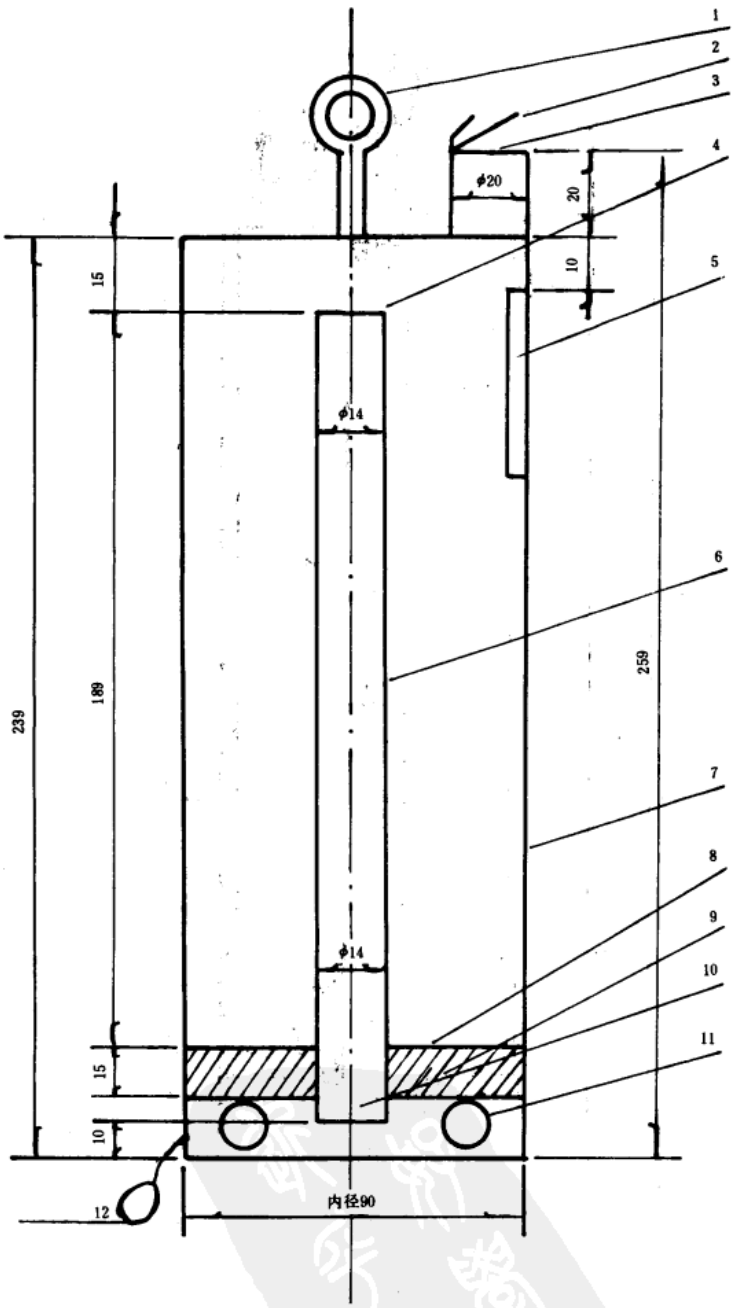


图 1c

1—提耳；2—上盖；3—排气口(排样口)；4—油品进口；5—液面观察窗口〔透明膜(60×10)〕；6—进油管(φ16×1)；7—筒体(1 mm 厚黄铜板)；8—底板；9—调重铅砣(φ90×13)；10—油品进出口；11—溢流孔；12—倒油用拉环

3.2 定点取样器

3.2.1 筒状取样器：如图 2a、b，容积 250～500 mL。由黄铜、不锈钢制成，其中活动阀材质为 F_4 或 UHMW-PE，质量与体积之比为 2.5～3.5。

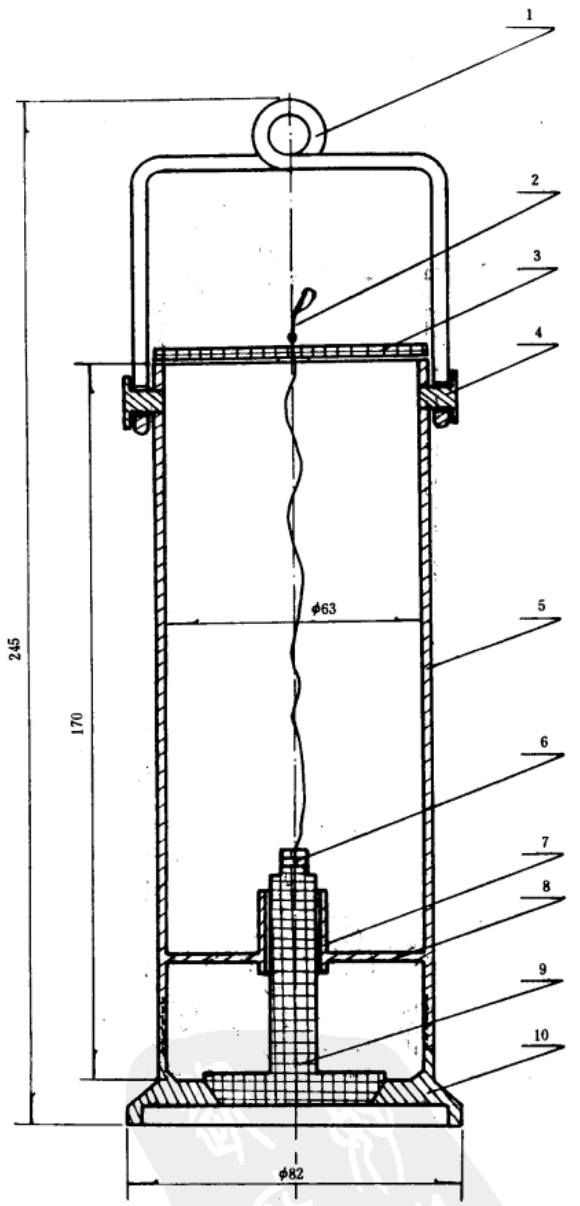


图 2a

1—提耳；2—拉环(倒样用)；3—上盖；4—铆轴；5—筒体；6—栓连接孔；
7—导向管；8—定向板；9—锥体阀；10—底部阀口

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

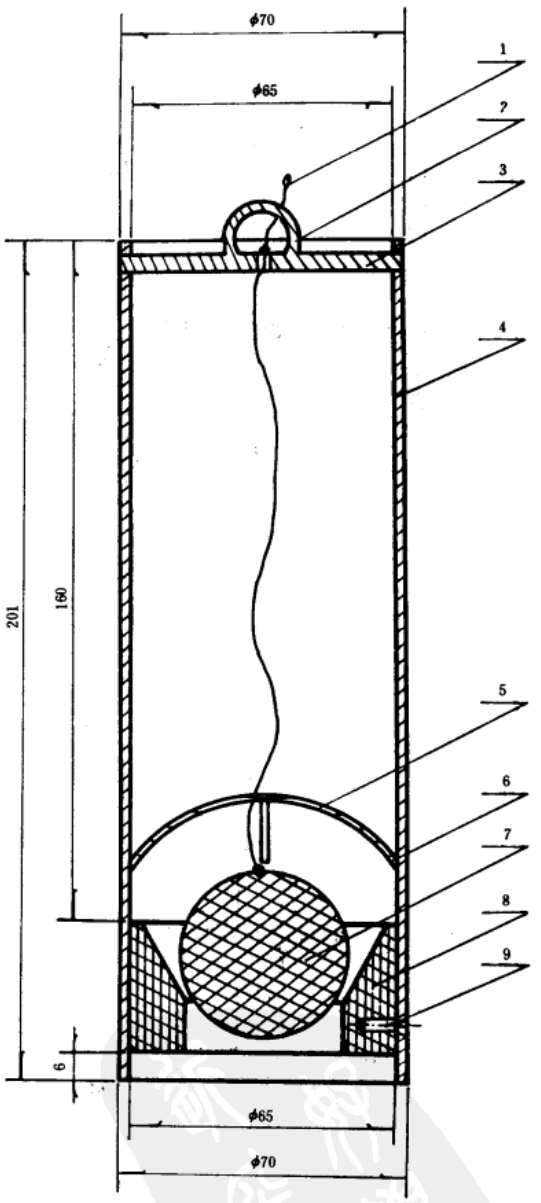


图 2b

1—拉环(倒样用);2—提耳;3—铆轴;4—筒体;5—十字罩;6—焊接点;
7—球体阀;8—底部阀口;9—固定螺丝

3.2.2 带软木塞的取样器:如图 3,容积 250～1 000 mL,质量 450～1 700 g。由黄铜、不锈钢制成。

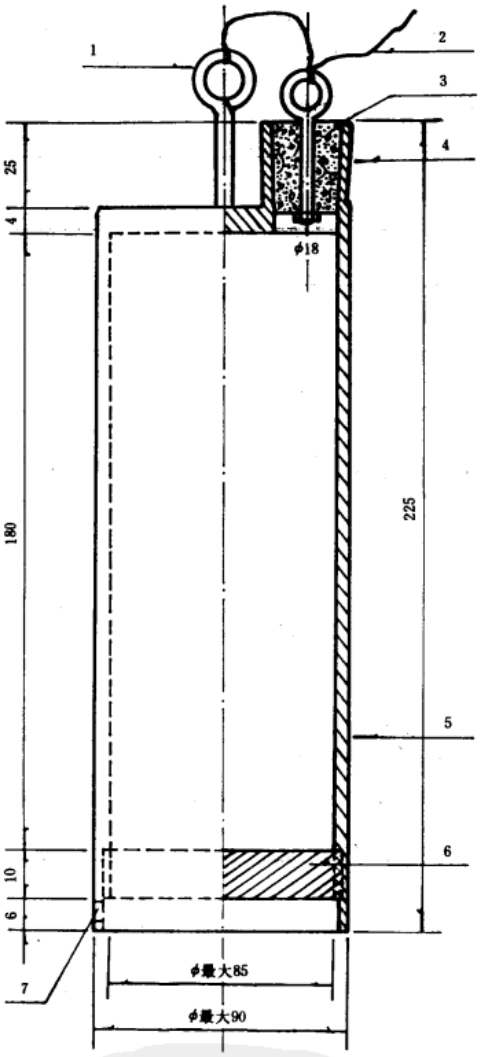


图 3

1—提耳；2—取样绳或金属线链；3—软木塞、塑料塞；4—油品进出口；
5—筒体；6—调重底板；7—提拉孔

3.3 取样管

3.3.1 小容器取样管：如图 4，由玻璃管或内壁光滑的金属管制成。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

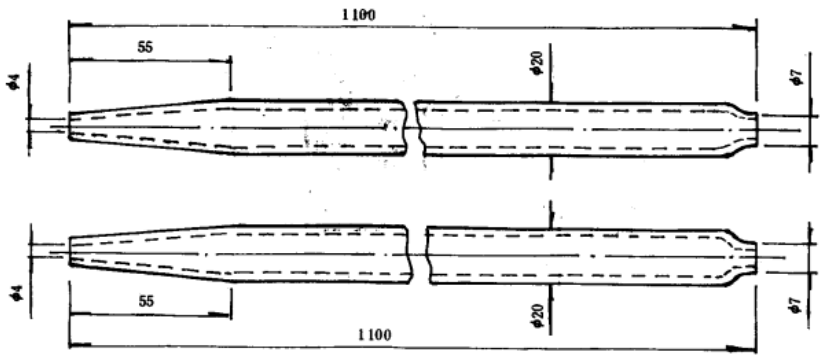


图 4

3.3.2 槽车取样管：如图 5，由内壁光滑的金属管制成，底部重砣可用绳引至上口。

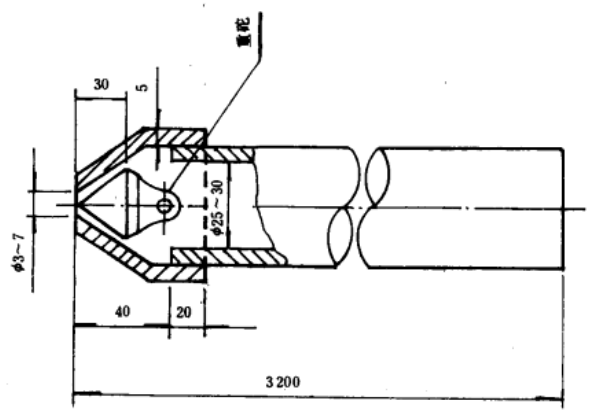


图 5

3.4 手摇取样机：如图 6a、b，由导电塑料（电阻率$<10^6\ \Omega \cdot m$）、铝合金和铜制成，取样尺带采用防静电取样绳或量油钢卷尺，变速比 1∶3。

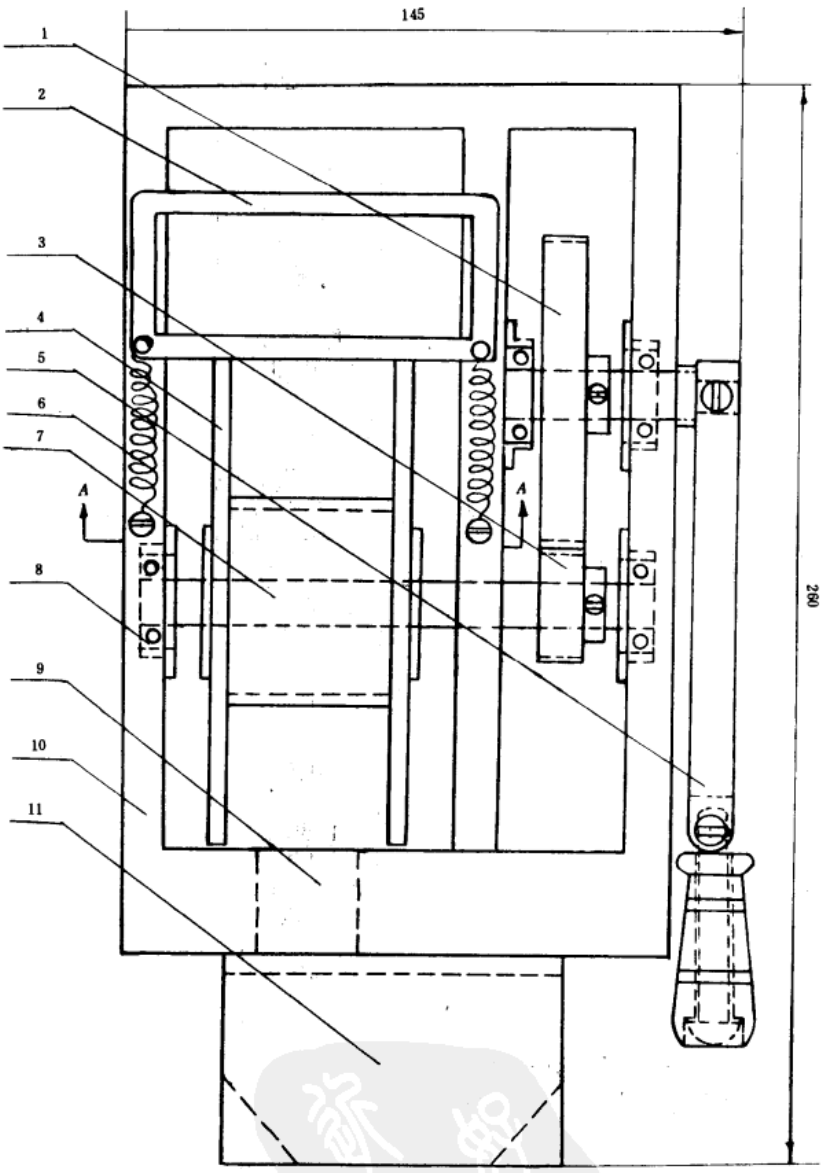


图 6a

1—大齿轮；2—刹闸；3—小齿轮；4—线包；5—摇把；6—拉簧；7—传动轴；
8—轴承；9—去油器；10—支架；11—固定夹

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

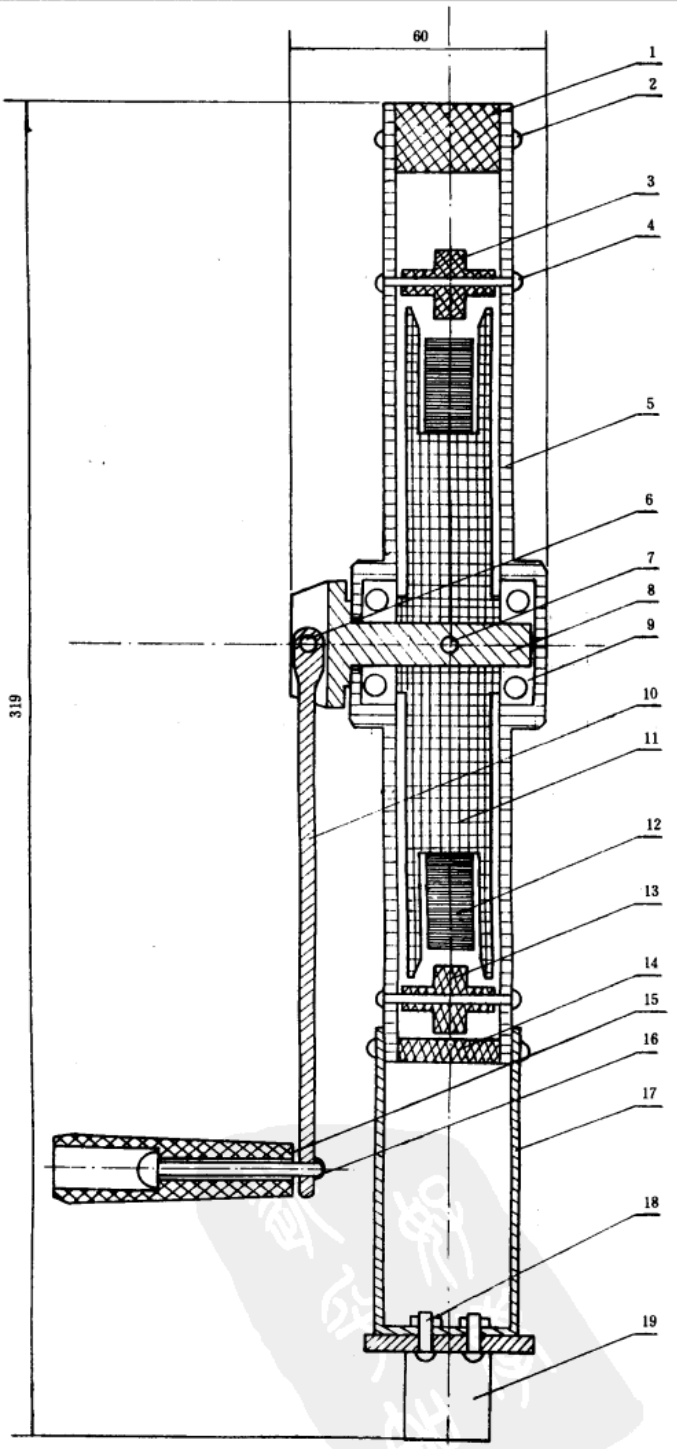


图 6b

1—提把；2—铆钉；3—托轮；4—铆轴；5—外罩；6—铆轴；7—销子；8—主轴；9—微型轴承；10—摇把；11—滚轮；12—尺带；13—托轮；14—固定件；15—转动把手；16—固定轴；17—支架擦净器；18—铆钉；19—固定夹

3.5 管线取样装置：如图 7a、b。

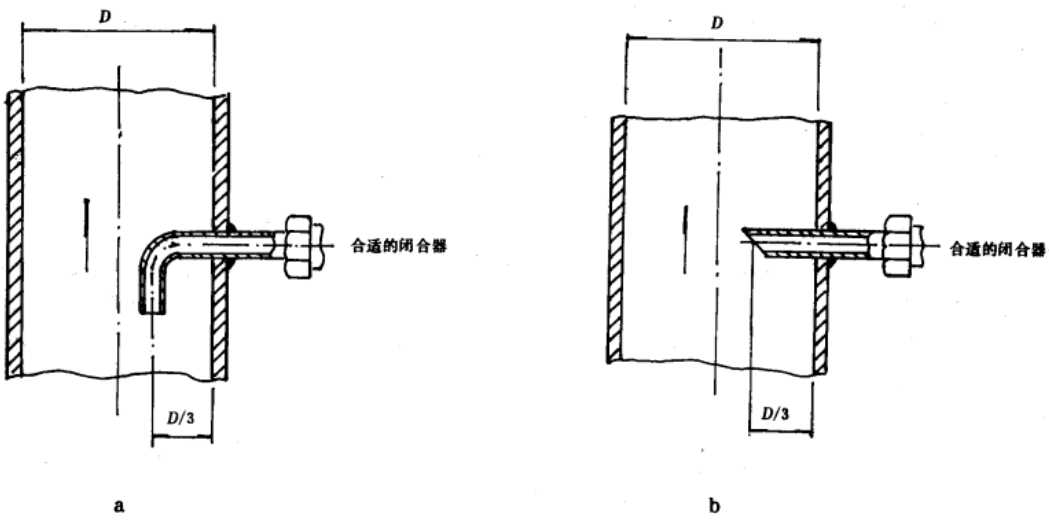


图 7

3.6 盛样容器：容积大于 2 000 mL，应有合适的塞子或盖。

4 取样方法

4.1 装车(或)送油泵出口管线处取样。

4.1.1 以每车为一个取样单位，在装槽车(需方自备槽车)时，在泵出口管线处取样。

4.1.2 取样前，应放出一些要取样油品，把取样管路冲洗干净。

4.1.3 用 500 mL 容器，从油品开始流出后2 min取第一次试样，装半车时连续取样两次，停泵前 2 min 取第 4 次样。

4.1.4 将每次取的等量试样，倒入洁净、干燥的盛样容器内，总量不少于 2 000 mL。

4.2 小容器取样

4.2.1 当用铁桶装运产品时，取样工具用取样管。

4.2.2 从每批产品中随机采取试样，采取试样的桶数不少于每批产品装桶数的 10%，但不得少于 3 桶。

4.2.3 取样时，先打开桶盖，将清洁、干燥的取样管垂直插入油品中，缓缓地浸至桶底(插入的速度应使管的内、外液面大致相同)。而后，用拇指按住管的上口迅速将取样管提出，用棉纱擦去表面油品，将管内油品移入洁净、干燥的盛样容器内，其总量不得少于 2 000 mL。

4.2.4 需方自备容器装产品时，应按本标准 4.1 条执行。

4.3 槽车中取样

4.3.1 在槽车中用全层取样器或取样管取样，取样时必须注意产品的均匀性。

4.3.2 用全层取样器取样

取样时，先将取样器与手摇取样机或防静电取样绳联接好，使取样器垂直油品液面，缓慢匀速地将取样器浸至槽车底部(浸入速度必须保证所取全层样量约为取样器容积的 85%)，迅速将取样器提起，用棉纱擦去表面油品，将采取的试样移入洁净、干燥的盛样容器内，其总量不少于 2 000 mL。

4.3.3 用取样管取样

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

取样时，先将重砣提起，使取样管垂直液面，缓缓地将取样管浸至槽车底部，关闭重砣，然后将取样管提起，用棉纱擦去表面油品，再将采取的试样倒入洁净、干燥的盛样容器内，其总量不少于 2 000 mL。

4.3.4 需方验收槽车中油品产生质量异议时，由供需双方协商解决或将车内油品加热并搅拌均匀后进行取样。

4.4 立式贮罐取样

4.4.1 当油品存放时间较长有不均匀现象时，可用筒状取样器或带软木塞的取样器采取间隔样。

4.4.1.1 取样前，首先计算出罐内贮油(或输出油品)的高度，在确定的高度内采取间隔样，所取试样应包括确定高度的顶层样和底层样，并等量混合成代表性试样，其总量不少于 2 000 mL。

4.4.1.2 用筒状取样器取样

先将取样器与手摇取样机或防静电取样绳联接好，放入罐内，当取样器接触液面时，从手摇取样机尺带上读记空距，并由贮罐的总高度计算出需要取样油层的高度。当取样器降至所需油层时，在 10～15 cm范围内，上下提拉 5 次，收回取样器，用棉纱擦去表面油品，将采取试样移入洁净、干燥的盛样容器内。

4.4.1.3 用带软木塞的取样器取样

先将取样器与防静电取样绳联接好，再将取样器放至取样油层，急速提拉取样绳，拔出软木塞、待试样装满后，收回取样器，用棉纱擦去表面油品，将采取试样移入洁净、干燥的盛样容器内。

4.4.2 当罐内油品均匀时，也可采取上、中、下样或全层样。

4.4.2.1 从罐内液深的 1/6、1/2 和 5/6 处取样，并将所取油品等量混合成代表性试样。

a. 用筒状取样器取样，按本标准 4.4.1.2 条进行。

b. 用带软木塞的取样器取样，按本标准 4.4.1.3 条进行。

4.4.2.2 从贮罐内取全层样，按本标准 4.3.2 条进行。

4.5 油船取样

4.5.1 当油品装船结束后，应迅速取样。

4.5.2 船舱内采取上、中、下样，按本标准 4.4.2.1 条进行。

4.5.3 船舱内采取全层样，按本标准 4.3.2 条进行。

4.5.4 按各舱所载油品质量比(或体积比)混合成全船油品的代表性试样。

4.6 按时间比例取样

当油品批量较大时，由供需双方协商，也可在泵口管线处采取时间比例样，并等量混合成代表性试样，总量不少于 2 000 mL。

5 试样的处理和保管

5.1 将采取的代表性试样混匀，分别倒入两个洁净、干燥、可密封的容器内，每个容器试样不得少于 1 000 mL。一个交化验室检验，一个由技术监督部门保管，作为保留样，发货后保存期至少 30 d。

5.2 在每个装有试样的瓶上贴标签，并注明：

a. 产品名称；

b. 生产厂名；

c. 试样编号；

d. 取样地点(车号)；

e. 取样方法；

f. 产品批号、批量；

g. 取样日期；

h. 取样人姓名。

6 注意事项

6.1 泵出口管线取样装置的设置应合理，保证所取试样具有代表性。

6.2 贮罐和船舱取样时，其罐内或船舱内的压力应为常压或接近常压。

6.3 取样时应站于上风处，并穿戴劳保用具。

6.4 取样结束后应将取样器具清洗干净。

6.5 罐内油品取样时应具有足够的流动性。

附加说明：

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由本溪钢铁公司、辽宁进出口商品检验局、冶金部信息标准研究院负责起草。

本标准主要起草人史伟涛、王成华、孙伟、侯振庭、满庆祥。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

前　言

本标准是等效采用国际标准 ISO 3170:1988《石油液体手工取样法》对 GB/T 4756—84(91)进行修订的。

本标准与 ISO 3170 的不同点是：

1、在本标准的 5.4 中引用了 ISO 3171:1988《石油液体自动管线取样法》中有关取样头的安装位置和安装方法的具体内容。

在本标准的 8.1 中增加了 API MPMS(美国石油学会石油计量标准手册)的 8.1 和 14.8 中的有关自动管线取样法重要性的内容。

2、本标准根据我国实际情况变更了如下内容：

a) 变更了 3.8.1 定义中的含意，7.3.3 铁路罐车、7.3.4 公路罐车和 8.2.1 中的“在平均值的重复性范围内”的规定。

b) 在 4.2 中增加了“(对于原油和重质油等，应先放出底部游离水)”；在 7.5 管线取样中增加了对取样间隔的规定。

本标准自实施之日起，代替 GB/T 4756—84(91)

本标准由中国石油化工总公司提出。

本标准由中国石油化工总公司石油化工科学研究院技术归口。

本标准由中国石油化工总公司石油化工科学研究院起草。

本标准起草人：金德玺。

本标准于 1984 年 11 月首次发布，1991 年 3 月复审确认。

ISO 前言

本国际标准应与 ISO 3171《石油液体自动管线取样法》联合使用。

本国际标准的目的是要使得从油罐、鼓形桶或管道中采取液体或半液体烃类样品的条件标准化。如果被取烃类样品在组成或水和沉淀物含量方面明显地表明不均匀，则手工采取的样品不应期望其具有代表性，但是用它能够评价该物质的不均匀程度以及估计其质量和数量。

应该认识到，在许多国家中，本国际标准所涉及的一些或全部条款已是那些国家的法律规定的强制性法规，这样的法规必须严格地遵守。当该法规和本国际标准有抵触时，应服从前者。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

中华人民共和国国家标准

GB/T 4756—1998
eqv ISO 3170:1988

石油液体手工取样法

代替 GB/T 4756—84(91)

Petroleum liquids—Manual sampling

1 范围

1.1 本标准规定了用手工法从固定油罐、铁路罐车、公路罐车、油船和驳船、桶和听、或者从正在输送液体的管线中(见 4.3)获得液态烃、油罐残渣和沉淀物样品的方法。

1.2 本标准适用于从油罐中贮存的或是由管线输送的液体石油产品、原油和中间产品中采取样品，其罐内压力应为常压或接近常压，并且，被取样的石油或液体石油产品在从接近环境温度直到 100℃时应为液态。

本标准规定的取样方法不适用于特殊石油产品的特殊性质分析的取样。对于这类石油产品特殊性质分析样品的采取应该按其他有关标准的规定进行，例如电气绝缘油、液化石油气、液化天然气、沥青和化学产品以及雷德蒸气压高于 180 kPa(1.8 bar)的不稳定原油的取样都有相应的特殊要求。

1.3 两个基本的手工取样法是：

a) 油罐取样；

b) 管线取样。

当接收或发运一批油品时，不是采用油罐取样就是采用管线取样，或者是两者都采用。如果使用两种方法时，所取得的两组样品不应被混合。

1.4 本标准还规定了减少或消除样品中轻组分损失的方法。在样品处理或转移期间，可能出现上述损失，而使得样品失去代表性。

1.5 如果将适用于采取贮存的或移动的均匀石油液体的代表性样品的方法用于采取在组成和沉淀物和(或)水分含量方面有明显差别的不均匀液体的样品时，所取得的样品可能没有代表性。

1.6 本标准规定的取样方法适用于采取用于下列目的的样品：

a) 确定油品质量；

b) 确定油品中水含量；

c) 确定所转移的液体中的其他污染物。

如果对于 a)、b)和 c)目的的取样条件有冲突时，必须单独取样。

1.7 本标准还规定了用于确定罐内不均匀油品的不均匀程度，并估计其质量和数量的取样方法。

1.8 本标准还包括了罐内残渣和沉淀物的取样方法，以及在惰性气体压力下的液态烃的取样技术。

2 引用标准

下列标准包括的条文，通过引用而构成本标准的一部分。除非在标准中另有明确规定，下列引用标准应是现行有效标准。

GB/T 1884 原油和液体石油产品密度实验室测定法(密度计法)

GB/T 6533 原油中水和沉淀物测定法(离心法)

GB/T 8929 原油中水含量测定法(蒸馏法)

国家质量技术监督局 1998-06-17 批准　　1998-12-01 实施

3 定义

本标准采用下列定义。

3.1 主管人员 competent person

通过训练，在经验上、理论上和实践知识上能够发现装置或设备的故障或缺点，并能对其进一步使用的可能性做出权威性判断的人员。

注 1：此人应具有足够的权威性，以保证他的建议起到必要的作用。

3.2 完整样品 integrity of the sample

样品处于没有被改变的完整状态，即所保存的样品和从散装液体中取得时具有相同的组成。

3.3 混合器 mixer

为了取得代表性样品，在管道内或容器中保持液体均匀混合的装置。

3.3.1 静力混合器 static mixer

设置在管道内或管线中的没有运动部件的混合装置。混合液体所需要的能量来自于运动液体的动能。

3.4 管线 pipeline

用于输送液体的管道的任意一段。无障碍管道没有任何内部附件，例如静力混合器或孔板。

3.5 残渣和沉淀物 residues and deposits

与油水分离并分散在水中的有机或无机物质。

a）从液体中降落到油罐底部的物质；

b）罐内液体输净后而留在罐内的物质。

3.6 样品准备 sample conditioning

在制备分析样品时，必须进行均化，并成为稳定样品。

3.7 样品处理 sample handling

指样品准备、转移、划分和运输。它包括从取样器（接受器）中将样品转移到容器和从容器中将样品转移到进行分析的实验室仪器中。

3.8 样品类型 sample types

3.8.1 全层样 all-levels sample

取样器在一个方向上通过整个液层，使其充满约四分之三（最大 85%）[1]流体时所取得的样品。

3.8.2 底部样 bottom sample

从油罐或容器的底表面（底板）上的物料中所取得的点样（见图 1）。

3.8.3 组合样 composite sample

按规定的比例合并若干个点样所得到的代表整体物料的样品。一般类型的组合样是按下列之一合并而成（见第 4 章和 7.3.1.1.2）：

a）等比例合并上部样、中部样和下部样；

b）等比例合并上部样、中部样和出口液面样；

c）从非均匀油品中，在多于 3 个液面上所取得的一系列点样，并按其所代表的油品数量成比例掺合而成；

d）从几个油罐或油船船舱中所取得的单个样品，每个样品都与其中盛装的油品总量成比例；

e）在规定的间隔从管线内的流体中采取的一系列等体积的点样。

采用说明：

1）因 ISO 3170:1988 未规定“应充满约四分之三（最大 85%）”，实际操作困难。此处系采用 ASTM D4057—88《石油和石油产品手工取样法》的 3.1.4 中的规定。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

3.8.4 代表性样品 representative sample

样品的物理或化学特性与被取样的总体积的体积平均特性相同的样品。

3.8.5 例行样 running sample

将一个容器从油品顶部降落到底部，然后再以相同的速度提升到油品顶部，提出液面时容器应充满约四分之三，这样取得的样品即为例行样。

3.8.6 点样 spot sample

在油罐内规定的位置上或者是在泵送操作期间在规定的时间从管线中取得的样品。

3.8.7 出口液面样 suction-level sample

从油罐内输出液体的最低液面取得的样品。确定这个液面时，对于罐内附件(例如摇臂、抽出挡板或内部弯头)可有适当的允差(见图1)。

3.8.8 上部样 upper sample

在石油液体的顶表面下其深度的六分之一液面处所取得的样品(见图1)。

3.8.9 中部样 middle sample

在石油液体的顶表面下其深度的二分之一液面处所取得的样品(见图1)。

3.8.10 下部样 lower sample

在石油液体的顶表面下其深度的六分之五液面处所取得的样品(见图1)。

3.8.11 顶部样 top sample

在石油液体的顶表面下150 mm处所取得的点样(见图1)。

3.8.12 撇取样(表面样) skim sample(surface sample)

从石油液体表面取得的样品(见图1)。

3.9 统计学术语 statistical terms

3.9.1 AQL(可接受质量水平) AQL(acceptable quality level)

最大的次品百分数(或是每百个单元中次品的最大数目)。对于取样检验来说，一般作为过程平均值可以认为是满意的。

3.9.2 批 batch

同一类型和组成并同一批生产的或同一 批交付的包装产品的总体。

3.9.3 包装 package

任意型式的容器，例如桶、筒、听或瓶子。

3.9.4 次品百分数 percent defective

在任一给定数量的产品单元数中所含的次品单元数除以产品的总单元数再乘100，即：

$$\text{次品百分数} = \frac{\text{次品单元数}}{\text{产品总单元数}} \times 100$$

3.9.5 样品数 sample size

按给定的取样方案，为确定一批产品的可接受性而要从中抽取的样品的数量。

3.10 无油空间 ullage

对于本标准，是指在样品接受器或容器中的液体表面上方留出的空容积，以体积表示。

3.11 水 water

3.11.1 溶解水 dissolved water

在常温下与油形成溶液而存在于油中的水。

3.11.2 悬浮水 suspended water

以细小水滴的形式悬浮在油中的水。

注2：在一定时间内，它可以聚集成为游离水或成为溶解水，这种变化取决于当时的温度和压力。

3.11.3 游离水 free water

与油分开存在的一层水，其典型的是位于油层下面。

3.11.4 总水 total water

石油货物中的溶解水、悬浮水和游离水的总和。

4 取样原则

4.1 为了保证用于评价的样品尽可能地代表被取样的油品，而给出必须的注意事项。这些注意事项是根据液体的特性、被取样的油罐、容器或管线和对样品所进行的试验的性质而定。

4.2 当罐内油品静止时，才能进行油罐取样（对于原油和重质油等，应先放出底部游离水）[2]。油品分析通常取下述样品之一：

a）上部样、中部样和下部样；

b）上部样、中部样和出口液面样。

如果对这些样品的试验表明罐内油品是均匀的，就可以将这些样品等比例地合并，并进行下一步的试验。

如果对这些样品的试验表明罐内油品是不均匀的，就必须在多于3个液面上采取样品，并制备用于分析的组合样。如果掺合会损害样品的完整性，就单独分析每个样品，并计算每个样品所代表油品的比例。

其他方法是：

c）例行样；

d）全层样。

4.3 为了从管线中输送的一批非均匀物料中取得代表性样品，应使用自动取样装置取样。有时，可能必须手工取样，但这些都是点样，其对整批物料可能没有代表性。

5 仪器

5.1 综述

取样设备的设计和结构应确保其可以保持油品最初的特性。该设备应有足够的强度和外部保护，以承受所产生的正常内部压力，或者配有足够坚固的安全阀，以承受可能遇到的任何处理。使用前，应确认该设备的清洁度。

注3：在5.2～5.7条中概括地叙述了各种取样设备，规定了一些基本型式，但没有给出详细规格，因为凡是5.2～5.7条中各种型式的适宜设备都可以使用。

5.2 油罐取样器

5.2.1 分类

油罐取样器根据如下被取样品分类：

——点样；

——底部样；

——油罐沉淀物或残渣样品；

——例行样；

——全层样。

为了在油罐中降落和提升取样器具，应使用导电的、不打火花的材料制成的绳或链。

注4：绳应是不能产生静电的良好导体。

5.2.2 点取样器

采用说明：

2] 系保留GB/T 4756—84(91)《石油和液体石油产品取样法（手工法）》的内容。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

这些取样器具应能在罐内任何规定的液面处采取样品，下列种类的器具均可使用。

5.2.2.1 取样笼

它是一个金属或塑料的保持架或笼子，能固定适当的容器。装配好后应加重，以便能在被取样的油品中迅速下沉，并在任一要求的液面充满容器(见图 2)。

对于挥发性产品，为避免轻组分损失，最好使用在其中装有合适尺寸瓶子的取样笼，因为当从加重的取样器中把样品转移到其他容器中时，可能会出现轻组分损失。

注 5：如果能把样品瓶牢固地拴在加重的取样绳上，就可以不使用取样笼。这时，瓶塞就应拴在取样绳上距离样品瓶颈约 150 mm 处。

5.2.2.2 加重的取样器(见图 3)

取样器应加重，以便使它能迅速地沉降到被取样的油品中。如果用取样器采取上部样、中部样、下部样和出口液面样时，应将取样器拴到降落装置上，并通过突然拉动降落装置来打开取样器的塞子。如果用于采取例行样时，应使用图 4 所示的特殊塞子。为了避免每次取样后都要清洗取样器，所有的加重物质都应固定在取样器的外部，使其不与样品接触。

某些取样器有特殊的开启装置，例如有一个能在任何要求的液面处启闭阀的装置，这个装置是由悬挂钢绳导向，并由重物降落，或者是一个能在取样器开始向上运动时关闭的翼阀或瓣阀。

5.2.2.3 界面取样器

由一根两端开口的玻璃管、金属管或塑料管制成，其在通过液体降落时液体能自由地流过。通过下述装置可使其下端在要求的液面处关闭：

a) 由取样器向上运动起作用的关闭机构；

b) 通过悬挂钢绳(降落吊索)导向的重物降落起作用的关闭机构。

界面取样器可以用于从选择的液面采取点样，也可以用于采取检测污染物存在的底部样。

界面取样器应在缓慢降落时可用于收集罐底上或其他任何选择的液面处的垂直液柱(见图 5)。

5.2.3 底部取样器

降落到罐底时通过和罐底板接触能够打开阀或类似的启闭器，而在离开罐底时能关闭阀或启闭器的取样器(见图 6)都是可用的。

5.2.4 残渣或沉淀物取样器

5.2.4.1 抓取取样器

这种取样器是一个带有抓取装置的坚固的黄铜盒，其底是两个由弹簧关闭的夹片组，取样器机构是由吊缆放松。取样器顶上的两块轻质板盖是为了防止在从液体中提升取样器时样品被冲洗出来(见图 7)。

5.2.4.2 重力管或撞锤管取样器

它是加重的或者配备机械操纵装置的一根具有均匀直径的管状装置，以便穿透被取样的沉淀层。

5.2.5 例行取样器

例行取样器是一个加重的或放在加重的取样笼中的容器，如需要时，可装有一个限制充油配件(见图 4)。在通过油品降落和提升时取得样品(见图 2 和图 3)，但不能确定它是在均匀速率下充满的。

5.2.6 全层取样器

这种取样器有液体进口和气体出口，在通过油品降落和提升时取得样品，但不能确定它是在均匀速率下充满的。取样器实例见图 8。

5.2.7 气体闭锁装置

这种装置是用于从压力罐，特别是从使用惰性气体系统的那些油罐中采取样品。它有一个装在阀顶的气密外壳，与罐顶的连接见图 9。装在取样笼中的样品容器或图 9 所示的特殊取样器通过气密窗拴到降落齿轮上。然后关闭窗户，打开顶阀，将样品容器或取样器降落到产品中要求的深度，充装样品，将取样器升起。在通过窗户取出取样器之前，要先关闭阀。

5.3 桶和听取样器

图10所示为通常使用的管状取样器。这是一个由玻璃、金属或塑料制成的管子，如需要时，可配有便于操作的合适的配件。它能够插到桶、听或公路罐车中所要求的液面处抽取点样或插到底部抽取检查污染物存在的底部样。在下端有关闭机构的管状取样器，还可以用于通过液体的竖直截面采取代表性样品。

另外，使用尺寸适宜的小取样笼、油桶泵或虹吸装置代替也可以。

5.4 管线取样器

管线手工取样器是由一个适当的管线取样头与一个隔离阀组成。取样头应安装在竖直管线中，其开口直径应不小于6 mm。取样头的开口应朝向液流方向，其样品进入点到管线内壁的距离应大于管线内径的1/4〔见图11b)〕。取样头的位置离上游弯管的最短距离为3倍管线内径，但最好不超过5倍管线内径，离下游弯管的最短距离为0.5倍管线内径。如果取样头安装在水平管线中，则应安装在泵输出侧〔样品进入点到管线内壁的距离见图11a)〕，取样头到泵出口的距离为0.5～8倍管线内径。取样器应有一根输油管，其长度应能达到样品容器的底部，以便于浸没充油[3)]。

5.5 容器

样品容器应是玻璃瓶、塑料瓶、带金属盖的瓶或听。其应用取决于被取样物料的性质。上述容器的容积一般为0.25～5 L，但当特殊试验、大量样品或进一步细分样品等需要时，也可以使用更大的容器。塑料容器不能用于贮存样品，因为扩散作用，它不能保持样品的完整性。另外，非线性聚乙烯制成的容器还会引起样品污染和(或)样品容器损坏。

5.6 容器封闭器

软木塞、磨砂玻璃塞、塑料或金属的螺旋帽都可以用于封闭样品瓶。不应使用橡胶塞。软木塞应质量良好，不应有松片或灰尘。软木塞应通过滚压或挤压使其软化，以便良好地压进瓶颈中，防止样品渗漏或蒸发。必要时，应使用适宜材料的保护罩。挥发性液体不应使用软木塞，因为其蒸气会渗入软木塞，引起样品污染，这时应使用惰性气体密封。

软木塞不应再次用于不同类型的产品，因为烃类渗进软木塞后要彻底地清洗它是很困难的，因而会引起其后的样品的污染。软木塞的再次使用，只限于同一类型的产品。

听或瓶子的螺旋帽应配有软木或其他耐油材料的垫片。垫片只能使用一次，应在清洗螺旋帽之前除去，清洗后配上一个新垫片。

5.7 样品冷却器

冷却盘管是由无缝铜管或其他合适的金属管制成，其内径为6～10 mm，固定于开式便携容器中。使用时，应完全浸没在冰水混合物中。

管的进口端应装有法兰或能与取样阀连接的其他合适配件。出口端应是开口的。

6 安全注意事项

6.1 综述

6.1.1 下述安全注意事项都是通常应用的，并已有良好实践，但并不包罗万象。下列事项还应与相应的国家安全规程或石油工业认可的规则一起应用，无论何时执行这些注意事项都不应与必须遵守的地方的或国家的安全规程相冲突。

对于被取样物料的性质和已知危险都应给予仔细地考虑，因为它会影响需要遵守的安全注意事项的细节。

6.1.2 应使取样人员知道取样工作中的潜在危险，并进行遵守安全注意事项的教育。

采用说明：

3) 引自ISO 3171:1988《石油液体自动管线取样法》。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

6.1.3 应严格遵守包括进入危险区域的全部安全规程。

6.1.4 在取样期间应注意避免吸入石油蒸气，戴上不溶于烃类的防护手套。在有飞溅危险的地方，应带上眼罩或面罩。在处理含硫原油时，应附加必要的注意事项。

6.1.5 在处理加铅燃料时，应仔细地遵守安全规程。

6.2 设备

6.2.1 关于设备的机械性能，应根据有关国家标准或国际标准适当地设计接受器或容器。

压力试验和其他检验工作应由主管人员按照当地的规程进行，试验结果应作记录。应定期进行清洗和渗漏检验。

6.2.2 降落取样器具用的绳子应是导电体。它不得完全用人造纤维制造，最好用天然纤维，例如马尼拉麻或剑麻制造。

6.2.3 用在可燃性气氛中的便携式金属取样器具应用不打火花的材料制造。

6.2.4 取样者应有运载取样器具的托架，以便至少有一只手是自由状态。

6.2.5 用于电分级区域的照明灯和手电筒应是被批准的型式。

6.2.6 为了防护与被取样物料有关的全部已知危险，取样者应穿戴上适当的衣服和装备。

6.2.7 如果被取样产品的雷德蒸气压(RVP)在 100 kPa(1.0 bar)和 180 kPa(1.8 bar)之间，样品瓶应用一个金属盒保护起来，直到样品废弃为止。如果超过了 180 kPa，只应使用制造时包括所涉及压力的金属取样器(见 1.2)。

6.2.8 不应在气密性容器中加热挥发性样品。

6.3 取样点

6.3.1 取样点应能够以安全的方法取得样品。与取样有关的任何潜在危险都应清楚地注明，并建议安装压力表。

6.3.2 应由主管人员经常保养和定期检查取样点和取样设备，并记录检查结果。

6.3.3 到取样点的安全通路应有充足的光线。保持通路梯、楼梯、平台和栏杆在结构上的安全状态，并由主管人员定期检查。

6.3.4 为了排放和冲洗的需要，应装有足够的和安全的排放设施。

6.3.5 设备上的任何泄漏或故障都应立即向主管人员报告。

6.3.6 取样时，应注意避免吸入石油蒸气。

6.3.7 浮顶油罐，只要可能，都应从顶部平台取样，因为有毒的和可燃的蒸气会聚集在浮顶上方。当必须下到浮顶取样时，除非浮顶上方的大气经过检验证明是安全的，至少应有两个人戴上呼吸器在现场。

第二个人或其他人员应站在楼梯头处，在那里他们可以清楚地看到浮顶上的取样者。取样者下到浮顶取样后，应尽快回到楼梯头处。

可使浮顶上方的空气变得危险的某些条件是：

a) 产品含有硫化氢和挥发性硫醇；

b) 浮顶没有完全起浮；

c) 浮顶密封失效。

6.4 静电

为了避免静电危险，在罐内可燃烃类的贮存温度高于其闪点时，或者在罐内已产生烃蒸气的易燃气氛或油雾时，应遵循下列注意事项。

6.4.1 贮油罐、公路罐车、铁路罐车、油船或驳船在装油期间不应取样，尤其是在装新精制的挥发性产品时，会使油罐上部空间的易燃蒸气-空气混合物增加。

6.4.2 取样时，为防止打火花，在整个取样过程中应保持取样导线牢固地接地，接地方法一是直接接地，一是与取样口保持牢固的接触。

6.4.3 当采取在接近或高于其闪点温度下充装的新精制的挥发性产品(包括煤油和粗柴油)的样品时，

必须在完成转移或装罐 30 min 后，才能向油罐中引入导电的取样器具。

如果有下列情况之一，可以在装油后 30 min 之内取样：

a）浮顶油罐，在开槽的计量管内取样；

b）固顶油罐，装有接地的浮盖；

c）产品含有足够的抗静电添加剂，保证总电导率大于 50 pS/m，并在无油空间没有油雾或细粒形成（见注 6）。

注 6：抗静电添加剂能够增加烃类液体电导率，避免静电荷聚集。总电导率应大于 50 pS/m。在这个电导率下，液体中聚集的电荷的释放时间是很短的，电荷几乎在形成时就消失。因此，只要在无油空间没有油雾或细粒形成，就可以不用延长时间甚至正在充油时都可以进行检尺和取样。带电荷的小滴能存在于油雾或细粒中，且会产生静电荷的聚集，与液体产品中抗静电添加剂的存在无关。

6.4.4 在可能存在易燃气体的区域不得穿能打火花的鞋。建议在干燥地区不要穿胶鞋。

6.4.5 应穿防静电的衣服，不得穿人造纤维制品的衣服。

6.4.6 在大气电干扰或冰雹暴风雨期间不得进行取样。

6.4.7 为了使人体上的静电荷接地，在取样前，取样者应接触距离取样口至少 1 m 远的油罐上的某个导电部件。

7 操作方法

7.1 引言

在这一章中，一般的方法是用于采取均匀油品的样品，而在第 8 章中的附加方法则是用于采取原油和非均匀油品的样品。

除非另有规定，对于特殊的应用应该使用详述的方法收集多个点样。

7.2 注意事项

7.2.1 一般注意事项

7.2.1.1 样品不应包括不是被取样的物料，如必须把样品从取样器转移到容器中时，必须遵守适当的注意事项，以保持样品的完整性。

注 7：转移样品一般会有下列影响：

a）轻组分损失（影响密度和蒸气压）；

b）油品有关性质和污染物改变，例如水和沉淀物。

7.2.1.2 取样人员应完全了解取样方法。为了保证样品尽可能地代表被取样的物料，并适用于要求的试验，必须正确而清楚地确定取样和处理方法。当采取用于某些试验的样品时，需要特别地小心，并应严格遵守正确的取样方法，以确保试验结果有意义。这些额外的注意事项不是本标准的一部分，而应列于有关的试验方法或产品规格中。

7.2.1.3 不应从未打孔的静止管、导向柱或立管中采取样品，因为未打孔管中的内含物对油罐中相同深度或管外相对位置的大量内含物一般没有代表性。

静止管、导向柱或立管样品只应从已打孔的管中采取，因为管内外的油品可以自由流动。

注 8：一行直径 25 mm、间距 300 mm 的孔一般就足够管内外油品的自由流动了。

7.2.1.4 为了处理样品，所使用的取样器具、容器和接受器都应是不渗透的，并能抗溶剂作用（见 5.1）。

7.2.1.5 严格检查取样器具，包括封闭器，确保其清洁和干燥。

7.2.1.6 容器中应留有至少 10%用于膨胀的无油空间。用倾倒的办法获得 10%的无油空间不是一个好办法，因为这样会使样品失去代表性，特别是有游离水或乳化层存在时。如果从油罐中采取点样时，必须从样品容器中倒出一些样品，这个操作应在从油罐中提出样品容器时立即进行。

7.2.1.7 在充装样品之后，立即封闭接受器或容器，检验其是否渗漏。

7.2.1.8 由于挥发性或其他考虑而需要大体积样品时，可以不用采取大量小样品的办法获得，而用适

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

当的方法(例如循环、罐侧混合器)来完全混合罐内的油品,再按 4.2 和 8.2.1 所述,在足够数量的不同液面上采取样品,通过试验来确定罐内油品的均匀性。将取样管子的进口伸到容器底附近,通过罐侧阀门、循环泵放料阀或通过虹吸管充装样品容器。

7.2.2 特殊分析用样品

如果样品用于测定痕量物质时,例如铅,可以在试验方法中建议专门准备样品容器。将样品直接取进准备好的容器中。使用的辅助设备和取样绳决不能污染样品。

如果对样品要作的试验有某些特殊要求时,例如铜片或银片腐蚀试验,则要把样品取进棕色的玻璃瓶中,以使样品在试验前避光。用任何其他方法取样,都可能影响腐蚀试验结果。

如果需要做象水分离特性、氧化稳定性、潜在胶质等这类性质的试验时,要仔细地确保样品容器已适当的准备好,要完全没有污染物,例如焊剂或其他化学物质。

7.2.3 挥发性物质

7.2.3.1 当采取挥发性原油和产品样品时,如果必须避免轻组分损失时,例如用于密度、蒸气压或蒸馏测定,不能从初始的样品容器转移或合并油品。运输和贮存样品时,应将样品容器倒置,避免通过封闭器损失轻组分。

7.2.3.2 根据液体的性质和温度、环境温度和所需样品的目的,必须注意下列注意事项:

a) 在取样点通过样品冷却器输出样品;

b) 将样品容器冷却到适当温度;

c) 保持样品容器冷却,直到密封好为止。

如果需要时,可将样品容器浸没在冷却介质(例如碎冰)中冷却。

7.2.4 罐侧和管线取样

如果使用罐侧或管线取样点,要采取下列附加的取样注意事项。

a) 在采取罐侧或管线样之前,要彻底冲洗取样管线,确保除去管线中以前的存留物。

b) 取样期间,样品管线出口应伸到样品容器底附近。

c) 如果被取样的物料是挥发性的,要将样品容器冷却到适当的温度。如果需要时,要使用一个在线冷却器。

d) 如果被取样油品是高倾点的,必须给取样管线保温,或者对取样管线提供加热设施,防止油品凝固。

7.2.5 贴标签和运输

7.2.5.1 给样品容器贴上清楚的标签,最好是捆扎标签。标签应包括下列各项,并要使用永久的记号。

——取样地点;

——取样日期;

——取样者姓名或其他标记;

——被取样物料的说明;

——样品所代表的数量;

——罐号、包装号(和类型)、船名;

——样品类型;

——使用的取样装置。

建议在工作手册上作好详细记录,以便保存。

7.2.5.2 如果分发样品,必须注意要符合相应的规章。如果使用吸收性的包装材料,则要用纸、塑料或粘胶纤维帽包住软木塞或瓶颈,防止在瓶口处污染样品,并要保证所使用的材料不会污染样品。

7.3 油罐取样

7.3.1 固定油罐

7.3.1.1 立式圆筒形油罐

7.3.1.1.1 点样

降落取样器或瓶和笼，直到其口部达到要求的深度，用适当的方法打开塞子，在要求的液面处保持取样器具直到充满为止。当采取顶部样品时，要小心地降落不带塞子的取样器，直到其颈部刚刚高于液体表面，然后，突然地把取样器降到液面下 150 mm 处，当气泡停止冒出表明取样器充满时，将其提出。

当在不同液面取样时，要从顶部到底部依次取样，这样可避免扰动下部液面。

7.3.1.1.2 组合样

制备组合样，是把有代表性的单个样品的等分样转移进组合样容器中。

注 9：轻组分的蒸发和水或沉淀物粘附到初始的取样器壁上，都会影响样品所代表的性质(见 7.2.3)。

除非有特殊规定或者是经过有利害关系的团体同意，才能制备用于试验组合样。否则，就应对单个的点样进行试验，然后由单个试验结果和每个样品所代表的数量按比例计算整体的试验值。

7.3.1.1.3 底部样

降落底部取样器，将其直立地停在油罐底上。提出取样器之后，如果需要将其内含物转移进样品容器时，要注意正确地转移全部样品，其中包括会粘附到取样器内壁上的水和固体。

7.3.1.1.4 界面样

降落打开阀的取样器，使液体通过取样器冲流。到达要求液面后，关闭阀。提出取样器。

如果使用的是透明的管子，可以通过管壁目视确定界面的存在，然后由量油尺上的量值确定界面在油罐内的位置。检查阀是否正确关闭，否则要重新取样。

注 10：为了试验，可以保留样品。

7.3.1.1.5 罐侧样

这个方法不是最好的方法，因此，只有在没有其他方法可利用时才使用。

取样阀应装到油罐的侧壁上，其连接的取样管至少伸进罐内 150 mm。浮顶罐因不可能安装取样管除外。下部取样管应安装在出口管的底液面上(见 7.2.4)。

取样前，应用被取样的产品冲洗取样管。然后，将样品放进容器或接受器中。

注意：在压力下取样时，打开取样阀门时要小心。不能用通条通过打开的阀去清理堵塞的管路。

如果罐内油品液面低于上部取样管时，油罐取样如下：

a) 如果油品液面靠近上部取样管时，从中部取样管采取三分之二样品，从下部取样管采取三分之一样品。

b) 如果油品液面靠近中部取样管时，从中部取样管采取二分之一样品，从下部取样管采取二分之一样品。

c) 如果油品液面低于中部取样管时，从下部取样管采取全部样品。

7.3.1.1.6 全层样

这个方法不是最好的方法，因为不能确定取样器是在均匀的速率下充满的。也不能确保取样器的自由下降或有规律的提升是有效的，以及取样器从油品中提出时而没有完全充满(见 5.2.6)。

7.3.1.1.7 例行样

这个方法不是最好的方法，因为不能确定取样器是在均匀的速率下充满的。为了取得例行样，要使用一个配有加重取样笼的瓶子(图 2)，如需要时，还要装一个限制充油速率的配件(见图 4)。以匀速将取样瓶和笼子从油品表面降到罐底，并再提出油品表面，不能在任何点停留。当从油中抽出取样瓶时，取样瓶应充入大约 75%油品，但不能超过 85%(见 5.2.5)。

7.3.1.2 卧式圆筒形和椭圆形油罐

应按照 7.3.1.1.1 所述，在表 1 中指明的液面上采取样品，作为点样。如果需要按照 7.3.1.1.2 所述合并成组合样时，将它们按表 1 中表明的比例进行合并。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

表 1 卧式圆筒形油罐的取样

液体深度（直径的百分数）	取样液面（罐底上方直径的百分数）			组合样（比例的份数）		
	上部	中部	下部	上部	中部	下部
100	80	50	20	3	4	3
90	75	50	20	3	4	3
80	70	50	20	2	5	3
70		50	20		6	4
60		50	20		5	5
50		40	20		4	6
40			20			10
30			15			10
20			10			10
10			5			10

7.3.1.3 其他型式油罐

球形油罐和不规则形状油罐的取样按 7.3.1.1.1 所述。在确定要取样的液面高度时，应考虑到在容器整个高度上的油品体积分布。

7.3.2 油船或驳船上的油舱

7.3.2.1 综述

油船的总装载容积，一般划分成若干个不同大小的舱室。按照 7.3.1.3 所述从每个舱室采取点样。对于装载相同石油或液体石油产品的油船，也可以按照 7.4.1.5 所述进行随机取样[4]。

如果需要组合样时，按照 7.3.1.1.2 所述制备。

7.3.2.2 不充惰性气体的非增压油船的取样

使用立式圆筒形油罐的取样方法（见 7.3.1.1）。

7.3.2.3 充入惰性气体的负压油船的取样

为了防止氧气进入油舱，要按取样的次序打开油舱。使用取样管或检尺管，按 7.3.1.1 所述进行取样。

注 11：为了减少氧气进入油舱，因取样而打开油舱的次数应不多于末站/港口/油船规章规定的次数，这个次数与油船的结构有关。

7.3.2.4 充入惰性气体的增压油船的取样

为了取样，要使用一套适宜的装置（见 5.2.7）。

7.3.3 铁路罐车[5]

7.3.3.1 把取样器降到油罐车罐内油品深度的二分之一处。以急速的动作拉动绳子，打开取样器的塞子。待取样器内充满油后，提出取样器。

7.3.3.2 按照 7.3.1.3 所述从每个油罐车采取样品。对于整列装有相同石油或液体石油产品的油罐车，也可以按 7.4.1.5 所述进行随机取样，但必须包括首车。

7.3.4 公路罐车[6]

见 7.3.3。

7.3.5 油罐残渣或沉淀物取样

罐底残渣是在油船底上或油罐底上的一层有机或无机的沉淀物。在环境温度下，这种物质是软的粘

采用说明：

4]、5]、6] 系保留 GB/T 4756—84(91)《石油和液体石油产品取样法（手工法）》的内容。

稠物，它不能被抽出。

油罐残渣或沉淀物样品没有代表性，只用于考虑它们的性质和组成。

所应用的取样方法取决于油罐残渣层的厚度。残渣层的厚度不大于 50 mm 时，抓斗是最好的取样器具。对于它的使用，应按照制造厂的操作说明，因为抓斗的尺寸必须与作为取样口的舱口或人孔大小相适应。

残渣层厚度大于 50 mm 时，应用穿孔器的方法。该方法对于软残渣的取样是使用一个重力管取样器，而对于硬残渣的取样是使用一个撞锤管取样器，或是任何其他合适的取样器具。这些器具的直径通常较小，能通过一般的检尺口和取样口伸进油罐中。当使用这种器具时，应按照制造厂的操作说明使用。

将样品从取样器具转移到能保持样品完整性的金属、塑料或玻璃容器中。

7.4 包装取样

7.4.1 包装取样的统计学观点

7.4.1.1 前言和定义

本条中所使用的一些统计学术语见 3.9 条。

7.4.1.2 取样数目

7.4.1.2.1 综述

在每个包装之内和其之间的物料的变化性、被取样的包装的数目和试验方法的精密度都会影响到由试验结果表明的物料性质在测定上的误差。所要采取的样品数目，取决于产品的单元数、可接受的次品的百分数(AQL)和检验水平。关于取样数目的下列建议给出一个所涉及误差的定性评价。

7.4.1.2.2 评价一个包装内均匀性的取样

从物料中均匀分布的点上采取点样。根据容易评价的特性，例如密度、颜色等，通过简单的试验来检验每个样品。如果试验结果的差值超过了试验方法的重复性，则表明该包装中的物料是不均匀的。

7.4.1.2.3 评价一批产品平均质量的取样

一批是由同一组成的产品的若干包装构成。

a) 单个包装

如果物料是均匀的(见 7.4.1.2.2)，就取单个点样。如果是不均匀的，就取足够数目的点样，合并它们做为代表性样品。

b) 多个包装

估计若干包装范围内物料平均质量的准确性取决于：

1) 被取样的包装的数目；

2) 所使用的试验方法的精密度；

3) 每个包装之间物料的变化性。

建议对交付的全部包装进行取样，以消除这些误差的主要来源。

7.4.1.2.4 全部货物的取样

如果对全部包装进行取样，就必然涉及取样的最大数量，而平均质量测定上的误差将取决于样品的试验。

如果对每个样品都进行检验的话，试验结果的平均值将是具有最低不确定度的平均质量的量值。如果是制备代表性样品并对其进行检验的话，试验结果将是具有更高不确定度的平均质量的量值。

7.4.1.2.5 批的部分取样

采取整批货物的样品几乎是不可能的，取样方案给出的从一批货物中采取不连续样品的数目能得到关于全部包装的总货物的质量的有效结论。

7.4.1.3 AQL

用于本标准的 AQL 应是 2.5%。

7.4.1.4 检验水平

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

检验水平是确定一组或一批数量和样品数量之间的关系(每批的包装数与要求的样品数)。用于本标准的应是标准检验水平。

7.4.1.5 取样方案

7.4.1.5.1 综述

取样方案是表明每批货物要被检验的产品的单元数(样品数量或样品数量的系列)和确定该组或该批货物的可接受性的准则(接收数和拒收数)(见表 2)。

7.4.1.5.2 一次取样方案

被检验的样品单元数应等于取样方案给出的样品数。如果在样品中发现的次品数目等于或少于接收数目(见表 2b 中的"*Ac*"),则该组或该批货物应认为是可接受的。如果次品数目等于或大于拒收数目(见表 2b 中的"*Re*"),则该组或该批货物应被拒收。

7.4.1.5.3 二次取样方案

被检验的样品单元数应等于由取样方案给出的第一样品数。如果在第一样品中发现的次品的数目等于或少于第一接收数(见表 2c),该组或该批货物应认为是可接受的。如果在第一样品中发现的次品的数目等于或大于第一拒收数(见表 2c),则该组或该批货物应被拒收。

如果在第一样品中发现的次品的数目是在第一接收数和拒收数之间时(见表 2c),应检验由取样方案给出数量的第二样品。累计在第一样品和第二样品中发现的次品数目。如果次品的累计数等于或小于第二接收数,则该组或该批货物应认为是可接受的。如果次品的累计数等于或大于第二拒收数,则该组或该批货物应被拒收。

注 12:在每个取样方案中都给出了关于确定该批货物的可接受性的取样方案的使用说明。

表 2 取样方案

表 2a 样品数编码

批量	一次取样	二次取样
2～8	A	A
9～15	B	A
16～25	C	B
26～50	D	B
51～90	E	C
91～150	F	C
151～280	G	D
281～500	H	D
501～1 200	J	E
1 201～3 200	K	E
3 201～10 000	L	F
10 001～35 000	M	F
35 001～150 000	N	G
150 001～500 000	P	G
≥500 001	Q	H

表 2b 一次取样方案

样品数编码	样品数	AQL=2.5	
		Ac	*Re*
A	2	↓	
B	3	↓	
C	5	0 ↓	1
D	8	↑	
E	13		
F	20	1 ↓	2
G	32	2	3
H	50	3	4
J	80	5	6
K	125	7	8
L	200	10	11
M	315	14	15
N	500	21 ↑	22
P	800	↓	
Q	1 250	↓	

表 2c　二次取样方案

样品数编码	样　品	样品数	累计样品数	AQL=2.5	
				Ac	*Re*
A				↓	
B	第一	2	2	↓	
	第二	2	4	↓	
C	第一	3	3	*	
	第二	3	6		
D	第一	5	5	↑	
	第二	5	10	↓	
E	第一	8	8	↓	
	第二	8	16	↓	
F	第一	13	13	0	2
	第二	13	26	1	2
G	第一	20	20	0	3
	第二	20	40	3	4
H	第一	32	32	1	4
	第二	32	64	4	5
J	第一	50	50	2	5
	第二	50	100	6	7
K	第一	80	80	3	7
	第二	80	160	8	9
L	第一	125	125	5	9
	第二	125	250	12	13
M	第一	200	200	7	11
	第二	200	400	18	19
N	第一	315	315	11	16
	第二	315	630	26	27
P	第一	500	500	↑	
	第二	500	1 000	↓	
Q	第一	800	800	↓	
	第二	800	1 600	↓	

↓——箭头向下直到有星号(*)的方框或达到有接收-拒收数(*Ac*　*Re*)的方框。在后者的情况下,要使用这些数目和同一行到这个方框左面的样品数。如果达到星号(*)时,应按照脚注中的说明。如果样品数等于或超过这组或这批的大小时,要做100%的检验。

↑——箭头向上直到有星号(*)的方框或达到有接收-拒收数(*Ac*　*Re*)的方框。在后一种情况中,要使用这些数目和同一行到这个方框左面的样品数(不是最初的样品数)。如果达到星号(*)时,应按照脚注中的说明。

Ac——接收数。

Re——拒收数。

*——对应于一次取样方案使用(这个方框的编码字母和AQL)(或改换使用最靠近星号下的方框中那一行左面的二次取样数字)。

7.4.2　包装取样方法

7.4.2.1　鼓形桶和桶

将鼓形桶或桶有桶口的一侧朝上放置。如果鼓形桶没有侧面桶口,应使它直立,并从桶顶取样。如果要求检测水、锈或其他不溶性污染物时,要使桶或鼓形桶在这个位置保持足够长的时间,使污染物沉淀下来。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

取下桶盖，把它放在桶口旁边，沾油的一面朝上。用拇指封闭清洁、干燥的取样管的上端，把它伸进油中约 300 mm 深。移开拇指，让油进入取样管。再用拇指封闭上端，抽出取样管。持管子接近水平位置并将其转动，使油能接触到取样时被浸没那部分的内表面，用这样的方法冲洗管子。要避免抚摸管子在取样操作期间浸没到油中的任何部分。舍弃冲洗油，让管内液体流净。

用拇指封闭上端，再把管子插进油中（如果要求取全层样时，插入管子时要敞开上端）。当管子到达底部时，移开拇指，让管子进满油。再用拇指封闭顶端，迅速抽出管子，并把油转移进样品容器中。不能让手同样品的任何部分接触。封闭样品容器，放回桶盖并拧紧。

7.4.2.2 听

从容量为 20 L 或大于 20 L 的听中取样时，按照与鼓形桶和桶相同的方法（见 7.4.2.1），使用一根相应的更小直径的管子。对于容量小于 20 L 的听，使用它的全部内含物作为样品，按照 7.4.1 所述或按照另外的规定选择听。

7.5 管线取样

7.5.1[7] 管线样分为流量比例样和时间比例样两种。推荐使用流量比例样，因为它和管线内的流量成比例。

7.5.2 取样应在适宜的管线取样器中进行（见 5.4.2）。取样前，要用被取样的产品冲洗样品管线和装有阀的连件。然后把样品放进样品容器或接受器中，并要考虑 5.4 和 7.2.4 中给出的注意事项。

注 13：管线的内含物可能有相当大的压力，因此，必需有特殊程序的注意事项和设备（见 6.3）。建议在管线上的每个取样点装上压力表，以便能在取样前读出压力。管线公用设施应清楚地标明，适时地维修保养。

7.5.3[8] 对于输油管线中输送的石油或液体石油产品，应按照下列规定从取样口采取流量比例样，而且要把所采取的样品以相等的体积掺合成一份组合样（见表 3）。

表 3

输油数量，m^3	取 样 规 定
不超过 1 000	在输油开始时[1]和结束时[2]各 1 次
超过 1 000～10 000	在输油开始时 1 次，以后每隔 1 000 m^3 1 次
超过 10 000	在输油开始时 1 次，以后每隔 2 000 m^3 1 次
1）输油开始时，指罐内油品流到取样口时； 2）输油结束时，指停止输油前 10 min。	

对于时间比例样，可按照下列规定从取样口采取样品，并把所采取的样品以相等的体积掺合成一份组合样（见表 4）。

表 4

输油时间，h	取 样 规 定
不超过 1	在输油开始时[1]和结束时[2]各 1 次
超过 1～2	在输油开始时，中间和结束时各 1 次
超过 2～24	在输油开始时 1 次，以后每隔 1 h1 次
超过 24	在输油开始时 1 次，以后每隔 2 h1 次
1）输油开始时，指罐内油品流到取样口时； 2）输油结束时，指停止输油前 10 min。	

8 原油和其他非均匀石油液体的取样方法

8.1 综述

采用说明：

7]、8] 系保留 GB/T 4756—84(91)《石油和液体石油产品取样法（手工法）》的内容。

对于原油和非均匀石油液体，连续自动管线取样是最好的方法。一般只有在自动取样器出现故障或需要维修时，才会需要手工采取样品[9]。采取时间比例样品，只能在流速恒定下使用[10]。

本方法可用于原油和其他非均匀油品，例如“重质原油”和残渣燃料油。第7章所述的手工取样方法，由于下列原因，将不能提供代表性样品。

a）油中分散水的浓度一般在靠近罐底处较高。例行样或者是上部、中部、下部样的组合样，不能提供一个代表分散水浓度的样品。

b）确定油和游离水之间的界面位置是困难的，特别是在乳化液、乳化层或带有水的油泥存在时。

c）在罐底表面上的游离水液面会变化。罐底常常被油泥层或蜡层所圈住的游离水或水-油乳化液的池子所覆盖。

d）在手工操作中，轻组分很容易损失，从而影响样品的密度和蒸气压。

因为会出现必须使用手工法取样的情况，所以应遵守本章中给出的方法，以便在技术允许时可抽出代表整体的样品。规定的方法是附加到或代替第7章所规定的那些条款。

8.2 取样方法

8.2.1 油罐取样，要使用7.3中规定的下列方法之一：

——取点样；

——取例行样；

——取全层样。

8.2.2 如果使用取点样方法，应先从上部、中部和出口液面采取样品，把它们送到实验室，用标准方法(GB/T 1884和GB/T 8929)测定密度和水分，检验油罐内含物的均匀性。

如果这些检验结果与其平均值的差值在表5[11]范围之内时，则样品可以看作代表整体。如按其他标准方法测定密度和水分，这些检验结果与其平均值的差值在该方法的重复性范围之内时，则样品可以看作代表整体。

如果不是如此，或如果不可能在完成取样之前检验样品时，就要从油罐的出口液面底部测量到液体表面，以每米间隔抽取样品(见图1)。如果出口管降到一个容量小于1 500 L的小集油池中，就取油罐底部最低处样品。

检验这些样品，并使用这些试验结果去计算油罐内含物的性质。

表5

	油品	差值，g/cm^3
密　度	透明，低粘度	0.001 2
	不透明	0.001 5
	水含量，%	差值，%
水　分	0.0～0.1	见图12“再现性”
	大于0.1	0.11

8.2.3 要特别注意下列注意事项：

采用说明：

9] 引自API MPMS 8.1《石油和石油产品手工取样法》。

10] 引自API MPMS 14.8《液化石油气测量》。

11] ISO 3170:1988《石油液体手工取样法》中规定为“重复性范围之内”，因实际上不易达到，故改为“再现性范围之内”(表5)。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

a) 高倾点油(见 7.2.4);

b) 挥发性油(见 7.2.3);

c) 大体积样品的收集(见 7.2.1.8);

d) 在样品容器中要留出无油空间(见 7.2.1.6);

e) 样品的运输(见 7.2.5 和 8.2.4)。

8.2.4 用初始的样品容器把原油样品运输到实验室,不能转移或合并,以便保持样品的完整性。如果不可能用初始容器运输样品,则要按照 9.4 规定的方法把它转移到适当的容器中,并记录转移情况。如果可行,要倒置运输和贮存样品容器。

8.2.5 应严格遵守第 9 章中的样品处理要求。

9 样品处理

9.1 综述

9.1.1 在样品提取或抽出点和实验室试验台之间或和样品贮存点之间的处理样品的方法都应保证保持样品的性质和完整性。

9.1.2 处理样品的方法应取决于取样的目的。要使用的实验室分析方法常常会要求一个要同它结合的特殊的处理方法。由于这个原因,参考适当的试验方法,并把涉及样品处理的必要说明交给取样者。如果要应用的分析方法有不一致的要求,就要分开抽取样品,并对每个样品采用合适的取样方法。

9.1.3 对于下列各项要特别注意:

a) 含有挥发性物质的液体,因为会出现蒸发损失;

b) 含有水和(或)沉淀物的液体,因为水和(或)沉淀物在样品容器中有分离的倾向;

c) 具有潜在蜡沉淀的液体,如不保持足够温度,可能出现沉淀物。

9.1.4 制备组合样时,要特别注意,挥发性液体不能损失轻组分,也不能改变水和沉淀物的含量。这是一个很难的操作,如有可能,应尽量避免进行这一操作。

9.1.5 不能在取样地点把挥发性液体的样品转移到其他容器中,而应在初始的样品容器中把样品运输到实验室。如果必需就地转移,则要冷却和倒置样品容器。样品含有挥发性组分和游离水时,必须特别小心。

9.2 样品的均化

9.2.1 引言

本条叙述了含有水和沉淀物或其他任何方式的不均匀样品,在从样品容器转移到更小的容器或实验室仪器之前,进行均化的方法。9.3 条给出了转移前检验样品是否被混合好的方法。

手工搅拌含有水和沉淀物的液体样品,是不能充分地分散样品中的水和沉淀物的。为了在转移或细分样品之前均化样品,必须使用剧烈地机械混合或液力混合。

均化可以使用不同方法。但不论使用哪种方法,都建议均化系统要使水滴小于 50 μm,而又不能小于 1 μm。因为小于 1 μm 的水滴会形成稳定的乳化液,从而不能使用离心法测定水分含量。

9.2.2 用高剪切机械混合器均化

把一个高剪切力的机械搅拌器插进样品容器中,使旋转元件距离容器底不超过 30 mm。把搅拌器的旋转叶片控制在大约 3 000 r/min 通常是适宜的,其他的装置,如果性能良好,也可以使用。

为了减少原油或含有挥发性化合物的其他样品的轻组分损失,要通过装在样品容器上的密封压盖操纵搅拌器,把样品搅拌到完全均匀为止。一般搅拌 5 min 就足够了,但是容器的大小和样品的性质影响均化时间,因此需要检验样品是否已均匀(见 9.3)。

注 13:高剪切混合器常常产生稳定的乳化液,而使得不能用离心法(GB/T 6533)测定搅拌后的水含量。

在混合期间要避免温度显著升高。

9.2.3 用外部搅拌器循环

本方法可用于固定安装的样品容器和便携式容器。对于后者，要使用一个快速拆卸的联接器。使用一个小泵，通过安装在小内径管道上的静力混合器，在外部循环内含物。外部混合器可以有不同型式的设计，但要遵循制造厂的操作说明。

使用的循环流速要足以使内含物每分钟至少循环一次。典型的混合时间是 15 min，但这将根据水含量、烃的类型和系统的设计而改变。当全部样品被完全混合时，不停泵，从循环管线上的阀放出要求数量的样品。然后抽空容器，泵入溶剂并彻底清洗整个系统，直到除净烃的全部痕迹为止。

9.3 混合时间的检验

9.3.1 无论选择什么方法从非均匀混合物中取得子样，都要检查混合方法的适用性和得到合适的混合样品所需要的时间。

9.3.2 如果样品在混合后保持均匀和稳定(例如，像掺合了添加剂的润滑油各组分是完全可溶的)，应继续进行混合，直到从样品主体相继抽出的样品得出相同的试验结果时为止。这样确定最短的混合时间。

注 14：当样品在这个时间以后是均匀的，并保持这种状况，不用进一步混合，就可以进行从主体转移。

9.3.3 如果样品混合后在短时间内不能保持均匀时(例如，水和沉淀物是混合物的一部分)，就要使用特殊的方法按 9.3.4 所述检验混合时间。

注 15：由于烃的特性，细分样品时必须在不断混合下进行。

9.3.4 要确保抽出的样品装到容器中约四分之三，按一已知的时间均化样品，做好均化记录。在这个时间内，按时抽出一小部分，立即用标准方法试验每小份的水含量(见 9.3.5)。当试验结果恒定时，记录得到的值作为空白水含量。

加入 1%～2%准确测量过数量的水，用与空白均化时间相同的时间进行均化，然后取样。如果所测定的水含量之间能较好的吻合(在标准方法的重复性范围之内)，就再加入 1%～2%准确测量过数量的水，重复这个操作。如果试验结果仍然有较好的吻合，就认为这个混合时间足够了。

如果试验结果未能较好的吻合，则废弃它们。回到方法开始，并使用更长的混合时间。

9.3.5 当离心法(GB/T 6533)不能可信地给出总水含量时，对于混合系统的这个检验，不能用其测定水含量。

9.4 样品的转移

9.4.1 如果样品接受器不是便携式的，或者不能方便地把样品直接从接受器取进实验室试验仪器中时，为了运输到实验室，要把代表性样品转移到便携式容器中。

9.4.2 在转移样品的每一步，重要的是要使用 9.2 中规定的方法之一均化被取样的容器中的内含物。

9.4.3 对于容器和混合器的每一次结合，都要使用 9.3 中规定的方法之一检验混合时间。

9.4.4 要在已知混合物是均匀和稳定的期间内完成样品转移。这个期间很短，要在不超过 20 min 的时间内完成转移。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

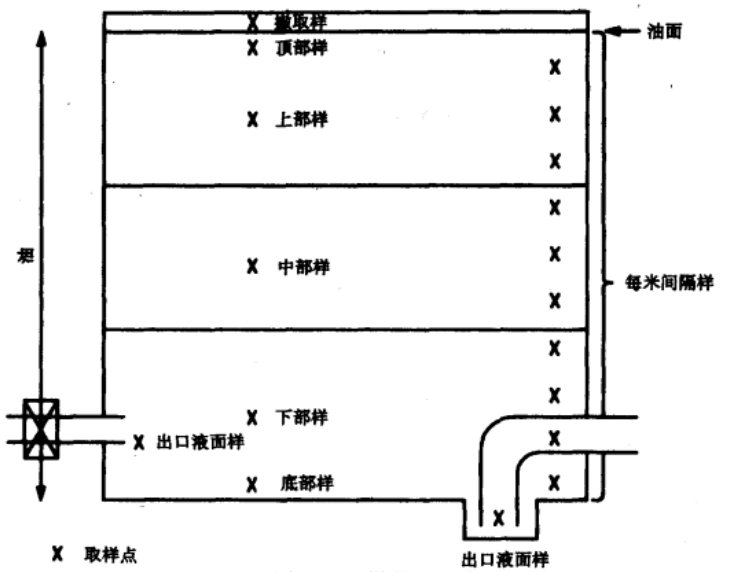


图 1　取样位置示例

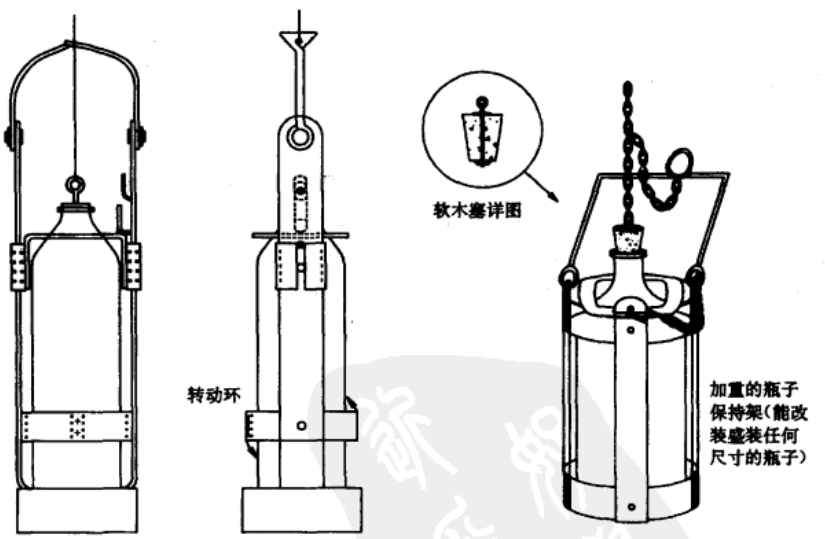


图 2　取样笼示例

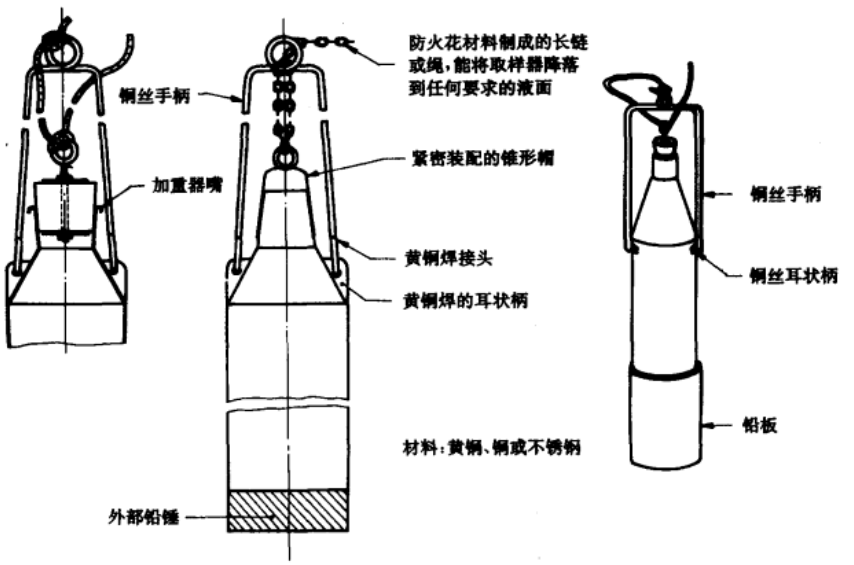
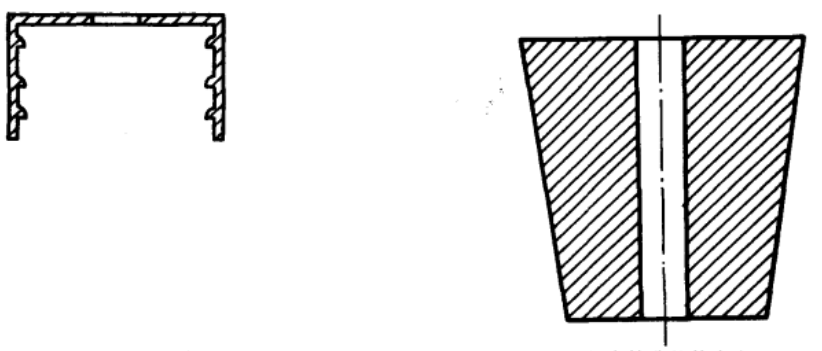


图 3　加重的取样器示例



a）有开口的螺纹帽　　b）有钻孔的软木塞

注：开口的尺寸取决于液体的粘度、液体的深度和容器的尺寸。

图 4　例行样取样器的限制充油配件

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

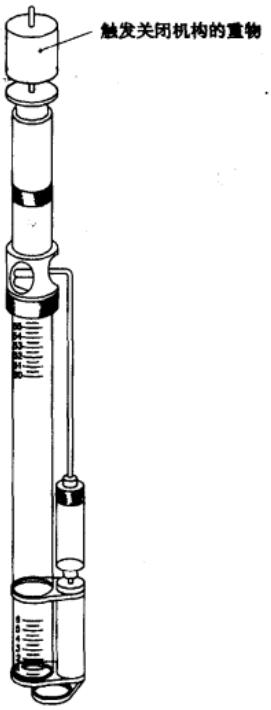
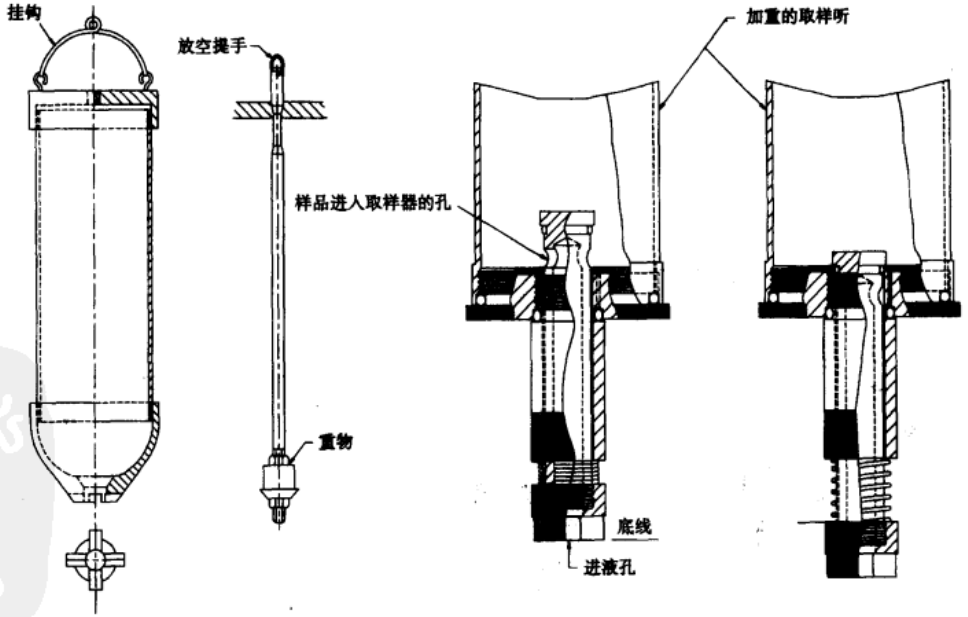


图 5 界面取样器示例



a）打开位置　　b）关闭位置

（由加重取样器的重物打开的取样器）

注：取样器应有足够的质量，可使在15℃、密度为1 000 kg/m³的液体中下沉。

图6　底部取样器示例和开闭机械装置详图

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

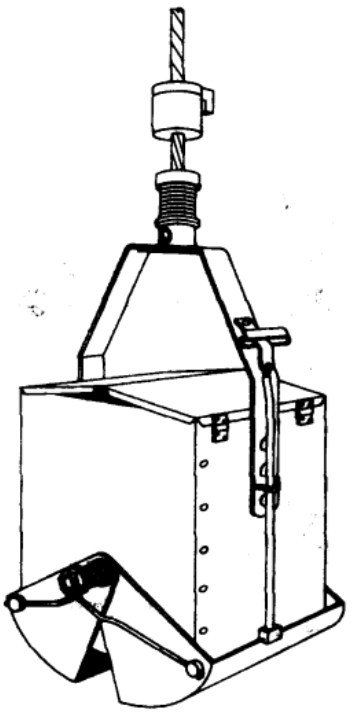
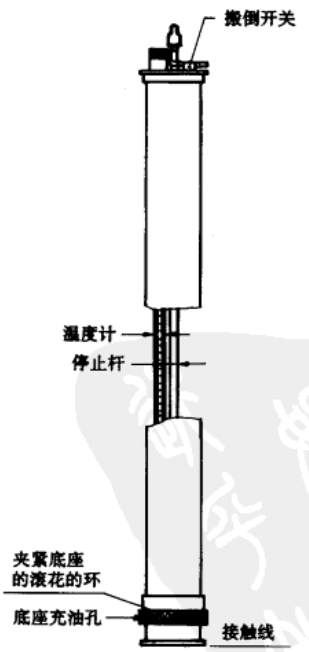


图 7 沉淀物取样器



注：充油孔由取样器接触罐底时被其底座的升起所关闭。

图 8 全层取样器示例

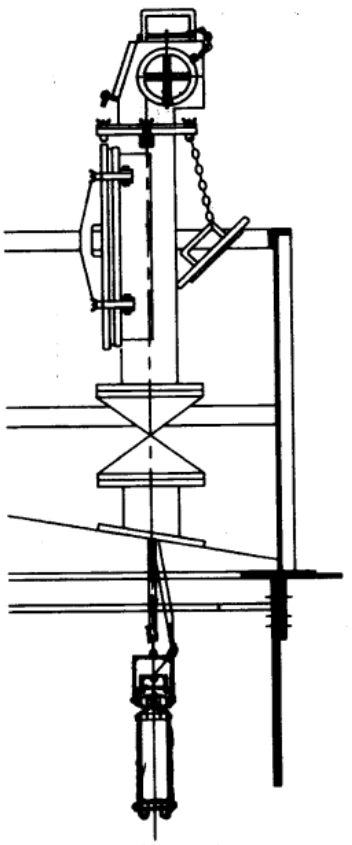


图 9　气体闭锁装置示例

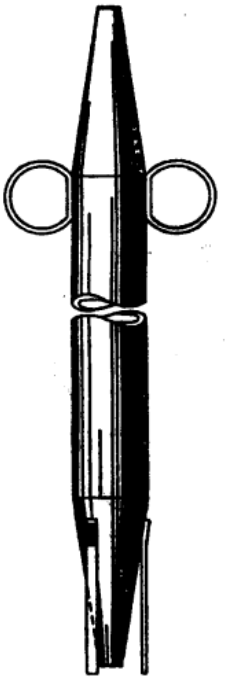
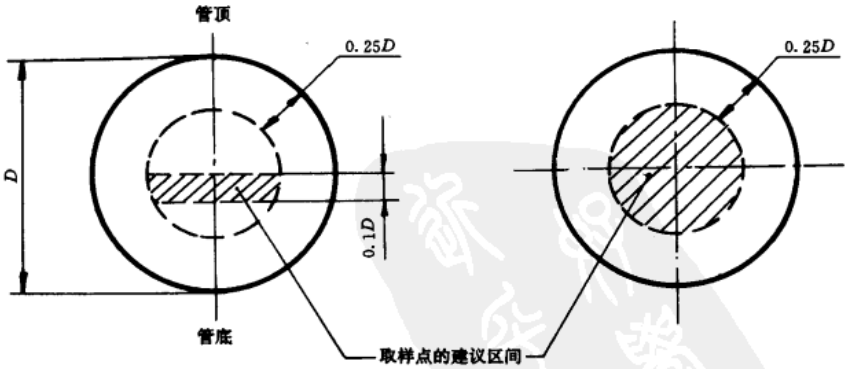


图 10　取样管示例



a）水平管　　b）垂直管

图 11　取样点的位置

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

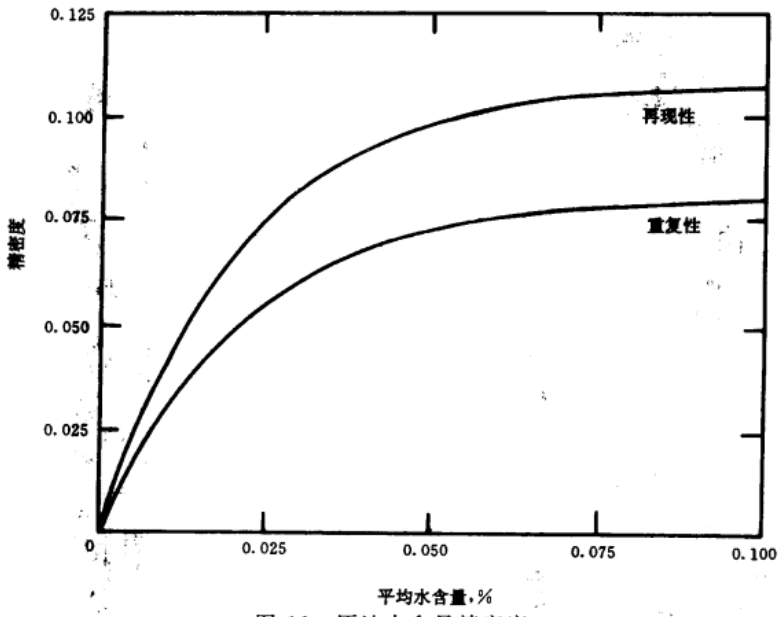


图 12 原油水含量精密度

中华人民共和国国家标准

UDC 621.892.098
:543.06

GB 7597－87

电力用油（变压器油、汽轮机油）取样方法

Method of sampling for transformer and turbine oils in electric power industry

本方法适用于变压器、互感器、油开关、套管等充油电气设备及汽轮机用油分析试验样品的采集。

1 取样工具

1.1 取样瓶：

500～1000ml磨口具塞玻璃瓶，并应贴标签。

1.1.1 适用范围

适用于常规分析。

1.1.2 取样瓶的准备

取样瓶先用洗涤剂进行清洗，再用自来水冲洗，最后用蒸馏水洗净，烘干、冷却后，盖紧瓶塞。

1.2 注射器：

应使用20～100ml的全玻璃注射器（最好采用铜头的），注射器应装在一个专用油样盒内，该盒应避光、防震、防潮等。注射器头部用小胶皮头密封。

1.2.1 适用范围

适用于油中水分含量测定和油中溶解气体（油中总含气量）分析。

1.2.2 注射器的准备

取样注射器使用前，按顺序用有机溶剂、自来水、蒸馏水洗净，在105℃温度下充分干燥，或采用吹风机热风干燥。干燥后，立即用小胶头盖住头部待用（最好保存在干燥器中）。

1.3 油桶取样用的取样管（见图1）。

1.4 油罐或油槽车取样用的取样勺（见图2）。

1.5 从充油电气设备中取样，还应有防止污染的密封取样阀（或称放油接头）及密封可靠的医用金属三通阀和作为导油管用的透明胶管（耐油）或塑料管（见图3）。

国家标准局1987－03－26批准　　1988－01－01实施

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

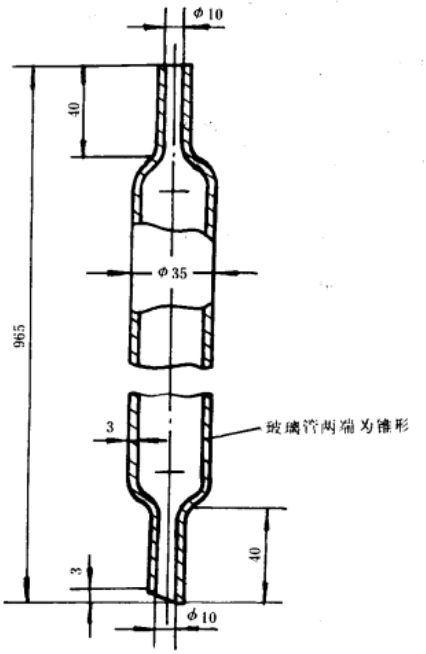


图 1　取样管

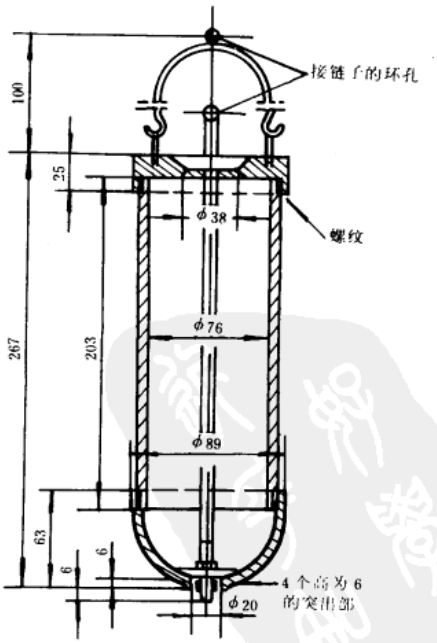


图 2　取样勺

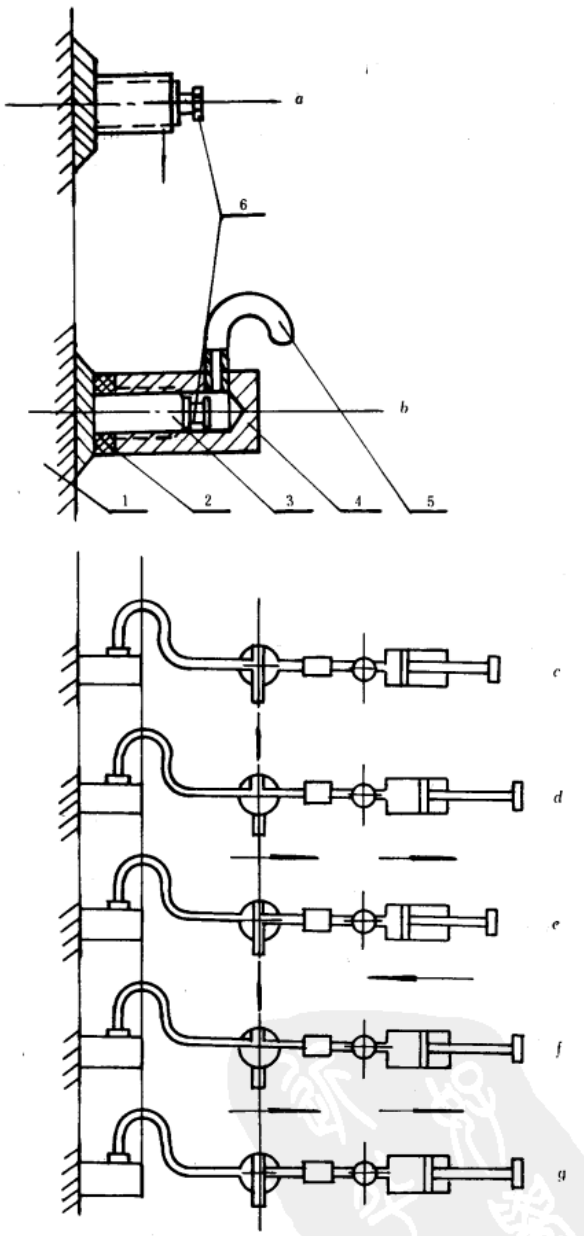


图 3　取样操作过程

1—设备本体；2—胶垫；3—放油阀；4—放油接头；
5—放油阀；6—放油螺丝

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

2 取样方法和取样部位

2.1 常规分析取样

2.1.1 油桶中取样：

2.1.1.1 试油应从污染最严重的底部取样，必要时可抽查上部油样。

2.1.1.2 开启桶盖前需用干净甲级棉纱或布将桶盖外部擦净，然后用清洁、干燥的取样管取样。

2.1.1.3 从整批油桶内取样时，取样的桶数应能足够代表该批油的质量，具体规定见下表。

序　号	总　油　桶　数	取　样　桶　数
a	1	1
b	2～5	2
c	6～20	3
d	21～50	4
e	51～100	7
f	101～200	10
g	201～400	15
h	401	20

2.1.1.4 每次试验应按上表规定取数个单一油样，并再用它们均匀混合成一个混合油样。

a. 单一油样就是从某一个容器底部取的油样。

b. 混合油样就是取有代表性的数个容器底部的油样再混合均匀的油样。

2.1.2 油罐或槽车中取样：

2.1.2.1 油样应从污染最严重的油罐底部取出，必要时可抽查上部油样。

2.1.2.2 从油罐或槽车中取样前，应排去取样工具内存油，然后取样。

2.1.3 电气设备中取样：

2.1.3.1 对于变压器、油开关或其他充油电气设备，应从下部阀门处取样。取样前油阀门需先用干净甲级棉纱或布擦净，再放油冲洗干净。

2.1.3.2 对需要取样的套管，在停电检修时，从取样孔取样。

2.1.3.3 没有放油管或取样阀门的充油电气设备，可在停电或检修时设法取样。进口全密封无取样阀的设备，按制造厂规定取样。

2.1.4 汽轮机（或水轮机、调相机、大型汽动给水泵）油系统中取样：

2.1.4.1 正常监督试验由冷油器取样。

2.1.4.2 检查油的脏污及水分时，自油箱底部取样。

注：① 在取样时应严格遵守用油设备的现场安全规程。

② 基建或进口设备的油样除一部分进行试验外，另一部分尚应保存适当时间，以备考查。

③ 对有特殊要求的项目，应按试验方法要求进行取样。

2.2 变压器油中水分和油中溶解气体分析取样

2.2.1 取样方法：

2.2.1.1 取样的要求

a. 油样应能代表设备本体油，应避免在油循环不够充分的死角处取样。一般应从设备底部的取样阀取样，在特殊情况下可在不同取样部位取样。

b. 取样要求全密封，即取样连接方式可靠，既不能让油中溶解水分及气体逸散，也不能混入空气（必须排净取样接头内残存的空气），操作时油中不得产生气泡。

c. 取样应在晴天进行。取样后要求注射器芯子能自由活动，以避免形成负压空腔。

d. 油样应避光保存。

2.2.1.2 取样操作

取样操作如图3所示：

a. 取下设备放油阀处的防尘罩，旋开螺丝6让油徐徐流出。

b. 将放油接头4（见图3）安装于放油阀上，并使放油胶管(耐油)置于放油接头的上部，排除接头内的空气，待油流出。

c. 将导管、三通、注射器依次接好后，装于放油接头5处，按箭头方向排除放油阀门的死油，并冲洗连接导管。

d. 旋转三通，利用油本身压力使油注入注射器，以便湿润和冲洗注射器（注射器要冲洗2～3次）。

e. 旋转三通与设备本体隔绝，推注射器芯子使其排空。

f. 旋转三通与大气隔绝，借设备油的自然压力使油缓缓进入注射器中。

g. 当注射器中油样达到所需毫升数时，立即旋转三通与本体隔绝，从注射器上拔下三通，在小胶头内的空气泡被油置换之后，盖在注射器的头部，将注射器置于专用油样盒内，填好样品标签。

2.2.2 取样量：

a. 进行油中水分含量测定用的油样，可同时用于油中溶解气体分析，不必单独取样。

b. 常规分析根据设备油量情况采取样品，以够试验用为限。

c. 做溶解气体分析时，取样量为50～100ml。

d. 专用于测定油中水分含量的油样，可取20ml。

2.2.3 样品标签：

标签的内容有：单位、设备名称、型号、取样日期、取样部位、取样天气、取样油温、运行负荷、油牌号及油量。

3 油样的运输和保存

油样应尽快进行分析，做油中溶解气体分析的油样不得超过四天；做油中水分含量的油样不得超过十天。油样在运输中应尽量避免剧烈震动，防止容器破碎，尽可能避免空运。油样运输和保存期间，必须避光，并保证注射器芯能自由滑动。

附加说明：

本标准由中华人民共和国水利电力部提出，由水利电力部西安热工研究所技术归口。

本标准由东北电力试验研究院、湖北电力试验研究所负责起草。

本标准主要起草人温念珠、郝汉儒、孙毓润。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

中华人民共和国国家标准

GB/T 11147—89

石油沥青取样法

Asphalt—Sampling method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了石油沥青的取样方法。

本标准适用于石油沥青在生产、贮存或交货验收地点的取样。

2 引用标准

SH/T 0229 固体和半固体石油产品取样法

3 样品选择

为检查沥青质量，装运前在生产厂或贮存地取样；当不能在生产厂或贮存地取样时，在交货地点当时取样。

4 样品数量

4.1 液体沥青样品量

4.1.1 常规检验样品取样为1 L(乳化石油沥青取样为4 L)。

4.1.2 从贮罐中取样为4 L。

4.1.3 从桶中取样为1 L。

4.2 固体或半固体样品量

取样量为1～1.5 kg。

5 盛样器

5.1 盛样器种类

5.1.1 液体沥青(包括乳化石油沥青)或半固体沥青盛样器应为具有密封盖的金属容器(乳化石油沥青亦可用聚乙烯塑料桶)。

5.1.2 固体沥青盛样器应为带盖桶，也可用塑料袋，此塑料袋须有可靠的外包装。

6 样品的保护和存放

6.1 盛样器必须洁净、干燥，盖子必须配合严密。使用过的旧容器必须洗刷干净，并满足上述要求，才可重复使用。

6.2 注意防止污染样品，装好样品后的盛样器应立即封口。

6.3 要采取妥善保护措施，防止乳化石油沥青冻结。

6.4 当须将样品从一个容器移入另一容器时，必须符合本取样法要求。

6.5 盛样器装完样品，密封好并擦拭干净以后，应在盛样器上(不得在盖上)标出识别标记。

中国石油化工总公司1989-03-17批准　　1990-04-01实施

7 从沥青贮罐中取样

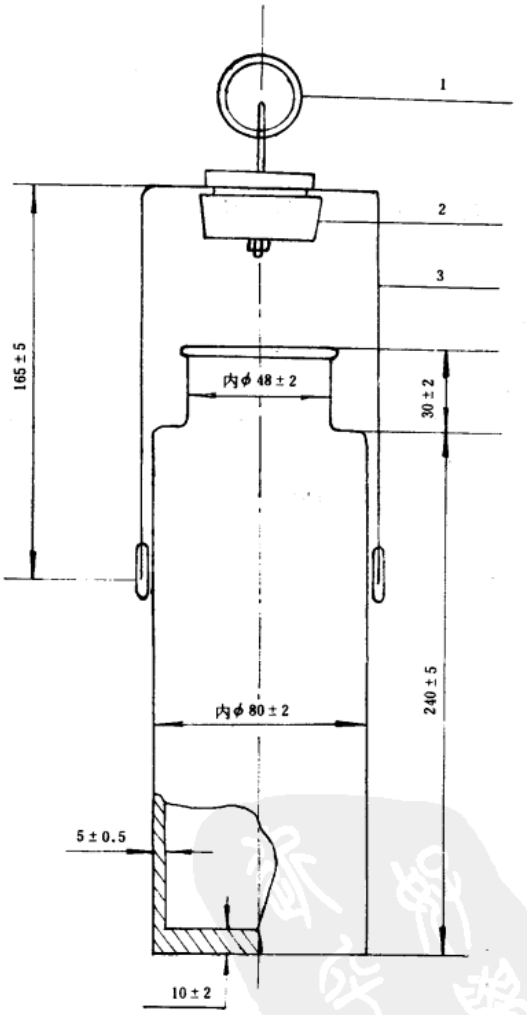
7.1 由不能搅拌的贮罐(流体或经加热可变成流体)中取样时,应先关闭进料阀和出料阀,然后取样。

7.1.1 取样器法(不适用于粘稠沥青)

用取样器(见下图)按液面高的上、中、下位置(液面高各三分之一等分内,但距罐底不得小于液面高的六分之一),各取样1～4 L。取样器在每次取样后尽量倒净。

7.1.2 从罐中取的三个样品,经充分混合后取1～4 L进行所要求的检验。

7.2 从有搅拌设备的罐中取样(流体或经加热可变成流体的沥青),经充分搅拌后由罐中部取样。



沥青取样器

1—吊环;2—聚四氟乙烯塞;3—手柄

8 从槽车、罐车、沥青洒布车中取样

当车上设有取样阀或顶盖时,则可从取样阀或顶盖处取样。从取样阀取样至少应先放掉4 L沥青后取样;从顶盖处取样时,用取样器由该容器中部取样;从出料阀取样时,应在出料至约二分之一时取样。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

9 从油轮和驳船中取样

9.1 在卸料前取样时，按7.1.1所述的方法取样。

9.2 在装料或卸料中取样时，应在整个装料或卸料过程中，时间间隔均匀地取至少三个4 L样品，将这些样品充分混合后再从中取出4 L备用。

9.3 从容量4 000 m^3或稍小的油轮或驳船中取样时在整个装料或卸料过程中，时间间隔均匀地取至少五个4 L样品(容量大于4 000 m^3时，至少要取十个4 L样品)，将这些样品充分混合后再从中取出4 L备用。

10 从桶中取样

按第11章随机取样的要求，从充分混合后的桶中取1 L液体沥青样品。

11 半固体或未破碎的固体沥青的取样

11.1 取样方式

从桶、袋、箱中取样应在样品表面以下及容器侧面以内至少5 cm处采取。若沥青是能够打碎的，则用干净的适当工具打碎后取样；若沥青是软的，则用干净的适当工具切割取样。

11.2 取样数量

11.2.1 同批产品的取样数量

当能确认是同一批生产的产品时，应随机取出一件按11.1条规定取4 kg供检验用。

11.2.2 非同批产品的取样数量

当不能确认是同一批生产的产品或按11.2.1要求取出的样品，经检验不符合规格要求时，则须按随机取样的原则，选出若干件后再按11.1条的规定取样，其件数等于总件数的立方根。下表给出了不同装载件数所要取出的样品件数。每个样品的重量应不少于0.1 kg，这样取出的样品，经充分混合后取出4 kg供检验用。

装载件数	选取件数
2～8	2
9～27	3
28～64	4
65～125	5
126～216	6
217～343	7
344～512	8
513～729	9
730～1 000	10
1 001～1 331	11

12 碎块或粉末状沥青的取样

12.1 散装贮存的沥青

碎块或粉末状固体沥青应按SH/T 0229第7章所规定的方法取样和准备检验用样品，总样量应不少于25kg，再从中取出1～1.5kg供检验用。

12.2 桶、袋、箱装贮存的沥青

装在桶、袋、箱中的沥青，按第11章所述随机取样的原则挑选出若干件，从每一件接近中心处取至少0.5kg样品。这样采集的总样量应不少于20kg，然后按SH/T 0229中7.2条方法从中取出1～1.5kg

供检验用。

13 在验收地点取样

13.1 当沥青到达目的地后或卸货时，应尽快取样。

13.2 将所取样品中的一部分用于验收试验，其他样品留存备查。

附加说明：

本标准由石油大学技术归口。

本标准由齐鲁石油化工公司胜利炼油厂负责起草。

本标准主要起草人黄杰、武金明。

本标准参照采用 ASTM D 140—70(81)《沥青材料取样法》。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

前　言

本标准是根据国际标准化组织 ISO 10715:1997《天然气取样导则》对 GB/T 13609—1992 进行修订的，本标准等效采用国际标准 ISO 10715:1997，本标准在编写格式上与 ISO 10715:1997 一致。

本标准与第一版相比，在技术内容方面，第一版只有取点样的内容，本次修订，根据 ISO 10715:1997，增加了定义、取样的安全要求、技术因素、取样用材料、取样设备的准备、直接取样、取累积样等内容。与 GB/T 13609—1992 相比，在内容上有较大的增加。GB/T 13609—1992 中引用了 GB 3723—1983《工业用化学产品采样安全通则》，由于 ISO 10715:1997 中已有一章“取样的安全要求”，因此，本次修订未引用 GB 3723—1983。本标准采标时，删去了 ISO 10715:1997 提示的附录 H“停留时间的计算准则”和提示的附录 J“参考文献”。

本标准自实施之日起，同时代替 GB/T 13609—1992。

本标准的附录 A 至附录 G 都是提示的附录。

本标准由中国石油天然气集团公司提出。

本标准由中国石油工业标准化技术委员会天然气专业标准化技术委员会归口并负责解释。

本标准起草单位：中国石油天然气集团公司四川石油管理局天然气研究院。

本标准主要起草人：唐　蒙、陈荣松、吴敏初。

本标准于 1992 年 8 月首次发布。

ISO 前言

ISO(国际标准化组织)是由各国家标准化机构(ISO 成员)组成的世界性的联合会。制定国际标准的工作通常由 ISO 技术委员会完成。对技术委员会提出的项目感兴趣的每个成员都有权参加。与 ISO 保持联系的各政府和非政府的国际组织,也可以参加此项工作。所有电工技术方面的标准化工作,ISO 与 IEC(国际电工委员会)保持密切的合作。

由技术委员会通过的标准草案交各成员进行表决,要求至少有 75%的成员同意,才能作为国际标准正式发布。

国际标准 ISO 10715 由 ISO/TC 193 天然气技术委员会 SC1 天然气分析分委员会制定。

本国际标准的附录 A 至附录 J 是提示的附录。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

中华人民共和国国家标准

GB/T 13609—1999
eqv ISO 10715:1997

天然气取样导则

代替 GB/T 13609—1992

Natural gas—Sampling guidelines

0 引言

本标准提供了与已处理的天然气取样各方面有关的导则。除非另外说明，本标准中的所有压力均以表压给出，压力可高至 15 MPa。

气体组成和物性的测定很大程度上取决于取样技术。取样系统的设计、结构、安装及维护，以及样品的转移和运输条件都是至关重要的。

这些导则包括取样原则、取样方法和取样设备的选择。

本标准可用于那些未将取样作为一个分析步骤进行描述的情况。本标准集中描述取样系统和步骤。对于用这些系统和步骤获得的样品的分析，可用于许多方面，包括计算确定气流的发热量，鉴定气流中存在的污染物，由组成情况来判断气流是否符合合同规定的技术指标。

警告——使用本标准可能涉及带来危险的材料、操作过程和设备。本标准并不意味指明了伴随标准使用所带来的所有安全问题。本标准的使用者有责任建立合适的安全和健康措施并在使用之前明确应用上的限制或法规上的限制。

所有的取样活动应遵守国家和当地的安全法规。

1 范围

本标准的目的在于提供一个简明的导则，用于对经过处理的天然气气源中有代表性样品的采集和处理。它还包括取样应考虑的原则、探头的位置以及取样设备处理和设计的各项导则。

本标准涉及点取样、组合取样（累积取样）和连续取样系统。

本标准考虑了气流中氧、硫化氢、空气、氮、二氧化碳等组分。

本标准不包括液相或多相流体的取样。

如果存在痕量液体，例如甘醇和压缩机油，则被视为干扰杂质，而非取样气体的一部分，应将它们除去，以保护取样及分析设备不被污染。

本标准可用于交接计量系统和输配计量系统。

2 定义

本标准采用如下定义。

2.1 直接取样 direct sampling

在取样介质与分析单元直接相连接的情况下的取样。

2.2 移动活塞气瓶 floating-piston cylinder

移动活塞气瓶是一种内部装有一个可移动活塞的容器，活塞用来隔离样品与缓冲气体。活塞两边的压力保持平衡。

2.3 流量比累积取样器 flow-proportional incremental sampler

国家质量技术监督局 1999-05-17 批准　　1999-12-01 实施

流量比累积取样器是在一定的时间间隔内，以与气源管道气流流量成比例的速率采集样品的取样器。

2.4 高压天然气 high-pressure natural gas

高压天然气是指气体压力在 0.2 MPa 以上的天然气。

2.5 烃露点 hydrocarbon dew point

烃露点是指在给定压力下，烃类蒸气开始凝析时的温度。

2.6 累积取样器 incremental sampler

累积取样器采集一系列点样并汇集成一个组合样品。

2.7 间接取样 indirect sampling

在取样介质与分析单元没有直接相连的情况下进行的取样。

2.8 液体分离器 liquid separator

样品管道内用来收集析出液体的一种装置。

2.9 低压天然气 low-pressure natural gas

是指压力在 0～0.2 MPa 之间的天然气。

2.10 吹扫时间 purging time

用样品气吹扫装置所用的时间。

2.11 代表性样品 representative sample

将被取的天然气视为一个均匀的整体时，与其具有相同组成的样品就是代表性样品。

2.12 停留时间 residence time

样品通过装置所用的时间。

2.13 反凝析 retrograde condensation

反常行为描述了烃类气体混合物，如天然气的非理想的相性质。反凝析是指烃类气体混合物在一个特定的压力和温度下将生成重烃的液相，在相同温度下，压力高于或低于此特定压力时，混合物仍保持单相的气体状态(见 5.2)。

2.14 样品容器 sample container

当需要间接取样时，用来收集气体样品的容器。

2.15 取样导管 sample line

用来将气样传输到取样点的导管。它可能还包括为运输及分析样品作准备而需要的装置。

2.16 取样探头 sample probe

插入气体管道，另一端与取样导管相连接的装置。

2.17 取样点 sample point

能够从其中采集到有代表性样品的气流内的一个部位。

2.18 点样 spot sample

点样是指在规定时间在规定地点从气流采集的具有规定体积的样品。

2.19 传输导管 transfer line

用来将待分析的样品从取样点引导到分析单元的管道。

2.20 水露点 water dew point

水露点是指在给定压力下水蒸气开始发生凝析时的温度。

3 取样原则

3.1 取样方法

取样的主要作用是获得足够量的有代表性的气体样品。

取样主要分为直接取样和间接取样，取样的分类示意图见图 1。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

直接取样方法中，样品直接从气源输送到分析单元。

间接取样方法中，样品在转移到分析单元之前被贮存在容器内。

间接取样方法的主要类型有取点样和取累积样。

由天然气分析获得的所需的数据可分为两种基本类型：平均值和限定值。

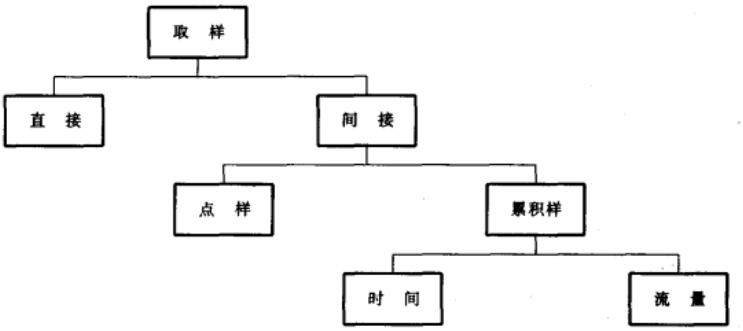


图 1 直接和间接取样方法分类示意图

3.1.1 平均值

一个典型的例子是发热量。气体交接过程中要求给出时间或流量的平均发热量。一般由商业协议确定求平均值的时间周期和方法。

3.1.2 限定值

大多数的天然气交接合同中包括关于气体组成和气体性质技术指标的限定值。可以采用直接取样，经常也需要采用间接取样。

3.2 取样频率

本条给出了建立取样频率的准则。取样频率基本上是一个经验性的问题。气流过去的物性情况和预期(系统性)的变化决定取样频率。

一般来说，管输天然气组成在每日、每周、每月、每半年或每个季节会发生变化。组成也会因气体处理装置和气藏的变化而发生变化。在选择取样间隔时应考虑与环境和操作方面相关的所有因素。

在本段所用统计方法应与经验上的判断相符合。

在此要求的取样频率是指为获得有意义的结果，在某个特定的时间周期内应采集的样品数。

计算样品数的公式如下：

$$n^{1/2} = t \cdot \frac{s}{d}$$

式中：d——要求的误差限；

n——样品数；

s——标准偏差；

t——t 因子(见附录 G 的表 G1)。

这个公式可用迭代法来解。初始 t 值是个估计值，用于计算出 n 的修正值，再用此 n 值计算出新的 t 值。误差限、样品数和标准偏差是在同一时间周期内获得的。

3.2.1 误差限

误差限有两种不同的情况。一种情况与平均值的确定有关。在大多数天然气交接合同中，这些值都作为准确度指标给出。

另一种情况与限定值的确定有关。天然气交接合同规定了各种限制，但很少给出准确度的指标。这种情况下，最新的测定值或过去一年的平均值与限定值之差便可作为误差限。

3.2.2 样品数

样品数是指在一确定的时间周期内所采集样品的数目。它与累积取样的各种分样品是相同的。

3.2.3 t 因子

t 因子只适用有限体积样品，它可从标准统计表中查到。其值取决于置信度(一般为 95%)和“自由度”。自由度在此处取值为测量次数减 1，即($n-1$)。

示例 1：测定月平均发热量应采集的样品数

$d=0.4\%$ （天然气交接合同中要求的月平均值的误差限）

$s=0.6\%$ （估计的一个月内的变化情况）

第一次估算，取 $n=7$。

当自由度为 6，单侧置信度为 0.975(相当于两侧置信度为 0.95)，查表 G1 得：$t=2.45$。

$$n^{1/2}=2.45\times\frac{0.6}{0.4}$$

$$n=14$$

第一次迭代，取 $n=14$，重新计算；

当自由度为 13，单侧置信度为 0.975(相当于两侧置信度为 0.95)，查表 G1 得：$t=2.16$。

$$n^{1/2}=2.16\times\frac{0.6}{0.4}$$

$$n=11$$

第二次迭代，取 $n=11$，重新计算；

当自由度为 10，单侧置信度为 0.975(相当于两侧置信度为 0.95)，查表 G1 得：$t=2.23$

$$n^{1/2}=2.23\times\frac{0.6}{0.4}$$

$$n=11$$

示例 2：测定总硫应采集的样品数

上次测定值为 20 mg/m^3，合同限定值为 50 mg/m^3，

$d=30$ mg/m^3 （天然气交接合同中限定值与上次测定值之差）

$s=10$ mg/m^3 （过去一年中）点样的标准偏差

当($n-1$)取为 2，置信水平为 95%时，查表 G1 得：$t=4.30$

$$n^{1/2}=4.30\times\frac{10}{30}$$

$$n=2$$

重新计算表明 2 个样品不够，所以要取 3 个样品。

4 取样的安全要求

4.1 总则

取样以及样品处理应当遵循国家和企业有关的各种安全法规。

如果没有合适的规程，应建立详细的操作规程，也应当建立设备的详细说明。

有关人员应接受适当的培训，使之达到能够承担必要责任的水平。

4.2 人员

负责取样的部门和班组人员应确知能在有关的安全规程之内完成取样。

执行取样和安装取样设备的人员应经过必要的培训，使之能够估计出潜在的危险。

以上人员应有权制止不适当的或不安全的取样或取样设备的安装。

4.3 设备

用于高压天然气取样的设备应定期进行检查和检定。

相关文件应齐全有效。

取样设备的设计应满足有关的取样条件，如压力、温度、腐蚀性、流量、化学相容性、振动、热膨胀与

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

收缩等。

玻璃容器不能在压力下使用。

在运输和存放过程中气瓶上应装有盖帽。

气瓶应永久性地标明其容积、工作压力和试验压力。

气瓶的试验压力应至少是工作压力的1.5倍。

在运输与存放过程中要保护气瓶不被损坏。应为各种不同型号气瓶设计运输箱。

气瓶上还应配有提供相关信息的标签，并防止标签磨损脱落。

气瓶及其附件应定期进行检查并试漏。

固定的传输和取样导管应正确保管。有可能破裂的连接处应便于试漏。气体出口应安装双重的截止阀和泄压阀。当气瓶不用时，应装好盖帽。

应限制高压软管的使用，严格按照产品说明进行安全操作。传输导管能被固体或液体污染物堵塞，所以在“再打开”这些管道时应采取特别保护措施。这种操作只能由具有取样资格的合格人员来进行。

传输导管的切断阀应尽可能靠近气源安装。取样探头应配备一个切断阀。

取样使用的相关的电气设备应获得批准。

应避免使用可能产生静电的设备。

应避免使用可能产生火花的设备或工具。

4.4 易燃性

为了防止火灾或爆炸，在气体处于可燃烧浓度(天然气约为4%～16%)的区域内，应遵循下列限制：

禁用明火。

禁止吸烟。

禁止使用可能产生火花的设备与工具。

禁止使用操作温度高于气体混合物自燃点的设备，天然气自燃点一般高于400℃。

禁止使用能与气体剧烈反应的化学试剂。

禁止发动火花点火式马达。

应充分通风，以防止可燃性气体大量聚积。

传输导管的吹扫应直接引向“安全区”(如开阔地带)。人工取(点)样时，在取样地点释放的气体应限制到最小量。

与取样点相关的要害地点应使用气体检测器。

应备有便于得到的手动或自动灭火设备。

取样人员应经过在发生火灾时能做出正确的反应的培训。

4.5 个人防护装备

应配备必需的个人防护装备。不同地方对防护装备的需求不尽相同，但应考虑到以下因素：

气体中含有毒或刺激性组分(如硫化氢、氧、汞、芳香烃等)时，要求使用防毒面罩，供应新鲜空气，配备防护手套及有害组分监测器。

对于高压气取样，可能需要使用护目镜和面罩。还应使用压力表来显示系统压力，使用泄漏检测器来检查系统是否泄漏。

为了防火，操作人员应穿戴防火服(围裙、连衣裤、实验服)。另外还应配备烟雾防护面罩。

4.6 运输

含有带压气样的取样瓶运输时应遵循有关法规。

气瓶应装在运输箱内保护起来，否则可能损坏气瓶本身及阀、压力表等。

运输过程中还应防止气瓶的温度剧烈变化，避免造成超压或样品凝析。

装运箱还应按规定配有合适的标记。

5 技术因素

5.1 流动特性

管道内的流动可能是层流，也可能是紊流。然而，在取样系统中应避免层流出现。层流可以是单相或多相的。大多数气流是单相紊流。当流体接近饱和状态时气体管道中也可能产生两相紊流。

例如，从气液分离器出来的流体接近气体露点，管道温度下降将会造成凝析的发生，从而产生两相流。

从配气站出来的天然气可能发生管道内的气体没有完全混和均匀的情况。

如果组成不是完全均匀的，用静态混合器能够提高其均匀性。

5.1.1 层流

层流在通常情况下不会在气体管道内出现，因为气体的低粘度和高流速足以保证不会产生层流。然而，取样系统的设计应避免层流的产生。

5.1.2 紊流

通常，在取样系统和气体管道内，紊流是有利的，因为紊流可使流体混合均匀。

5.1.3 两相流

本标准的各项导则中没有涉及两相(气液)混合物的取样问题，而且在任何时候都应尽可能避免。

目前的天然气取样技术还不能以合理的准确度解决这个问题。

5.2 凝析与再气化

天然气凝析行为相当复杂。图 2 给出了天然气压力温度相图的示例。曲线的形状取决于气体组成。

如图 2 所示，在临界点和正常的操作条件之间，相边界是一个复杂的函数。当调节气体压力或温度进入相边界时，就可能发生“反凝析”。

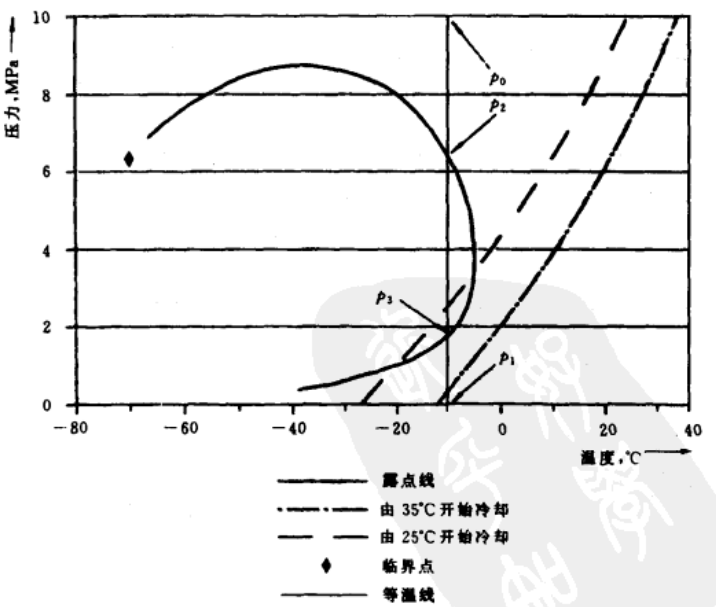


图 2 天然气压力和温度的相图示例

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

样品开始分析之前至少应加热至比样品源温度高出10℃。如果不知道样品源温度时，则应将样品至少加热至100℃，为了确保可能存在的凝析物再气化，应加热2 h，如果需要，加热时间可以更长。

5.2.1 凝析问题示例

图2给出了关于如何产生凝析问题的示例。管道内气压为 p_0，如果初始温度为−10℃，将气体等温膨胀(即降低压力)，它就会沿着图中的竖线接近分析时的压力 p_1。气体在 p_0 处于稳定的单相状态，并且继续保持这种状态直至 p_2，p_2 处于两相区的边界上。在 p_2 和压力较低的 p_3 之间是气体与凝析液体共存的两相区。在这个区域内，气相和液相的相对数量，以及它们的组成是连续变化的。在低于 p_3，一直到 p_1 的压力下，流体以气相再次出现。

与此相反，对一个初始压力为 p_1 的气瓶等温充气至 p_0，当压力经过 p_3 时，瓶内会出现两相。理论上在 p_2 这两相又会重新合二为一，但这个过程相当慢，而且从两相共存的气瓶内放出的任何气样都不具有代表性，而且气样的放出还会改变保留在瓶内样品的组成。

采用带压移动活塞气瓶，使样品保持在不发生凝析的条件下，是避免产生凝析的一种方法。

事实上，在膨胀过程中，由于焦耳—汤普森效应，气体温度会降低。图2表示某气体的相态。该气体的初始温度为25℃，初始压力为10 MPa，膨胀后，在压力 p_3 下将冷却到−10℃以下，该气体将经过两相区，从而发生凝析。要想在到达 p_1(分析压力)时不进入两相区，初始温度应达到35℃。

5.2.2 样品采集之后的凝析

样品容器内的样品在运输过程或在实验室等候分析的过程中有可能发生部分凝析。高压气体样品容器和与分析单元相连的管道，在分析之前都应进行加热。加热时间和温度应足以保证任何凝析烃在开始分析前全部重新气化。

5.2.3 取样探头处的滴落

取样导管内的液体重烃或凝析物滴回到主气流后，会降低气体测得量的发热量。这种现象可由记录图上的日夜正弦波效应得到证实。由于白天较热，记录的发热量较高，而夜间温度较低，记录的发热量也较低。

5.2.4 加热和保温

为了避免出现凝析，取样系统的样品处理装置的温度在任何压力下都应高于气体的露点。而且如图2所示，气体还应进行预热。

5.3 吸附和解吸

某些气体组分被吸附到固体表面或从固体表面解吸的过程称为吸附效应。有些气体组分和固体之间的吸引力是纯物理性的，它取决于参与此过程的各种材料的性质。

天然气中可能含有几种强吸附效应的组分。在测定痕量重烃或杂质时应特别注意这点。

5.4 泄漏和扩散

应对管道和设备进行定期泄漏检查。微漏可影响痕量组分的测定分析(即使在高压下，水或大气中的氧也可能扩散到管子或容器中：组分的分压差决定扩散的方向)。在氢气存在时应特别注意。

试漏可采用洗涤剂的溶液，或将管道充压，或用其他更复杂的方法进行，如使用便携式泄漏检测仪(如质谱计)。

5.5 反应和化学吸附

活性组分能与取样设备化学结合(例如通过氧化)，或者表现为化学吸附。取样设备中使用的材料也可能催化样品的反应(例如在含有痕量硫化氢、水和含羰基的硫化物的混合物中)。

5.6 使用集液器的注意事项

在取样导管系统中使用集液器或气液分离器的目的是除去一些有干扰的液体。应仔细考虑这些设备的使用(见8.4)，集液器可捕集液珠，随后将液珠连续气化到样品流中。有一个危险就是它们的使用可能改变气体样品的组成。在气相和液相之间平衡的各组分的浓度可能会随着液体的除去而发生变化。取样导管应由取样点向上倾斜，从而没有低凹点可聚积液体。

6 取样用材料

6.1 一般要求

取样系统中使用什么材料合适，取决于待取气样的性质。一般情况下，气体接触到的所有表面均推荐使用不锈钢材料。阀座和活塞密封圈应使用柔韧性材料，以适应其特殊用途。湿气、高温气体或者含有硫化氢或二氧化碳的气体，在取样时存在的材料问题更多。这些类型的气体可能要求使用特殊材料或对取样系统内部涂层。建议对用于酸性气体取样的气瓶进行聚四氟乙烯或环氧涂层。可能的话，活泼组分如硫化氢和汞应用直接取样的方法在现场分析，因为即使有涂层的容器也不能消除对这些组分的吸附。

应避免使用黄铜、紫铜和铝等软金属，因为它们很容易产生腐蚀、金属疲劳等问题。但在某些对样品容器的反应性要求高的场合，允许采用铝制的样品容器。

一般来说，与样品或标准气接触的材料应具有以下特性：对所有气体无渗透性，具有最小的吸附和对被传输的组分具有化学惰性。

由于天然气中可能存在少量的含硫化合物、汞、二氧化碳等，所有的装置和接头都应使用不锈钢，或者在低压下使用玻璃。表 1 列出了可能适合的材料。

表 1 取样系统材料与气体组分的相容性

材料	与气体组分的相容性[1]							
	C_nH_m	COS CO_2	CH_3OH O_2	H_2S RSH THT	H_2O	He	Hg	H_2 CO
不锈钢	a	a	a	b	b	a	b	a
玻璃[2]	a	a	a	a	a	a	a	a
聚四氟乙烯[3]	b	b	b	a	c	c	c	b
聚酰胺	a	a	b	a	c	a	c	a
铝	a	a	a	b	b	a	c	a
钛	a	a	a	a	a	a	a	a

1) *a*——合适；*b*——有条件使用；*c*——不推荐。

2) 玻璃是高惰性材料，但易碎裂，在高于大气压下取样不安全。

3) 聚四氟乙烯(PTFE)是惰性的，但可能有吸附，它对水、氦和氢有渗透性，聚四氟乙烯涂层可能不完整，因此有些内表面可能未被保护。

6.1.1 碳钢

碳钢及其他类似多孔性材料能留住天然气流中的重组分和诸如二氧化碳和硫化氢之类的杂质，不宜用于取样系统。

尽管不锈钢用于取样设备总体上是一种很好的材料，但建议用户在使用前应咨询腐蚀专家。

当气流中含有水分时不宜使用不锈钢。但已证实某些不锈钢材料，如 4CrNi1810 和 4CrMo17122 的性能是令人满意的。

6.1.2 环氧涂层

环氧树脂(或酚醛树脂)涂层能够减少或消除对含硫化合物或其他微量组分的吸附。但是对小的接头、阀和其他表面积小的部件进行涂层是不现实的。当待分析物质的浓度在 10^{-9} 或 10^{-6} 范围时，这些未被保护的表面引起的气体组分的损失是可检出的(见 7.2)。

6.1.3 其他聚合物

聚合物的使用应限制在管道或设备接头的连接件，这些地方很少或不直接与样品接触。尤其是在分析水或含硫化合物时应特别小心。不过，使用由聚酰胺材料做成的短管仍可获得较好的结果。

在某些情况下，可在低压下使用软的 PVC 材料。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

在取样系统中使用任何新的聚合物材料之前，应用适当浓度的标准气进行检验，以证明该聚合物材料不会引起样品组成的改变。

6.1.4 橡胶

即使在低压下，也不推荐使用橡胶管或橡胶连接物，因为它们具有高的反应活性和渗透性。已知硅橡胶，对许多组分都具有很高的吸附性和渗透性。

6.2 双金属腐蚀

在取样系统中使用互相接触的不同的金属，可能加快腐蚀，并导致取样误差或安全问题。

7 取样设备的准备

7.1 表面处理

某些材料表现出来的吸附效应可以用表面处理技术加以改进。洁净、无油脂的表面吸附性较小，粗糙的表面则为气体提供了吸附和聚集的晶核。

现在可用抛光技术使吸附效应降低到最小程度，而且还能减少使取样装置达到平衡所需要的时间。

还可以用其他工艺来减小吸附效应。有些材料可电镀某种惰性材料如镍来减少吸附效应。

利用专利技术对铝进行钝化处理，也能够减少吸附。

7.2 取样系统的清洁

取样和传输导管中与气体接触的所有部分均应无脂、无油、无霉或其他任何污染性物质。样品容器在每次采集样品前都应清洗和吹扫(见附录B)，除非这些样品容器是特别钝化的气瓶，用来采集含很活泼组分的样品，应采用合适的挥发性溶剂清洗，然后干燥，以避免吸附现象特别是由含硫化合物和重烃引起的吸附现象的发生。像丙酮之类干燥后没有残留的溶剂，尽管在有些情况下存在易燃或有毒性，但一般还是可以用来清除最后残存的重污染物。只有在蒸汽本身洁净，不含缓蚀剂、锅炉水处理剂或其他可能污染样品容器的物质时，才使用蒸汽除污。

有沉积物的气瓶，清洗时应特别注意。

如果需要分析含硫组分，则不能用蒸汽来清洁不锈钢瓶，因为此时含硫物质易于被气瓶吸附，分析出来的结果会显著地低于预期的硫含量水平。为此，欲分析其硫含量的样品要求采集到有特殊衬里的气瓶或钝化的气瓶内。很重要的一点是要注意应对样品容器及其附属配件的全部润湿表面进行涂层。如果只对容器本身，而不对阀、接头、卸压装置等涂层，则不能获得满意的保护效果。在某些情况下，如含有硫化氢的气体建议用聚四氟乙烯涂层。

7.3 取样设备的稳定处理

先用样品气吹扫，直至顺序采得的气样的分析浓度趋于一致。在用样品气吹扫之前，先将取样设备抽空能够减少稳定时间。多次抽空和吹扫有利于缩短稳定时间和达到平衡。

最后可通过分析已知标准气来确定是否达到平衡和取样设备是否稳定。

7.4 预充气

可用气体来干燥或吹扫已除尽沉积物和重污染物的气瓶，这些气体有氮气、氦气、氩气和仪器用干空气。为了避免干扰，干燥气或吹扫气应不含待测组分。许多实验室在样品容器中都充有空白气，如氮、氦气、氩气或其他气体以防止被空气污染。应谨慎地选择用于预充或回压的空白气，以避免在样品容器发生泄漏或样品被污染时，分析系统将这些气体作为被测样品的一部分。例如，用氦作载气的色谱仪不会检测到单腔气瓶内残留的预充的氦，也不会检测到从移动活塞气瓶的活塞中泄漏的氦。

8 取样设备

8.1 取样探头 sample probes

设计取样探头时应考虑到输气管道内高速气流可能造成的探头共振。当管道内气流无液体夹带，并且流动条件远远高于气体的露点时，可以使用任何类型的取样探头取样。然而，当管道的操作温度等于

气流的露点或在其附近时，则要求特殊设计的探头以克服凝析及气流中夹带小液滴等问题。

8.1.1 直管探头 straight-tube probe

最常见的取样探头是直管探头，如图 3 所示。其末端可以是平的，也可是切角的。

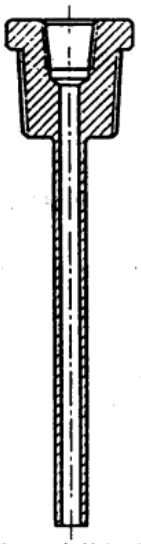


图 3 直管探头

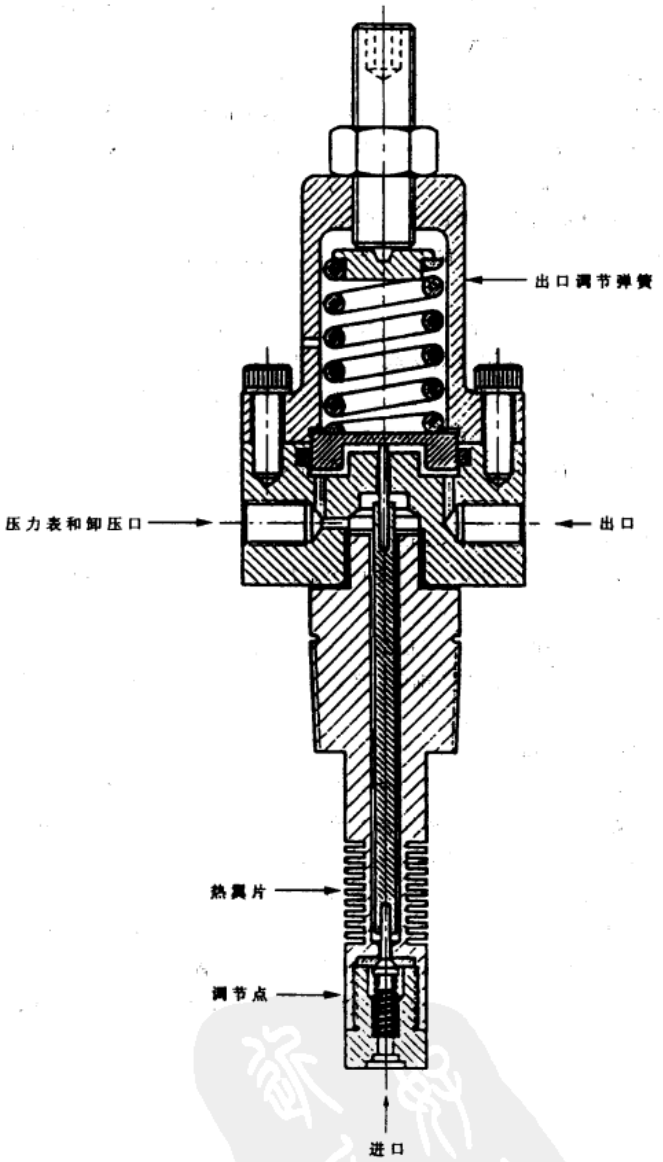


图 4 减压调节探头

8.1.2 减压调节探头 regulated probe

天然气工业中通常使用的另一种类型的探头是减压调节探头。这些探头通常用于连续分析仪系统，并设计成在减压条件下将气体输送到分析系统。隔膜和控制弹簧固定于管道外壁，其内部的连杆与发生压力降的点相连，这一点就是伸入气流内的探头的下端。该下端通常装有翼片，以便当温度因气体膨胀而降低时能从气流的热质中得到补偿。减压调节探头如图 4 所示。

8.1.3 定位和安装 location and installation

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

探头应直接定位在气流当中以消除尘雾干扰问题。

推荐探头位置在阻流元件的下游至少 20 倍管径之处，阻流元件包括弯管、集管、阀和 T 形管等。

探头的位置应在水平管道的上部。取样探头应插到管直径 1/3 处，以便从管中心取样。

探头外部应配有适当的阀，以便可将取样导管从气源管道上卸下。探头可以是固定的，或者是可拆卸的，这取决于其位置和操作条件。

8.2 取样与传输导管 sampling and transfer lines

一般来说，为减小停留时间，取样导管应尽可能短，管直径应尽可能小，但不小于 3 mm。

取样导管的放空应减至最小程度。此外，高压降可能导致冷却和凝析，这会影响样品的代表性。

取点样时吹扫时间至少应 10 倍于停留时间。

取样点和样品容器之间的所有连接处都不应发生样品污染。在必需和允许用丝扣连接处，应使用 PTFE 带。不应使用丝扣密封剂，这种产品可能污染样品或吸附样品中的某些组分，从而导致错误的分析结果。

8.2.1 取样导管内的压降 pressure drop in a sample line

取样导管的正确操作要求从取样点至排气口间存在一个压差。

该压力差可由孔板，调节器或气流管道中其他合适的装置获得。

8.2.2 取样导管的尺寸 dimensions of sampling lines

取样导管内的流量应选择适当，以保证获得较短的响应时间。然而每种应用必须考虑其自身的优点。

8.3 旁通结构 bypass constructions

出于对环境和安全的考虑，当使用旁通时，最好使用闭合环路。

8.3.1 旁通环路 bypass loop

旁通环路应是闭合结构，它最终应返回主管。

最好使用 3～10 mm 不锈钢管。环路中需要在取样点与排气口之间存在压差，以保证处于环路中的取样装置内有均匀稳定的流量。

8.3.2 旁通管 bypass line

当不能提供足够的压差时，可使用管端敞开的旁通管，这样气体将放空到大气或通过火炬放空。

在管端敞开的管中，需要控制流量和压力损失以减少任何冷却和凝析，否则将影响样品的完整性。

8.4 尘雾捕集 aerosol and/or dust traps

在气体处理装置的出口，有时需要控制处理单元出口气的某些物性（例如：脱水后的水含量，脱硫后的硫化氢含量，压缩后的露点）。有些单元，由于处理过程的特定机理，可能释放出液体、雾珠或泡沫（如甘醇、胺、油）等形式的杂质。因此，需要保护减压装置和分析单元不与体中的任何液体接触。如果探头不能安装在管道上气液分离器的下游，图 5 和图 6 中列出的装置可用于阻止非气态的物质。

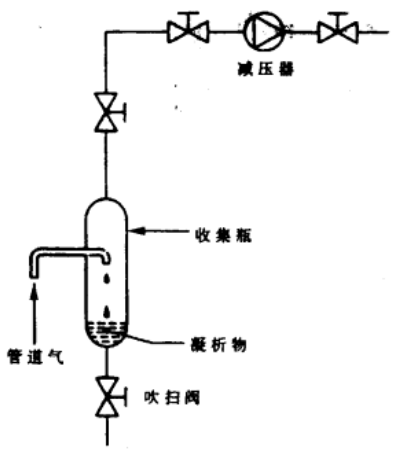


图 5 滴瓶的安装

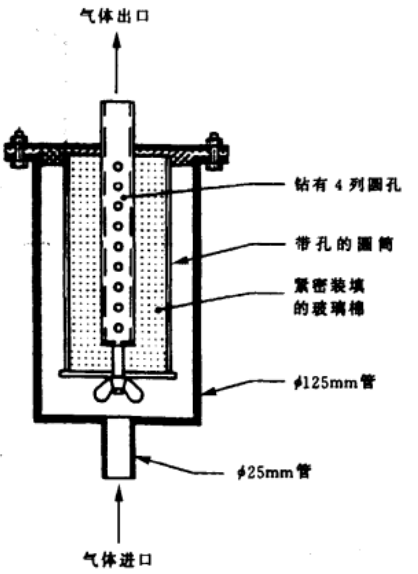


图 6 分离器

8.4.1 分离器 separators

取样系统一般不推荐使用分离器(或"滴瓶")。但分离器的使用可保证可能被取样探头采集到的任何游离液体不进入分析单元或样品容器。在使用这种装置时如果不注意,没有确保在管道温度下取样,则会产生严重的误差。在单相管道内理论上不需要使用分离器。如果使用,就应小心。在分离器(或滴瓶)外面的管道上进行加热或保温来消除冷凝是很有用的。如果环境温度低于气源温度,而气源温度又接近露点,则需要对整个取样系统绝热,以保证取到有代表性的样品。应尽可能不使用那些可促进凝析或吸附的机械装置、过滤装置或吸附性材料。

8.5 减压装置 pressure reducers

为了向分析单元输送合适压力的样品气,常需要一个减压装置。

根据管道内的压力以及传输导管的压力降,可以在管道的起始端或终端减压,或者根本不减压。

减压装置材料最好用不锈钢和 PTFE。

减压阀的最大额定压力应大于预期的气体取样系统管道的最大压力。

由于焦耳—汤普森效应,当压力降低时,温度约以 0.5℃/0.1 MPa 的比例降低,因此,存在重尾馏分凝析的可能。

若发生凝析,样品便不再具有代表性,所以应预防凝析的发生。通常的预防方法是加热,以补偿温度的降低。加热应在减压装置的上游进行。整个系统的设计应使任何一点都不会发生凝析(示例见图 7)。需要的热量取决于气体的组成、压力降、压力和温度、流量等。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

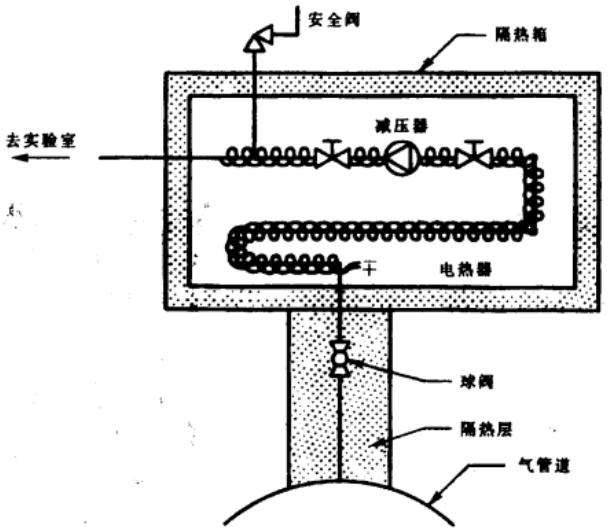


图 7 降压取样加热箱

8.6 加热装置 heating devices

加热元件可以安装在取样探头和取样导管上。在某些情况下，还要求对样品容器加热。

电加热元件应是自限型的。它们也应满足其使用地区的电气要求。还要求保证当某些元件发生故障时，加热元件不产生过热。

8.7 样品容器 sample containers

8.7.1 一般要求 general considerations

样品容器不应改变气体组成，或影响气体样品的正确采集。各种材质、阀门、密封圈以及样品容器的其他部件都应符合这个主要的要求。

用于取样的容器通常由玻璃(用于低压，总压小于 0.2 MPa)、不锈钢、钛合金或铝合金制成。金属容器的特殊内涂层应保证与含硫化合物的反应性最小。除非容器已被抽真空且密封好，否则它们至少应配备两个阀，以便可用样品气吹扫。容器与气体接触的表面应无脂、无油或其他任何污染物。应非常小心地将它们清除干净，以避免吸附现象。附录 B 描述了清洁的步骤。

推荐采用软座阀，因为它优于金属对金属座的阀。

8.7.2 移动活塞气瓶 floating-piston cylinders

本方法要求的容器由金属管构成，内表面被磨光并抛光。气瓶最好用可拆卸的管端盖帽密封，以便活塞的移动和维护。在盖帽上钻孔并攻出螺纹，以安装阀、压力表及泄压阀。图 8 给出了一个移动活塞气瓶的示例。

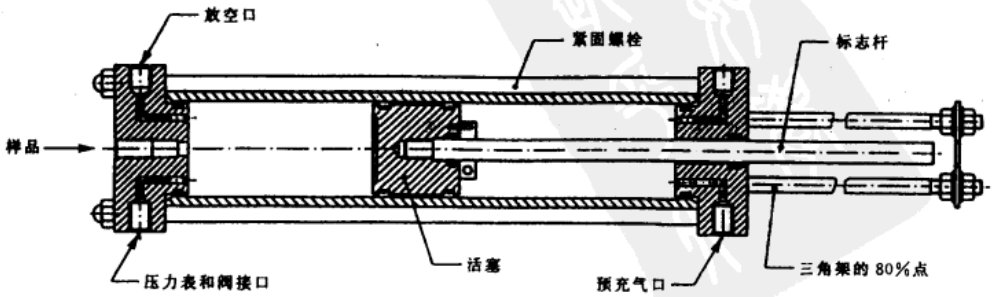


图 8 移动活塞气瓶

8.8 累积取样器 incremental samplers

有两种通用的商品累积取样器：

8.8.1 调压取样器 regulator samplers

一种特殊设计的压力调节器，在取样过程中使样品容器内被采集的气体压力从零增加到管道的最大压力。当管道压力低或流量变化大时不推荐使用。

8.8.2 置换式取样器 displacement samplers

在取样周期内，在恒定的管道压力下，移动活塞气瓶内预先充入的气体被逐步地由泵入的样品所置换。

9 取点样

本章规定了将样品充入合适的气瓶中，然后将样品运送到分析地的间接取样方法。

有关低压取样的附录C描述了从低压天然气输配系统内用玻璃容器取点样的方法。

适合在高压和低压下取点样的方法有：

——充气排空法；

——控制流量法；

——抽空容器法；

——预充氮气法；

——移动活塞气瓶法。

9.1 充气排空法

本方法适用于样品容器温度等于或高于气源温度的情况。气源压力应大于大气压。附录D给出了充气排空法的详细操作步骤。

9.2 控制流量法

本方法中，用针形阀来控制样品流量。

本方法适用于样品容器温度等于或高于气源温度的情况，气源压力应大于大气压。附录E给出了控制流量法的详细操作步骤。

9.3 抽空容器法

本方法是在样品采集前预先将气瓶抽真空。

本方法不受气源温度和压力的限制。

样品容器上的阀和附件应处于良好状况且不应有泄漏。附录F给出了抽空容器法的详细操作步骤。

9.4 预充氮气法

除了在取样前用氮气预充来保持样品容器内“无空气”之外，本方法与抽空容器法相似。本方法适用于那些不测定氮气和最好忽略氮气的场合，例如以氮气作载气的气相色谱进行分析时。

9.5 移动活塞气瓶法

一般在管道压力下和用可伴热的取样导管将样品充入移动活塞气瓶，由此获得的分析结果与正确的在线分析结果非常吻合。

10 直接取样

10.1 总图

图9给出了直接取样系统的一个示例。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

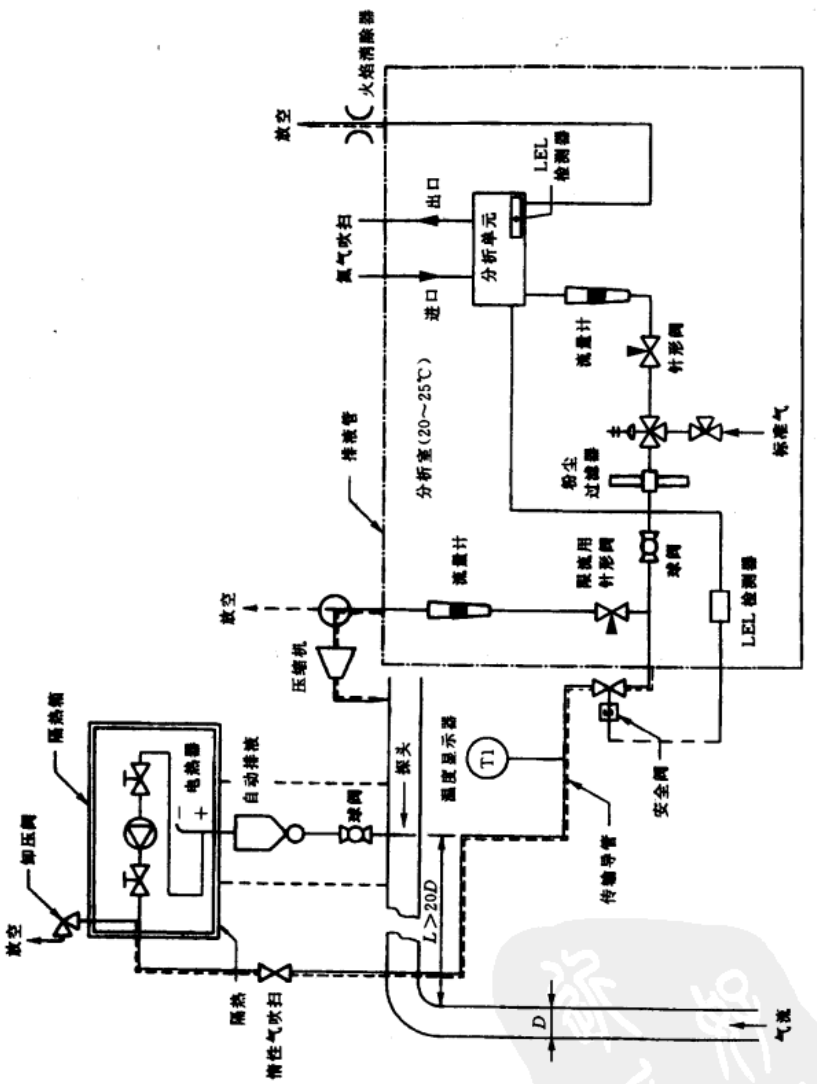


图 9 使用减压器的连续取样

10.1.1 自动排液

自动排液一般是不可取的，因为它能使样品产生偏差。

10.1.2 减压

在气体分析中有些测量在管道压力下进行(例如潜在的凝析物或露点的测定)，而有些测量则在减压下进行。如果需要进行减压，则要安装减压器。减压器有时需要两个阀，两侧各一个。

10.1.3 惰性气体吹扫

应在减压器的下游进行惰性气体吹扫。

10.1.4 传输导管

在分析痕量组分或测定露点时，应将传输导管加热使其温度等于或高于气体管道温度。在分析室上游的取样导管上应配备一个温度显示器以便随时了解温度情况。在寒冷环境中，还可安装一个排液装置以检测任何可能的凝析。

10.2 吹扫

取样系统应配备用惰性气吹扫的设施。如果由于某种原因发生了凝析，或为了在过程气进入系统前排除空气(氧气)，就需要对取样系统进行吹扫以避免有危害的情况。

10.3 安全阀

应在减压器下游安装泄压阀，以保护分析装置在减压器发生故障时不至于因压力失控而损坏。

10.4 传输导管的加热

如果有液体形成或发生化合物吸附，应对传输导管进行加热，传输导管的加热温度应至少高出凝析温度 10℃。

10.5 传输进样导管

供分析单元的导管应配备球阀以便进行维护工作。在球阀的下游通常有一个微细粉尘过滤器。需特别注意的是该粉尘过滤器不应改变气体的组成。标准气则在粉尘过滤器的上游引入。为了在降低了的管道压力下取样和分析，应在分析单元上游安装一个针形阀和一个流量计。标准气的进样导管也应如此。

在管道压力下取样分析，需要将流量调节装置安装在分析单元的下游。为了控制上游压力以及为了避免高压气放空，用于上游压力调节的减压器应安装在分析单元的出口管道上。

10.6 分析室的安全

分析室的设计及其配备应符合国家和企业的有关安全规定。

作为示例，采用如下措施：在分析室可安装一个爆炸下限(LEL)检测器。万一发生泄漏，检测器会发出信号关闭分析室上游的安全阀并关闭分析室的电源。检测器按照当地的安全规程的要求进行设定，如调节到 LEL 值的 10%或 20%。

另外，在分析室的下游安一个火焰消除器，以避免分析室外发生爆炸。如果误将空气混入气体，则有可能发生爆炸。

11 取累积样

11.1 一般要求

取样系统应保持管道内流动气体的代表性。由于流量和组成可能会随时间而变化，所以应认真选择取累积样的时间间隔，以使采集的样品能反映这些变化。

11.2 时间间隔

如果可能的话，累积取样系统应采用流量比例取样。在流量和组成都发生变化时，采用流量比例取样尤其重要。例如，当气体停止流动而取样器继续采集样品，那么样品中就包含了气体未流动时的这部分气体，如果在这个的期间的组成与平均组成不同，则样品就没有代表性。

只有在取样期间流量稳定或组成稳定时才可以采用与时间成正比的取样，这样才能得到有代表性

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

的样品。

现在有几种商品累积取样器。这些设备可通过计时器或根据从流量计算机内发出的与流量成正比的信号来控制。

11.3 对取样系统的要求

推荐用置换式累积取样器，它在恒定的管道压力下将样品泵入移动活塞气瓶。

取样装置与取样器之间的取样导管应尽可能短。除非是非常干的气体，否则需对取样导管和取样器伴热和保温，以避免样品凝析。

取样器应设计成允许气流连续不断地通过，从而将有代表性的气样累积泵入样品容器内。

11.4 充气过程的监控

充气过程应每天都进行监控。

11.5 气瓶的追踪记录

所有对实验室重要的信息都应记录在气瓶的标签上，标签应牢固附在气瓶上，但不能影响气瓶的正常使用。

标签上的信息宜包括以下内容：

——气瓶编号；

——气瓶类型；

——取样地点；

——被取管道的必要信息；

——取样日期和时间，或取样周期；

——取样方法；

——气瓶的实际目的地；

——气瓶的维护要求（如泄漏）；

——实验室需要的有关气样的信息；

——气样压力（如果样品容器上没有压力表）；

——输气管道静压；

——气流温度；

——压差；

——现场备注。

附 录 A
（提示的附录）
直接取样中截止阀的使用

取样中的一个难点就是在取样导管中安装标准气支管。应避免单阀连接，因为在关闭位置通过阀发生的泄漏不能被检测到，而且标准气泄漏到样品中是不允许的，反之亦然。

如果每种标准气导管和样品气导管本身都有一个双截止阀，中间放空至大气，可解决此问题。这样就可保证不会发生标准气和样品气之间的交叉污染。这种方法就是通常所说的“双截流放空(DBB)”系统。图 A1 给出了此方法用于单路标准气时的应用示例。

当阀 A 和阀 B 处于关闭，阀 C 处于打开时，经过阀 A 泄漏出来的任何气体都会通过阀 C 放空。

图 A2 给出了单路标准气支管和单路样品气支管的示意图，图 A3 则给出了多路支管的示意图。

将所有的阀都直接安装于 T 形三通上，以避免在三通上未使用的分路管内存在额外的死体积。

在以上组合中所有导管都只能通过扩散来吹扫，因此应避免导管的额外长度。

推荐使用肘节式阀，空气传动器可作为其标准件，以便各支管的自动化。

正确选择“常开”或“常闭”型传动器后，可选择一种带故障全自动保险的合理流程将气体传输至分析单元。

在最后一种标准气连接处之后和在分析单元之前的取样导管上应加一个无排气孔的弹簧承载的压力安全阀。

这种安全装置是为了在高压标准气瓶上的减压器发生故障时，保护分析单元。

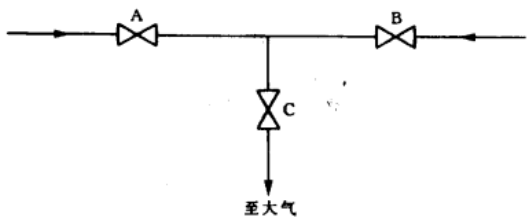


图 A1 双截流放空示意图

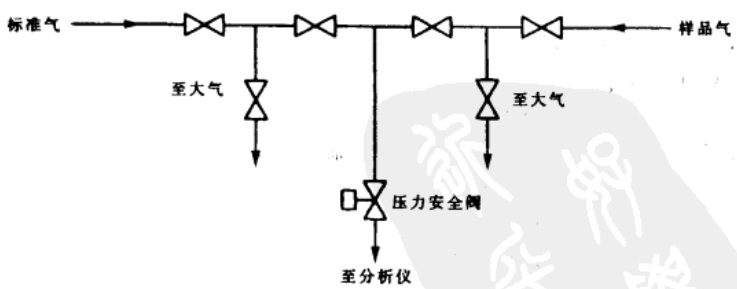


图 A2 单路标准气支管和单路样品气支管示意图

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

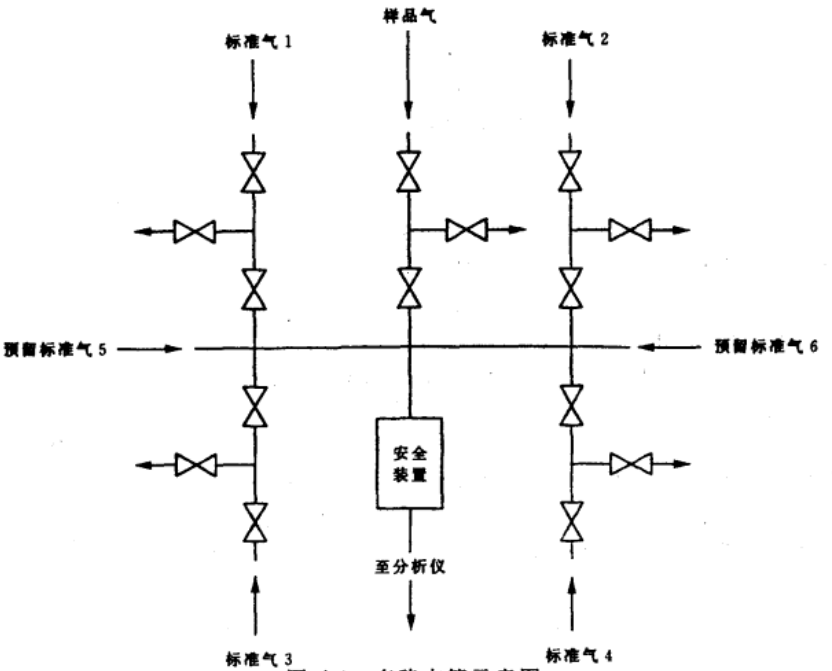


图 A3 多路支管示意图

附 录 B

（提示的附录）

取样钢瓶的清洁处理

以下给出一个完整的清洁步骤：

a）将残留的样品气放空。

b）抽空或用氮气吹扫。

c）在气瓶内加入清洁剂，如丙酮。

d）在摇动机上将气瓶摇动 2 h。

e）将丙酮转移至合适的容器中。

f）重新装入新鲜丙酮，放在摇动机上摇动 2 h。

g）倒出丙酮，用氮气或干空气干燥。

h）在 90℃的热风炉中进一步干燥气瓶。如果气瓶只配备一只阀，在干燥过程中应将其抽空。如果配备两只阀，干燥过程中用氮气吹扫。干燥过程约需 12 h。

i）冷却后，将氮气充入气瓶并抽空，反复三次。

j）然后，将氮气充入气瓶，压力为 1 MPa。

k）等待 2 h 后，用色谱检测残留的丙酮或其他杂质。

l）保存相应的色谱图作为气瓶的记录之一。

注：可采用统计的方法来减少用色谱检测的次数。

警告：丙酮是易燃液体，处理时应谨慎。

附 录 C
（提示的附录）
玻璃瓶低压取样步骤

C1 特别安全预防措施

检查样品瓶（见图 C1）有无裂纹。推荐使用一个弹性软套套在样品瓶的外面。管道压力一般为 0.5～10 kPa 时，并不需要软套，但始终存在管道压力大于 10 kPa 的危险。

取样过程中应带护目镜。

以 mm 计

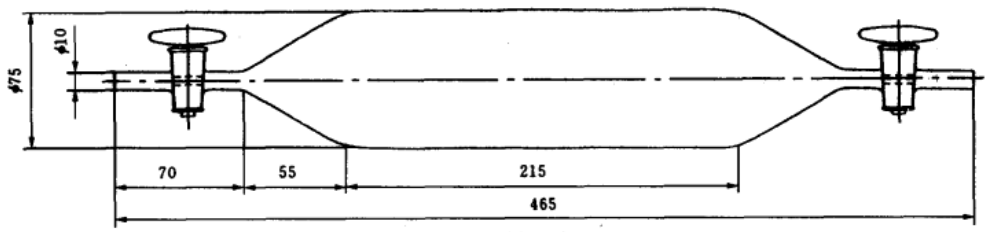


图 C1 玻璃样品容器（1L）

C2 玻璃瓶的准备

a）用硅脂润滑样品瓶两头的考克。

b）用氢氧化钾溶液洗涤样品瓶。

c）然后用蒸馏水清洗。

d）用热空气（不含水和油）干燥玻璃瓶。

e）若需要分析气体样品中的硫化氢，则用 0.01 mol/L 的 H_2SO_4 溶液漂洗样品瓶。

C3 使用玻璃瓶取样

典型的取样流程见图 C2（图 C3 给出了管道压力低于大气压时的取样流程）。

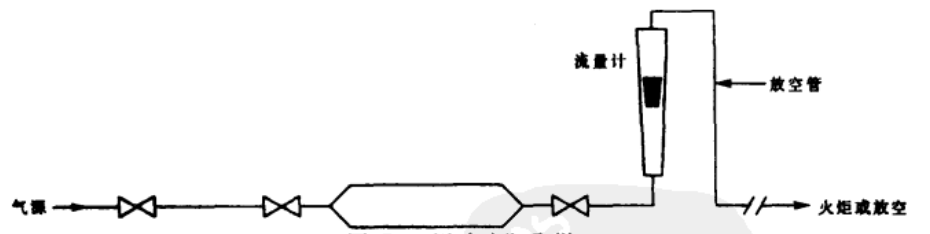


图 C2 用玻璃瓶取样



图 C3 用玻璃瓶从低于大气压的管道取样

a）测量取样点管道压力。应确保取样传输导管超压时，压力不能超过 0.2 kPa。

b）将取样传输导管与样品瓶相连接。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

c) 用取样导管将样品瓶的入口尽可能紧密地与取样点相连接。

d) 将样品瓶的出口与流量计入口相连接。

e) 将流量计的出口与放空或火炬管道相连接。

f) 按气流方向依次打开样品瓶的两个考克。

g) 通过流量计调节流经样品瓶的气体流量。

h) 将气体放空。

i) 在放空过程中注意观察是否有液体析出。

j) 当有值得考虑的液体量产生时,则放弃此样品。

k) 通气 30 min 后关闭玻璃瓶。按气流相反方向依次关闭样品瓶的考克,以保持瓶内气体压力。

l) 取下样品瓶。

m) 应将样品瓶的考克用夹子夹紧以免打开并试漏。

C4 运输的准备

将样品瓶装在合适的箱子中以便运输。注意气流中是否夹带油脂、凝析烃、尘、锈和水滴。

附 录 D
(提示的附录)
充气排空法取样步骤

取样设备的流程如图 D1 所示。延伸管长度为 0.6～1.2 m。包括管子在内的所有材料均为不锈钢。可将延伸管卷绕起来,使取样设备更加紧凑。延伸管的作用是用来防止在样品容器出口阀发生重烃凝析。

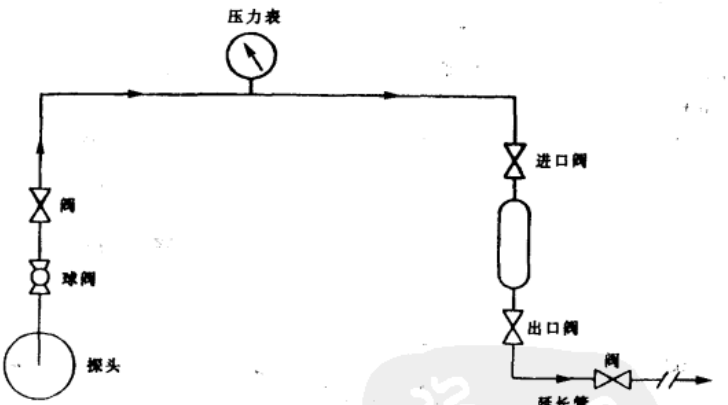


图 D1 充气排空法示意图

本方法的取样步骤如下:

a) 安装取样探头。

b) 连接取样导管。

c) 打开取样点的阀,彻底排出任何积聚物。

d) 将样品容器的一端通过取样系统和气源相连接。

e) 缓慢地用气体吹扫以置换导管和样品容器内的空气。

f) 关闭延伸管阀,使压力迅速增至选定的样品容器压力。

g) 关闭样品容器进气阀,并将样品容器通过延伸管缓慢放空至大气压。

h) 打开进气阀。

i) 重复上述最后两个操作步骤，重复的次数(见下表)应能有效吹扫容器内原有的气体。

j) 观察放空管尾端是否有液体的痕迹。

k) 在最后一次吹扫后，先关闭延伸管阀，当压力达到选定的样品容器压力后，再关闭取样阀。

l) 记录样品容器压力。

m) 记录气源温度。

n) 关闭样品容器的进口阀和出口阀。

o) 将取样导管卸压。

p) 取下样品容器。

q) 将各阀浸入水中检漏，或用肥皂水检漏。

r) 封堵好各阀。

表 D1 气压和吹扫次数的关系

气瓶终压，MPa	吹扫次数
0.1～0.2	13
0.2～0.4	8
0.4～0.6	6
0.6～1.0	5
1.0～3.5	4
≥3.5	3

附 录 E
(提示的附录)
控制流量法取样步骤

当采用本方法取样时，应遵守下列预防措施：

a) 气源压力必须足以使管道内产生稳定流动的条件。当放空到大气时，延伸管内的压力应不低于0.1 MPa。

b) 取样设备中的阀以及管道尺寸应足够大，使管道的上游有足够大的流量。

取样设备的流程如图 E1 所示。

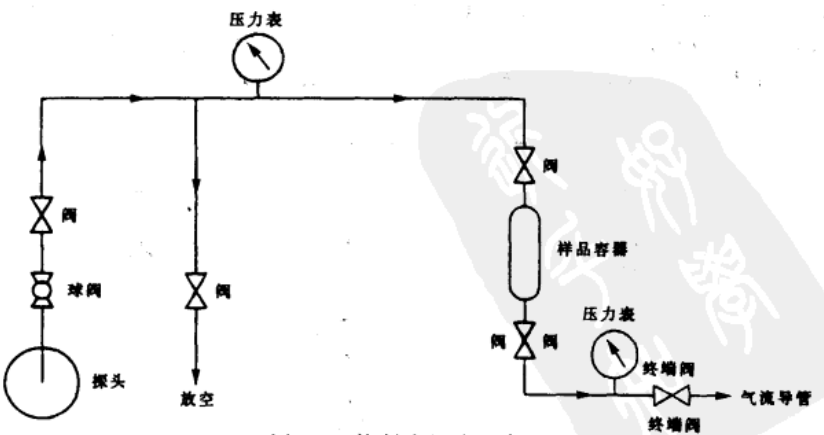


图 E1 控制流量法示意图

本方法的取样步骤如下：

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

a) 安装取样探头，用天然气吹扫取样探头。

b) 根据取样压力，选择最合适的取样设备。大多数情况下，采用一套压力适用范围为0.8～3 MPa或3～7 MPa的设备。

c) 安装样品容器。

d) 打开取样阀，吹扫样品容器。

e) 关闭所有的阀。

f) 缓慢地打开球阀和取样阀。

g) 将放空阀稍微打开。

h) 关闭取样阀，直至取样导管内压力接近大气压。重复上述吹扫过程三次。

i) 关闭放空阀。

j) 缓慢地打开进口阀，并使样品容器压力增至常用压力。

k) 打开样品容器出口阀。

l) 打开终端阀。

m) 至少吹扫 1 min。

n) 吹扫过程中应注意流过样品容器的天然气温度以及进口和出口气流的压力。

o) 关闭终端阀。

p) 关闭出口阀。

q) 关闭进口阀。

r) 关闭取样阀。

s) 记录样品容器的压力和相关的温度。

t) 打开放空阀，直至压力降到大气压。

u) 取下取样设备和探头，将样品容器的各阀浸入水中检漏，或用肥皂水检漏。

v) 封堵好各阀。

附 录 F
（提示的附录）
抽空容器法取样步骤

取样设备的流程如图 F1 所示。作为气瓶抽空的替代方法，还可用对所采用的分析技术不带来影响的气体将气瓶充至正压。合适的气体可以是氢气、氦气。可用增压气吹扫或先抽空再将增压气充入的方法，将容器内的空气含量降低到一个低限。增压气的存在可能要求对分析方法进行某些修正。

如果终压小于大气压，应立即用不影响分析的气体将样品压力增至约 0.03 MPa(表压)。记录增压前后的压力。

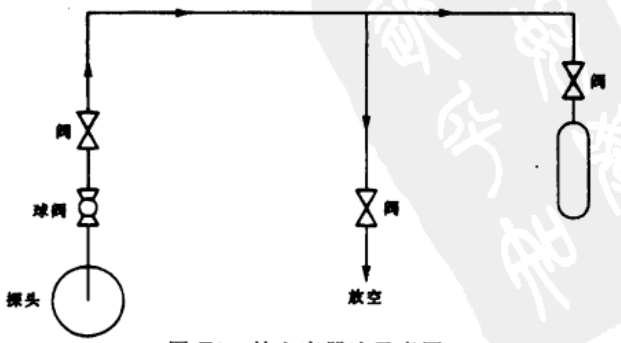


图 F1 抽空容器法示意图

抽空容器法取样步骤如下：

a）气瓶的准备

抽空样品容器使其压力降至 100 Pa 或以下。（使用预先已被抽空并经检测具有保持真空的能力的气瓶。）

抽空之前应先用真空计检查以确保阀不泄漏。

b）取样

安装取样探头。

用管道气体吹扫探头。

按图 F1 安装样品容器。

部分打开放空阀和取样阀，用气体缓慢吹扫取样导管以排尽空气，直至管道气体慢慢流出放空阀。

关闭取样阀，使取样导管放空到大气压。

关闭放空阀。

将取样阀全打开。

缓慢打开样品容器进口阀，使样品容器压力达到气源压力。

注：在某些情况下，在小于气源压力下取样可以消除凝析的发生（“减压”法）。

关闭样品容器的进口阀，关闭取样阀。

c）运输的准备工作

打开放空阀，将取样导管卸压。

取下样品容器。

检漏，将气瓶进口阀浸入水中检漏，或者用检漏仪检漏。

封堵好瓶阀。

附 录 G
（提示的附录）
t 因子表

表 G1 t 因子

V	$t_{0.995}$	$t_{0.99}$	$t_{0.975}$	$t_{0.95}$	$t_{0.90}$	$t_{0.80}$	$t_{0.75}$	$t_{0.70}$	$t_{0.60}$	$t_{0.55}$
1	63.66	31.82	12.71	6.31	3.08	1.376	1.000	0.727	0.325	0.158
2	9.92	6.96	4.30	2.92	1.89	1.061	0.816	0.616	0.289	0.142
3	5.84	4.54	3.18	2.35	1.64	0.978	0.765	0.584	0.277	0.137
4	4.60	3.75	2.78	2.13	1.53	0.941	0.741	0.569	0.271	0.134
5	4.03	3.36	2.57	2.02	1.48	0.920	0.727	0.559	0.267	0.132
6	3.71	3.14	2.45	1.94	1.44	0.906	0.718	0.553	0.265	0.131
7	3.50	3.00	2.36	1.90	1.42	0.896	0.711	0.549	0.263	0.130
8	3.36	2.90	2.31	1.86	1.40	0.889	0.706	0.546	0.262	0.130
9	3.25	2.82	2.26	1.83	1.38	0.883	0.703	0.543	0.261	0.129
10	3.17	2.76	2.23	1.81	1.37	0.879	0.700	0.542	0.260	0.129
11	3.11	2.72	2.20	1.80	1.36	0.876	0.697	0.540	0.260	0.129
12	3.06	2.68	2.18	1.78	1.36	0.873	0.695	0.539	0.259	0.128

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

表 G1(完)

V	$t_{0.995}$	$t_{0.99}$	$t_{0.975}$	$t_{0.95}$	$t_{0.90}$	$t_{0.80}$	$t_{0.75}$	$t_{0.70}$	$t_{0.60}$	$t_{0.55}$
13	3.01	2.65	2.16	1.77	1.35	0.870	0.694	0.538	0.259	0.128
14	2.98	2.62	2.14	1.76	1.34	0.868	0.692	0.537	0.258	0.128
15	2.95	2.60	2.13	1.75	1.34	0.866	0.691	0.536	0.258	0.128
16	2.92	2.58	2.12	1.75	1.34	0.865	0.690	0.535	0.258	0.128
17	2.90	2.57	2.11	1.74	1.33	0.863	0.689	0.534	0.257	0.128
18	2.88	2.55	2.10	1.73	1.33	0.862	0.688	0.534	0.257	0.127
19	2.86	2.54	2.09	1.73	1.33	0.861	0.688	0.533	0.257	0.127
20	2.84	2.53	2.09	1.72	1.32	0.860	0.687	0.533	0.257	0.127
21	2.83	2.52	2.08	1.72	1.32	0.859	0.686	0.532	0.257	0.127
22	2.82	2.51	2.07	1.72	1.32	0.858	0.686	0.532	0.256	0.127
23	2.81	2.50	2.07	1.71	1.32	0.858	0.685	0.532	0.256	0.127
24	2.80	2.49	2.06	1.71	1.32	0.857	0.685	0.531	0.256	0.127
25	2.79	2.48	2.06	1.71	1.32	0.856	0.684	0.531	0.256	0.127
26	2.78	2.48	2.06	1.71	1.32	0.856	0.684	0.531	0.256	0.127
27	2.77	2.47	2.05	1.70	1.31	0.855	0.684	0.531	0.256	0.127
28	2.76	2.47	2.05	1.70	1.31	0.855	0.683	0.530	0.256	0.127
29	2.76	2.46	2.04	1.70	1.31	0.854	0.683	0.530	0.256	0.127
30	2.75	2.46	2.04	1.70	1.31	0.854	0.683	0.530	0.256	0.127
40	2.70	2.42	2.02	1.68	1.30	0.851	0.681	0.529	0.255	0.126
60	2.66	2.39	2.00	1.67	1.30	0.848	0.679	0.527	0.254	0.126
120	2.62	2.36	1.98	1.66	1.29	0.845	0.677	0.526	0.254	0.126
∞	2.58	2.33	1.96	1.645	1.28	0.842	0.674	0.524	0.253	0.126

（三）煤及非金属矿产品

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

中华人民共和国国家标准

GB 474—1996

煤样的制备方法

代替 GB 474—83

Preparation of coal sample

本标准等效采用了 ISO 1988—1975《硬煤——采样》第 8 章“全水分测定煤样的制备”和第 9 章“一般分析煤样的制备”。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了煤样制备的总则、设施、设备、工具、试剂和操作步骤。

本标准适用于将各种煤的商品煤样、煤层煤样、生产煤样、生产检查煤样、煤芯煤样和其他煤样制备成一般分析用煤样或特殊分析用煤样。

2 引用标准

GB 475 商品煤样采取方法

GB 211 煤中全水分的测定方法

GB 212 煤的工业分析方法

GB 217 煤的真相对密度测定方法

3 制样总则

3.1 制样的目的是将采集的煤样，经过破碎，混合和缩分等程序制备成能代表原来煤样的分析(试验)用煤样。制样方案的设计，以获得足够小的制样方差和不过大的留样量为准。

3.2 煤样制备和分析的总精度为 $0.05A^2$，并无系统偏差。A 为采样、制样和分析的总精密度(见 GB 475)。A 值的规定见附录 A 表 A1。

3.3 在下列情况下需要按附录 A 规定检验煤样制备的精密度：

a. 采用新的缩分机和破碎缩分联合机械时；

b. 对煤样制备的精密度发生怀疑时；

c. 其他认为有必要检验煤样制备的精密度时。

4 试剂

4.1 氯化锌(HG/T 2323)：工业品。

4.2 硝酸银溶液：10g/L 水溶液。称取约 1 g 硝酸银(GB 670)。溶于 100 mL 水中，并加数滴硝酸(GB/T 626)，贮存于深色瓶中。

5 设施、设备和工具

5.1 煤样室(包括制样、贮样、干燥、减灰等房间)应宽大敞亮，不受风雨及外来灰尘的影响，要有防尘设备。

制样室应为水泥地面。堆掺缩分区，还需要在水泥地面上铺以厚度 6 mm 以上的钢板。贮存煤样的

国家技术监督局 1996-06-14 批准　　1997-02-01 实施

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

房间不应有热源，不受强光照射，无任何化学药品。

5.2 适用制样的破碎机为颚式破碎机、锤式破碎机、对辊破碎机、钢制棒(球)磨机、其他密封式研磨机以及无系统偏差、精密度符合要求的各种缩分机和联合破碎缩分机等。

5.3 手工磨碎煤样的钢板和钢辊。

5.4 不同规格的二分器(如图1所示)，二分器的格槽宽度为煤样最大粒度的2.5～3倍，但不小于5 mm。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°。

5.5 十字分样板、平板铁锹、铁铲、镀锌铁盘或搪瓷盘、毛刷、台秤、托盘天平、增砣磅称、清扫设备和磁铁。

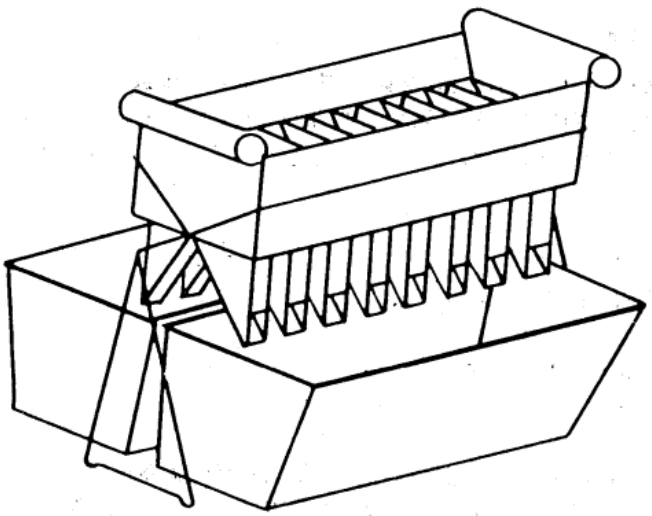


图1 二分器示意图

5.6 贮存全水分煤样和分析试验煤样的严密容器。

5.7 振筛机和孔径为25，13，6，3，1和0.2 mm及其他孔径的方孔筛，3 mm的圆孔筛。

5.8 可控制温度在45～50℃的鼓风干燥箱。

5.9 减灰用的布兜或抽滤机和尼龙滤布。

5.10 捞取煤样的捞勺，用网孔0.5 mm×0.5 mm铜丝网或网孔近似的尼龙布制成。捞勺直径要小于减灰桶直径的1/2。

5.11 减灰用的桶和贮存重液的桶，用镀锌铁板、塑料板或其他防腐蚀材料制成。

5.12 液体相对密度计一套，测量范围为1.00～2.00，最小分度值为0.01。

6 煤样的制备

6.1 收到煤样后，应按来样标签逐项核对，并应将煤种、品种、粒度、采样地点、包装情况、煤样质量、收样和制备时间等项详细登记在煤样记录本上，并进行编号。如系商品煤样，还应登记车号和发运吨数。

6.2 煤样应按本标准规定的制备程序(见图2)及时制备成空气干燥煤样，或先制成适当粒级的试验室煤样。如果水分过大，影响进一步破碎、缩分时，应事先在低于50℃温度下适当地进行干燥。

6.3 除使用联合破碎缩分机外，煤样应破碎至全部通过相应的筛子，再进行缩分。粒度大于25 mm的煤样未经破碎不允许缩分。

6.4 煤样的制备既可一次完成，也可分几部分处理。若分几部分，则每部分都应按同一比例缩分出煤样，再将各部分煤样合起来作为一个煤样。

6.5 每次破碎、缩分前后，机器和用具都要清扫干净。制样人员在制备煤样的过程中，应穿专用鞋，以免污染煤样。

对不易清扫的密封式破碎机（如锤式破碎机）和联合破碎缩分机、只用于处理单一品种的大量煤样时，处理每个煤样之前，可用采取该煤样的煤通过机器予以“冲洗”，弃去“冲洗”煤后再处理煤样。处理完之后，应反复开、停机器几次，以排净滞留煤样。

6.6 煤样的缩分，除水分大、无法使用机械缩分者外，应尽可能使用二分器和缩分机械，以减少缩分误差。

6.7 缩分后留样质量与粒度的对应关系见图 2。

粒度小于 3 mm 的煤样，缩分至 3.75 kg 后，如使之全部通过 3 mm 圆孔筛，则可用二分器直接缩分出不少于 100 g 和不少于 500 g 分别用于制备分析用煤样和作为存查煤样。

粒度要求特殊的试验项目所用的煤样的制备，应按本标准的各项规定，在相应的阶段使用相应设备制取、同时在破碎时应采用逐级破碎的方法。即调节破碎机破碎口，只使大于要求粒度的颗粒被破碎，小于要求粒度的颗粒不再被重复破碎。

6.8 缩分机必须经过检验方可使用。检验缩分机的煤样包括留样和弃样的进一步缩分，必须使用二分器。

6.9 使用二分器缩分煤样，缩分前不需要混合。入料时，簸箕应向一侧倾斜，并要沿着二分器的整个长度往复摆动，以使煤样比较均匀地通过二分器。缩分后任取一边的煤样。

6.10 堆锥四分法缩分煤样，是把已破碎、过筛的煤样用平板铁锹铲起堆成圆锥体，再交互地从煤样堆两边对角贴底逐锹铲起堆成另一个圆锥。每锹铲起的煤样，不应过多，并分两三次撒落在新锥顶端，使之均匀地落在新锥的四周。如此反复堆掺三次，再由煤样堆顶端，从中心向周围均匀地将煤样摊平（煤样较多时）或压平（煤样较少时）成厚度适当的扁平体。将十字分样板放在扁平体的正中，向下压至底部，煤样被分成四个相等的扇形体。将相对的两个扇形体弃去，留下的两个扇形体按图 2 程序规定的粒度和质量限度，制备成一般分析煤样或适当粒度的其他煤样。

煤样经过逐步破碎和缩分，粒度与质量逐渐变小，混合煤样用的铁锹，应相应地适当改小或相应地减少每次铲起的煤样数量。

6.11 在粉碎成 0.2 mm 的煤样之前，应用磁铁将煤样中铁屑吸去，再粉碎到全部通过孔径为 0.2 mm 的筛子，并使之达到空气干燥状态，然后装入煤样瓶中（装入煤样的量应不超过煤样瓶容积的 3/4，以便使用时混合），送交化验室化验。

空气干燥方法如下：将煤样放入盘中，摊成均匀的薄层，于温度不超过 50℃下干燥。如连续干燥 1 h 后，煤样的质量变化不超过 0.1%，即达到空气干燥状态。空气干燥也可在煤样破碎到 0.2 mm 之前进行。

6.12 煤芯煤样可从小于 3 mm 的煤样中缩分出 100 g，然后按 6.11 规定制备成分析用煤样。

6.13 全水分煤样的制备

6.13.1 测定全水分的煤样既可由水分专用煤样制备，也可在制备一般分析煤样过程中分取。

6.13.2 除使用一次能缩分出足够数量的全水分煤样的缩分机外，煤样破碎到规定粒度后，稍加混合，摊平后立即用九点法（布点如图 3）缩取，装入煤样瓶中封严（装样量不得超过煤样瓶容积的 3/4），称出质量，贴好标签，速送化验室测定全水分。全水分煤样的粒度和质量详见 GB 211。全水分煤样的制备要迅速。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

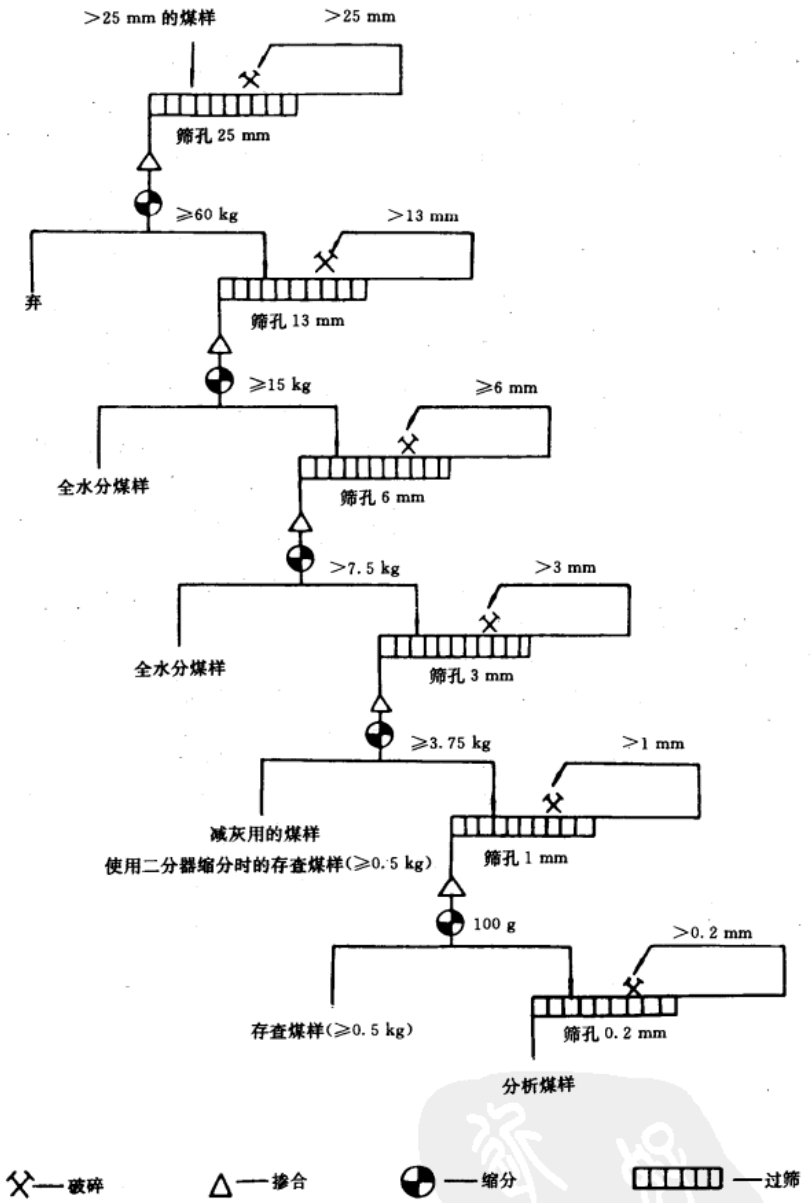
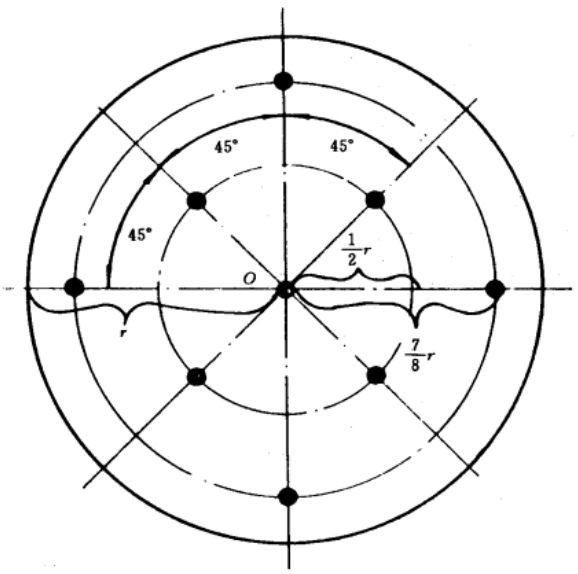


图 2 煤样的制备程序



O—煤样堆的中心；*r*—煤样堆的底圆半径

图 3　九点法取全水分煤样布点示意图

6.14　存查煤样，除必须在容器上贴标签外，还应在容器内放入煤样标签，封好。标签格式可参照表 1。

表 1　标签

分析煤样编号	
来样编号	
煤矿名称	
煤样种类	
送样单位	
送样日期	
制样日期	
分析试验项目	
备　注	

6.14.1　一般存查煤样的缩分见图 2。如有特殊要求，可根据需要决定存查煤样的粒度和质量。

6.14.2　商品煤存查煤样，从报出结果之日起一般应保存 2 个月，以备复查。

6.14.3　生产检查煤样的保存时间由有关煤质检查部门决定。

6.14.4　其他分析试验煤样，根据需要确定保存时间。

7　煤样的减灰

7.1　灰分大于 10%的煤，需要用浮煤进行分析试验时，应将粒度小于 3 mm 的原煤煤样放入重液中减灰。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

7.2 减灰重液为氯化锌水溶液。重液的相对密度规定如下：

7.2.1 烟煤、褐煤一般用相对密度为1.4的重液减灰，如用该重液减灰后灰分仍大于10%，应另取煤样用相对密度为1.35的重液减灰，如灰分仍大于10%，则不再减灰。

7.2.2 无烟煤用的减灰重液相对密度（减灰相对密度）可按原煤样的干基真相对密度$(TRD_{20}^{20})_d$、干燥无矿物质基真相对密度$(TRD_{20}^{20})_{dmmf}$和干基灰分(A_d)的关系式计算。

$$(TRD_{20}^{20})_d=(TRD_{20}^{20})_{dmmf}+0.01A_d \quad \cdots\cdots (1)$$

减灰相对密度的计算步骤如下：

a. 先按GB 212和GB 217分别测定出原煤的水分、灰分和真相对密度。用原煤干基灰分和干基真相对密度按式(2)算出干燥无矿物质基真相对密度：

$$(TRD_{20}^{20})_{dmmf}=(TRD_{20}^{20})_d-0.01A_d \quad \cdots\cdots (2)$$

b. 根据干燥无矿物质基真相对密度计算出灰分为8%的浮煤的干基真相对密度$(TRD_{20}^{20})_{f,d}$。

$$(TRD_{20}^{20})_{f,d}=(TRD_{20}^{20})_{dmmf}+0.01\times 8 \quad \cdots\cdots (3)$$

将计算出的$(TRD_{20}^{20})_{f,d}$值的小数第二位四舍九改（即0.04及以下均取为0.00；0.09～0.05均取为0.05）取0或5，即为减灰相对密度。

重液的配制参见表2。

表2 重液的相对密度和重液中氯化锌的浓度

相对密度	氯化锌在水溶液中的浓度，g/L
1.30	30.4
1.35	34.6
1.40	38.5
1.45	42.2
1.50	45.7
1.55	49.0
1.60	52.1
1.65	55.0
1.70	57.8
1.75	60.5
1.80	62.9
1.85	65.4
1.90	67.8

7.3 减灰操作步骤：

7.3.1 煤样减灰之前，先用相对密度计测量重液的相对密度，使其达到所要求的值。

7.3.2 先在粒度小于3 mm的煤样中加入少量重液，搅拌，至全部润湿后再加入足够的重液，充分搅拌，然后放置至少5 min，用捞勺沿液面捞起重液上的浮煤，放入布兜或抽滤机中，再用水洗净煤粒上的氯化锌。煤化程度低的煤（如褐煤、长焰煤）先用冷水把表面的氯化锌冲掉，然后再用50～60℃的热水浸洗一、两次，每次至少5 min，最后再用冷水冲净。

煤粒上的氯化锌冲洗干净的标志是：分别用试管接取同体积的净水和冲洗过煤的水，往试管中各加2滴1%的硝酸银溶液，其乳浊度相同。

7.3.3 减灰后的浮煤，倒入镀锌铁盘或其他不锈金属浅盘中（煤样厚度不超过5 mm），在45～50℃的恒温干燥箱中进行干燥后，再根据化验要求按原煤制样的有关规定制备煤样。

附 录 A
制备煤样全过程的精密度的检验方法
（补充件）

本方法的目的是检验实测值和 $0.05A^2$ 之间的差值是否有显著性。

A1 首先将煤样混匀后分为两部分（或缩分出两部分），然后，再分别把每一部分当作一个煤样单独处理，以得到两个分析煤样。分别按 GB 212 化验这两个分析煤样的水分、灰分，算出干基灰分，并求出两者干基灰分的差值（h）。

做 20 个同种煤的煤样。连续 10 个 h 值的绝对值为一组（不能选择分组），求出每组的平均值 $\bar{h}$。

A2 连续两组的平均值 $\bar{h}$ 均小于 $0.37A$，则认为煤样制备精密度符合要求。如果有一组的平均值 $\bar{h}$ 大于 $0.37A$，就表明制样方差过大，需要检查原因，采取改进措施，使之符合精密度要求（见表 A1）。

表 A1 采样、制样和分析总精密度

原煤、筛选煤		精煤	其他洗煤（包括中煤）
干基灰分≤20%	干基灰分>20%		
±1/10×灰分 但不小于±1% （绝对值）	±2% （绝对值）	±1% （绝对值）	±1.5% （绝对值）

附 录 B
缩分机的检验方法
（补充件）

本方法的目的是检验缩分机（包括破碎缩分机）的精密度是否符合 $0.05A^2$ 的要求和缩分机有无系统偏差。

B1 精密度的检验

B1.1 把从缩分机缩分出来的少量煤样和大量煤样用二分器缩分，制备成空气干燥煤样，按 GB 212 化验水分、灰分，算出干基灰分，并求出两者干基灰分的差值（h）。

至少做 20 个同种煤的煤样。连续的 10 个 h 值的绝对值为一组（不能选择分组），求出每组的平均值 $\bar{h}$。

注：如缩分机能同时缩分出 2 个以上的少量煤样，则算出每个煤样与弃样间的干基灰分的差值 h_1、h_2……。

B1.2 连续两组的平均值 $\bar{h}$ 均小于 $0.37A$，则认为煤样制备精密度符合要求。如果有一组的平均值 $\bar{h}$ 大于 $0.37A$，则不符合要求。

B2 系统偏差的检验

B2.1 把本附录 B1.1 条中算出的至少 20 个煤样的各个干基灰分的差值 d（带正负号）代入式（B1）和（B2），求出平均差值 $\bar{d}$ 和方差 V_d。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

$$\bar{d} = \frac{\Sigma d}{n} \qquad \cdots\cdots (B1)$$

$$V_d = \frac{\Sigma d^2 - \frac{(\Sigma d)^2}{n}}{n-1} \qquad \cdots\cdots (B2)$$

式中：n——差值的数目。

再把 $\bar{d}$、V_d 和 n 代入式(B3)，求出计算值 t_c。

$$t_c = \frac{|\bar{d}|\sqrt{n}}{\sqrt{V_d}} \qquad \cdots\cdots (B3)$$

从表 B1(t 值表)查出自由度 $n-1$、显著性水平为 0.05 的 t 值。

如果 $t_c > t$，则认为缩分机有系统偏差，其估计值为 $\bar{d}$。

表 B1 t 值表

自由度	$t_{0.05}$	自由度	$t_{0.05}$
9	2.26	22	2.07
10	2.23	23	2.07
11	2.20	24	2.06
12	2.18	25	2.06
13	2.16	26	2.06
14	2.16	27	2.05
15	2.13	28	2.05
16	2.12	29	2.04
17	2.11	30	2.04
18	2.10	40	2.02
19	2.09	60	2.00
20	2.09	120	1.98
21	2.08	∞	1.98

附加说明：

本标准由中华人民共和国煤炭工业部提出。

本标准由全国煤炭标准化技术委员会归口。

本标准由煤炭科学研究总院北京煤化学研究所负责起草并解释。

本标准主要起草人孟宪英、段云龙。

本标准于 1964 年 10 月首次发布。

中华人民共和国国家标准

GB 475—1996

商品煤样采取方法

代替 GB 475—83

Sampling for commercial coal

本标准等效采用了国际标准 ISO 1988—1975《硬煤——采样》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了从煤流中、火车、汽车、船上和煤堆上采取商品煤样的方法。

本标准适用于无烟煤、烟煤和褐煤。

2 引用标准

GB 212 煤的工业分析方法

GB 474 煤样的制备方法

GB 477 煤炭筛分试验方法

3 定义

3.1 商品煤样

代表商品煤平均性质的煤样。

3.2 子样

采样器具操作一次所采取的或截取一次煤流全断面所采取的一份样。

3.3 分样

由若干子样构成，代表整个采样单元的一部分的煤样。

3.4 总样

从一采样单元取出的全部子样合并成的煤样。

3.5 采样单元

从一批煤中采取一个总样所代表的煤量，一批煤可以是一个或多个采样单元。

3.6 批

需要进行整体性质测定的一个独立煤量。

3.7 标称最大粒度

与筛上物累计质量百分率最接近(但不大于)5%的筛子相应的筛孔尺寸。

3.8 采样精密度

单次采样测定值与对同一煤(同一来源，相同性质)进行无数次采样的测定值的平均值的差值(在95%概率下)的极限值。

在整个采样、制样和化验中，对某一煤质参数的测定结果会偏离该参数的真值，但真值是不可能准确得到的，即测定结果与真值的接近程度——准确度是得不到的，而只能对同一煤的一系列测定结果间彼此的符合程度——精密度作出估计。如果采用的采样、制样和化验方法无系统偏差，精密度就是准确度。

国家技术监督局 1996-06-14 批准　　1997-02-01 实施

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

3.9 系统采样

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。

3.10 随机采样

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采出。

3.11 时间基采样

通过整个采样单元按相同的时间间隔采取子样。

3.12 质量基采样

通过整个采样单元按相同的质量间隔采取子样。

4 采样工具

4.1 采样铲

用以从煤流中和静止煤中采样。铲的长和宽均应不小于被采样煤最大粒度的 2.5～3 倍，对最大粒度不大于 150 mm 的煤可用长×宽约 300 mm×250 mm 的铲。

4.2 接斗

用以在落煤流处截取子样。斗的开口尺寸至少应为被采样煤的最大粒度的 2.5～3 倍。接斗的容量应能容纳输送机最大运量时煤流全断断面的全部煤量。

4.3 静止煤采样的其他机械

凡满足以下全部条件的人工或机械采样器都可应用：

4.3.1 采样器开口尺寸为被采样煤最大粒度的 2.5～3 倍。

4.3.2 能在本标准规定的采样点上采样。

4.3.3 采取的子样量满足本标准要求，采样时煤样不损失。

4.3.4 性能可靠，不发生影响采样和煤炭正常生产和运输的故障。

4.3.5 经权威部门鉴定采样无系统偏差，精密度达到本标准要求。

5 采样基本原则

5.1 采样单元

5.1.1 精煤和特种工业用煤，按品种、分用户以 1 000 t(±100 t，下同)为一采样单元，其他煤按品种、不分用户以 1 000 t 为一采样单元。

5.1.2 进出口煤按品种、分国别以交货量或一天的实际运量为一采样单元。

5.1.3 运量超过 1 000 t 或不足 1 000 t 时，可以实际运量为一采样单元。如需进行单批煤质量核对，应对同一采样单元进行采样、制样和化验。

5.2 采样精密度

原煤、筛选煤、精煤和其他洗煤(包括中煤)等产品的采样精密度规定于表 1。

表 1 采样精密度[1)]

原煤、筛选煤		精煤	其他洗煤(包括中煤)
干基灰分≤20%	干基灰分>20%		
±1/10×灰分但不小于±1%(绝对值)	±2%(绝对值)	±1%(绝对值)	±1.5%(绝对值)

注：1) 实际应用中为采样、制样和化验总精密度。

5.3 子样数目

5.3.1 1 000 t 原煤、筛选煤、精煤及其他洗煤(包括中煤)和粒度大于 100 mm 的块煤应采取的最少子样数目规定于表 2。

表 2 1 000 t 最少子样数目

品种 \ 干基灰分，% \ 采样地点		煤流	火车	汽车	船舶	煤堆
原煤、筛选煤	>20%	60	60	60	60	60
	≤20%	30	60	60	60	60
精煤		15	20	20	20	20
其他洗煤(包括中煤)和粒度大于 100 mm 块煤		20	20	20	20	20

5.3.2 煤量超过 1 000 t 的子样数目，按式(1)计算：

$$N = n\sqrt{\frac{m}{1\,000}} \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中：N——实际应采子样数目，个；

n——表 2 规定的子样数目，个；

m——实际被采样煤量，t。

5.3.3 煤量少于 1 000 t 时，子样数目根据表 2 规定数目按比例递减，但最少不能少于表 3 规定的数目。

表 3 煤量少于 1 000 t 的最少子样数

煤种 \ 干基灰分，% \ 采样地点		煤流	火车	汽车	船舶	煤堆
原煤、筛选煤	>20%	表 2 规定数目的 1/3	18	18	表 2 规定数目的 1/2	表 2 规定数目的 1/2
	≤20%		18	18		
精煤			6	6		
其他洗煤(包括中煤)和粒度大于 100 mm 块煤			6	6		

5.4 子样质量

每个子样的最小质量根据商品煤标称最大粒度[1)]按表 4 规定确定。

表 4 子样质量

最大粒度，mm	<25	<50	<100	>100
子样质量，kg	1	2	4	5

注：1) 商品煤标称最大粒度确定方法见附录 B。

6 煤流中采样

6.1 移动煤流中采样按时间基采样或质量基采样进行。时间或质量间隔按式(2)或(3)计算。子样数目和质量分别按第 5.3 条和第 5.4 条规定确定。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

$$T \leqslant \frac{60Q}{Gn} \qquad \cdots\cdots(2)$$

式中：T——子样时间间隔，min；

Q——采样单元，t；

G——煤流量，t/h；

n——子样数目。

$$m \leqslant \frac{Q}{n} \qquad \cdots\cdots(3)$$

式中：m——子样质量间隔，t；

Q——采样单元，t；

n——子样数目。

6.2 于移动煤流下落点采样时，可根据煤的流量和皮带宽度，以1次或分2到3次用接斗或铲横截煤流的全断面采取1个子样。分2到3次截取时，按左右或左中右的顺序进行，采样部位不得交错重复。用铲取样时，铲子只能在煤流中穿过1次，即只能在进入或撤出煤流时取样，不能进、出都取样。

6.3 在移动煤流上人工铲取煤样时，皮带的移动速度不能大(一般不超过1.5 m/s)，并且保证安全。

7 火车顶部采样

7.1 子样数目和子样质量按第5.3条和第5.4条规定确定。但原煤和筛选煤每车不论车皮容量大小至少采取3个子样；精煤、其他洗煤和粒度大于100 mm的块煤每车至少取1个子样。

7.2 子样点布置：

7.2.1 斜线3点布置：如图1所示，3个子样布置在车皮对角线上，1、3子样距车角1 m，第2个子样位于对角线中央。

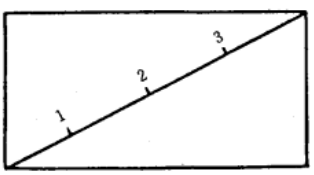


图1

7.2.2 斜线5点布置：如图2所示，5个子样布置在车皮对角线上，1、5两子样距车角1 m，其余3个子样等距分布在1、5两子样之间。

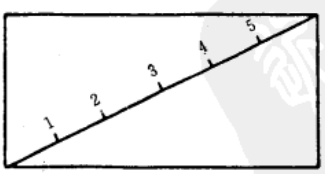


图2

7.2.3 原煤和筛选煤按图1所示，每车采取3个子样；精煤、其他洗煤和粒度大于100 mm的块煤按图2所示，按5点循环方式每车采取1个子样。

7.2.4 当以不足6节车皮为一采样单元时，依据"均匀布点、使每一部分煤都有机会被采出"的原则分布子样点。如1节车皮的子样数超过3个(对原煤、筛选煤)或5个(对精煤、其他洗煤)，多出的子样可分布在交叉的对角线上，也可分布在图3所示的车皮平分线上。当原煤和筛选煤以1节车皮为1采样单元

时，18 个子样既可分布在两交叉的对角线上，也可分布在图 4 所示的 18 个方块中。

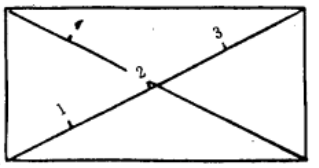


图 3

1	4	7	10	13	16
2	5	8	11	14	17
3	6	9	12	15	18

图 4

7.3 火车顶部采样时，在矿山(或洗煤厂)应在装车后立即采取；在用户，可挖坑至 0.4 m 以下采取。取样前应将滚落在坑底的煤块和矸石清除干净。

7.4 原煤，经按 GB 477 测定，若粒度大于 150 mm 的煤块(包括矸石)含量超过 5%，则采取商品煤样时，大于 150 mm 的不再取入，但该批煤的灰分或发热量应按式(4)计算：

$$X_d = \frac{X_{d1}P + X_{d2}(100 - P)}{100} \qquad \cdots\cdots(4)$$

式中：X_d——商品煤的实际灰分或发热量，%或 MJ/kg；

X_{d1}——粒度大于 150 mm 煤块的灰分或发热量，%或 MJ/kg；

X_{d2}——不采粒度大于 150 mm 煤块时的灰分或发热量，%或 MJ/kg；

P——粒度大于 150 mm 煤块的百分率，%。

8 汽车上采样

8.1 子样数目和子样质量按第 5.3 条和第 5.4 条规定确定。

8.2 子样点分布：

无论原煤、筛选煤、精煤、其他洗煤或粒度大于 150 mm 块煤，均沿车箱对角线方向，按 3 点(首尾两点距车角 0.5 m)循环方式采取子样。当 1 台车上需采取 1 个以上子样时，应按 7.2.4 所述原则，将子样分布在对角线或平分线或整个车箱表面。

8.3 其余要求与 7.3 条和 7.4 条同。

9 船上采样

9.1 船上不直接采取仲裁煤样和进出口煤样，一般也不直接采取其他商品煤样，而应在装(卸)煤过程中于皮带输送机煤流中或其他装(卸)工具，如汽车上采样。

9.2 直接在船上采样，一般以 1 仓煤为 1 采样单元，也可将 1 仓煤分成若干采样单元。

9.3 子样数目和子样质量按第 5.3 条和第 5.4 条规定确定。

9.4 子样点布置：

依据 7.2.4 条所述原则，将船仓分成 2～3 层(每 3～4 m 分一层)，将子样均匀分布在各层表面上。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

图 5 为分 3 层采样的分层例子。

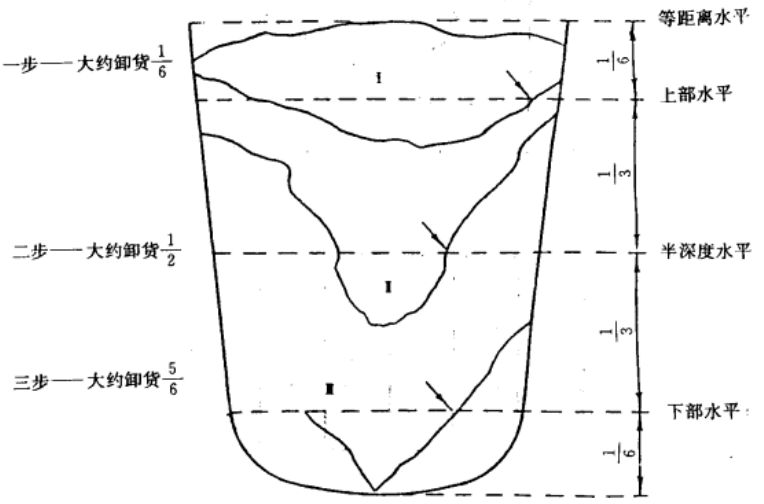


图 5

10 煤堆采样

10.1 煤堆上不采取仲裁煤样和出口煤样，必要时应用迁移煤堆、在迁移过程中采样的方式采样。

10.2 子样数目、子样质量按第 5.3 条和第 5.4 条规定确定。

10.3 子样点布置：

依据 7.2.4 条所述原则，根据煤堆的形状和子样数目，将子样分布在煤堆的顶、腰和底(距地面 0.5 m)上，采样时应先除去 0.2 m 的表面层。

11 全水分煤样的采取

11.1 全水分煤样既可单独采取，也可在煤样制备过程中分取。

11.2 单独采样：

11.2.1 在煤流中采取：按时间基或质量基采样法进行。子样数目不论品种每 1 000 t 至少 10 个，煤量大于 1 000 t 时，按式(1)计算；煤量少于 1 000 t 时至少 6 个。子样质量按第 5.4 条规定确定。

11.2.2 在火车上采取：装车后，立即沿车皮对角线按 5 点循环法(见图 2)采取，不论品种每车至少采取 1 个子样；当煤量少于 1 000 t 时，至少采取 6 个子样。子样质量按第 5.4 条规定确定。

11.2.3 在汽车上采取：装车后立即沿车箱对角线方向，按 3 点循环法采取；当煤量少于 1 000 t 时，至少采取 6 个子样。子样质量按第 5.4 条规定确定。

11.2.4 在煤堆和船舶中不单独采取全水分煤样。

11.2.5 一批煤可分几次采成若干分样，每个分样的子样数目参照以上所述确定，以各分样的全水分加权平均值作为该批煤的全水分值。

11.3 在煤样制备过程中分取：

11.3.1 全水分煤样的分取按 GB 474 进行。

11.3.2 如一批煤的煤样分成若干分样采取，则在各分样的制备过程中分取全水分煤样，并以各分样的全水分加权平均值作为该批煤的全水分值。

11.4 全水分煤样(无论总样或分样)采取后，应立即制样和化验，否则，应立即装入密封容器中，注明煤样质量，并尽快制样和化验。

附 录 A
采样精密度的核对
（补充件）

A1 对 1 000 t 煤，可在煤流、运输工具顶部或煤堆上，以 6 个分样的形式采样。每个分样的子样数目为表 2 所规定子样数目的 1/6，当应采的子样数目不能被 6 整除时，要适当增加（不能减少）子样数使其成为 6 的倍数。各子样要交错地放入 6 个容器中。以灰分大于 20%的原煤为例，按表 2 规定的子样数目为 60 个，则

第 1、7、13……号子样采入第 1 个分样中；

第 2、8、14……号子样采入第 2 个分样中；

……

第 6、12、18……号子样采入第 6 个分样中。

这 6 个分样应按 GB 474 和 GB 212 单独制样并测定水分、灰分。取重复测定结果的平均值作为报出结果。如 6 个分样间的干基灰分的最大值和最小值之差（极差）在 $4.9A$～$1.2A$（A 为表 1 所规定的采样精密度）之间（在本例中为 9.8～2.4 之间），则认为按表 2 规定的子样数目采样已达到表 1 所规定的采样精密度；如极差大于 $4.9A$（本例为 9.8），表示按规定的子样数目采样时，达不到规定的采样精密度，此时应增加子样数目 50%；如极差小于 1.2A（本例为 2.4），表示采样精密度超过规定的精密度，此时应将子样数目减少 33%。

A2 至少每半年核对一次。一般需连续进行二次或三次试验（分二周至三周进行），如连续二次符合要求（或不符合要求）或三次中有二次符合要求（或不符合要求），表示该半年中的采样达到（或未达到）规定的精密度要求。

附 录 B
确定原煤子样质量和大于 150 mm 煤块比率的筛分试验
（补充件）

B1 按 GB 477 在火车车皮顶部采取该两项试验的筛分煤样。

B2 对 1 000 t 煤，不论车皮容量大小均按本标准图 2 所示，沿对角线方向、按 5 点循环，在每节车皮上采取 1 个质量不少于 30 kg 的子样。

B3 合并各子样为筛分煤样，称量（约 600 kg 左右），精确到 0.5 kg。

B4 分别过 150，100，50，25 mm 的圆孔或方孔筛子，称出筛上物的质量，精确到 0.5 kg，计算筛上物占整个煤样质量的百分数，得出大于 150 mm 煤块所占的比率。

B5 取筛上物累计产率最接近、但不大于 5%的那个筛孔尺寸，作为原煤的最大粒度，并据此从表 1 查出子样质量。

B6 至少每半年进行一次试验，试验结果代表半年内（或更短时间内）原煤的最大粒度和大于 150 mm 煤块所占的比率。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

附加说明：

本标准由中华人民共和国煤炭工业部提出。

本标准由全国煤炭标准化技术委员会归口。

本标准由煤炭科学研究总院北京煤化学研究所负责起草并解释。

本标准主要起草人鲍世齐、段云龙、孟宪英。

本标准于1964年10月首次发布。

中华人民共和国国家标准

GB 481—93

生产煤样采取方法

代替 GB 481—64

Sampling method of coal sample for production

1 主题内容与适用范围

本标准规定了生产煤样采取方法的总则和具体要求。

本标准适用于褐煤、烟煤和无烟煤生产矿井生产煤样的采取。

本标准不适用于露天矿和水采矿井生产煤样的采取。

2 引用标准

GB 477 煤炭筛分试验方法

GB 482 煤层煤样采取方法

3 总则

3.1 生产矿井的生产煤样必须在煤层正常生产作业条件下采取，能代表该煤层在本采样周期内的毛煤质量。

3.2 在采取生产煤样的同时，必须按 GB 482 的规定采取煤层煤样。

4 采样要点

4.1 采样前应仔细清除前一班遗留在底板上的浮煤、矸石和杂物。

4.2 生产煤样的采样时间必须以一个生产日（循环班）为单位，将应采取的子样个数按产量比例分配到各个生产班。

4.3 生产煤样每年采取一次（即采样周期为一年）。对生产期不足三个月的采煤工作面，可不采取生产煤样。

4.4 生产煤样应在确定采样点的输送机煤流中采取。采出的煤样应单独装运。对采样点没有输送机的生产矿井，可根据本标准的 4.2 条的规定，采用其他方法采样，但需要在报告中注明。

4.5 在输送机煤流中采取生产煤样时，应截取煤流全断面的煤作为一个子样。

4.6 生产煤样不得在火车、贮煤场、煤仓或船仓内采取，也不得在煤车内挖取。

4.7 同一矿井的同一煤层各采煤工作面的煤层性质、结构、贮存条件和采煤方法基本相同时，选择一个采煤工作面采取生产煤样。如果差别较大时，生产煤样应在不同采煤工作面分别采取。

4.8 生产煤样的子样个数不得少于 30 个；子样质量不得少于 90 kg。

4.9 生产煤样总质量可根据不同用途按照 GB 477 的规定确定。

4.10 每次过磅的煤样质量，不得少于增铊磅称最大称量的 1/5。磅称最大称量为 500 kg，感量 0.2 kg。

4.11 生产煤样采取、运输和存放时，应谨慎小心，避免煤样破碎、污染、日晒、雨淋和损失。

4.12 生产煤样放置时间不得超过三天。对于易风化煤的放置时间应尽量缩短。

4.13 生产煤样采取后，应立即填写报告表。报告表格式详见附录 A（参考件）。

国家技术监督局 1993-02-19 批准　　1993-12-01 实施

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

附 录 A
采取生产煤样报告表
（参考件）

煤层煤样编号_____填表日期：_____年____月____日
生产煤样编号_____采样日期：_____年____月____日
1. _____矿务局_____矿_____井_____层
2. 本煤层年产量占全矿（井）年产量百分数：_____
3. 采样地点：_____水平_____翼_____采区_____工作面
4. 采样工作面的产量占煤层年产的百分数：_____
5. 采样方法：_____
6. 总样质量：_____kg；子样个数：_____
7. 煤层倾斜和走向：_____
8. 煤层厚度和开采厚度：_____
9. 采煤方法：_____
10. 井下运输情况：_____
11. 采煤工作面支护情况和顶板管理：_____
12. 井下拣矸情况：_____
13. 煤质检查部门负责人：_____采样人：_____

附加说明：

本标准由能源部提出。

本标准由煤炭科学研究总院归口。

本标准由煤炭科学研究总院北京煤化学研究所负责解释。

本标准由煤炭科学研究总院北京煤化学研究所、煤炭科学研究总院唐山分院和峰峰矿务局负责起草。

本标准主要起草人余平秩、孟宪英、安文华。

中华人民共和国国家标准

GB 482—1995

煤层煤样采取方法

代替 GB 482—79

Sampling of coal in seam

1 主题内容与适用范围

本标准规定了煤层煤样的采取方法。

本标准适用于褐煤、烟煤和无烟煤煤层煤样的采取。

2 引用标准

GB 474 煤样的制备方法

GB 217 煤的真相对密度测定方法

GB 212 煤的工业分析方法

3 总则

3.1 煤层煤样包括分层煤样和可采煤样。分层煤样和可采煤样必须同时采取。

3.2 分层煤样

3.2.1 采取分层煤样的目的在于鉴定各煤分层和夹石层的性质及核对可采煤样的代表性。

3.2.2 分层煤样从煤和夹石的每一自然分层分别采取。当夹石层厚度大于 0.03 m 时，作为自然分层采取。

3.3 可采煤样

3.3.1 采取可采煤样的目的在于确定应开采的全部煤分层及夹石层的平均性质。

3.3.2 可采煤样采取范围包括应开采的全部煤分层和厚度小于 0.30 m 的夹石层；对于分层开采的厚煤层，则按分层开采厚度采取。

3.3.3 对露天矿，开采台阶高度在 3.0 m 以下的煤层按本标准执行，台阶高度超过 3.0 m 用本标准规定的方法确有困难时，可用回转式钻机取出煤芯，作为可采煤样。

3.4 煤层煤样在矿井掘进巷道中和回采工作面上采取。对主要巷道的掘进工作面，每前进 100 m 至少采取一个煤层煤样；对回采工作面每季至少采取一次煤层煤样，采取数目按回采工作面长度确定。小于 100 m 的采一个，100～200 m 的采两个，200 m 以上的采三个。如煤层结构复杂、煤质变化很大时，应适当增采煤层煤样。

3.5 煤层煤样应在地质构造正常的地点采取，但如地质构造对煤层破坏范围很大而又必须采样时，也应进行采样。

3.6 在采样前，必须剥去煤层表面氧化层。

3.7 煤层煤样由煤质管理部门负责采取，具体采样地点须按本标准规定，如遇特殊情况可和地质部门共同确定。

3.8 采样工作应严格遵守《煤矿安全规程》，确保人身安全。

国家技术监督局 1995-08-07 批准　　1996-04-01 实施

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

4 器具

4.1 带有扁头和尖的手镐或适用的采样机械。
4.2 锤子。
4.3 铲子。
4.4 风镜。
4.5 钢卷尺：不短于 2 m；直尺、皮尺：不短于 15 m。
4.6 致密、牢固、防水的铺布，面积 2.5 m^2 以上。
4.7 致密、牢固、防水的装煤样口袋。
4.8 记录本和所需文具。
4.9 工具包。
4.10 标签

标签按下列形式印制：

a. 煤层煤样报告表编号：_____；
b. 采样地点：_____；
c. 工作面编号：_____；
d. _____煤样编号：_____；
e. 采样人：_____；
f. 采样时间：_____年_____月_____日。

标签填妥后装入标签塑料袋。

5 采样步骤

5.1 准备工作

首先剥去煤层表面氧化层，并仔细平整煤层表面，平整后的表面必须垂直顶、底板；然后在平整过的煤层表面上，由顶至底划四条垂直顶、底板的直线，直线之间的距离，当煤层厚度大于或等于 1.30 m 时，为 0.10 m，当煤层厚度小于 1.30 m 时，为 0.15 m。若煤层松软，第二、三条线之间的距离可适当放宽；在第一、二条线之间采取分层煤样，在第三、四条线之间采取可采煤样，刻槽深度均为 0.05 m。

5.2 分层煤样的采取

在第一、二条线间标出煤和夹石的各个自然分层，量出各个自然分层的厚度和总厚度，并加以核实。详细记录各个自然分层的岩性、厚度及其他与煤层有关事项。

在采样点的底板上放好一块铺布，使采下来的煤样都能落在铺布上，按自然分层分别采取。每采下一个自然分层即全部装入煤样袋内，并将袋口扎紧，铺布清理干净，接着再采取另一个自然分层，直到采完为止。

每个煤样袋均须附有按规定填好的标签。

分层煤样编号：×-分-X。

例：2-分-4 表示第二号煤层的第四个分层样。

5.3 可采煤样的采取

采取可采煤样时，在采样点的底板上放好一块铺布，使采下的煤样都能落在铺布上，将开采时应采的煤分层及夹石层一起采取，所采煤样全部装入煤样袋内，每个煤样袋均须附有按规定填好的标签。

可采煤样编号为：X-可-1、2、3、……。

例：2-可-1、2、3……表示第二号煤层的可采煤样，包括 1、2、3……分层。

6 结果整理

6.1 采完煤层煤样以后应及时送到制样室按 GB 474 制成空气干燥煤样。不得在井下处理煤样。

6.2 按 GB 217 和 GB 212 测定每一分层煤样的真相对密度和灰分。根据测定结果，分别计算全部分层样、应开采部分分层样和煤分层样的加权平均灰分，计算公式如下：

$$\overline{A}_d = \frac{A_{d1} \cdot t_1 \cdot TRD_1 + A_{d2} \cdot t_2 \cdot TRD_2 + \cdots + A_{dn} \cdot t_n \cdot TRD_n}{t_1 \cdot TRD_1 + t_2 \cdot TRD_2 + \cdots + t_n \cdot TRD_n}$$

式中：$\overline{A}_d$ ——煤样的加权平均灰分(干燥基)，%；

A_{d1}、$A_{d2}\cdots A_{dn}$ ——第1、2…n 个煤分层或夹石层的灰分(干燥基)，%；

t_1、$t_2\cdots t_n$ ——第1、2、…n 个煤分层或夹石层的厚度，m；

TRD_1、$TRD_2\cdots TRD_n$ ——第1、2、…n 个煤分层或夹石层的真相对密度。

6.3 根据应开采部分各分层样算出的加权平均灰分与可采煤样灰分之间的相对差值 Δ 不得超过10%，如超过限度时，则所采的煤样作废，应重新采取。

相对差值 Δ 按下式计算：

$$\Delta(\%) = \frac{\overline{A}_{d,开} - \overline{A}_{d,可}}{\frac{\overline{A}_{d,开} + \overline{A}_{d,可}}{2}} \times 100$$

式中：$\overline{A}_{d,开}$ ——应开采部分各分层样的加权平均灰分(干燥基)，%；

$\overline{A}_{d,可}$ ——可采煤样灰分(干燥基)，%。

6.4 测定全水分用的煤样，从可采煤样中按 GB 474 缩制。

6.5 可采煤样应在矿化验室测定全水分、全硫和发热量，并进行工业分析。

6.6 每个煤层每年至少选两个代表性的煤层煤样送矿务局中心化验室根据需要按 GB 474 规定做原煤和浮煤的有关项目的分析。

6.7 厚度的测量及灰分、真相对密度的计算结果取小数点后三位，再按数字修约规则修约到小数点后第二位。

6.8 按附录 1 的格式填写煤层煤样报告表并且绘制柱状图(包括伪顶、伪底的厚度)。柱状图按附录 C 中的图例规定绘制。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

附 录 A
煤层煤样报告表
（参考件）

第_____号　　采样日期_____年_____月_____日
填表日期_____年_____月_____日

1. _____矿务局_____矿_____井_____层
2. 采样地点：_____
3. 工作面情况（顶板、底板和出水情况）：_____

4. 煤层厚度（按 3.3.2 条）与灰分：
（1）（全部）分层厚度_____ m，灰分 $\overline{A}_d$，_____%
（2）应开采部分厚度_____ m，灰分 $\overline{A}_d$，_____%
（3）煤分层厚度_____ m，灰分 $\overline{A}_d$，_____%
5. 可采煤样的编号：_____可_____
6. 可采煤样的分析试验结果：

表 A1

项目	M_t %	M_{ad} %	A_d %	V_{daf} %	焦渣特征 1-8	FC_d %	$S_{t,d}$ %	$Q_{gr,d}$ MJ/kg				……
原煤												……
浮煤												……

表 A2　煤层煤样柱状图及分层煤样试验结果

顺序	柱状图比例：			分层名称与特征	分层厚度（t），m	真相对密度（TRD_d）	灰分（A_d），%	4 栏×5 栏	6 栏×7 栏	备注
1	2			3	4	5	6	7	8	9
顶板										
1										
2										
⋮										
$n-1$										
n										

续表 A2

顺序	柱状图 比例：	分层名称 与特征	分层厚度 (t),m	真相对密度 (TRD_d)	灰　分 (A_d),%	4栏×5栏	6栏×7栏	备　注
底板								
煤层								
应开采								
净煤层								

附 录 B
计算示例
（参考件）

有一个煤层总厚度为 1.62 m 见表 B1，由三个煤分层和二个夹石层组成，该煤层的各个煤分层和夹石层的厚度、灰分和真相对密度如表所示，可采煤样灰分（干基）为 19.37%。其全部分层样、应开采部分分层样和煤分层样的加权平均灰分及应开采部分分层样的加权平均灰分与可采煤样灰分之间的相对差值 Δ 按下式计算。

表 B1

煤层结构	厚度 m	灰分（A_d） %	真相对密度 TRD_d
第一分层（煤）	0.30	10.00	1.31
第二分层（单独采除的夹石）	0.30	80.00	2.15
第三分层（煤）	0.40	8.00	1.30
第四分层（夹石）	0.12	85.00	2.20
第五分层（煤）	0.50	12.00	1.32

a. 全部分层样的加权平均灰分（%）：

[(10.00×0.30×1.31)+(80.00×0.30×2.15)+(8.00×0.40×1.30)+(85.00×0.12×2.20)+(12.00×0.50×1.32)]÷[(0.30×1.31)+(0.30×2.15)+(0.40×1.30)+(0.12×2.20)+(0.50×1.32)]=36.28

b. 应开采部分分层样的加权平均灰分（%）：

[(10.00×0.30×1.31)+(8.00×0.40×1.30)+(85.00×0.12×2.20)+(12.00×0.50×1.32)]÷[(0.30×1.31)+(0.40×1.30)+(0.12×2.20)+(0.50×1.32)]=20.93

c. 煤分层样的加权平均灰分（%）：

[(10.00×0.30×1.31)+(8.00×0.40×1.30)+(12.00×0.50×1.32)]÷[(0.30×1.31)+(0.40×1.30)+(0.50×1.32)]=10.18

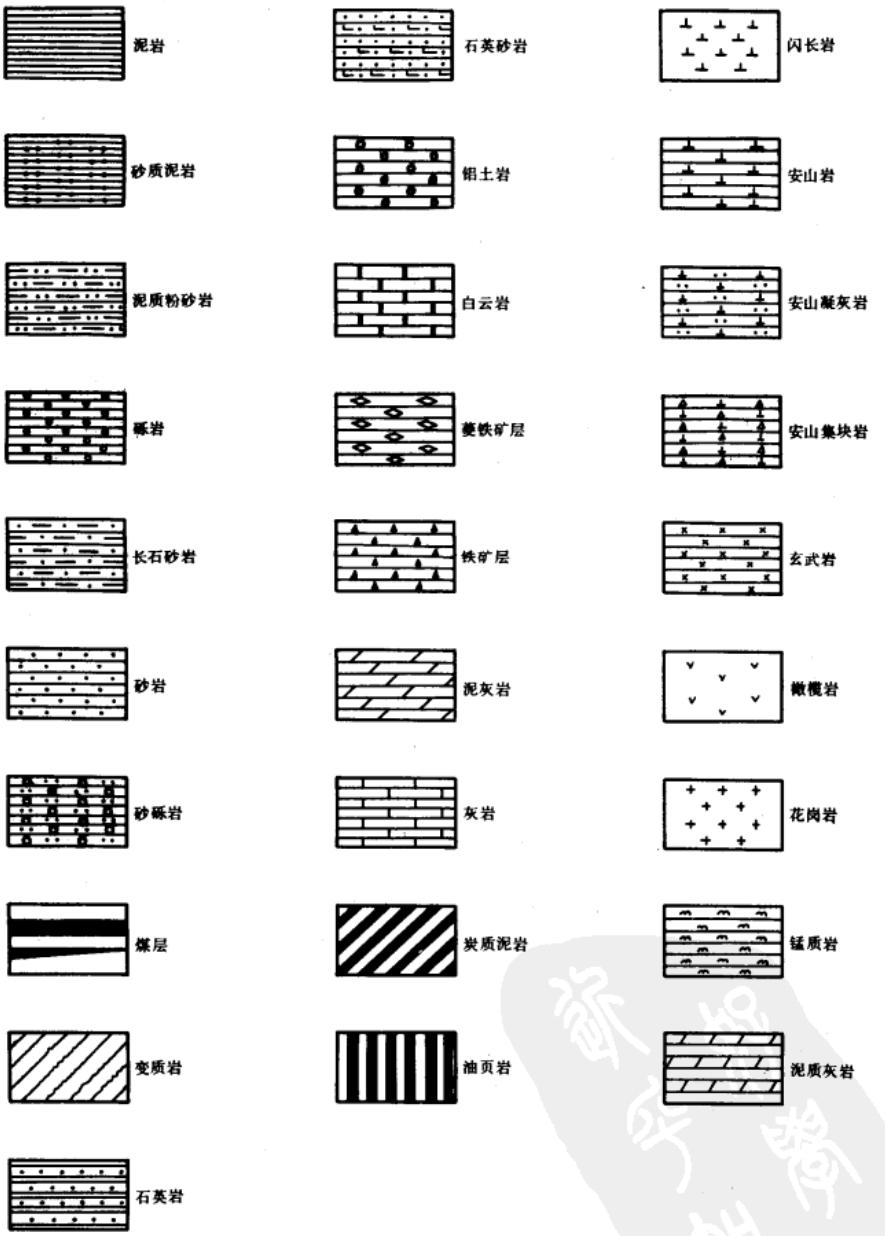
d. 应开采部分分层样的加权平均灰分与可采煤样灰分之间的相对差值 Δ

$$\Delta(\%) = \frac{20.93 - 19.37}{\frac{20.93 + 19.37}{2}} \times 100 = 7.74$$

此 Δ 值小于 10%，所采煤样符合要求。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

附 录 C
柱状图例
（补充件）



附加说明：

本标准由中华人民共和国煤炭工业部提出。

本标准由全国煤炭标准化技术委员会归口。

本标准由煤炭科学研究总院北京煤化学研究所、鸡西矿务局、鹤壁矿务局和淮北矿务局共同起草。

本标准主要起草人吴宽鸿、李英华、宫兴禄、田欣华、潘民光。

本标准委托煤炭科学研究总院北京煤化学研究所负责解释。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

ICS 73.040
D 26

中华人民共和国国家标准

GB/T 19222—2003

煤岩样品采取方法

Sampling of coal petrology

2003-07-01 发布　　2003-11-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局　发布

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

前　言

ISO 未制定煤岩样品采取方法国际标准。本标准主要参考了 MT/T 262—1991《煤岩样品采取方法》，在行业标准的基础上，主要增加了：裂隙块样的采取方法和描述内容；巨厚煤层全层煤岩样的采取方法；拓宽了应用范围；商品煤煤岩样采取时采用的标准。

本标准的附录 A 是资料性附录。

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。

本标准由煤炭科学研究总院西安分院和中国矿业大学北京研究生部负责起草。

本标准主要起草人：钟玲文、陈佩元、任德贻。

煤岩样品采取方法

1 范围

本标准规定了烟煤和无烟煤煤岩样品的采取方法。

本标准适用于在煤田地质勘查、生产矿井中煤岩样品及商品煤煤岩样的采取。

本标准不适用于褐煤煤岩样品的采取。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。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)或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准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标准。

GB/T 474 煤样的制备方法 (GB/T 474—1996，eqv ISO 1988:1975)

GB/T 475 商品煤样采取方法 (GB/T 475—1996，eqv ISO 1988:1975)

GB/T 482—1995 煤层煤样采取方法

GB/T 18023 烟煤的宏观煤岩类型分类

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

煤层全层煤岩样 coalbed channel samples of coal

不包括顶板、底板和具有一定厚度的夹矸的煤层刻槽煤样。

3.2

煤层分层煤岩样 coalbed plies samples of coal

按宏观煤岩类型或者煤体结构进行分层的刻槽煤样。

3.3

块状煤岩样 coal petrology samples of lump coal

根据煤岩类型、煤岩成分、煤体结构、煤中裂隙的变化采取的不连续的块状煤样。

3.4

煤层柱状样 coalbed pillar samples

包括顶板、底板在内的整个煤层的连续柱状煤样。

3.5

商品煤煤岩样 coal petrology samples for commercial coal

用于煤岩测定的代表商品煤平均性质的煤样。

4 采样器具

电锯、镐、铁铲、凿子、地质锤、罗盘、长宽不小于 2 m×2 m 的防水布、板尺或钢卷尺、粉笔、记号笔、封箱带等。

记录本、标签、样品袋、包装纸等。

注：商品煤煤岩样采样器具见 GB/T 475。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

5 采样步骤

5.1 采样前的准备

5.1.1 采样点的选择

采样点宜与煤质分析用煤样的采取点相同或者邻近。

应根据需要选择有代表性的采样点。常规煤层煤岩样品采样点应避开岩浆岩体侵入区、烧变带、风化带、冲蚀带、断层破碎带及其影响区域等地段。

煤层煤岩样采样前应清理煤壁，使表面新鲜、平整。采样点附近的地面应清扫干净，并铺上防水布。

5.1.2 记录和描述内容

5.1.2.1 采样点的记录

记录采样点的编号、位置(包括矿井、巷道或工作面、采样点坐标)、地层时代、煤层名称、煤层厚度、煤层产状要素、采样日期、工作条件等内容。

5.1.2.2 煤层剖面的描述

根据采样目的分层和选择描述内容。

分层的依据有：宏观煤岩类型(依据 GB/T 18023)、煤体结构、裂隙发育特征、夹矸(厚度大于 1 cm)等。

描述的顺序：煤层剖面应按自下而上(或者自上而下)的顺序逐层进行描述。

宏观煤岩类型分层描述内容：应包括名称及其厚度、结构、构造、煤岩成分、结核、包裹体等。

煤体结构描述内容：应包括煤体结构类型、层理、揉皱现象、煤体破碎程度、煤层顶底板以及各相邻分层间的接触关系等。

裂隙发育特征描述内容：应包括裂隙的性质、规模、与煤层层理的关系、走向或者产状、长度、高度、宽度、密度、充填物、连通性、裂隙发育程度等。

顶、底板及夹矸按照沉积岩石学的要求进行描述。

煤层煤岩柱状图(参见附录 A 所示)的比例尺应依煤层厚度确定，一般以 1∶10 或 1∶20 为宜。

5.2 采样方法

5.2.1 煤层煤岩样采取的顺序

在采样工作面上同时采取全层煤样、分层煤样和煤层柱状样或块状煤岩样时，应用板尺(或钢卷尺)和粉笔按样品宽度垂直煤层层理要求画 4 条平行线。在第 1、2 条线内先采取全层煤样；在第 3、4 条线内采取分层煤样；最后在第 2、3 条线内采取煤层柱状样或块状煤岩样。

5.2.2 煤层全层煤岩样和煤层分层煤岩样的采取方法

用粉笔从煤层的顶部到底部画两条垂直煤层层理、间距为 50 mm 的平行直线。在采样点的地面上铺上防水布，使采下来的煤能落在防水布上。用镐自下而上采下两线间的煤并清除厚度大于 10 mm 的夹石层，刻槽深度为 50 mm，槽形为一长条柱状，要求底平、帮直。

采取的煤层厚度大于 8 m 的巨厚煤层时，在相邻地段内划分出上下层位可以衔接的采样层段，各个层段采取完成后，分别包装，到地面试验室再混合，按 GB/T 474 规定缩分样品。

采取分层煤样时，要求每采取一个分层煤样后应将其全部装入样品袋内，并将防水布清理干净，然后再采取下一个分层煤样，直到采完为止。

与煤质分析用全层和分层煤样同时采取时，夹矸厚度的清除和刻槽的规格按 GB/T 482—1995 中 5.1 和 5.2 条的规定执行。用于煤岩研究的样品可从分析用全层煤样和分层煤样中缩取。

5.2.3 煤层柱状样的采取方法

用粉笔从煤层顶板到底板画两条垂直于煤层层理的平行线，线距可按所需煤块大小确定，一般不小于 100 mm。

刨去两线外的煤壁，刻取两线间煤柱体，其深度不小于 50 mm。

按宏观煤岩类型分层，用镐采取线内连续的柱状块样或者完整的柱状煤样。个别层位采不到块样时，可采取该层位的分层煤样代替或用相邻同一层位、具有相同宏观类型和结构的块样代替。在样品上应标明上下层位的关系。

5.2.4 块状煤岩样的采取方法

在每一宏观类型分层内所采取块样的数量视分层的煤岩成分和结构特点而定。当分层内煤岩成分分布均匀、结构简单时，可少取块样；煤岩成分分布不均匀，结构复杂时在其变化部位都应采取样品。

用粉笔从煤层顶部到底部画两条垂直于煤层层理的平行线，线距可按所需煤块大小确定，一般不小于 100 mm。

刨去所采层位两线外的煤壁，使两线间煤体呈一柱体。

采取裂隙样时，应在采取的样品上标明方位和上下层位关系。对疏松煤层应采取加固措施。

采下各块体，块体大小(宽×深×高)应不小于 10 cm×5 cm×5 cm。个别层位采不到块样时，可采取该层位的分层煤样代替或用相邻同一层位、具有相同宏观煤岩类型和结构的块样代替。

5.2.5 商品煤煤岩样的采取方法

商品煤煤岩样的采取方法按 GB/T 475 执行。

5.3 样品的编号和包装

5.3.1 样品的编号和标签的填写

采取的样品应有编号，编号包括如下内容：采样地点、煤层号、样品种类号(粉、柱、块)、分层号、顺序号。

5.3.2 样品的包装

各种样品分别放置在已有编号的样品袋内，并附上不易磨损和污染的标签。为防止样品的氧化、干裂，可在样品袋外套上塑料口袋。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

附 录 A
（资料性附录）
煤层煤岩样品柱状图示例

煤层名称： 煤层产状： 采样地点： 坐标：

分层序号	分层名称	煤层厚度/cm 分层	煤层厚度/cm 累计	柱状图 1:10	采样部位及编号 分层煤岩样	采样部位及编号 煤层柱状样	采样部位及编号 块状煤岩样	描述
	顶板					韩-3-柱-顶		
1	暗淡煤	20	20		韩-3-分-1	韩-3-柱-1	韩-3-块-1	
2	泥岩	10	30			韩-3-柱-2		
3	半亮煤	20	50		韩-3-分-2	韩-3-柱-3-1 韩-3-柱-3-2	韩-3-块-2	
4	光亮煤	30	80		韩-3-分-3	韩-3-柱-4-1 韩-3-柱-4-2	韩-3-块-3	
5	半暗煤	20	100		韩-3-分-4	韩-3-柱-5	韩-3-块-4	
	底板					韩-3-柱-底		

注： 样品编号“韩-3-柱-3-1”代表采样地点-煤层号-样品种类-分层号-顺序号。

描述人： 日期：

图例：



前　言

本标准在GB/T 1427—1988《炭素材料取样方法》标准的基础上进行了修订。主要修订内容如下：

——在石墨电极中，对原标准中的取样数量、取样工具、取样位置均作了修订，并增加了 ϕ550 mm及以上规格电极的取样方法。

——在石墨阳极中，对取样数量、取样工具及取样长度均作了修订。

——石墨块中，对取样数量及取样位置作了修订。

——铝电解用阴极炭块中，取样数量、取样位置及测破损系数的圆柱体个数作了修订。

——高炉炭块、电炉炭块、焙烧电极中，取样位置作了修订。

——炭糊中，糊的破碎粒度尺寸进行了调整。

——增加了高纯石墨制品的取样方法。

本标准自实施之日起，代替GB/T 1427—1988《炭素材料取样方法》。

本标准由国家冶金工业局提出。

本标准由冶金信息标准研究院归口。

本标准起草单位：吉林炭素总厂、冶金信息标准研究院。

本标准主要起草人：孙长年、孙　伟、高　勃。

本标准1988年2月首次发布。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

中华人民共和国国家标准

GB/T 1427—2000

炭素材料取样方法

代替 GB/T 1427—1988

Sample method of carbon material

1 范围

本标准规定了炭素材料的取样工具、取样位置、取样数量及试样尺寸和精度。

本标准适用于石墨电极、石墨阳极、高炉炭块、阴极炭块、电极糊等炭素材料试样的采取和制备。

2 取样方法

2.1 石墨电极及接头(包括普通功率、浸渍、高功率、超高功率)。

2.1.1 取样批量

每炉石墨化产品产量大于或等于 30 t,取样电极数量不少于 4 根,30 t 以下取样电极数量不少于 3 根。

注:在石墨化炉内(炉头、炉尾、炉中)不同部位均匀取样。

2.1.2 取样工具

内径 ϕ65 mm、长 250 mm 的空心钻头,或能保证试样要求的其他工具。

2.1.3 取样位置及方法

2.1.3.1 直径 ϕ550 mm 及其以上的电极,用空心钻头,在每根取样电极两端的端面中心处,分别垂直钻取一个长度不小于 220 mm 的圆柱体。

2.1.3.2 直径 ϕ300～500 mm 的电极,用空心钻头,在每根取样电极两端头的端面中心处,分别垂直钻取一个长度不小于 190 mm 的圆柱体。

2.1.3.3 直径 ϕ150～300 mm 以下的电极,用空心钻头,在每根取样电极的两端头端面中心处,分别垂直钻取一个长度不小于 150 mm 的圆柱体。

2.1.3.4 直径 ϕ150 mm 以下的电极,在每根取样电极的两端分别截取长度不小于 150 mm 的圆柱体。

注

1 如果电极加工机床仍为单体机床加工,取样位置可以在取样电极的一端端面中心处钻取,数量不少于 6 根,但要上下端头(指焙烧时)各占一半。

2 将钻取的圆柱体,沿纵向中心线锯开(一分为二),用其中一半加工成测量体积密度、弹性模量、抗折强度及电阻率试样,另一半用于加工成测量热膨胀系数及抗氧化的试样。

2.1.4 试样尺寸及精度

2.1.4.1 直径 ϕ550 mm 及其以上的电极,加工成尺寸为 $\phi(30\pm0.1)$ mm×(20±0.1) mm 试样 6 个,用于测抗折强度。另加工 $\phi(20\pm0.1)$ mm×(160±0.1) mm 试样 6 个,用于测弹性模量、体积密度和电阻率。

2.1.4.2 直径 ϕ300～500 mm 电极其试样加工后的尺寸为 $\phi(20\pm0.1)$ mm×(160±0.1) mm,不少于 6 个。

2.1.4.3 直径小于 ϕ300 mm 的电极,其试样加工后的尺寸为 $\phi(10\pm0.1)$ mm×(120±0.1) mm,不少于 6 个。

国家质量技术监督局 2000-04-11 批准　　2000-11-01 实施

2.1.4.4 每批产品加工成 ϕ〔(10±0.1)～(25±0.1)〕 mm×(50±0.1) mm 试样不少于 2 个，用于测试热膨胀系数(CTE)。

2.1.4.5 试样的平行度不大于 0.1 mm/100 mm，粗糙度 *Ra*3.2 μm，试样外观无可见裂纹或瑕疵。

2.2 石墨阳极

2.2.1 取样批量

以装入同一个石墨化炉的产品为一批，每批的取样量不得少于装入块数的千分之一，但每批不得少于 10 个试样。

注：在石墨化炉中不同部位均匀取样。

2.2.2 取样工具

内径 ϕ60 mm，长 150 mm 的空心钻头或锯。

2.2.3 取样位置及方法

2.2.3.1 截面厚度小于 75 mm 或直径 ϕ100 mm 及其以下的阳极，用锯先将取样阳极的端部截去长度不小于 60 mm，然后再截取长 125 mm 一段阳极，作为取样用。

2.2.3.2 截面 400 mm×115 mm 的阳极，用空心钻头在取样产品端部中心处，垂直于制品 400 mm×115 mm 表面，钻取长 125 mm 的圆柱体。

2.2.4 试样的尺寸及精度

2.2.4.1 阳极直径或截面厚度大于或等于 50 mm 的产品，加工后的试样尺寸为(40±0.1) mm×(40±0.1) mm×(40±0.1) mm 或 ϕ(45±0.1) mm×(40±0.1) mm 试样 4～6 个，标明加压面，加压方向要与挤压方向平行。另外加工成 ϕ(10±0.1) mm×(120±0.1) mm 试样 4～6 个，用于测量抗折强度。

2.2.4.2 直径或截面厚度小于 50 mm 的阳极，加工后的试样尺寸为(30±0.1) mm×(30±0.1) mm×(30±0.1) mm 或 ϕ(35±0.1) mm×(30±0.1) mm 试样 4～6 个，标明加压面，加压方向要与挤压方向平行。另外加工成 ϕ(10±0.1) mm×(120±0.1) mm 试样 4～6 个，用于测量抗折强度。

2.2.4.3 试样外观：棱角完整，无可见裂纹或瑕疵，表面粗糙度 *Ra*3.2 μm。

2.3 石墨块

2.3.1 取样批量

每炉产品产量大于或等于 30 t，取样数量不少于 4 块，30 t 以下取样数量不少于 3 块。

注：在石墨化炉内(炉头、炉尾、炉中)不同部位均匀取样。

2.3.2 取样工具

内径 ϕ60 mm，长 150 mm 空心钻头。

2.3.3 取样位置及方法

用空心钻头在每块石墨块的两个端面中心位置分别垂直钻取长度不小于 120 mm 圆柱体，从外端截去 60 mm，剩余的部分为制样用。

2.3.4 试样的尺寸及精度

将圆柱体加工成(40±0.1) mm×(40±0.1) mm×(40±0.1) mm 或 ϕ(45±0.1) mm×(40±0.1) mm的试样。

2.3.5 试样外观

棱角完整，无可见裂纹或瑕疵。

2.4 铝电解槽用阴极炭块

2.4.1 截面为 400 mm×400 mm 及以上的阴极炭块

2.4.1.1 取样批量：

以每台焙烧炉每生产出 30～60 t 产品为一批，每批取样量不少于 3 块，在每块钻取 4 个圆柱体(每批不少于 12 个圆柱体)。

2.4.1.2 取样工具：内径 ϕ60 mm，长 150 mm 空心钻头。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

2.4.1.3 取样位置及方法：

用空心钻头，在炭块表面沿纵向中心线，从距一端 250 mm 以上，距另一端 50 mm 以上或从两个端面分别垂直钻取长度不小于 140 mm 圆柱体各 2 个。

2.4.1.4 试样尺寸及精度：

2.4.1.4.1 用 3 个圆柱体(每块炭块中的一个圆柱体)，每个圆柱体加工成 2 个试样，加工后的试样尺寸为(40±0.1) mm×(40±0.1) mm×(40±0.1) mm 或 ϕ(45±0.1) mm×(40±0.1) mm，每批不少于 6 个试样，标明加压面，使加压方向平行于挤压方向。

注：对震动成型产品，加压方向与震动方向垂直。

2.4.1.4.2 用剩余的 9 个圆柱体加工成 ϕ(35±0.1) mm×(120±0.1) mm 的试样，每批不少于 8 个试样，供测破损系数用。

2.4.1.5 试样外观：棱角完整，无可见裂纹或瑕疵。

2.4.2 截面为 400 mm×115 mm 的阴极炭块

2.4.2.1 取样批量：

每月每台焙烧炉每生产 20～50 t 为一批，每批取 4～6 块样品。

2.4.2.2 取样工具：内径 ϕ60 mm，长 150 mm 空心钻头。

2.4.2.3 取样位置及方法：

用空心钻头，在大表面上，距端部 60 mm 以上，垂直钻取长度与厚度相等的圆柱体，标明加压面，使加压方向与挤压方向平行。

注：对震动成型产品，加压方向与震动方向垂直。

2.4.2.4 试样的尺寸及精度：

用圆柱体加工成(40±0.1) mm×(40±0.1) mm×(40±0.1) mm 或 ϕ(45±0.1) mm×(40±0.1) mm的试样，每批不少于 6 个，标明加压面。

2.4.2.5 试样外观：棱角完整，无可见裂纹或瑕疵。

2.5 高炉炭块、电炉炭块、焙烧电极和炭阳极

2.5.1 取样批量

每月每台焙烧炉每生产 20～50 t 为一批，每批取样数量不少于 3 块(根)。

2.5.2 取样工具

内径 ϕ60 mm，长 150 mm 的空心钻头。

2.5.3 取样位置及方法

用空心钻头在每根取样制品两端端面中心处，或距两端 50～60 mm 处，分别垂直钻取长度不少于 120 mm 圆柱体各一个。

2.5.4 试样的尺寸及精度

用圆柱体加工成(40±0.1) mm×(40±0.1) mm×(40±0.1) mm 或 ϕ(45±0.1) mm×(40±0.1) mm的试样，每批不少于 6 个，标明加压面，使加压方向与挤压方向平行。

2.5.5 试样外观

棱角完整，无可见裂纹或瑕疵。

2.6 自焙炭块

2.6.1 取样批量

每震动成型生产 10～25 t 为一批，每批取样数量不少于 4 块。

2.6.2 取样工具

内径 ϕ60 mm，长 150 mm 空心钻头或金刚石锯。

2.6.3 取样位置及方法

2.6.3.1 用空心钻头，沿制品震动成型上压面的纵向，分上、中、下三段钻取长不小于 110 mm 的圆柱

体。

2.6.3.2 沿制品震动成型上压面的纵向，分上、中、下三段，制取(90±20) mm×(90±20) mm×(90±20) mm 的样坯，标明受压方向。

2.6.4 试样的尺寸及精度

2.6.4.1 用圆柱体加工成 ϕ(45±0.1) mm×(40±0.1) mm 的试样；每批不得少于 12 块，标明加压方向，使加压方向与成型受压方向平行。

2.6.4.2 把样坯用车床加工成(70±0.1) mm×(70±0.1) mm×(70±0.1) mm 试样，每批不得少于 12 块，标明加压方向，使加压方向与成型受压方向平行。

2.6.5 试样外观

棱角完整，无可见裂纹或瑕疵。

2.7 炭电阻棒

2.7.1 取样批量

每一个焙烧炉室为一批，每一批取样量 10 根(焙烧室的上、下层各 5 根)。

2.7.2 取样工具

锯或机床。

2.7.3 取样位置及方法

在距产品上、下端各 50～60 mm 处分别截取长 100 mm 的圆柱体。

2.7.4 试样的尺寸及精度

用圆柱体加工成(40±0.1) mm×(40±0.1) mm×(40±0.1) mm 或 ϕ(45±0.1) mm×(40±0.1) mm的试样，每批不少于 20 个，标明加压方向。

2.7.5 试样外观

棱角完整，无可见裂纹或瑕疵。

2.8 炭糊(电极糊、阳极糊、粗缝糊)

2.8.1 检验挥发分、灰分指标的试样取样制样方法

2.8.1.1 取样批量

每个班生产的炭糊为一批。

2.8.1.2 取样制样方法

每生产 2～4 锅炭糊为一批，均匀取出不少于 2 kg 为子样，将本班内取出的子样集中在一起，破碎至 25 mm 以下，用四角对分法缩减至 1 kg，供化验室检验挥发分、灰分用。

2.8.2 测定焙烧后性能试样的取样方法

2.8.2.1 取样批量

每生产 300～500 t 同一种炭糊为一批。

2.8.2.2 取样制样方法

从每 100 t 炭糊中均匀地取出不少于 5 kg 子样，每批糊中的子样数量不得少于 3 个，将子样集中在一起，破碎至 25 mm，用四角对分法缩减至 4 kg，供化验室检验焙烧性能用。

2.9 高纯石墨制品

2.9.1 取样批量

产品大于或等于 30 t，取样量为 4 块，30 t 以下取样量为 3 块。

2.9.2 取样工具

内径 ϕ60 mm、长 150 mm 空心钻头或锯。

2.9.3 取样位置及方法

在每块样品的端面中心处垂直钻取长 120 mm 的圆柱体一个。对石墨管或石墨棒，可在每根样品一端截取长 120 mm 作为试样。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

2.9.4 试样尺寸及精度

参照本标准 2.3.4 及 2.3.5 执行。

2.10 上述各种炭素产品制取的试样，经机械加工或研磨后，如出现裂纹、孔洞等缺陷，其数量不超过总量的三分之一，可以重新补制，如果数量超过总样品量的三分之一时，需重新加倍取样。

2.11 如果每批试样检验各项考核指标的平均值不符合标准规定时，采取二次加倍取样，如再不符合规定，采取逐根取样。

前　言

本标准对 GB/T 1869—80 《磷精矿和磷矿石分析试样的采取和制备方法》进行了修订。

本标准在修订过程中，通过大量的调查研究、资料分析、试验验证，证明前版方法仍然先进可行，所以本标准保留了前版的主要技术内容，仅做一些小的改进，在编写规则上按照 GB/T 1.1—1993 等进行。

本标准从生效之日起代替 GB/T 1868—80、GB/T 1869—80。

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由化工部化工矿山设计研究院归口。

本标准负责起草单位：化工部化工矿山设计研究院。

本标准主要起草人：王和平、王海良、赵志全。

本标准于 1980 年 6 月首次发布、1988 年 12 月复审确认。

本标准委托化工部化工矿山设计研究院负责解释。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

中华人民共和国国家标准

磷矿石和磷精矿 采样与样品制备方法

GB/T 1868—1995

Phosphate rock and concentrate
—Methods of sampling and preparing sample

1 范围

本标准规定了磷矿石和磷精矿采样与样品制备方法。

本标准适用于磷矿石和磷精矿产品分析试样的采取和制备。

2 引用标准

下列标准包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。在标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨、使用下列标准最新版本的可能性。

GB 6003—85 试验筛

GB/T 6678—86 化工产品采样总则

3 采样和制样工具

3.1 采样探子、小铁铲、铁锤。

3.2 破碎机、对辊机、研磨机、缩分器。

3.3 台秤、盛样器、样品瓶。

3.4 标准筛(GB 6003)R40/3 系列：10 mm、425 μm、125 μm。

4 采样方法

4.1 采样数量

4.1.1 磷矿石产品的采样总量不小于批量的万分之二，份样量为 800～2 000 g，同批采取的各点份样量应相近似。

4.1.2 磷精矿产品的采样总量不小于批量的十万分之二，份样量为 80～200 g，同批采取的各点份样量应相近似。

4.1.3 车厢采取样品数的确定，以一个车厢为一个采样单元，由每批矿石的车厢总数选取的最少采样单元数按 GB/T 6678 中 6.6.1 规定执行。总车厢数小于 10 时逐厢采样，总车厢数大于 10 时按 GB/T 6678中表 2 规定确定。

4.2 操作方法

4.2.1 汽车、火车上采样

按 4.1.3 规定随机抽取 n 个车厢。汽车车厢按图 1 布置 5 点。火车车厢载重量小于或等于 30 t 按图 2 布置 8 点；大于 30 t 按图 3 布置 11 点。采样点离车壁不小于 0.3 m。用采样工具在离底部至少 0.1 m、离表面至少 0.2 m 深度处采取份样。

国家技术监督局1995-12-20批准　　1996-08-01实施

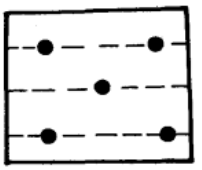


图 1　采样布点示意图

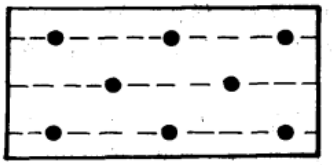


图 2　采样布点示意图

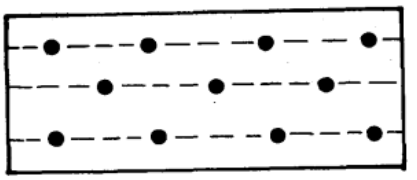


图 3　采样布点示意图

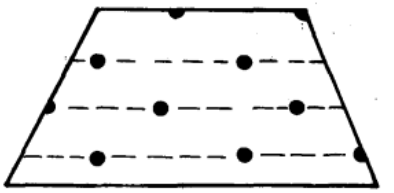


图 4　采样布点示意图

4.2.2　船舶上采样

船舱载重量小于 100 t 按照 4.2.1 火车车厢的采样方法布置采样点，大于或等于 100 t 布置 20 点，大于或等于 200 t 布置 30 点，依此类推。采样点离船舷不小于 0.3 m。用采样工具在离底部至少 0.1 m、离表面至少 0.2 m 深度处采取份样。

4.2.3　矿堆上采样

在矿石堆的整个表面上，自离底部约 0.3 m 开始，至顶部每隔 1 m 左右划出若干水平线，在各线上相距一定距离按图 4 布置采样点。矿堆总量小于 50 t 布置 5～10 点，大于或等于 50 t 布置 11 点，大于或等于 100 t 布置 20 点，大于或等于 200 t 布置 30 点，依此类推。用采样工具在离表面至少 0.2 m 深度处采取份样。

4.2.4　皮带运输机上采样

根据矿石总量及运输机的传送速度，相隔一定时间用自动装置或小铁铲在传送带任一段的整个横截面上采取份样。

5　样品制备方法

5.1　磷矿石

5.1.1　将同批采取的各份样合并后，经破碎、粉碎、磨细等步骤。每步骤均应过筛，用圆锥法或其他方法混匀，用缩分器或四分法缩分。每次缩分应按下式进行：

$$Q = Kd^2$$

式中：Q ——缩分出样品的最小可靠质量，kg；

d ——样品颗粒的最大直径，mm；

K ——缩分系数，取 0.1。

5.1.2　经 5.1.1 制备的样品全部通过 10 mm 筛孔后，混匀，缩分出 10 kg，分取 4 kg，等量分装在二个清洁、干燥的磨口瓶（或聚乙烯袋）中。密封后，贴上标签（或将标签放入袋中），注明：生产单位名称、产品名称、等级、批号、采样日期、地点及采样人。一瓶（袋）为实验室样品，送往化验室，用作水分的测定；另一瓶（袋）为备考样品，保存期二个月，以备复验。

5.1.3　将余下的样品继续按 5.1.1 制备，直至全部通过 425 μm 筛孔，混匀，缩分出 0.5 kg，等量分装在二个清洁、干燥的磨口瓶（或聚乙烯袋）中。密封后，贴上标签（或将标签放入袋中），注明：生产单位名称、产品名称、等级、批号、采样日期、地点及采样人。一瓶（袋）为实验室样品，送往化验室；另一瓶（袋）为

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

备考样品，保存期二个月，以备复验。

5.1.4 化验室收到实验室样品后，取出约 50 g，磨细至全部通过 125 μm 筛孔，混匀，盛于清洁、干燥的磨口瓶（或纸样品袋）中，用作水分以外的其他分析项目的测定。

5.2 磷精矿

5.2.1 将同批采取的各份样（样品粒度均小于 425 μm）合并后，经过充分混匀，缩分出 0.5 kg，等量分装在二个清洁、干燥的磨口瓶（或聚乙烯袋）中。密封后，贴上标签（或将标签放入袋中），注明：生产单位名称、产品名称、等级、批号、采样日期、地点及采样人。一瓶（袋）为实验室样品，送往化验室；另一瓶（袋）为备考样品，保存期二个月，以备复验。

5.2.2 化验室收到实验室样品后，取出一定量进行水分的测定。另取出约 50 g，磨细至全部通过 125 μm筛孔，混匀，盛于清洁、干燥的磨口瓶（或纸样品袋）中，用作水分以外的其他分析项目的测定。

注：如果样品湿度太大，妨碍进一步磨细和过筛，可以在 110℃以下进行适当干燥。

中华人民共和国国家标准

GB 1997—89

代替 GB 1997—80

焦炭试样的采取和制备

Coke—sampling and preparation of samples

1 主题内容与适用范围

本标准规定了焦炭取样制样的名词术语，取样地点、房屋与设备工具，工业分析试样和物理性能检验试样的采取制备方法。

本标准适用于焦炭的工业分析和物理性能检验试样的采取和制备。

2 引用标准

GB 2007 散装矿产品取样、制样通则

3 名词术语

3.1 批和批量

以一次交货的同一规格的焦炭为一批，构成一批焦炭的质量称为批量。

3.2 基本批量

标准中所规定的最小批量。

3.3 份样

由一批焦炭中的一个部位，取样工具动作一次（当人工采样时可连续数次）所取得的焦炭试样叫份样。

3.4 副样

由一批焦炭中采取的部分份样组成的试样叫副样。

3.5 大样

由一批焦炭的全部份样或全部副样组成的试样叫大样。

3.6 水分试样

由大样或副样按规定方法进行破碎、混匀、缩分所得的供测定水分的试样。

3.7 筛分分析试样

由一批焦炭中按规定方法采出的供测定焦炭粒度分布的试样。

3.8 机械强度试样

由一批焦炭中按规定方法采出供测定焦炭机械强度的试样。

3.9 试样重用

将全部试样用于测定某一项目，然后把该试样的一部分或全部经制备后，用于测定其他项目称为试样重用。

例如：将试样进行筛分分析以后，再用其中部分筛级试样测定转鼓强度。

3.10 备用试样

已经制备或未经制备留作用于测定某个检验项目的试样。

3.11 最大粒度

95%以上焦炭能通过的最小筛孔尺寸。

中华人民共和国冶金工业部1989－02－16批准

1990－01－01实施

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

4 一般规定

4.1 水分试样

4.1.1 水分试样采出后，应立即放入有密封盖耐腐蚀的储样桶或不渗水的其他密封容器内。当每个份样放入后应立即将盖盖严。

4.1.2 装有水分试样的储样桶必须远离热源和避免阳光直射。试样采取后应及时制样，如果焦炭批量过大或两次运送焦炭间隔时间较长而影响测定结果时，应按运送焦炭时间将份样分别制成副样，测定副样水分，以副样水分加权平均结果作为该批焦炭水分测定结果。也可将副样按份样比例混匀后缩分测定水分。

4.1.3 为减少制样操作过程中焦炭试样水分的损失，破碎应采用机械设备，破碎和缩分总操作时间不得超过15min。批量大的焦炭水分试样，操作时间超过15min时，可划分成若干个副样制样。港口焦炭制样经过精密度校核试验后，可适当延长制样操作时间。

4.1.4 明显潮湿的试样，经制样影响测定结果时，应将试样连同容器全部称量，然后在温暖而通风良好的房间中，将试样放在钢板上铺成薄层进行空气干燥，或在容积较大的烘箱中进行不完全干燥，自然冷却。称量容器和干燥后的试样。记录各次称量质量并计算质量损失百分比（于制样记录中），同时将损失百分比注在检验委托单或试样标签上送化验室，以便校正全水分测定结果。

4.1.5 选择衡器精密度必须适当，衡器最大称量不应大于试样质量的5倍，最小分度值应小于最大称量的1/1 000。

4.1.6 本标准采样、制样和测定的总精密度在置信度为95%的情况下为±1.0%（绝对值）；水分大于10%的焦炭总精密度为±10.0%（相对值）。

4.2 份样数量和质量

本标准所列的份样数量和质量是达到规定的取样精密度应采取的最少份样数量和最少份样质量。实际批量少于基本批量时，份样数量与份样质量不得按基本批量与实际批量的质量比例递减。对于大批量的焦炭取样份样数，应在基本采样份样数（表2）的基础上，乘以式（1）试验因数，份样质量保持不变。亦可将大批量的焦炭划分成若干个部分，从中按规定采出份样数。

大批量采取份样数需乘的试验因数为：

$$\sqrt{\frac{\text{实际交货批量(吨)}}{\text{基本批量(吨)}}} \qquad \cdots\cdots(1)$$

5 采样

5.1 采样工具

5.1.1 长柄采样铲

采样铲的规格见图1和表1。

表1 采样铲的规格

采样铲号	容量	*a*	*b*	*c*	*d*
	kg	mm	mm	mm	mm
1	1	230	300	130	75
2	2	250	330	230	75
3	5	300	380	300	85
4	10	300	400	300	200

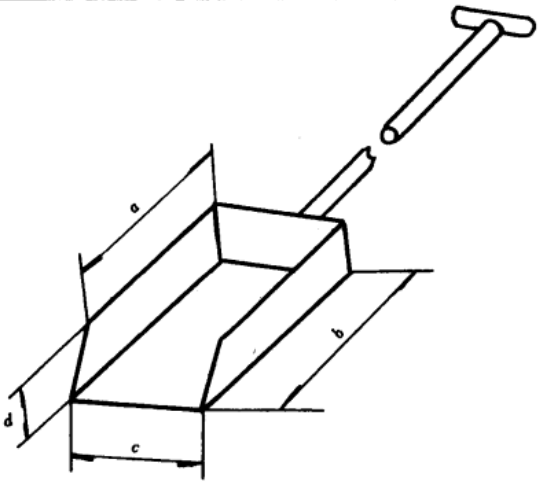


图 1　采样铲

5.1.2　储样桶

桶口与桶盖咬合必须严密。由不吸水耐腐蚀的材料制成。

5.1.3　采样斗

采样斗是一个上部开口的方形金属箱。斗的开口尺寸和容积不仅要考虑份样的质量，而且应考虑到能接取到焦炭流的全宽和全厚，接完一个份样后能将其自由倒出或安装活底将其漏出。如果焦流太宽，而且焦炭粒度分布均匀，取样斗开口宽度尺寸也可缩小至焦炭流宽度的二分之一或三分之一。采样斗可采用电动机械拖动。

5.2　采样地点

5.2.1　焦化厂运输皮带转到炼铁厂的运输皮带的转运地点；

5.2.2　焦仓或漏嘴直接放焦的落下地点；

5.2.3　装卸车、船或倒堆运输皮带的转运地点；

5.2.4　装卸车、船的过程中，在车厢、船仓内或焦炭堆的不同层布点；

5.2.5　运送焦炭的运输皮带上。

5.3　批量

5.3.1　基本批量为500t。日常生产允许以每班发运的焦炭为一个批量；当每班发运的焦炭不足200 t时，也允许以每日发运的焦炭为一个批量。

5.3.2　港口外运焦炭，以每船发运的焦炭为一批量。

5.4　份样份数和质量的确定

5.4.1　一批焦炭的最少份样份数按表2确定；批量大于500t的份样份数按4.2条方法增加。船舶和大堆采样需再增加到1.3倍。

表 2　焦炭基本批量应采取的最少份样数

样　　别	工业分析	转　鼓	筛　分	落　下
份样份数（个）	12	15	15	10

注：筛分分析试样可作为测定机械强度的重用试样。

5.4.2　份样质量按表3确定。当焦炭粒度较小，试样量不足2个转鼓试样量和3个落下试验时，应相应增加采样份样份数或份样质量。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

表 3 从焦炭中应采取的最少份样质量

最大粒度，mm	<25	>25 <40	>40 <80	≥80
最少份样质量，kg	1	2	5	15

5.5 从焦炭流中采样

5.5.1 皮带运输机运送焦炭时，采取份样的间隔根据批量和每批应采取的份样份数确定：

a. 焦炭移动的过程中按一定质量或时间间隔用采样工具采取份样。

b. 运输皮带转动速度不大于1.5 m/s、焦炭厚度不大于0.3 m时的人工采取。

c. 停止的皮带上扒取试样，每个试样要扒取全断面，扒取长度不小于焦炭最大粒度的2.5倍。

采取第一个份样可在第一个间隔内随机确定，但不可在第一个间隔的起点开始。以后采取的份样按计算的间隔采取。如果按固定的间隔采取的份样数已经满足，而运送焦炭还未停止，仍应按原定间隔继续采取份样，直到整批焦炭运完为止。

接取试样时不应将采样器具接取过满，以免大块试样溢出，造成检验结果系统误差。

5.5.2 焦仓或漏嘴处采样

从焦仓或漏嘴处焦流采取试样方法同5.5.1 a。

5.5.3 装卸车、船或倒堆采用皮带运输机的采样一般方法同5.5.1。但无条件安装机械采样斗时，可按5.5.4方法进行。

5.5.4 装卸车、船或倒堆过程中的其他采样方法。

5.5.4.1 大堆采样：在装卸焦炭的过程中，从焦炭堆上分层采样。将全批焦炭需采取的份样数按装卸或倒运焦炭质量比例在大堆若干层分布，份样在各层的新料面上均匀分布采取。采样分层的厚度一般不得超过3 m。

采取每个份样时应注意它能近似地代表该部位焦炭，特别在采取份样时，大颗粒焦炭不允许任意采入或从取样铲掉出。

料面倾斜时，先用取样铲把采样部位上方边部的焦炭挖走，使采样部位侧壁斜角大于焦炭静止角，以免使侧壁焦炭颗粒顺边掉下。

每层焦炭采取的份样份数按式（2）确定：

$$每层份样份数 = 总份样份数 \times \frac{每层质量}{总质量} \quad \cdots\cdots (2)$$

5.5.4.2 车厢中采样

车厢采取焦炭试样，应在装卸车过程的新料面上进行。将新料面划分成大致相等的12份，根据焦炭批量大小和应采取的份样数，在每个车厢随机地选取若干个部分，在选定的每个部分分别采取有代表性的份样一个。

5.5.4.3 货船上采样

货船上采取焦炭试样，也需在装卸过程中采取。将货仓应装卸的焦炭分成若干个采样层区。上层区距顶部0.1～0.2 m，下层区需距底部0.1～0.2 m。层区与层区之间不得大于4 m。如果装卸焦炭深度小于4 m，允许只在一个层区采样。各仓采取的份样数，按各仓焦炭质量比例分配。各仓应采取的份样均匀分布在各层区，铲取的份样粒度比例应有代表性。每层区采取的份样份数按式（2）确定。

5.5.4.4 袋装采样

份样份数按4.2条确定。份样质量按表3确定。份样份数均匀分布在垛位中。当份样份数少于相应垛位数时，每垛至少采取一个份样。

6 焦炭工业分析试样的制备

6.1 房屋、设备和工具

6.1.1 制样室

制样室应包括制样（破碎、混匀、缩分、筛分等）、贮样、干燥等。房间应宽大敞亮，不受风雨侵袭及外来灰尘的影响。要有防尘设备。所有房间都需用光滑的水泥地面。试样混匀、缩分、筛分应在水泥地面上铺以厚度大于6mm的钢板上进行。

6.1.2 破碎机

适用于制样的破碎机有颚式、对辊式和其他密封式研磨机等。只要破碎机的材质和破碎比符合要求，没有污染，易清扫，即可使用。

6.1.2.1 颚式破碎机

颚式破碎机通常需三种规格：

a. 开口尺寸约200mm×150mm，用于将大、中块焦炭破碎到60mm以下；

b. 开口尺寸约150mm×125mm，用于将60mm的焦炭试样破碎到13mm以下；

c. 开口尺寸约100mm×60mm，用于将13mm的焦炭试样破碎到6mm以下。

6.1.2.2 对辊式粉碎机

对辊式粉碎机的辊经一般应大于或等于250mm；辊宽一般应为75～200mm。通常需2个。

a. 用于将6mm的试样粉碎到3mm以下；

b. 用于将3mm的试样粉碎到1mm以下。

6.1.2.3 振动粉碎研磨机

研磨机研磨部件的材质应为高锰钢或高铬钢等耐磨合金钢。

6.1.3 缩分器

缩分器内表面应光滑。为防止水分和粉末试样损失，需采用密封式。具体可采用锥体式、旋转式、二分式等。缩分器使用前必须按GB 2007进行校验。精密度校核试验结果必须符合要求。

6.1.4 筛子

6.1.4.1 冲孔筛筛孔尺寸：60mm×60mm。

6.1.4.2 编织筛筛孔尺寸：13mm×13mm；6mm×6mm；3mm×3mm；1mm×1mm。

6.1.4.3 分样筛筛孔尺寸：0.2mm×0.2mm。

6.1.5 分样铲、试样盘、毛刷、衡器和恒温干燥箱等。

6.2 试样的制备

6.2.1 全水分试样的制备

将全部焦炭试样破碎到60mm以下，充分混匀缩分出不少于40kg，再破碎到13mm以下，缩分成两等份。其中一份用以继续缩分出测定水分的专门试样；另一份用以继续缩制出其他分析用试样。混匀方法见6.3.1，缩分方法见6.3.2。

将水分用的试样缩分出1kg，再缩分成两等份，分别置于两个有严密的磨口瓶中。在瓶上贴标签，注明：试样编号、日期、班别、品名、分析项目、质量、采样地点和操作员姓名。一份作为测定水分用，另一份作保留样。

6.2.2 分析试样的制备

将破碎到小于13mm的另一份试样，混匀后缩分出不少于4kg，再破碎到6mm以下，混匀缩分出不少于2kg，再破碎到3mm以下，混匀缩分出1kg。将1kg试样全部破碎到1mm。如果试样潮湿，影响加工，可将1kg试样置于150±10℃的干燥箱内干燥20min后再加工破碎。将破碎到1mm的试样混匀缩分出40g，破碎到0.2mm以下[1]，装入磨口瓶中贴附标签，送分析室分析。其余小于

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

1 mm的试样缩分出约200g，装于磨口瓶中，贴上标签，保留备查。保留期限一般不低于1个月，或是由双方协商确定。试样缩分基准见表4，缩分流程见图2。

注：1）因在制样过程中带入铁屑，明显影响试验结果可用磁铁吸出。出口商品焦炭不允许用磁铁吸出。

表4 试样缩分基准

试样全通过的筛级，mm	60	13	6	3	1
缩分质量不少于，kg	40	4	2	1	0.04

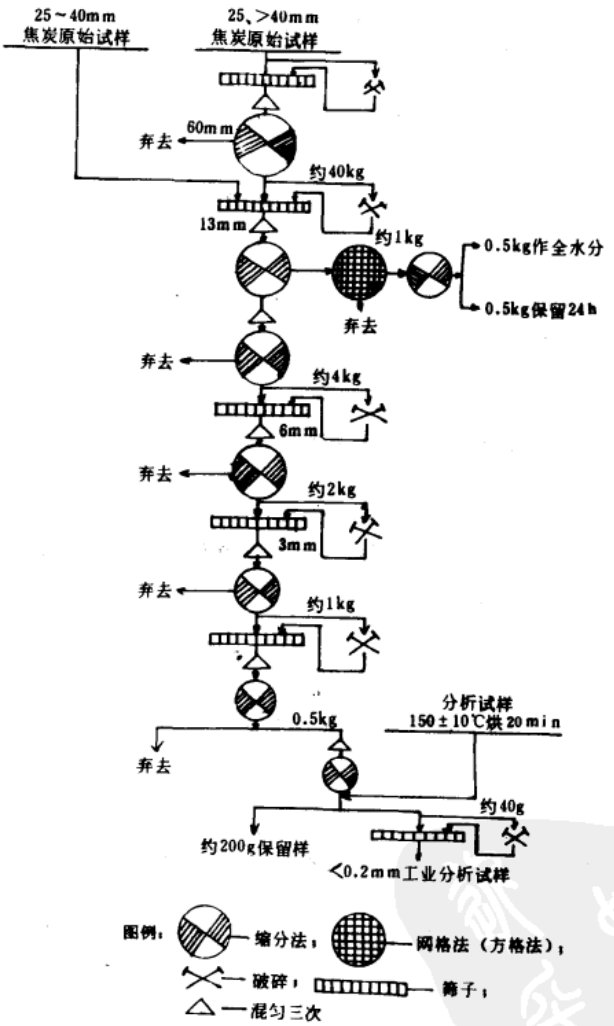


图2 焦炭试样缩分流程图

6.3 混匀和缩分方法

6.3.1 混匀方法

混匀是为了最大限度地减少缩分误差。混匀可采用下列方法之一，也可几种方法并用。混匀过程中需避免试样损失和粉尘飞散。

6.3.1.1 堆锥混匀法

把已破碎到规定粒度（必要时进行过筛检查）的试样，用铲铲起堆成圆锥体。再交互地从试样堆两边对角贴底逐渐铲起堆成另一个圆锥体，每次铲起的试样不应过多，并应分 2 ～ 3 次撒落在新堆顶端，使其均匀地落在堆的四周。堆成锥体的过程中，堆顶中心位置不得移动。如此反复三次，使试样粒度分布均匀。

6.3.1.2 平铺混匀法

把已破碎至规定粒度的试样，用铲铲起铺成扁平的方形堆。铺堆时应两人对面操作，并分层铺撒。一人操作时，可铺撒一层交换一次位置。每铲铲起的试样不应过多，并应分 2 ～ 3 次依次铺撒。全部试样铺成扁平堆至少要 3 层，每铺成一个完整的扁平方堆叫混匀一次。第二次混匀时应从第一个堆侧面贴底依次逐铲铲起试样，用同样方法再铺成一个新的扁平方堆。如此反复 3 次，使试样粒度分布均匀。扁平堆各部厚度应大致一致，其厚度约为试样最大粒度的3.5倍或不大于50mm。

6.3.1.3 二分器法

将试样连续地通过二分器 2 ～ 3 次，每次通过后再把两份试样重新混合在一起。入料时簸箕需向一侧倾斜，并使试样均匀散落在每个沟槽中。二分器的沟槽宽度应为试样最大粒度的 2 ～ 3 倍。二分器规格尺寸见图 3 、表 5 。

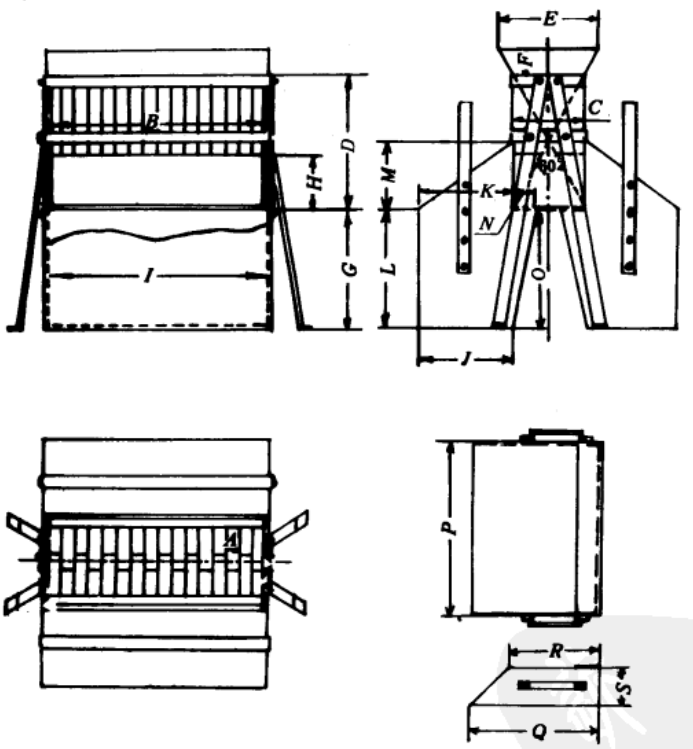


图 3 二分器

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

表 5 [illegible]分器规格尺寸

种类 / 尺寸，mm / 沟数 / 记号	50	30	20	10	6
	12	12	16	16	16
A	50±1	30±1	20±1	10±0.5	6±0.5
B	630	380	346	171	112
C	250	170	105	55	40
D	500	340	210	110	80
E	300	200	135	75	60
F	50	30	30	20	20
G	340	340	210	110	80
H	200	140	85	45	30
I	640	390	360	184	120
J	220	220	140	65	55
K	220	220	140	65	55
L	340	300	210	110	80
M	250	170	105	55	40
N	75	55	35	20	15
O	340	300	210	110	80
P	630	380	346	171	112
Q	400	300	200	120	80
R	265	200	135	70	45
S	200	150	105	50	35

6.3.2 试样的缩分

6.3.2.1 堆锥四分法

将用堆锥混合后的试样，从堆的顶端中心向周围均匀摊开（试样量大时）或压平（试样量小时）成扁平体。扁平体厚度要适当，一般应为试样最大粒度的3倍或不超过50mm。通过扁平体中心划一个“十”字，将试样分成四个相等的扇形体，把相对的两个扇形体弃去，留下两个扇形体。若留下的两个扇形体质量大于缩分基准，可继续缩分至不少于基准规定的质量。

6.3.2.2 网格缩分法

在用平铺混匀的扁平试样堆上，划分若干条纵向与横向彼此距离相等的直线，使试样形成若干个大小相等的正方形或长方形，用采样铲贴底从每个方形内各取一铲合并作为缩分所得试样。为防止取出的试样大颗粒滑落，铲样时要同时用挡板插至试样底部。缩分大样不少于20个方格；缩分副样不少于12个方格；缩分份样不少于4个方格。

6.3.2.3 二分器缩分法

选用二分器槽的宽度与试样最大粒度相适应。把试样从容器中连续不断地送入二分器。为确保试样均匀地分布在所有沟槽中，给料容器（簸箕）宽度应与二分器长度相吻合。要控制给料速度使试样自由落下不堵塞沟槽。取任一边的试样为缩分所得样。若连续缩分试样，应由二分器两边交互地取出。二分器规格尺寸见图3、表5。

附加说明：

本标准由首都钢铁公司、冶金工业部鞍山热能研究所、中国进出口商品检验总局秦皇岛商品检验局、冶金工业部情报标准研究总所负责起草。

本标准主要起草人张元杰、西万泽、朱明三、陈明岳、孙伟。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

中华人民共和国国家标准

UDC 622－8：543.05

GB 2007.1—87

代替 GB 2007—80

散装矿产品取样、制样通则 手工取样方法

General rules for the sampling and sample preparation of minerals in bulk Sampling by manual method

1 适用范围

本通则适用于确定成批散装氟石（即萤石）、矾土、滑石、锰矿石、铁矿石、铬矿石的化学成分、水分、粒度及其他物理项目的检验用样品的采取，其他散装矿产品如：重晶石、镁砂、长石、粘土、石膏、石灰石、白云石、菱镁石等也可参照执行。

在制订某一特定散装矿产品手工取样方法标准时，应以本通则作为指导性文件。

2 引用标准

GB 2007.2 散装矿产品取样、制样通则 手工制样方法
GB 2007.3 散装矿产品取样、制样通则 评定品质波动试验方法
GB 2007.4 散装矿产品取样、制样通则 精密度校核试验方法
GB 2007.5 散装矿产品取样、制样通则 取样系统误差校核试验方法
GB 2007.6 散装矿产品取样、制样通则 水分测定方法——热干燥法
GB 2007.7 散装矿产品取样、制样通则 粒度测定方法——手工筛分法

3 术语定义

3.1 手工取样：用人力操作取样工具（包括使用机械辅助工具）来采集份样以组成副样和大样的方法。

3.2 批：在假定相同条件下加工或生产的一定质量矿石。

3.3 交货批：以一次交货的同一规格的散装矿石为一交货批，交货批可由一批或多批组成。

3.4 批量或交货批量：构成一批或一交货批的矿石的质量。

3.5 基本批量：取样标准中所规定的一批货的最小质量。

3.6 份样：由一交货批矿石中的一个点或一个部位按规定质量取出的样品。

3.7 副样：由一交货批矿石中二个或二个以上的份样或逐个经过破碎和缩分后组成的样品。

3.8 大样：由一交货批的全部份样或全部副样或将其逐个进行了破碎和缩分后组成的样品。

3.9 试样：按规定制样方法从每个份样、副样或大样所制备的供测定粒度、水分含量、化学成分或其他物理性质的样品。

3.10 最大粒度：筛余量约 5 %时的筛孔尺寸。

注：交货批的最大粒度可根据以往经验或通过试验，亦可用目测估计。

3.11 粒度分布：按粒度大小划分的一定质量的颗粒组，以质量百分率表示。

3.12 分层取样：将交货批分成数层，从不同层中按质量比例取样。

3.13 系统取样：从一交货批中以一定的时间或质量间隔取份样，最初的份样从第一间隔内随机取

国家标准局1987－12－15批准 1988－10－01实施

样。

3.14 二级取样：首先从交货批中选出第一级取样单元，然后再从选出的第一级单元中取份样。

3.15 误差：测得值与真值之差。

3.16 随机误差：测得值有时高于或低于真值的误差，但大数次的总和趋近于零。

3.17 系统误差：测得值总是高于或低于真值的误差。

3.18 偏差：测得值与一组测得值的平均值的差。

3.19 方差S^2：各次测得值x_i与平均值$\bar{x}$的差值的平方和除以测定次数$n-1$。

即：
$$S^2=\frac{\Sigma(x_i-\bar{x})^2}{n-1}$$

或
$$S^2=\frac{n\Sigma x_i^2-(\Sigma x_i)^2}{n_b(n-1)}$$

3.20 标准偏差S：方差的平方根。

3.21 变异系数CV：以标准偏差除以平均值的百分率表示。

即：
$$CV(\%)=\frac{S}{\bar{x}}\times 100$$

3.22 品质波动：是对交货批不均匀性的量度。在系统取样法和分层取样法中S_w是交货批中取出的份样间的品质特性的标准偏差。在二级取样法中S_b是交货批中选出的货车之间的品质特性标准偏差；S_w是从选出的货车内取出的份样间的品质特性标准偏差。

3.23 精密度β：测得值互相一致的程度，概率为95%时，精密度用二倍的标准偏差表示，即$\beta=\pm 2S$。各类矿石取样标准中都规定了总精密度和取样精密度的要求，总精密度β_{SDM}，包括取样精密度β_S、缩分精密度β_D和测定精密度β_M。

$$\beta_{SDM}=2\sqrt{S_S^2+S_D^2+S_M^2}$$

式中：S_S——取样标准偏差；

S_D——缩分标准偏差；

S_M——测定标准偏差。

3.24 取样单元u：交货批量Q大时，按一定质量分成几个单元，单独取样，分别制样测定。

$$u=\sqrt{\frac{Q}{5000}}$$

式中：Q——交货批量，t。

3.25 样品的分用：在制样的一定阶段将样品分开，用以测定不同的项目。

3.26 样品的重用：将全部样品用于测定某一项目，然后把此样品的全部或一部分经制备后用于测定其他项目。

4 一般规定

4.1 按本通则所取样品系供测定水分、粒度和化学成分的通用样品。

4.2 本通则所列取样方法中的第一法为仲裁法。

4.3 取样所用设备、工具、盛样容器必须保持清洁、坚固耐用，水分样品的容器必须是密封、用非吸潮性材料制成。

4.4 严格按照本通则规定的方法取样，根据需要按GB 2007.4进行精密度校核试验。

4.5 根据矿石的品质波动（评定方法见GB 2007.3）堆存、装卸等情况参照合同规定，可酌予变更取样方法，但采用的方法必须按GB 2007.5进行取样系统误差校核试验。证明是符合要求的。

4.6 如品质极不均匀或混入外来杂质，必须加工整理后再行取样。

4.7 当交货批量大时，按3.24条计算取样单元数，每个取样单元应分别制样测定，并将各取样单元的结果按质量加权平均后，作为交货批的检验结果。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

4.8 成分分析样品应根据需要妥善保管至少6个月以备核查。

4.9 整个取样过程中应注意安全操作。

5 取样

5.1 手工取样的一般程序

5.1.1 验明取样交货批或批的取样单元及其质量。

5.1.2 确定样品用途及其所要检验的品质特性项目。

5.1.3 根据最大粒度决定份样量及所需取样工具的容量。

5.1.4 确定交货批的品质波动类型及达到规定取样精密度所需份样个数。

5.1.5 用系统或分层取样时，确定从交货批中应取最低份样数，用二级取样时先从全部货车中确定应取货车数，再从选出的货车中取份样。

5.1.6 在系统取样法和分层取样法中按时或按质量确定每个份样的间隔，货车取样时要以质量为基础来确定各个份样的间隔。

5.1.7 决定取样部位和取份样的方法。

5.1.8 确定份样组合方法，然后按需要组成副样或大样。

5.1.9 按本通则方法取得的份样应按GB 2007.2进行制样。

5.2 取样工具

a 尖头钢锹；

b. 取样铲（见表1、图1）；

c. 钢锤；

d. 带盖盛样桶或内衬塑料薄膜的盛样袋。

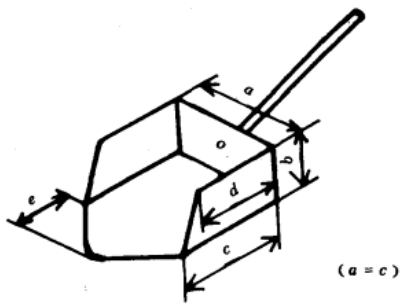


图1 取样铲

表1 取样铲规格

mm

最大粒度	取样铲尺寸				
	a	b	c	d	e
100	300	110	300	220	100
50	150	75	150	130	65
22.4	80	45	80	70	35
10	60	35	60	50	25

注：其他取样工具包括机械辅助取样工具也可用于取份样。

5.3 份样数

5.3.1 基本批量时份样数的计算：

$$n=\left(\frac{2S_W}{\beta_S}\right)^2 \text{或} n=\left(\frac{S_W}{S_S}\right)^2 \quad (1)$$

式中：n——份样数；

S_W——份样间的标准偏差；

β_S——取样精密度；

S_S——取样标准偏差。

计算所得为最低份样数，只可增加不得减少，对品质波动大小未知的和需要进行粒度试验的样品应按品质波动大的取份样数，当样品用作测定一个以上品质特性时，取样时应按品质波动大的取份样数。

5.3.2 批量增大时应取份样数的计算：

$$n_1=n\sqrt{\frac{Q}{Q_1}} \quad (2)$$

式中：n_1——批量增大时应取份样数；

n——取样标准中规定的基本批量应取份样数；

Q——实际批量，t；

Q_1——基本批量，t。

5.4 份样量

根据最大粒度确定每个份样的质量。

5.4.1 所取份样量应大致相等，其质量变动以变异系数CV计应小于20%。

5.4.2 当所取份样量不能大致相等时（$CV>20\%$），应将每个份样单独制样，单独测定，或在适当的制样阶段，缩分的份样其质量大致相等时，可合并成副样或大样。

注：各种矿石应取的份样数和份样量按该矿石取样标准中的规定执行，当计算的样品质量少于所需试验用样时，份样数或份样量应增加。

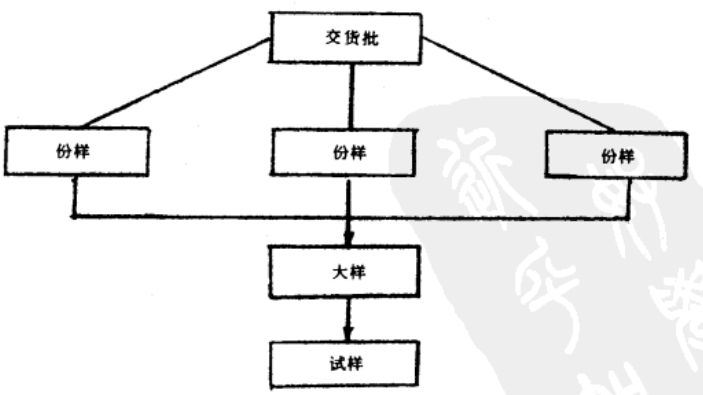
5.5 组成大样或副样的方式

可按需要采用下列任一种方式（见图2～4）。

如各个副样系由不同数目的份样组成，按图3制样时测定结果应加权平均；按图4各个副样如单独制样时，应在各副样制备至相同阶段，按比例合成大样（每个副样的质量应不少于该粒度的缩分留样量）。

5.6 取样方法

5.6.1 系统取样法



标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

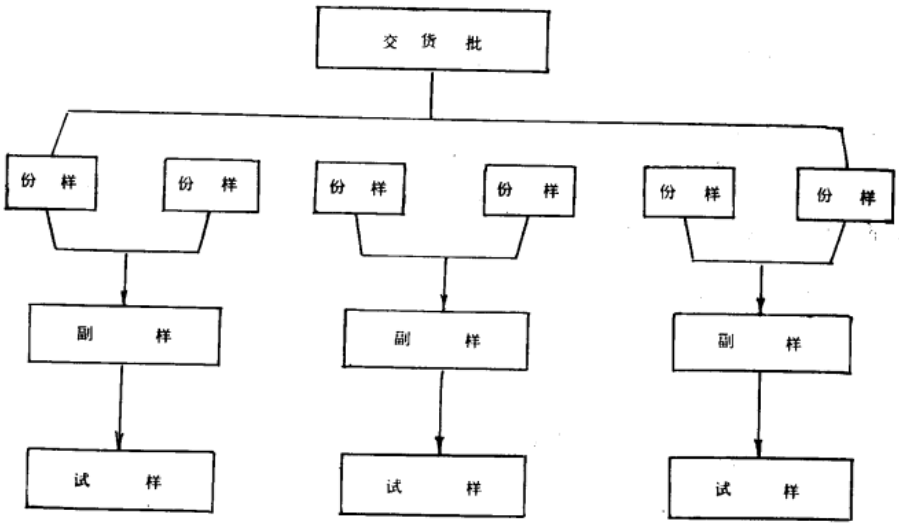


图 3

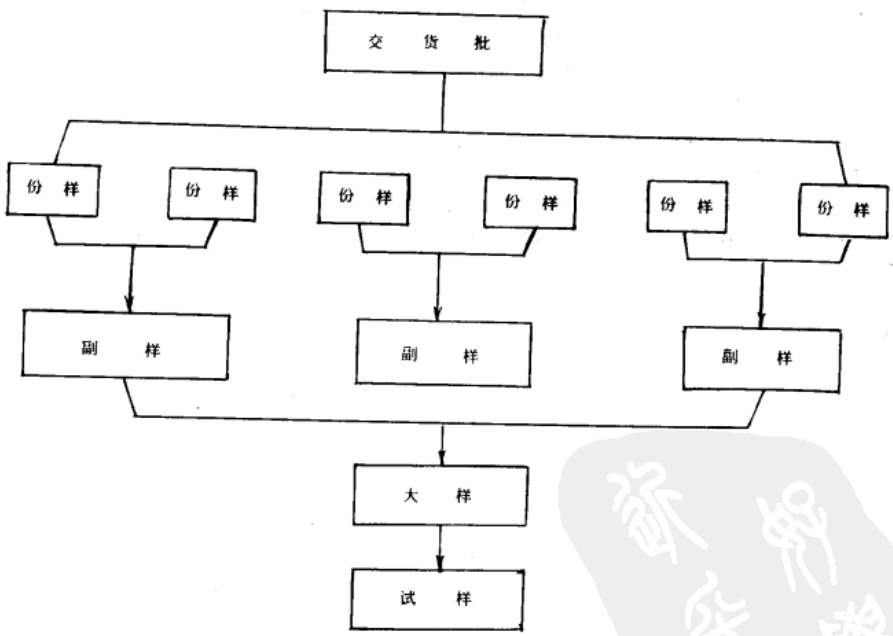


图 4

在一批散装矿石装卸、加工或衡量的移动过程中，按一定质量或时间间隔取份样，份样间的间隔可根据规定的各该矿石的份样数和批量按式（3）算出：

$$T < \frac{Q}{n} \text{ 或 } T = \frac{60Q}{G \cdot n} \quad \cdots\cdots (3)$$

式中：T——取样质量间隔，t；

Q——批量，t；

n——标准规定份样数；

G——每小时装卸量，t/h。

取第一个份样时，可在第一间隔内随机取样，但不可在第一间隔的起点开始，以后继续取份样按计算的间隔取，取样间隔不得大于计算的间隔，如按固定间隔应取份样数已经取完，而矿石的装卸、加工或衡量尚在进行，应按原定间隔继续取份样，直至整批矿石移动完毕为止。

如在运输带上停带取样，在运行方向从规定部位取份样，其长度应大于三倍的最大粒度及整个宽度和厚度的矿石流。当从移动着的皮带上取样时，可从落口处取得整个宽度和厚度的矿石流。

如在抓斗、吊兜、铲车及其他工具装卸或堆垛过程中取样，则应在装卸或堆垛过程中新露出的面上取样，也可在装卸工具中取样，取样点应均匀地分布在整批矿石的各个部位，而不仅是它的表层或某一局部，取样点的直径约为最大粒度的3倍，但不得小于100mm。

所取份样粒度比例应符合取样间隔或取样部位的粒度比例，所得大样的粒度比例应与整批矿石的粒度分布大致相符。

5.6.2 分层取样法

一批矿石在装卸、加工过程中，分几层取样（不得少于三层），根据每层的质量按比例在新露出的面上，均匀布点取份样，同时必须注意粒度比例，使每层份样的粒度比例与该层矿石的粒度分布相符，取样点的范围同5.6.1条。

每层应取份样数按式（4）计算：

$$n_1 = \frac{n \times Q_L}{Q} \quad \cdots\cdots (4)$$

（如有小数进为整数）

式中：n_1——每层应取份样数；

n——规定份样数；

Q_L——每层质量，t；

Q——批量，t。

5.6.3 货车取样法

5.6.3.1 全部货车取样法

份样的取法原则上从货车装卸过程中新露出的面上随机定点取份样。全部货车取样即当组成一交货批的货车数少于规定份样数时，每车应取份样数n_2按式（5）计算：

$$n_2 = \frac{n}{M} \quad \cdots\cdots (5)$$

式中：n——根据交货批质量及品质波动类型按标准规定应取份样数；

M——交货批所装总车数。

当规定的份样数少于货车数时，每个货车至少取一个份样，货车装载量不同时，份样数的分配与装载量成正比。

5.6.3.2 二级取样法

先从全部货车中算出应选取的最少货车数m，当每个货车的装载量为60 t时，m按式（6）计算：

$$m = \frac{4MS_b^2 + (M-1)S_w^2}{(M-1)\beta_s^2 + 4S_b^2} \quad \cdots\cdots (6)$$

式中：M——整批矿石所装货车数；

S_b——货车间的品质特性标准偏差；

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

S_w——货车内的品质特性标准偏差。

当货车装载质量不是60t时，则应选货车的最小个数m'按式（7）计算：

$$m' = m\sqrt{\frac{60}{C}} \quad \text{（如有小数进为整数）} \qquad (7)$$

式中：C——货车装载量，t。

当货车的装载量为60t时，每车应取4个份样，如货车的装载量不是60t时，从每个货车中所取份样个数n_3按式（8）计算：

$$n_3 = 4\sqrt{\frac{C}{60}} \qquad (8)$$

附加说明：

本标准由中华人民共和国国家进出口商品检验局提出。

本标准由中华人民共和国上海进出口商品检验局起草。

本标准主要起草人胡忆杲。

中华人民共和国国家标准

散装矿产品取样、制样通则 手工制样方法

UDC 622－8：543.05

GB 2007.2—87

代替 GB 2007—80

General rules for the sampling and sample preparation of minerals in bulk Sample preparation by manual method

1 适用范围

本通则适用于按GB 2007.1规定方法所取样品的制备。

制备的样品应能代表原样品的品质特性，且适用于分析或试验的要求。

本方法叙述以下样品的制备方法：

a. 水分样品：粒度－22.4mm，5kg；－10mm，2.5kg；

b. 成分分析样品：最大粒度180μm（80目）250g；

c. 粒度样品：样品经自然风干，制成粒度样品。

2 引用标准

GB 2007.1 散装矿产品取样、制样通则 手工取样方法

GB 2007.3 散装矿产品取样、制样通则 评定品质波动试验方法

GB 2007.4 散装矿产品取样、制样通则 精密度校核试验方法

GB 2007.5 散装矿产品取样、制样通则 取样系统误差校核试验方法

GB 2007.6 散装矿产品取样、制样通则 水分测定方法——热干燥法

GB 2007.7 散装矿产品取样、制样通则 粒度测定方法——手工筛分法

3 术语定义

3.1 样品制备：把样品处理成供分析或试验用的制备过程，包括样品的预先干燥，破碎，混合，缩分。可以分几个阶段进行。

3.2 缩分：减少样品质量，保留样品中的一部分，舍弃剩余部分。

3.3 缩分样：经某种方法缩分后所得的样品。

3.4 定比缩分法：一种得到缩分样的质量正比于缩分前样品质量的缩分方法。

3.5 定量缩分法：一种能得到质量基本一致的缩分样的缩分方法，该方法不考虑缩分前样品的质量差异。

注：质量基本一致指的是质量差异应小于20％（以变异系数CV表示）。

4 制样工具

a. 颚式破碎机；

b. 对辊破碎机；

c. 圆盘粉碎机；

d. 密封式振荡研磨机；

国家标准局1987－12－15批准 1988－10－01实施

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

e. 三头研磨机（附玛瑙研钵）；
f. 二分器；
g. 份样铲及挡板；
h. 钢板；
i. 盛样容器；
j. 干燥箱：能调节温度，使箱内任一点的温度在设定温度±5 ℃之间；
k. 不锈金属十字分样板；
l. 分样筛：22.4mm×22.4mm、10mm×10mm、1 mm×1 mm、180μm筛。

5 制样一般要求

5.1 制样原则：样品制备按以下三个操作顺序（必要时进行预先干燥）。

破碎：经破碎或研磨以减小样品的粒度。

混合：使样品达到均匀。

缩分：缩分样品为两部分或多份，以减少样品的质量。

以上三项操作进行一次即组成样品制备的一个阶段。样品制备的阶段应选择既缩小制样误差又不保留过多的样品量，制样误差大致和每阶段保留的样品量成反比。为降低制样误差要求减少制样阶段，若增加制样阶段则制样误差也相应增大，除非增大每阶段的保留样品量。

5.2 在制样过程中，应防止样品的成分发生变化和污染。水分样品应防止水分变化。

5.3 样品的预先干燥：样品过湿过粘不能筛分、破碎、缩分时，可在低于品质变化的温度进行干燥（空气干燥或干燥箱干燥），达到样品可自由通过破碎机和缩分器的程度。预先干燥可在制样的任一阶段进行（预先干燥水分测定方法见GB 2007.6—87）。

5.4 遇批量大、装卸时间长、淋雨、气温高等情况，应尽快将副样制成水分样品进行测定。如果不能立即制备样品，应将水分样品装在密闭容器内，以防止发生变化。

5.5 粒度样品、水分样品、成分分析样品的分用和重用，在各种矿石的取样、制样标准中另作具体规定。

6 样品的破碎

样品的破碎应使用机械设备。手工破碎只限于破碎个别大块样品至第一阶段破碎机的最大给料粒度。

根据矿石硬度、粒度大小和样品用途选用适宜的破碎机和研磨机（如破碎水分样品不宜使用易发热的或空气流动量大的非密封式破碎机）。

应定期校核破碎机性能，并调节至排料粒度小于规定粒度（用分样筛校核）。在制备成分分析样品过程中因难于破碎的部分往往在成分上有差异，所以必须使全部样品破碎至规定粒度。

制样前用本批矿石（不得使用样品）先在破碎机中通过，再清扫干净。制样后残留在破碎机内部的样品，必须注意全部取出防止损失。制样时破碎机应均匀给料，避免填满破碎机，以致改变破碎机的运行速度和排料的粒度分布。

7 样品的混合

混合样品可采用下列任一方法：

7.1 手工混合

a. 样品连续通过二分器三次，每次通过后将两部分样品合并。
b. 小粒度样品（＜1 mm）可用手工三次转堆混合。

7.2 机械混合

样品破碎至小于10mm后可使用双锥混合器或V形混合器（见附录A）混合。

8 样品的缩分

样品的缩分可以采用机械方法或手工方法。最小缩分留量见表 1 。

表 1 最小缩分留量

最大粒度 mm	缩分大样的最小留量 kg	缩分副样的最小留量 kg
22.4	60	30
10	15	7.5
1	1	0.5

8.1 机械缩分法

机械缩分器包括：定比缩分器（旋转容器缩分机，旋转圆锥缩分机，回转式缩分器等）和定量缩分器（转换溜槽式，切割式缩分机等）（见附录A ）。

若份样量变异系数CV小于20%，份样采用定比缩分或定量缩分后再合成大样或副样，也可先组成大样或副样后再缩分。如份样量变异系数CV等于或大于20%，应采用定量缩分器缩分份样，再合成大样或副样。

8.2 手工缩分法

可使用下列的一个方法或几个方法并用。

8.2.1 二分器缩分法

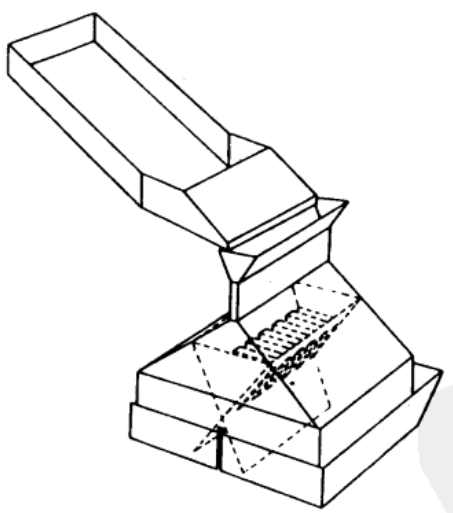


图 1 密封式二分器

（料斗及溜槽开口宽度为最大粒度三倍以上）

二分器（见图 1 ）是非机械式样品缩分器，样品通过被分成二等分，相邻的格槽排料至相对的接收器，样品缩分时通常用手工给料。

格槽宽度至少为样品最大粒度的2.5倍，二分器的一半格槽一般为 8 个以上，所用二分器应参照GB 2007.4和GB 2007.5进行校核，证明是符合要求的方可使用。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

缩分程序：

a　样品通过二分器三次混合后，放入给料容器内。

b.　将给料容器内的样品铺平，缩分时使样品沿二分器全部格槽均匀撒落，要控制给料速度，保证格槽不堵塞，如发现二分器被样品堵塞，必须清理后再继续操作。

c.　通过二分器的样品收集于二个接收容器中。

d.　随机选择一个接收器内的样品为保留样品，如需进一步缩分，保留样品可再次或多次通过二分器，此时要从二分器两侧的接收器交替收集保留样品。接收器应与主体密合，以减少粉尘和水分的损失。

e.　缩分留量

缩分大样或副样制备成分分析样品时，对应于最大粒度的最小留样量不能少于表1规定，否则该阶段不能缩分。

缩分份样组成副样或大样时，当份样量变异系数$CV>20\%$，不能采用二分器缩分法。

8.2.2　份样缩分法

本方法是具有缩分比大且精密度高的定量缩分方法。也是经第一次缩分即能取出水分样品的方法。但球团矿和块状的矿石，因其自由滚动，易于偏析。破碎前不宜使用本法缩分。

如需制备水分样品，可在通用样品破碎至22.4mm后，首先用本法取水分样品不少于5 kg，装入干燥洁净的密闭容器（小于22.4mm样品于破碎前取水分样品）。余样继续制备成分分析样品。

缩分程序：

a.　样品充分混合后，在光滑、不吸水、不沾污的混样板上堆成厚度均匀的长方形。样品最大粒度，样品层厚度和分样铲尺寸如表2、图2。

b.　将样品平堆划成等分的网格，缩分大样不得少于20格，缩分副样不得少于12格，缩分份样不得少于4格（见图3）。

表2　样品最大粒度、样品层厚度和分样铲尺寸　　mm

样品最大粒度	样品层厚度	分样铲尺寸				分样铲材料厚度	分样铲容积，mL
		a	*b*	*c*	*d*		
22.4	35～45	80	45	80	70	2	约300
10	25～35	60	35	60	50	1	约125
5	20～30	50	30	50	40	1	约 75
3	15～25	40	25	40	30	0.5	约 40
1	10～15	30	15	30	25	0.5	约 15

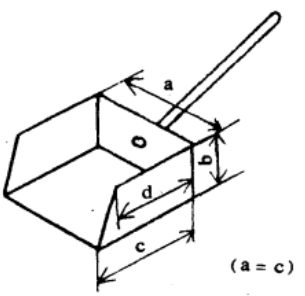


图2　分样铲

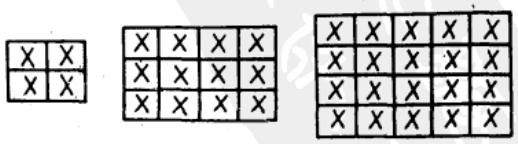


图3

c. 用表2规定的分样铲，从每格中随机取一满铲，收集一个份样。

d. 将挡板垂直插入样品平堆底部，然后将分样铲于距挡板约等于c处垂直插入平堆底部，水平移动分样铲至分样铲开口端部接触挡板，使混样板上的这部分矿石颗粒全部被收集。将分样铲和挡板同时提起，防止矿石从样铲开口流掉。如图4。将各份样集合为缩分样品。当大样数量多时，可将大样分成几个等分，多次按上述同样操作缩分。

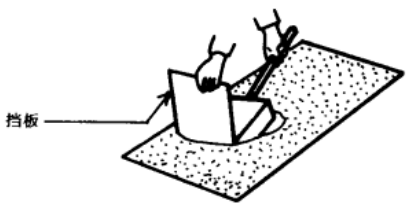


图 4

8.2.3 圆锥四分法（适用粒度小于1 mm样品）

将样品置于洁净、平整的钢板上，堆成圆锥形，每铲自圆锥顶尖落下，使均匀地沿锥尖散落，注意勿使圆锥中心错位，如此反复至少转堆三次。使充分混匀，然后将圆锥顶尖压平，用十字板自上压下，分成四等分，任取二个对角的等分，重复操作数次，缩分至不少于该粒度规定的最小留量。

9 制样精密度

使用本制样方法制备成分分析样品，应定期校核精密度，当使用新的制样程序时必须进行校核，精密度校核试验的具体步骤详见GB 2007.4—87。

10 制样系统误差校核

试验方法见GB 2007.5。

11 制样程序示例——二分器缩分法

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

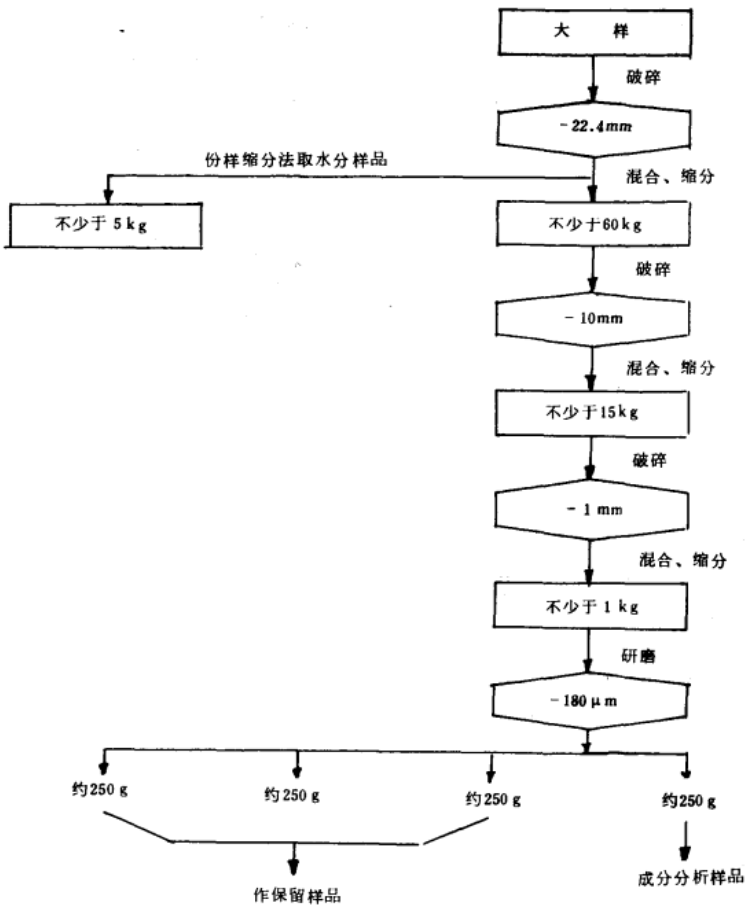


图 5

12　样品容器和标签

12.1　送化验室的样品应装入不吸水、密封容器内，并附以标签。

12.2　标签上注明以下各项：

a.　编号；

b.　矿石品名、等级、产地；

c.　批量或取样单元量；

d.　样品种类（如成分分析样品、水分样品等）；

e.　船名或车号；

f.　取样、制样人员；

g.　取样制样地点、日期及天气。

附 录 A
机械混合器、缩分器
（参考件）

A1 双锥混合器，见图A1。

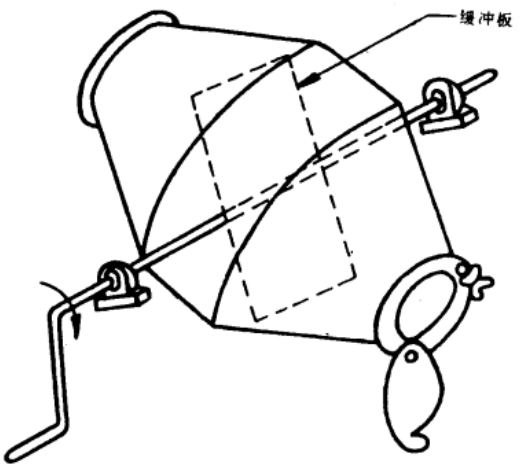


图 A1 双锥混合器（示意图）

A2 V型混合器，见图A2。

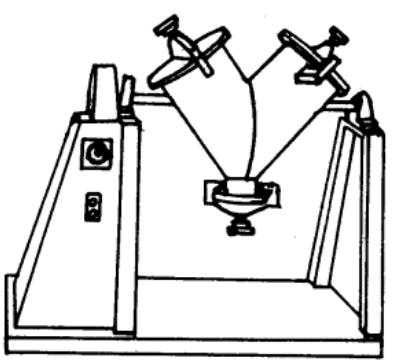


图 A2 V形混合器（示意图）

A3 旋转圆锥形缩分器，见图 A3。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

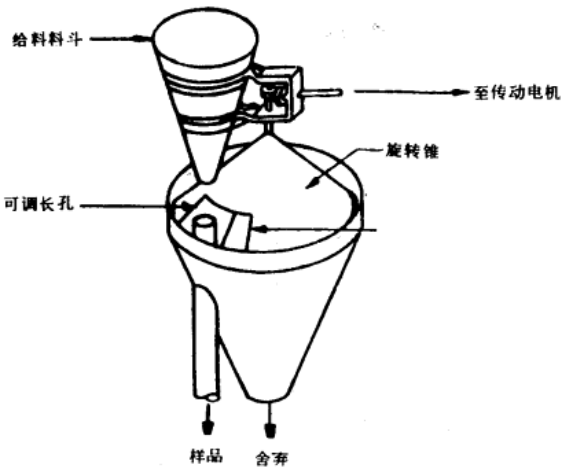


图 A3 旋转圆锥形缩分器

矿流从料斗至旋转锥上，锥上带唇之可调长孔，截取矿流的一部分，成为样品。

A4 旋转板式缩分器，见图A4。

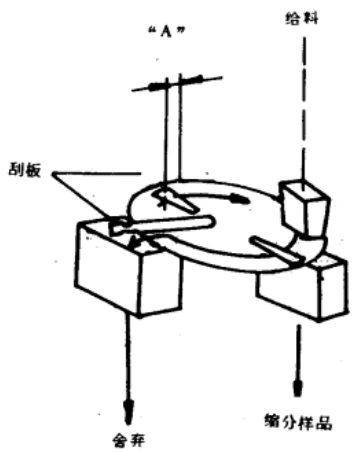


图 A4 旋转板式缩分器

有等间距沟槽的平板在给料溜槽下旋转，样品经给料器均匀进入给料溜槽，然后落至旋转板形成带状，样品运行至刮板处排出成弃料。当一个沟槽通过矿流即采一个份样，旋转一周所取份样数由沟槽数确定。

A5 旋转容器缩分器，见图A5。

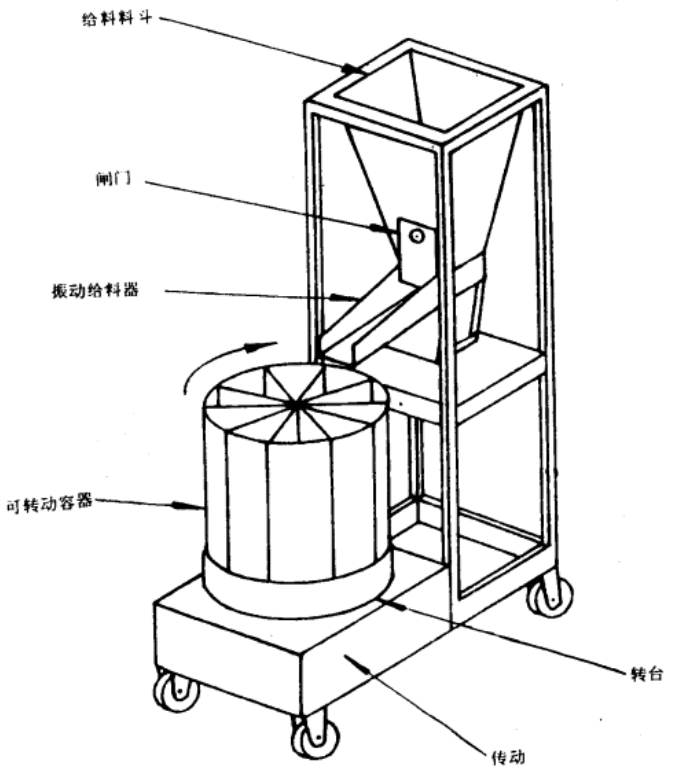


图 A 5　旋转容器缩分器

经振动给料器给出均匀矿石流，若干个可旋转的扇形容器顶边截取矿流，缩分成相等的部分。本机可控制进行以下操作：

a. 缩分；

b. 收集双份样品：A —B —A —B ；

c. 收集多份样品：1 — 2 — 3 — 4 — 5 — 6 — 1 — 2 ……。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

A6 切割溜槽缩分机，见图A6。

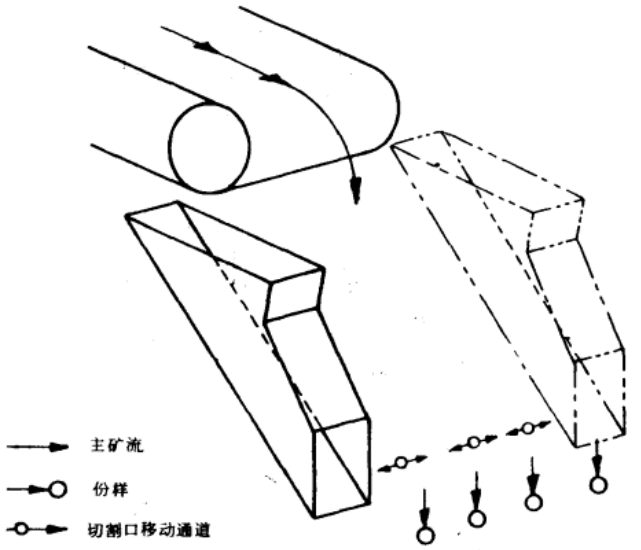


图 A 6 切割溜槽缩分机

切割溜槽按规定间隔横切矿流，转移一部分样品。

附加说明：

本标准由中华人民共和国国家进出口商品检验局提出。

本标准由中华人民共和国秦皇岛进出口商品检验局负责起草。

本标准主要起草人姚利林。

中华人民共和国国家标准

散装矿产品取样、制样通则 评定品质波动试验方法

UDC 622－8:543.05

GB 2007.3—87

代替 GB 2007—80

General rules for the sampling and sample preparation of minerals in bulk Experimental method for evaluation of quality variation

1 适用范围

本标准适用于GB 2007.1中所述各类矿石品质波动的评定。

2 引用标准

GB 2007.1 散装矿产品取样、制样通则 手工取样方法
GB 2007.2 散装矿产品取样、制样通则 手工制样方法
GB 2007.6 散装矿产品取样、制样通则 水分测定方法——热干燥法
GB 2007.7 散装矿产品取样、制样通则 粒度测定方法——手工筛分法
GB 2008 散装氟石取样、制样方法
GB 2009 散装矾土取样、制样方法
GB 2010 散装滑石取样、制样方法
GB 2011 散装锰矿石取样、制样方法

3 一般规定

3.1 品质波动

矿石的品质波动大小，是根据一系列试验得到的标准偏差值，划分为大、中、小三个类型。

3.1.1 系统取样和分层取样时，份样间或层内份样间标准偏差以S_w表示。

3.1.2 二级取样时，车内份样间标准偏差以S_w表示，车间标准偏差以S_b表示。

3.2 品质特性

为测定品质波动，一般以矿石主成分作为品质特性，但也可以水分、粒度或其他化学、物理检测项目作为品质特性。

3.3 取样、制样及测定

本试验所用样品的取样、制样及测定均应依照有关标准进行。可结合日常工作进行，每个副样制成一个试样。

4 系统取样及分层取样时，求份样间或层内份样间标准偏差S_w的试验方法

4.1 方法1

由一个大交货批矿石求份样间标准偏差时，可将该批矿石分成数量相等的至少十个部分，按图1（1）和例1所示的方法，把从每部分取的份样合成一对副样。

国家标准局1987－12－15批准 1988－10－01实施

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

4.2 方法 2

由几个小批量求份样间标准偏差时，可将品质基本相同、数量大致相等的几批，共分成数量大致相等的至少十个部分，按图 1（2）和例 2 所示的方法，将从每部分取的份样合成一对副样。

4.3 方法 3

对经常发运的矿石，采用方法 1、方法 2 求份样间标准偏差是不经济的，此种情况可按图1（3）和例 3 所示的方法，将若干个类型相同、数量大致相等的批每批合成一对副样。

4.4 方法 4

如果是货车装载矿石，根据取样方案需从每个车中取份样时，按图 1（4）所示，把每列车的份样合成一对副样。

4.5 份样数和副样的组成

4.5.1 份样数

试验时份样数可按有关标准规定的份样数取，如取的份样不能组成足够的成对副样时，应相应地增加份样数。

4.5.2 副样的组成

副样应依下列步骤组成：

a. 把所取的份样按顺序连续编号。

b. 将每一部分中奇数份样组成副样 A，偶数份样组成副样 B，构成一对副样（见图 2）。

c. 每次试验至少要组成十对副样。

4.5.2.1 方法 1——以一批矿石分成十部分为例

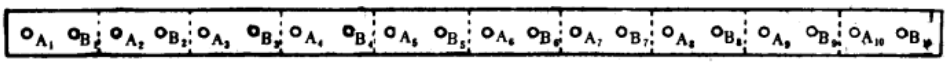


图 1（1）

○—副样；实线构成的长方形代表一批矿石；由虚线分割成的各个间隔代表每个部分，下同

4.5.2.2 方法 2——n 批矿石（以三批分成十二部分为例）

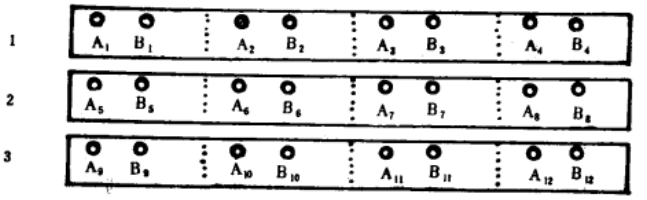


图 1（2）

4.5.2.3 方法 3——k 批矿石，一批＝一个部分

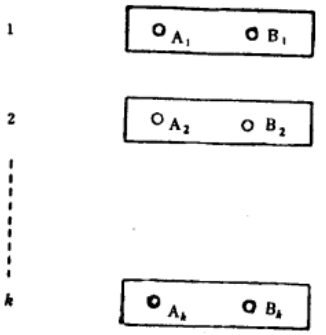


图 1（3）

4.5.2.4 方法 4 —— 货车逐车取样

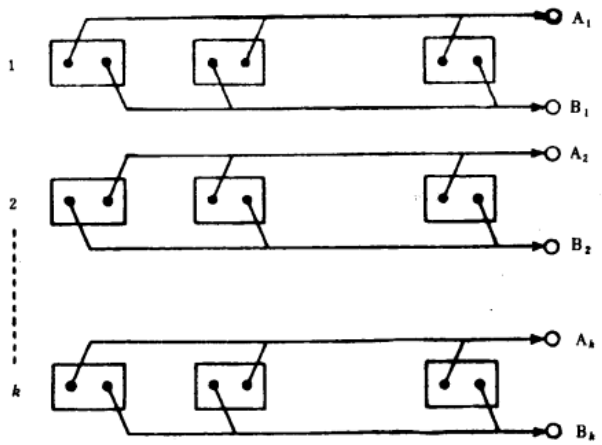


图 1（4）

● 一份样；O 一副样；方：方框代表一节货车

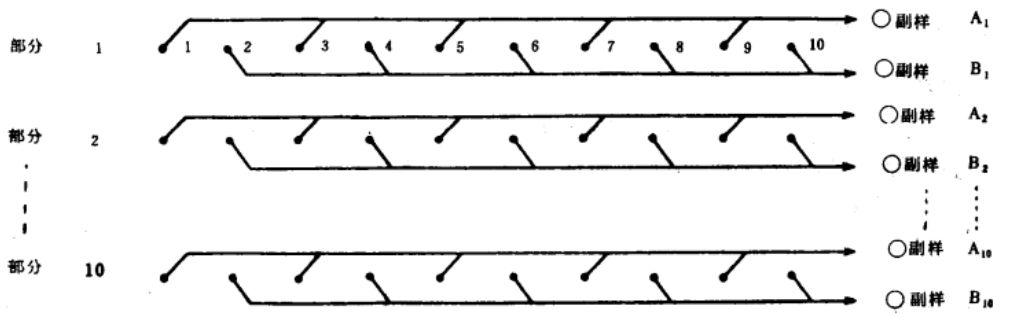


图 2 组成成对副样（方法 1）示意图

● 一份样；O—副样

4.6 试验次数

按方法 1、方法 2 做试验时，至少要进行 5 次独立试验。

按方法 3、方法 4 做试验时，至少应进行10次独立试验。

注：试验次数少时，不能得到精确的S_w值。

4.7 份样间标准偏差S_w的计算

成对测定值的极差 R：

$$R = |A - B| \quad \cdots\cdots (1)$$

式中：A —— 由副样 A 制备的试样所得的测定值；

B —— 由副样 B 制备的试样所得的测定值。

极差平均值 $\bar{R}$：

$$\bar{R} = \frac{1}{K}\Sigma R \quad \cdots\cdots (2)$$

式中：K —— R 值的数目。

每对测定值的平均值 $\bar{X}$：

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

$$\overline{X} = \frac{1}{2}(A + B) \quad \cdots\cdots (3)$$

份样间标准偏差估计值$\hat{S}_W$：

$$\hat{S}_W = \sqrt{n_S}\left(\frac{\overline{R}}{d_2}\right) \quad \cdots\cdots (4)$$

式中：n_S—— 组成副样 A 或 B 的份样数；

d_2—— 由极差估计标准偏差的计算系数。成对数据时，$\frac{1}{d_2} = 0.8865$。

从公式（4）所得份样间标准偏差$\hat{S}_W$，实为取样、缩分、测定的总标准偏差，是过高估计的$\hat{S}_W$。但在确定品质波动大小的类型时，一般可按该值划分。当试样缩分标准偏差S_D和测定标准偏差S_M已知，并且$n_S > 4$时，用公式（5）计算$\hat{S}_W$：

$$\hat{S}_W = \sqrt{n_S\left[\left(\frac{\overline{R}}{d_2}\right)^2 - (S_D^2 + S_M^2)\right]} \quad \cdots\cdots (5)$$

4.8 结果的表示

按方法 1、2 从一系列试验所得份样间标准偏差估计值的平均值$\overline{S}_W$以公式（6）计算：

$$\overline{S}_W = \sqrt{\frac{1}{h}\Sigma\hat{S}_W^2} \quad \cdots\cdots (6)$$

式中：h—— $\hat{S}_W$的数目，即试验次数。

按方法 3、4 试验时，以公式（4）、（5）求得$\hat{S}_W$值。

5 二级取样的试验方法

本试验方法包括评定车内份样间标准偏差S_W和车间标准偏差S_b的步骤，可用于从货车上取样。当货车数较少需从每节货车上取份样时，应按 4.4 条方法 4 进行试验。

5.1 确定样车数和份样数

5.1.1 由一列车或几列车构成一个交货批时，把每一列车作为一个取样单元，各列车装载量最好是大致相同。

5.1.2 从每一列车选出的样车数 m，应根据各有关标准确定。表 1 给出的车数仅供做试验时的参考。

5.1.3 从每个选出的样车中，规定取 4 个份样。

表 1 从每一列车中选出的样车数

交货矿质量，t（K 列货车）		从每一列车中选出的样车数 m
>	<	m
8000	8000	8
4000	4000	6
2000	2000	4
		2

5.2 副样的组成

把从一列车的 m 节样车中取的全部份样，合并成两对副样，A、B 和 C、D，如图 3 所示。

图 3 所示是以 4000～8000t（K 列车）的矿石为一交货批，参照表 1 选定样车数而制成的图例，从每一列车上选出的样车数 m 为 6，制成两对副样 A、B 和 C、D，每个副样包含 6 个份样。

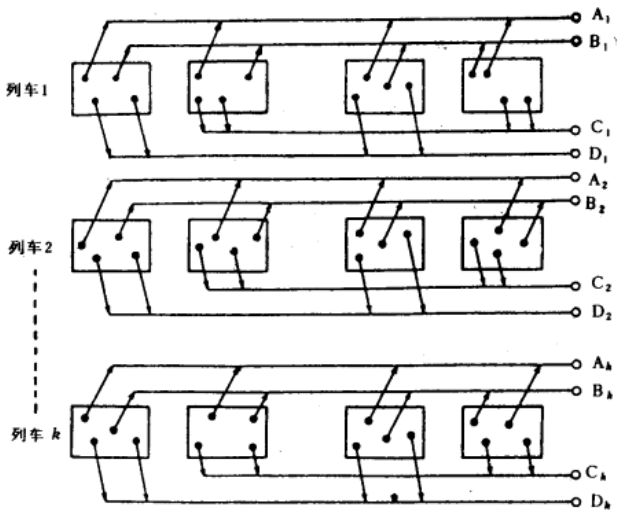


图 3　组成副样示意图

·——一个份样；O——一个副样；每一长方框代表一节样车

5.3　试样的制备和测定

将A、B和C、D两对副样，分别制成4个试样，供测定品质特性用。

5.4　试验次数

至少要做10次独立试验。

5.5　车内和车间标准偏差的计算

成对试样测定值的极差 R：

$$R_{AB} = |A - B| \quad \cdots\cdots (7)$$

$$R_{CD} = |C - D| \quad \cdots\cdots (8)$$

式中：R_{AB}、R_{CD}——各对试样测定值的极差；

A、B和C、D——两对试样的品质特性测定值。

测定值的平均值 $\overline{X}_i$：

$$\overline{X}_i = \frac{1}{4}[(A_i + B_i) + (C_i + D_i)] \quad \cdots\cdots (9)$$

式中：$\overline{X}_i$——每列车或每次试验的两对测定值的平均值；

i——每列车或每次试验的下标号。

车内和车间标准偏差的估计值：

$$\hat{S}_w = \sqrt{m}\left(\frac{R_{AB}}{d_2}\right) \quad \cdots\cdots (10)$$

$$\hat{S}_b = \sqrt{m\left(\frac{R_{CD}^2 - R_{AB}^2}{2d_2^2}\right)} \quad \cdots\cdots (11)$$

式中：$\hat{S}_w$——车内标准偏差估计值；

$\hat{S}_b$——车间标准偏差估计值；

m——从一列货车中选定的样车数；

d_2——由极差估计标准偏差的系数。成对数据时，$1/d_2 = 0.8865$。

由公式（10）得到的$\hat{S}_w$同公式（4）一样是过高估计的$\hat{S}_w$值，当试样缩分标准偏差S_D和测定标准偏差S_M已知，并且$n_B > 4$时，可用公式（5）计算$\hat{S}_w$值。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

如果对K个列车进行一系列试验，且从每个列车上选出的样车数（m）相等，$\hat{S}_w$、$\hat{S}_b$可由公式（12）、（13）代替公式（10）、（11）计算：

$$\hat{S}_w = \sqrt{m}\left(\frac{\bar{R}_{AB}}{d_2}\right) \quad \cdots\cdots (12)$$

$$\hat{S}_b = \sqrt{m\left(\frac{\bar{R}^2_{CD} - \bar{R}^2_{AB}}{2d_2^2}\right)} \quad \cdots\cdots (13)$$

式中：$\bar{R}_{AB}$、$\bar{R}_{CD}$——各对测定值的K个极差的平均值。

当公式（5）、（11）、（13）根号内计算值为负数时，应检查计算过程，检查无误时应视负数为零。

5.6 结果的表示

由一系列试验所得车内和车间标准偏差估计值的平均值，分别以公式（6）和公式（14）计算：

$$\bar{S}_b = \sqrt{\frac{1}{h}\Sigma\hat{S}_b^2} \quad \cdots\cdots (14)$$

式中：$\bar{S}_b$——$\hat{S}_b$的平均值；

h——$\hat{S}_b$的数目，即试验次数。

注：标准偏差S_w值随矿石的生产、运输、堆存、装卸等条件的变化而变化，所以对品质波动程度不清楚的矿石，应通过试验求得S_w值，以便确定其品质波动类型，已通过试验得知其标准偏差S_w的各种类型和产地的矿石，也应经常地检查，以便及时发现品质波动变化情况。

6 计算示例

例1：见图1（1）。

品名：滑石块

批量：3500t

批数：1批

品质波动类型：小

矿石粒度：100～150mm

份样量：15kg

份样数：40个[1]

部分数：10个

组成副样的份样数：$n_S = 40/10 \times 2 = 2$

品质特性：SiO_2%

部分号	副样A	副样B	极差R
1	58.45	59.12	0.67
2	59.38	59.57	0.19
3	59.92	59.14	0.78
4	58.64	57.87	0.77
5	58.62	57.79	0.83
6	58.45	58.51	0.06
7	59.57	58.50	1.07
8	59.62	58.94	0.68
9	58.34	58.23	0.11
10	58.39	59.14	0.75

$$\bar{R} = 1/10\Sigma R$$
$$= 1/10 \times 5.91$$
$$= 0.59$$
$$\hat{S}_w = \sqrt{n_s}(\bar{R}/d_2)$$
$$= \sqrt{2} \times (0.59 \times 0.8865)$$
$$= 0.74$$

注：1）据GB 2010—87《散装滑石取样、制样方法》中表1规定，应取30个份样，因不能构成$n_s \geqslant 2$的10对副样，故增加到40个。

例2：见图1（2）。

品名：矾土

批数：4批

品质波动类型：中

矿石粒度：50～100mm

份样量：10kg

每批份样数：30个

每批部分数：3个

组成副样的份样数：$n_s = 30/(3 \times 2) = 5$

品质特性：Al_2O_3%

部分号	批号	批量，t	副样A	副样B	极差R
1	1	750	80.23	79.59	0.64
2			80.57	79.81	0.76
3			79.58	80.42	0.84
4	2	800	79.01	78.51	0.50
5			77.86	78.87	1.01
6			77.45	78.66	1.21
7	3	700	80.23	80.78	0.55
8			79.33	79.76	0.43
9			79.41	79.02	0.39
10	4	750	78.61	79.70	1.09
11			80.42	80.01	0.41
12			79.68	80.49	0.81

$$\bar{R} = \frac{1}{12}\Sigma R$$
$$= \frac{1}{12} \times 8.64$$
$$= 0.72$$
$$\hat{S}_w = \sqrt{n_s}(\bar{R}/d_2)$$
$$= \sqrt{5} \times (0.72 \times 0.8865)$$
$$= 1.43$$

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

例3：见图1（3）。

品名：氟石

批数：12批

品质波动类型：中

矿石粒度：大于150mm

份样量：25kg

每批份样数：20个

每批部分数：1个

组成副样的份样数：$n_s = 20/(1 \times 2) = 10$

品质特性：CaF_2%

部分号	批号	批量，t	副样A	副样B	极差R
1	1	200	66.45	67.12	0.67
2	2	180	67.83	67.57	0.26
3	3	200	67.92	67.14	0.78
4	4	180	66.64	65.11	1.53
5	5	180	66.62	65.37	1.25
6	6	210	66.15	65.79	0.36
7	7	200	67.59	66.51	1.08
8	8	200	67.62	66.50	1.12
9	9	220	65.34	65.94	0.60
10	10	180	66.39	66.23	0.16
11	11	210	68.23	67.15	1.08
12	12	200	66.57	67.34	0.77

$$\bar{R} = \frac{1}{12}\Sigma R$$

$$= \frac{1}{12} \times 9.66$$

$$= 0.81$$

$$\hat{S}_w = \sqrt{n_s}(\bar{R}/d_2)$$

$$= \sqrt{10} \times (0.81 \times 0.8865)$$

$$= 2.27$$

附 录 A

品质波动估算方法

（参考件）

A1 直接测定单个份样

在一个大的交货批或数批相同类型的矿石中，尽可能均匀地采集至少50个份样，单独制样测定。按式（A1）计算品质波动标准偏差估计值（S_W）：

$$S_W=\sqrt{\frac{\Sigma X_i^2-1/n(\Sigma X_i)^2}{n-1}} \quad \cdots\cdots (A1)$$

式中：X_i——第i个份样结果；

n——份样个数。

A2 用估算的总精密度计算品质波动标准偏差估计值（$\hat{S}_W$）

$$\hat{S}_W=\sqrt{\frac{u\cdot n'\cdot \beta^2_{SDM}}{4}-n'\cdot S^2_{DM}} \quad \cdots\cdots (A2)$$

式中：u——取样单元数；

n'——取样单元内的份样数；

S_{DM}——缩分、测定标准偏差。

附加说明：

本标准由中华人民共和国国家进出口商品检验局提出。

本标准由中华人民共和国辽宁进出口商品检验局负责起草。

本标准主要起草人段建民。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

中华人民共和国国家标准

散装矿产品取样、制样通则 精密度校核试验方法

UDC 622－8:543.05

GB 2007.4—87

代替 GB 2007—80

General rules for the sampling and sample preparation of minerals in bulk
Experimental methods for checking the precision

1 适用范围

本标准适用于按GB 2007.1和GB 2007.2所列取样、制样方法精密度的校核。

2 引用标准

GB 2007.1 散装矿产品取样、制样通则 手工取样方法
GB 2007.2 散装矿产品取样、制样通则 手工制样方法
GB 2007.3 散装矿产品取样、制样通则 评定品质波动试验方法
GB 2007.6 散装矿产品取样、制样通则 水分测定方法——热干燥法
GB 2007.7 散装矿产品取样、制样通则 粒度测定方法——手工筛分法

3 一般规定

3.1 试验批数

为了获得比较可靠的结论，最好用20批以上同一种类型不同规格大的矿石进行试验。但最少不得少于10批。若供做试验的交货批不足，可将较大的交货批分成若干个小批，逐个小批进行试验，以达到足够的试验批数。

3.2 份样数和大样

试验所需的份样数为有关标准规定份样数的两倍。如果试验结合日常工作进行，常规取样份样数为n，则试验时增加为$2n$。将全部奇数份样集合为一个大样A，全部偶数份样集合为另一个大样B。

如果在进行精密度试验时，取$2n$个份样有困难，也可按常规的n个份样取，交错地放入A、B两个容器，组成A、B两个大样，每个大样包含有$n/2$个份样。

3.3 份样量

根据矿石的最大粒度，按有关标准规定执行。

3.4 取样间隔

由批量除以$2n$即为取样间隔（若取n个份样，批量除以n），小数舍弃。

3.5 试样的制备和测定

试样的制备和测定按有关标准规定进行。

3.6 试验可结合日常工作进行，即使对于经验证过的方法，在使用过程中仍应根据需要进行校核。

4 试验方法

4.1 取样方法

根据校核需要，对待校核的取样方法（系统取样法、分层取样法和二级取样法）和制样方法按有

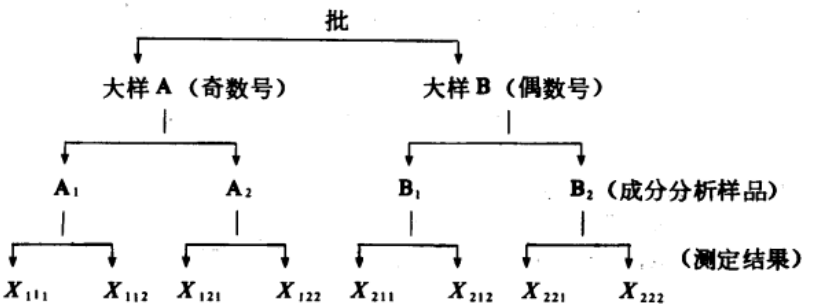
国家标准局1987－12－15批准 1988－10－01实施

关标准规定进行取样和制样。

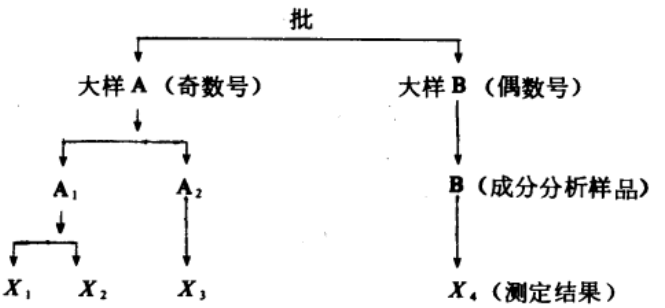
4.2 样品缩分方式

根据需要按下列三种方式中的任一种进行。

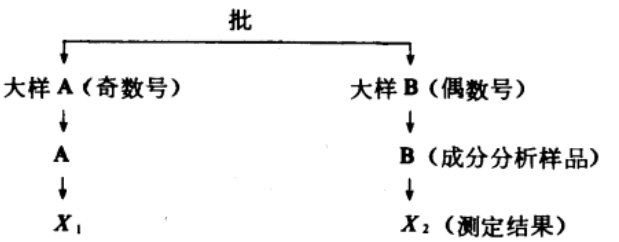
方式 1



方式 2



方式 3



4.2.1 方式 1

a. 将大样 A 和 B 分别制备成两对成分分析样品 A_1、A_2 和 B_1、B_2。

b. 对四个成分分析样品各进行一对测定。获得 X_{111}、X_{112}、X_{121}、X_{122}、X_{211}、X_{212}、X_{221}、X_{222} 8个测定结果。采用方式 1 可分别获得取样精密度、缩分精密度和测定精密度。

4.2.2 方式 2

a. 将大样 A 制备成 A_1、A_2 两个成分分析样品，大样 B 制备成一个成分分析样品 B。

b. 对成分分析样品 A_1 进行一对测定，获得 X_1 和 X_2 两个测定结果，成分分析样品 A_2 和 B 分别进行单个测定，获得 X_3 和 X_4 两个测定结果。

采用方式 2 也可分别获得取样、缩分和测定精密度，但缩分和测定精密度的估计值较方式 1 稍差。

4.2.3 方式 3

将大样 A 和 B 分别制备成成分分析样品 A 和 B，每个成分分析样品进行单个测定获得两个测定结果 X_1 和 X_2。

采用方式 3 仅能获得取样、缩分和测定的总精密度估计值。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

5 试验数据解析（采用95%概率）

试验数据解析按所选用的缩分方式进行，与取样方法无关。

5.1 方式1

5.1.1 算出每个成分分析样品双试验测定结果平均值（$\bar{X}_{ij}$）和极差（R_1）：

$$\bar{X}_{ij}=\frac{1}{2}(X_{ij1}+X_{ij2}) \quad \cdots\cdots (1)$$

$$R_1=|X_{ij1}-X_{ij2}| \quad \cdots\cdots (2)$$

式中：i——批的A和B的成对大样；

j——大样A和B的成对成分分析样品；

1、2——成分分析样品的双试验测定结果。

5.1.2 算出成对成分分析样品A_1、A_2和B_1、B_2的平均值（$\bar{\bar{X}}_i$）和极差（R_2）：

$$\bar{\bar{X}}_i=\frac{1}{2}(\bar{X}_{i1}+\bar{X}_{i2}) \quad \cdots\cdots (3)$$

$$R_2=|\bar{X}_{i1}-\bar{X}_{i2}| \quad \cdots\cdots (4)$$

5.1.3 算出大样A和B的平均值（$\bar{\bar{\bar{X}}}$）和极差（R_3）：

$$\bar{\bar{\bar{X}}}=\frac{1}{2}(\bar{\bar{X}}_1+\bar{\bar{X}}_2) \quad \cdots\cdots (5)$$

$$R_3=|\bar{\bar{X}}_1-\bar{\bar{X}}_2| \quad \cdots\cdots (6)$$

5.1.4 算出极差（R_1、R_2、R_3）的平均值（$\bar{R}_1$、$\bar{R}_2$、$\bar{R}_3$）：

$$\bar{R}_1=\frac{1}{4K}\Sigma R_1 \quad \cdots\cdots (7)$$

$$\bar{R}_2=\frac{1}{2K}\Sigma R_2 \quad \cdots\cdots (8)$$

$$\bar{R}_3=\frac{1}{K}\Sigma R_3 \quad \cdots\cdots (9)$$

式中：K——试验批数。

计算极差R的控制上限：

R_1上限：$D_4\bar{R}_1$ …… (10)

R_2上限：$D_4\bar{R}_2$ …… (11)

R_3上限：$D_4\bar{R}_3$ …… (12)

式中：$D_4=3.267$（对于成对测量值）。

5.1.5 算出按极差推算的测定标准偏差（$\hat{S}_M$）、缩分标准偏差（$\hat{S}_D$）和取样标准偏差（$\hat{S}_S$）的估计值：

$$\hat{S}_M=\bar{R}_1/d_2 \quad \cdots\cdots (13)$$

$$\hat{S}_D=\sqrt{(\bar{R}_2/d_2)^2-\frac{1}{2}(\bar{R}_1/d_2)^2} \quad \cdots\cdots (14)$$

$$\hat{S}_S=\sqrt{(\bar{R}_3/d_2)^2-\frac{1}{2}(\bar{R}_2/d_2)^2} \quad \cdots\cdots (15)$$

式中：$1/d_2=0.8865$，为成对试验由极差估算标准偏差的系数。

注：如大样由$n/2$个份样组成，式（15）中的$\hat{S}_S$值应除以$\sqrt{2}$。

5.1.6 算出测定精密度（β_M），缩分精密度（β_D）和取样精密度（β_S）：

$$\beta_M=\pm 2\hat{S}_M \quad \cdots\cdots (16)$$

$$\beta_D=\pm 2\hat{S}_D \quad \cdots\cdots (17)$$

$$\beta_S = \pm 2\hat{S}_S \quad \cdots\cdots (18)$$

分层取样和二级取样法取样精密度按式（19）、式（20）计算：

分层取样

$$\beta_S = \pm 2\hat{S}_S = 2(\hat{S}_W/\sqrt{n}) \quad \cdots\cdots (19)$$

式中：$\hat{S}_W$——层内标准偏差；

n——每层所取份样数。

二级取样

$$\beta_s = 2\hat{S}_s = 2\sqrt{\frac{M-m}{M-1} \times \frac{\hat{S}_b^2}{m} + \frac{\hat{S}_W^2}{m \cdot n_W}} \quad \cdots\cdots (20)$$

式中：$\hat{S}_W$——车内品质波动标准偏差估计值；

$\hat{S}_b$——车间品质波动标准偏差估计值；

M——总车数；

m——所选取车数；

n_W——当装载量为60t时，每车所取份样数，一般为4。

5.1.7 算出取样、缩分和测定总标准偏差估计值（$\hat{S}_{SDM}$）和总精密度（β_{SDM}）：

$$\hat{S}_{SDM}^2 = \hat{S}_M^2 + \hat{S}_D^2 + \hat{S}_S^2 \quad \cdots\cdots (21)$$

$$\hat{S}_{SDM} = \pm\sqrt{\hat{S}_M^2 + \hat{S}_D^2 + \hat{S}_S^2} \quad \cdots\cdots (22)$$

$$\beta_{SDM} = \pm 2\hat{S}_{SDM} \quad \cdots\cdots (23)$$

将求得的β值与有关标准规定的精密度值进行比较。

5.2 方式2

5.2.1 算出成分分析样品A_1双试验测定结果的平均值（$\overline{X}$）和极差（R_1）：

$$\overline{X} = \frac{1}{2}(X_1 + X_2) \quad \cdots\cdots (24)$$

$$R_1 = |X_1 - X_2| \quad \cdots\cdots (25)$$

5.2.2 算出成对成分分析样品A_1、A_2的平均值（$\overline{\overline{X}}$）和极差（R_2），计算可任取X_1或X_2，但需前后一致，下列各款相同：

$$\overline{\overline{X}} = \frac{1}{2}(X_1 + X_3) \text{或} \frac{1}{2}(X_2 + X_3) \quad \cdots\cdots (26)$$

$$R_2 = |X_1 - X_3| \text{或} |X_2 - X_3| \quad \cdots\cdots (27)$$

5.2.3 算出大样A和B的平均值（$\overline{\overline{\overline{X}}}$）和极差（$R_3$）：

$$\overline{\overline{\overline{X}}} = \frac{1}{2}(X_1 + X_4)、\frac{1}{2}(X_2 + X_4)$$

或

$$\frac{1}{2}(X_3 + X_4) \quad \cdots\cdots (28)$$

$$R_3 = |X_1 - X_4|、|X_2 - X_4| \text{或} |X_3 - X_4| \quad \cdots\cdots (29)$$

5.2.4 计算极差平均值（$\overline{R}_1$、$\overline{R}_2$和$\overline{R}_3$）：

$$\overline{R}_1 = \frac{1}{K}\Sigma R_1 \quad \cdots\cdots (30)$$

$$\overline{R}_2 = \frac{1}{K}\Sigma R_2 \quad \cdots\cdots (31)$$

$$\overline{R}_3 = \frac{1}{K}\Sigma R_3 \quad \cdots\cdots (32)$$

式中：K——试验批数。

计算极差R的控制上限并制作控制图，计算式同式（10）、（11）、（12）。

5.2.5 算出按极差推算的测定标准偏差（$\hat{S}_M$）、缩分标准偏差（$\hat{S}_D$）和取样标准偏差（$\hat{S}_S$）：

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

$$\hat{S}_M = \bar{R}_1 / d_2 \quad \cdots\cdots (33)$$

$$\hat{S}_D = \sqrt{(\bar{R}_2/d_2)^2 - (\bar{R}_1/d_2)^2} \quad \cdots\cdots (34)$$

$$\hat{S}_S = \sqrt{(\bar{R}_3/d_2)^2 - (\bar{R}_2/d_2)^2} \quad \cdots\cdots (35)$$

5.2.6 算出测定、缩分、取样精密度（β_M、β_D、β_S），计算方法同方式1。

5.2.7 算出取样、缩分、测定总标准偏差S_{SDM}和总精密度（β_{SDM}），计算方法同方式1。

将求得的β值与有关标准规定的精密度值进行比较。

5.3 方式3

本方式不能分别计算出测定、缩分和取样精密度值，只能获得总精密度值（β_{SDM}）。

5.3.1 算出每对试验的极差R：

$$R = |X_1 - X_2| \quad \cdots\cdots (36)$$

5.3.2 算出极差平均值$\bar{R}$：

$$\bar{R} = \frac{1}{K}\Sigma R \quad \cdots\cdots (37)$$

5.3.3 算出极差的控制上限并作控制图：

$$R\text{上限：}\ D_4\bar{R} \quad \cdots\cdots (38)$$

5.3.4 算出总标准偏差估计值（$\hat{S}_{SDM}$）：

$$\hat{S}_{SDM} = \bar{R}/d_2 \quad \cdots\cdots (39)$$

5.3.5 算出总精密度估计值（β_{SDM}）：

$$\beta_{SDM} = \pm 2\hat{S}_{SDM} \quad \cdots\cdots (40)$$

6 结果的说明

6.1 通过本试验，当所有R_1、R_2、R_3处于按5.1.4、5.2.4条作的R图上限之内，表明日常取样、缩分及测定精密度均处于控制状态。当R值处于按5.3.3条作的R图上限之内，表明取样、缩分和测定总精密度处于控制状态。当R_3、R_2、R_1和R值有某些值处于控制图上限之外，表明所试验的过程处于不正常状态。应该寻找产生这种状态的原因，如能发现其原因，该不正常值可予以剔除。

6.2 当求得的精密度值未能达到有关标准规定的精密度值时，则应从下述各方面进行检查。

6.2.1 按照GB 2007.3重新评定划分该类矿石的品质波动类型。

也可根据测得的总精密度按式（41）推算该类矿石的品质波动标准偏差：

$$S_W = \sqrt{\frac{K \cdot n\beta_{SDM}^2}{4} - nS_{DM}^2} \quad \cdots\cdots (41)$$

式中：K——副样数；

n——组成副样的份样数；

S_{DM}——标准中规定或实测缩分和测定标准偏差。

如果发现该类矿石品质波动有较大变化，可按变化后的类型规定的份样数取份样。

6.2.2 按式（42）计算增加份样数，以改进取样精密度：

$$\beta_S/\beta_{S1} = \sqrt{n_1/n} \quad \cdots\cdots (42)$$

式中：β_{S1}——试验所得取样精密度；

β_S——期望达到的取样精密度；

n_1——试验所取份样数；

n——达到β_S时应取份样数。

6.2.3 增大份样量可提高取样精密度，但份样量增大到一定程度后，再继续增加份样量，对精密度的提高效果不显著。

6.2.4 若缩分精密度达不到规定要求，应改进制样过程。

7 试验示例

以系统取样法按方式1进行试验。

7.1 品名：矾土。

7.2 测定项目：Al_2O_3。

7.3 试验批数：15批。

7.4 批量：平均每批418t。最小批量320t，最大批量500t。

7.5 最大粒度：150mm。

7.6 份样量：15kg。

7.7 每批矾土所取份样数：$2n = 20 \times 2 = 40$。

7.8 取样方法：在矿石装船过程中，按计算出来的间隔，在抓斗面上取份样，将奇数份样置于容器A，构成A大样，将偶数份样置入另一容器B，构成B大样。A、B大样各包括20个份样。

7.9 样品制备：将A、B两个大样分别用颚式破碎机全部破碎至小于22.4mm，经充分混匀后，按4.2.1条方式1用二分器分成A_1、A_2和B_1、B_2各约150kg四份样品。然后分别按GB 2009《散装矾土取样、制样方法》规定程序制成A_1、A_2、B_1、B_2四个成分分析样品。

7.10 精密度要求：$\beta_{SDM} = \pm 1.0\%$，$\beta_S = \pm 0.6\%$。

7.11 数据解析（95%概率）：15批试验数据列于表1。

7.11.1 按公式（1）和（2）算出双试验的平均值和极差，并填入表1的X_{1j}和R_1行。

7.11.2 按公式（3）和（4）算出成分分析样品A_1、A_2和B_1、B_2的平均值和极差，并填入表1的$\bar{X}_i$和R_2行。

7.11.3 按公式（5）和（6）算出大样A和B的平均值和极差，并填入表1的$\bar{\bar{X}}$和R_3行。

7.11.4 按公式（7）、（8）、（9）算出极差的平均值$\bar{R}_1$、$\bar{R}_2$、$\bar{R}_3$。

7.11.5 按公式（10）、（11）、（12）算出R_1、R_2、R_3控制上限：

$$R_1 \times 3.267 = 0.100 \times 3.267 = 0.3267$$

$$R_2 \times 3.267 = 0.2636 \times 3.267 = 0.8612$$

$$R_3 \times 3.267 = 0.323 \times 3.267 = 1.055$$

作图，将全部数据标入R控制图。

检查R_1、R_2、R_3数值是否处于控制状态，经检查，所有R_3均处于控制状态。第15批B_1成分分析样品R_1值0.37和第9批B_2大样R_2值1.43处于不正常状态。

经检查，第15批B成分分析样品在测定过程中一个试验在滴定前煮沸时溅失，第9批B_2大样制样前破碎机未清扫干净产生污染，故上述两数据可予舍弃，舍弃后，

R_1为0.096，控制上限为：

$$0.096 \times 3.267 = 0.314$$

R_2为0.223，控制上限为：

$$0.223 \times 3.267 = 0.7285$$

舍弃后，其余R_1值均小于0.314，R_2值均小于0.7285，按照公式（13）、（14）、（15）算出测定、缩分和取样标准偏差的估计值：

$$\hat{S}_M = 0.096 \times 0.8865 = 0.085$$

$$\hat{S}_D = \sqrt{(R_2/d_2)^2 - \frac{1}{2}(R_1/d_2)^2}$$

$$= \sqrt{(0.223 \times 0.8865)^2 - \frac{1}{2}(0.096 \times 0.8865)^2}$$

$$= \pm 0.188$$

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

$$\hat{S}_S = \sqrt{(R_3/d_2)^2 - \frac{1}{2}(R_2/d_2)^2}$$

$$= \sqrt{(0.323 \times 0.8865)^2 - \frac{1}{2}(0.223 \times 0.8865)^2} = \pm 0.250$$

7.11.6 根据公式（16）、（17）、（18）算出测定、缩分和取样精密度值：

$$\beta_M = 2\hat{S}_M = 2 \times (\pm 0.085) = \pm 0.17$$

$$\beta_D = 2\hat{S}_D = 2 \times (\pm 0.188) = \pm 0.38$$

$$\beta_S = 2\hat{S}_S = 2 \times (\pm 0.250) = \pm 0.50$$

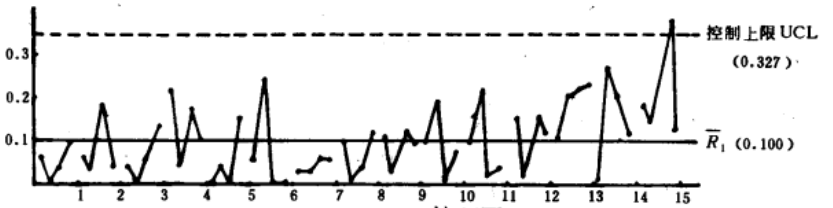
上述各项均符合规定的精密度要求。

7.11.7 根据公式（22）、（23）算出总精密度：

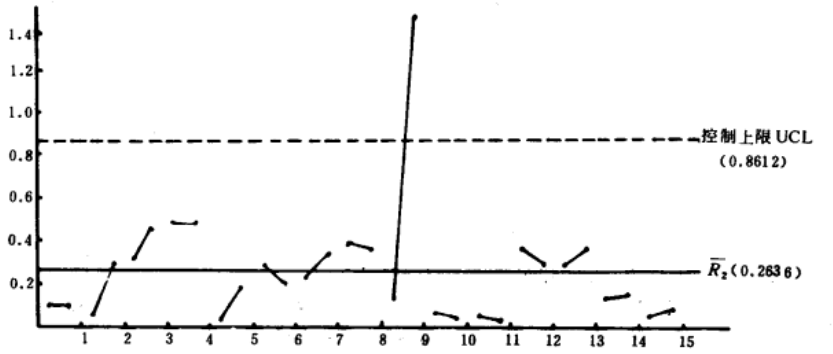
$$\beta_{SDM} = 2S_{SDM} = 2\sqrt{S_M^2 + S_b^2 + S_S^2}$$

$$= 2 \times \sqrt{(0.085)^2 + (0.188)^2 + (0.25)^2}$$

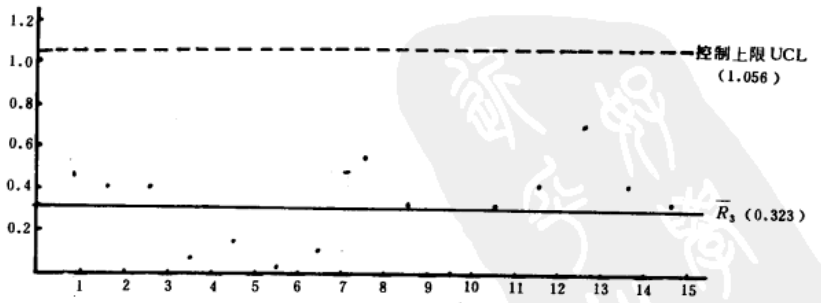
$$= \pm 0.65$$



R_1 控制图



R_2 控制图



R_3 控制图

图 1 R 控制图

表 1 试验数据　　年　月　日

批号	批量 t	份样数 A	份样数 B	A_1				A_2				A		B_1				B_2				B		$\bar{\bar{X}}$	R_3
				X_{111}	X_{112}	$\bar{X}_{11}$	R_1	X_{121}	X_{122}	$\bar{X}_{12}$	R_1	$\bar{\bar{X}}_1$	R_2	X_{211}	X_{212}	$\bar{X}_{21}$	R_1	X_{221}	X_{222}	$\bar{X}_{22}$	R_1	$\bar{\bar{X}}_2$	R_2		
1	480	20	20	76.89	76.83	76.86	0.06	76.95	76.95	76.95	0.00	76.90	0.09	76.40	76.43	76.42	0.03	76.56	76.46	76.51	0.10	76.46	0.09	76.68	0.44
2	460	20	20	65.33	65.39	65.36	0.06	65.33	65.30	65.32	0.03	65.34	0.04	65.17	64.98	65.08	0.19	64.77	64.80	64.78	0.03	64.93	0.30	65.14	0.41
3	350	20	20	64.96	64.93	64.94	0.03	64.62	64.62	64.62	0.00	64.78	0.32	65.45	65.39	65.42	0.06	65.02	64.89	64.96	0.13	65.19	0.46	64.98	0.41
4	380	20	20	77.69	77.90	77.80	0.21	78.29	78.32	78.30	0.03	78.05	0.50	77.80	77.97	77.88	0.17	78.31	78.41	78.36	0.10	78.12	0.48	78.08	0.07
5	480	20	20	77.87	77.87	77.87	0.00	77.80	77.83	77.82	0.03	77.84	0.05	78.10	78.10	78.10	0.00	77.83	77.98	77.90	0.15	78.00	0.20	77.92	0.16
6	370	20	20	67.35	67.41	67.38	0.06	67.22	66.98	67.10	0.24	67.24	0.28	67.35	67.35	67.35	0.00	67.20	67.20	67.20	0.00	67.28	0.15	67.26	0.04
7	450	20	20	66.25	66.28	66.26	0.03	66.03	66.00	66.02	0.03	66.14	0.24	66.46	66.40	66.43	0.06	66.12	66.06	66.09	0.06	66.26	0.34	66.20	0.12
8	500	20	20	73.58	73.48	73.53	0.10	73.12	73.13	73.12	0.01	73.32	0.41	74.10	74.06	74.08	0.04	73.63	73.75	73.69	0.12	73.88	0.39	73.60	0.56
9	490	20	20	68.42	68.53	68.48	0.11	68.35	68.32	68.34	0.03	68.41	0.14	67.98	68.10	68.04	0.12	69.42	69.52	69.47	0.10	68.76	1.43	68.58	0.35
10	320	20	20	81.23	81.33	81.28	0.10	81.10	81.30	81.20	0.20	81.24	0.08	81.22	81.23	81.22	0.01	81.30	81.22	81.26	0.08	81.24	0.04	81.24	0.00
11	390	20	20	68.77	68.67	68.72	0.10	68.53	68.76	68.64	0.23	68.68	0.08	68.32	68.34	68.33	0.02	68.38	68.34	68.36	0.04	68.34	0.03	68.51	0.34
12	380	20	20	75.42	75.58	75.50	0.16	75.10	75.12	75.11	0.02	75.30	0.39	75.68	75.52	75.60	0.16	75.83	75.95	75.89	0.12	75.74	0.29	75.52	0.44
13	420	20	20	80.12	80.23	80.18	0.11	80.35	80.57	80.46	0.22	80.32	0.28	80.97	80.73	80.85	0.24	81.11	81.36	81.24	0.25	81.04	0.39	80.68	0.72
14	410	20	20	73.22	73.24	73.23	0.02	73.23	73.51	73.37	0.28	73.30	0.14	73.73	73.91	73.82	0.18	73.73	73.61	73.67	0.12	73.74	0.15	73.52	0.44
15	400	20	20	66.02	66.21	66.12	0.19	66.00	66.15	66.08	0.15	66.10	0.04	66.68	66.31	66.50	0.37	66.34	66.47	66.40	0.13	66.45	0.09	66.28	0.35
Σ		300	300	1083.12	1083.88	1083.51	1.34	1082.02	1082.86	1082.45	1.50	1082.96	3.08	1085.41	1084.82	1085.12	1.65	1085.55	1086.02	1085.78	1.53	1085.43	4.83	1084.19	4.85
平均数		20	20	72.21	72.26	72.23	0.089	72.13	72.19	72.16	0.10	72.20	0.205	72.36	72.32	72.34	0.11	72.37	72.40	72.38	0.102	72.36	0.322	72.28	0.323

$\bar{R}_1$：0.100　　$\bar{R}_2$：0.263 6　　$\bar{R}_3$：0.323

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

附 录 A
精密度校核单批试验方法
（参考件）

将一较大交货批按规定份样数n取份样，予以编号，顺序依次轮流放入A、B、C……K个容器。合成A、B、C……K个大样（一般不小于10），按有关标准规定制样并测定，得到X_A、X_B、X_C……X_K个测定结果。

按式（A1）计算取样、缩分和测定总标准偏差：

$$S_{SDM}=\sqrt{\frac{\Sigma X_i^2-(\Sigma X_i)^2/K}{K-1}} \quad \cdots\cdots (A1)$$

式中：X_i——第i个份样的结果；

K——份样个数。

再根据式（A2）算出精密度最佳估计值：

$$\beta_{SDM}=t\cdot S_{SDM}/\sqrt{K} \quad \cdots\cdots (A2)$$

式中：t——由表A1根据$f=K-1$查出的数值。

表 A1 t分布表

f	5	6	7	8	9	10	11	12
t	2.570	2.447	2.365	2.306	2.262	2.228	2.201	2.179
f	13	14	15	16	17	18	19	20
t	2.160	2.145	2.131	2.120	2.110	2.101	2.093	2.086
f	25	30	40	45	50	60	70	80
t	2.060	2.042	2.030	2.021	2.009	2.000	1.994	1.990
f	90	100	∞					
t	1.987	1.984	1.96					

示例：11个副样测定结果列于表A2。

表 A2

样 品 号	测定结果X，%	X^2
1	45.3	2052.09
2	47.1	2218.41
3	46.5	2162.25
4	47.2	2227.84
5	45.8	2097.64
6	46.4	2152.96
7	45.7	2088.49
8	46.3	2143.69
9	48.0	2304.00
10	46.7	2180.89
11	46.8	2190.24
Σ	511.8	23818.52

平均值为：$511.8/11 = 46.53$

$$S_{SDM} = \sqrt{\frac{23818.5 - 511.8^2/11}{11-1}}$$

$$= 0.764$$

查表t值为2.228：$\beta_{SDM} = 2.228 \times 0.764 / \sqrt{11}$

$$= \pm 0.513\ \%$$

附加说明：

本标准由中华人民共和国国家进出口商品检验局提出。

本标准由中华人民共和国广西进出口商品检验局负责起草。

本标准主要起草人黄大胜。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

中华人民共和国国家标准

散装矿产品取样、制样通则 取样系统误差校核试验方法

UDC 622-3:543.05

GB 2007.5—87

代替 GB 2007—80

General rules for the sampling and sample preparation of minerals in bulk
Experimental method for checking the bias of sampling

1 适用范围

本标准适用于对需校核的取样方法、取样装置进行系统误差校核试验。也可用于制样方法、缩分设备的校核。

2 引用标准

GB 2007.1 散装矿产品取样、制样通则 手工取样方法
GB 2007.2 散装矿产品取样、制样通则 手工制样方法
GB 2007.3 散装矿产品取样、制样通则 评定品质波动试验方法
GB 2007.4 散装矿产品取样、制样通则 精密度校核试验方法
GB 2008 散装氟石取样、制样方法

3 术语定义

3.1 准确度：试验结果和真值的接近程度。一个方法的准确度是这个方法提供真实结果能力的尺度。

3.2 粒度-成分指数：用数值0至100指示矿石粒度及成分的变异程度。

其他术语同GB 2007.1～2007.4。

4 一般规定

4.1 本试验方法系从同一交货批中采取一系列成对样品，以被校核方法（B法）所得结果与参比方法（A法）结果进行比较，校核B法与A法的差值是否有显著性差异，以确定B法能否适用于日常工作中。参比方法是从技术和经验角度考虑不会产生系统误差的方法。

4.2 就其统计意义而言，A法和B法所得结果无显著性差异，则B法可确定为常规法。

4.3 本标准采用t检验（单侧）5%显著性水平评定系统误差。

5 试验概要

5.1 选择参比方法

5.1.1 公认的参比取样方法为停带取样法，即停止负荷运输带，确定取样点，将取样框架插至矿流底部接触皮带面（两个架边间的长度为矿石最大粒度3倍以上），将框架内矿石全部（全宽度全厚度）取出为一个参比份样。

注：根据现场条件和4.1条规定，也可由有关各方协商指定适合的方法为参比方法。

5.1.2 校核制样方法时，以GB 2007.2第一法（二分器法）为参比方法。校核缩分器时，以全部

国家标准局1987-12-15批准　　1988-10-01实施

舍弃样品为参比样品。

5.2 选择试验用矿石

为证明被校核的方法适用于各种类型矿石。应选择品质波动大的矿石进行试验。如矿石的品质波动类型不明确时，可按GB 2007.3进行评定，也可按附录A简易试验方法测定粒度－成分指数(SEI)。

5.3 确定试验的品质特性

一般选择矿石的主成分为试验的品质特性。也可以粒度或其他化学、物理检测项目作为品质特性。

5.4 选择对比试验样品的方法

两个方法的对比试验可以采用单独份样对比，也可采用副样或大样对比。

若两个方法的取样点在时间或空间上彼此接近，方可采用份样对比。否则应采用副样或大样对比。每对副样或大样必须取自同一交货批。手工取样方法不适于采用份样对比法时，可采用副样或大样对比法。为节省人力、物力和时间，推荐采用副样对比法。每个副样由5个以下的份样组成。

5.5 确定所需试验组数

预先试验的组数不得少于20组。所需的试验组数根据20个试验差值的标准偏差和最大允许系统误差δ值计算确定。

注：最大允许系统误差值由有关各方在试验前协商确定，可从技术和经济观点考虑，并考虑所采用试验方法的取样、制样和测定精密度。除另有协议外，一般可用总精密度（β_{SDM}）的1/2作为最大允许系统误差值。

6 试验步骤

6.1 取样：

从一交货批中，按方法A和方法B取出的份样各自组合，组成一对大样A和B，一对副样A和B或一对份样A和B。

6.2 制样、测定：

按有关标准规定的相同制样方法制备成一对样品A和B，并按规定的相同方法测定，得到一对测定值X_{Ai}、X_{Bi}。

6.3 按以上步骤获得20对测定值。

7 统计分析

7.1 以X_{Ai}代表方法A得到的单个测定值。X_{Bi}代表方法B得到的单个测定值。

7.2 用式（1）算出X_{Ai}和X_{Bi}的差值d_i：

$$d_i = X_{Bi} - X_{Ai} \quad \cdots\cdots (1)$$

式中：i——1，2，……，K。

7.3 计算平均差值$\bar{d}$(即估算的系统误差)：

$$\bar{d} = \frac{1}{K} \Sigma d_i \quad \cdots\cdots (2)$$

式中：K——成对测定值的组数。

7.4 按式（3）计算差值的标准偏差：

$$S_d = \sqrt{\frac{1}{K-1}\left[\Sigma d_i^2 - \frac{1}{K}(\Sigma d_i)^2\right]} \quad \cdots\cdots (3)$$

式中：S_d——差值的标准偏差；

K——成对测定值的组数。

7.5 确定所需的成对组数

所需成对的份样数、副样数或大样数系根据取样方法的精密度、矿石的均匀程度以及最大允许系统误差值确定。

7.5.1 将20对数据列表，按公式（1）、（2）、（3）计算差值、平均差值、差值标准偏差。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

7.5.2 按式（4）计算系数D：

$$D=\delta/S_d \quad \cdots\cdots (4)$$

式中：δ——最大允许系统误差。

7.5.3 由表1查出所需（对应于D值）成对测定值的组数n_r。

当$n_r<20$时，按7.6条计算t_0值；当$n_r>20$时进行追加试验。

7.6 计算t_0值。计算至第三位小数：

$$t_0=\frac{\bar{d}}{S_d/\sqrt{K}} \quad \cdots\cdots (5)$$

7.7 从表2（单侧t分布表）查出t值，其概率为95%。

7.8 以t_0绝对值与t值比较，如$t_0<t$，则认为B法与A法无显著性差异，方法B可采纳为常规方法。

如$t_0>t$，则认为B法与A法有显著性差异，方法B不能采用，应采取措施消除该系统误差。

表1 由系数D确定的所需的成对数据组数n_r

系数D的范围	所需的成对数据组数n_r	系数D的范围	所需的成对数据组数n_r
$0.30<D<0.35$	122	$0.95<D<1.00$	14
$0.35<D<0.40$	90	$1.00<D<1.05$	13
$0.40<D<0.45$	70	$1.1<D<1.2$	11
$0.45<D<0.50$	55	$1.2<D<1.3$	10
$0.50<D<0.55$	45	$1.3<D<1.4$	8
$0.55<D<0.60$	38	$1.4<D<1.5$	8
$0.60<D<0.65$	32	$1.5<D<1.6$	7
$0.65<D<0.70$	28	$1.6<D<1.7$	6
$0.70<D<0.75$	24	$1.7<D<1.8$	6
$0.75<D<0.80$	21	$1.8<D<1.9$	6
$0.80<D<0.85$	19	$1.9<D<2.0$	5
$0.85<D<0.90$	17	$2.0<D$	5
$0.90<D<0.95$	15		

表2 5%显著性水平的t值(单侧)

成对组数	t	成对组数	t	成对组数	t
2	6.314	20	1.792	40	1.685
3	2.920	21	1.725	41	1.684
4	2.353	22	1.721	42	1.683
5	2.132	23	1.717	43	1.682
6	2.015	24	1.714	44	1.681
7	1.943	25	1.711	45	1.680
8	1.895	26	1.708	46	1.679
9	1.860	27	1.706	47	1.679
10	1.833	28	1.703	48	1.678
11	1.812	29	1.701	49	1.677
12	1.796	30	1.699	50	1.677
13	1.782	31	1.697	51	1.676
14	1.771	32	1.696	61	1.671
15	1.761	33	1.694	81	1.664
16	1.753	34	1.692	121	1.658
17	1.746	35	1.691	240	1.651
18	1.740	36	1.690	∞	1.645
19	1.734	37	1.688		
		38	1.687		
		39	1.686		

8 计算示例

计算示例见表3。

表 3　系统误差试验结果

组　　号	CaF_2%		$d_i = X_{Bi} - X_{Ai}$	d_i^2
	被校核的取样法	停带取样法		
1	83.12	83.45	−0.33	0.109
2	83.38	83.26	+0.12	0.014
3	82.90	83.19	−0.29	0.084
4	86.21	86.34	−0.13	0.017
5	86.14	86.78	−0.64	0.410
6	85.31	85.70	−0.39	0.152
7	83.94	84.43	−0.49	0.240
8	83.24	83.83	−0.59	0.348
9	82.60	82.50	+0.10	0.010
10	77.69	77.14	+0.55	0.303
11	67.92	67.85	+0.07	0.005
12	79.42	78.62	+0.80	0.440
13	86.03	85.38	+0.65	0.423
14	87.32	87.20	+0.12	0.014
15	70.54	70.39	+0.15	0.023
16	71.11	70.12	+0.99	0.980
17	80.32	79.46	+0.84	0.706
18	85.30	85.33	−0.03	0.001
19	84.09	84.23	−0.14	0.020
20	86.68	86.92	−0.24	0.058
21	77.70	77.21	+0.49	0.240
22	80.27	79.85	+0.42	0.176
Σ			+2.03	4.971

a. $\overline{d} = \frac{1}{K}\Sigma d_i$

$= \frac{1}{22} \times 2.03 = 0.092$

b. $S_d = \sqrt{\frac{1}{K-1}\left[\Sigma d_i^2 - \frac{1}{K}(\Sigma d_i)^2\right]}$

$= \sqrt{\frac{1}{22-1}\left[4.971 - \frac{1}{22}(2.03)^2\right]} = \pm 0.477$

c. 确定所需成对组数 n_r：

假设最大允许误差 δ 为 0.4 %CaF_2

$$D = \frac{\delta}{S_d}$$

$$= \frac{0.4}{0.477} = 0.84$$

由表 1 查得 $n_r = 19$，因此，所收集的数据22组充足。

d. 计算 t_0 值：

$$t_0 = \frac{\overline{d}}{S_d/\sqrt{K}} = \frac{0.092}{0.477/\sqrt{22}} = 0.905$$

e. 从表 2 查得成对组数为22的 t 值为1.721。

f. 结论：由于 $t_0 < t$ 故B法与A法无显著性差异，B法可作常规法使用。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

附 录 A
粒度－成分指数试验方法
（参考件）

首先将样品筛分，分别制样和测定各粒度级的主成分，按式（A1）计算粒度－成分指数（SEI）：

$$SEI = \frac{\Sigma R_i}{\overline{X}} \quad \cdots\cdots (A1)$$

$$R_i = |\overline{X} - X_i| \times m_i \quad \cdots\cdots (A2)$$

式中：R_i——第i粒度级的加权成分；

m_i——第i粒度级的质量百分率；

$\overline{X}$——样品成分百分率的平均值；

X_i——第i粒度级的成分百分率。

选择粒度－成分指数比较高的矿石进行试验（如SEI大于15）。

附加说明：

本标准由中华人民共和国国家进出口商品检验局提出。

本标准由中华人民共和国秦皇岛进出口商品检验局负责起草。

本标准主要起草人姚利林。

中华人民共和国国家标准

散装矿产品取样、制样通则 水分测定方法——热干燥法

UDC 622－8：543.05

GB 2007.6—87

General rules for the sampling and sample preparation of minerals in bulk Determination of moisture content — Heat drying method

代替 GB 2007—80

1 适用范围

本标准适用于GB 2007.1中所述的矿石水分含量的测定，但不适用于某些易氧化的硫化矿石。

2 引用标准

GB 2007.1 散装矿产品取样、制样通则 手工取样方法

GB 2007.2 散装矿产品取样、制样通则 手工制样方法

3 仪器

3.1 干燥盘：表面光滑清洁的不锈金属盘，可容纳样层厚度不超过31.5mm的规定数量的试样。

3.2 干燥箱：具有可调控温装置，温度误差小于±5℃，并有可使干燥箱内空气流动而又不致吹走试样的鼓风装置。

3.3 天平：最大称量不少于3000g，感量0.1g。

4 样品

按有关标准规定取样、制样。对于过湿或发粘而难于过筛、破碎、缩分的样品，可将样品预干燥到制样不发生困难为止（见附录A）。所需水分试样的最低质量如表1所示。

表 1 每个水分试样的最低质量

最大粒度，mm	最低质量，kg
22.4	2
10.0	1

5 测定

5.1 测定次数

根据试样制备方式。按表2规定的实验数目，对每个水分试样进行一次水分测定。

国家标准局1987－12－15批准

1988－10－01实施

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

表 2 水分试样实验数目

制备的试样	实验数目	每一交货批的副样数
每个大样	2	—
	2	2～5
每个副样	至少 1	≥6
每个份样	至少 1	—

注：除买卖双方商定的特殊要求外，一般应以一个装卸工作日所取的份样组成至少一个水分副样，收到水分样后应尽快地称出水分试样，不允许长时间放置。

5.2 测定步骤

按表 1 规定的质量，将水分试样置于已知质量（m_1）的干燥盘内铺平，使其厚度在30mm以下，称量（m_2），放入预调至规定温度的干燥箱内，保持此一温度不少于 2h，取出装有试样的干燥盘，趁热立即称量，或在干燥器中放冷至室温称量。趁热称量时，称量装置应采取隔热措施，不使受热。

再次将盛有试样的干燥盘放入干燥箱内继续干燥 1h，然后称量，重复上述步骤，称至恒重（m_3），即最后两次称量之差小于水分试样质量的0.05％。

6 计算与结果的表示

6.1 试样水分的计算

每个水分试样的水分含量W_i（％）用式（1）计算，报告至第二位小数：

$$W_i = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \times 100 \quad \cdots\cdots (1)$$

式中：m_1—— 干燥盘质量，g；

m_2—— 干燥前试样及盘的质量，g；

m_3—— 干燥后试样及盘的质量，g。

6.2 一批矿石水分含量的计算

6.2.1 当由大样制水分样测定水分时，全批矿石水分含量平均值$\overline{W}$用式（2）计算，报告至第一位小数：

$$\overline{W} = \frac{W_1 + W_2}{2} \quad \cdots\cdots (2)$$

式中：W_1、W_2—— 分别为两个水分试样以质量百分数表示的水分测定结果。

6.2.2 当以副样进行水分测定时，用式（3）计算，副样水分结果计算至第二位小数，全批水分结果$\overline{W}$（％）报告至第一位小数：

$$\overline{W} = \frac{\sum_{i=1}^{k} N_i W_i}{\sum_{i=1}^{k} N_i} \quad \cdots\cdots (3)$$

式中：K—— 副样数；

N_i—— 第i个副样所含份样数；

W_i—— 第i个副样的水分，％；

i—— 1，2，……，k。

6.2.3 当一批矿石分成几个质量不相等的部分时，每一部分必须单独测定水分含量，整批矿石的水分含量应用式（4）计算，每一部分的水分结果计算至第二位小数，全批水分结果报告至第一位小数：

$$\overline{W}=\frac{\sum_{i=1}^{k}M_iW_i}{\sum_{i=1}^{k}M_i} \quad \cdots\cdots(4)$$

式中：K——整批矿石分成的部分数；

M_i——第i部分的质量；

W_i——第i部分的水分，%；

i——1，2，……，k。

6.2.4 当用每个份样测定水分时，全批矿石水分含量$\overline{W}$（%）用式（5）计算。结果报告至第一位小数：

$$\overline{W}=\frac{\sum_{i=1}^{n}W_i}{n} \quad \cdots\cdots(5)$$

式中：n——份样数；

W_i——第i个份样的水份，%。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

附 录 A
粘湿矿石水分含量测定方法
（补充件）

样品过湿或发粘难于破碎缩分时，可进行预干燥，在此情况下应按A1～A3条规定的方法测得全批矿石的水分含量。然后按A4～A7条计算总水分含量。

A1 称量试样质量精确至试样质量的0.05%。

A2 将试样铺平，置于调至规定温度的干燥装置内或空气中，干燥至矿石水分与空气湿度接近平衡，在干燥过程中注意不使细粉末损失掉。

A3 将预干燥后的矿石，再一次称量试样质量，以式（A1）计算试样预干燥水分含量W_p(%)。

$$W_p = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100 \quad \cdots\cdots (A1)$$

式中：m_1—— 预干燥前的试样质量，kg；

m_2—— 预干燥后的试样质量，kg。

A4 按照有关标准从预干燥样中制取测定热干燥水分的试样。

A5 按5.2条测定试样的热干燥减量，并按6.1公式（1）计算预干燥后试样的水分含量W_d(%)。

A6 用公式（A2）计算试样的总水分含量W_{pd}(%)。

$$W_{pd} = W_p + \frac{100 - W_p}{100} \times W_d \quad \cdots\cdots (A2)$$

式中：W_d—— 预干燥后的试样水分含量，%。

A7 按6.2条计算整批水分的含量（%）。

附 录 B
喷入水和雨淋水的校正
（补充件）

为了防止污染环境，在装卸过程中向矿石上喷洒水以抑制粉尘飞扬。在此情况下必须根据本附录规定的方法，校正全批矿石水分含量中的喷入水质量。

本附录也叙述了含有雨水的一批矿石的水分含量校正方法。

B1 喷入水的校正

B1.1 喷入水

系指喷入船舱的水和或在卸船时喷洒到水分样取样点上的水，及在装船时喷入船舱的水和（或）喷入取水分样后的矿石中的水。

B1.2 喷入水的测定

喷入水可用准确度为 ± 5 % 的流量计测定，将测得的体积乘以喷入水的密度，换算为以吨表示的质量 M_3。

B1.3 交货批的质量

交货批的质量 M_4 是以水尺计量或其他方式测量以吨表示的质量。

B1.4 在卸船过程中喷水后取水分样时，水分含量的计算方法。

对喷入水进行校正的一批矿石的水分含量 W_s（%）用式（B1）计算，结果报告至第一位小数：

$$W_s = \overline{W} - (100 - \overline{W}) \frac{M_3}{M_4} \times F \quad \cdots\cdots (B1)$$

式中：$\overline{W}$ —— 所取含喷入水的样品水分含量（%）的平均值，计算至第二位小数；

M_3 —— 喷入水质量，t；

M_4 —— 含喷入水的整批矿石的质量，t；

F —— 喷水时损失水的校正系数，F 值由买卖双方商定。

B1.5 在装船过程中喷水前取水分样时，水分含量的计算方法。

对喷入进行校正的一批矿石的水分含量 W_s（%），用式（B2）计算，结果报告至第一位小数：

$$W_s = \overline{W} + (100 - \overline{W}) \frac{M_3}{M_4} \times F \quad \cdots\cdots (B2)$$

式中：$\overline{W}$ —— 喷水前所取水分样的水分含量（%）的平均值，计算至第二位小数。

M_3、M_4、F 的含义同公式（B1）。

B2 雨水的校正

在装卸过程中受雨淋时，对流入船舱、装卸设备的雨水量，和被雨淋的全批矿石的水分含量应进行校正。

B2.1 船舱露天着雨的有效面积：以船方提供的货船平面图计算着雨面积。

B2.2 料仓、皮带输送机露天着雨的有效面积：料仓着雨的有效面积以其平面图为基础计算。用皮带输送机运送矿石时，在装卸点和水分样取样点之间着雨的输送带的露天面积应以有效带宽乘着雨长度来计算。

B2.3 降雨量：将经检定合格的雨量计置于装卸矿石的近处，测作业期间的降雨量（mm）。

B2.4 雨水的质量：用式（B3）计算雨水质量 M_R（t），修约至整数：

$$M_R = \frac{AR\rho}{1\,000} \quad \cdots\cdots (B3)$$

式中：A —— 按 B2.1 条或 B2.2 条计算的着雨有效面积，m^2；

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

R ——按B2.3条测得的降雨量，mm；

ρ ——雨水密度，一般取$\rho = 1t/m^3$。

B2.5 在卸船过程中着雨后取水分样时，水分含量的计算方法。

对淋雨后取水分样，校正雨水后的全部矿石水分含量W_R(%) 用式（B4）计算，结果报告至第一位小数：

$$W_R = \overline{W} - (100 - \overline{W})\frac{M_R}{M_4} \quad \cdots\cdots (B4)$$

式中：$\overline{W}$ ——所取含雨水的试样水分含量（%）平均值，计算至第二位小数；

M_R ——雨水质量，t；

M_4 ——含雨水的全批矿石质量，t。

B2.6 在装船过程中取水分样后，矿石遭雨淋时。校正雨水后的全批矿石水分含量W_R(%)，用式（B5）计算，结果报告至第一位小数：

$$W_R = \overline{W} + (100 - \overline{W})\frac{M_R}{M_4} \quad \cdots\cdots (B5)$$

式中：$\overline{W}$ ——降雨前所取样品的水分含量（%）平均值，计算至第二位小数；

M_R ——雨水质量，t；

M_4 ——含雨水的全批矿石质量，t。

B3 在卸船过程中矿石喷水后同时被雨淋取水分样时，按式（B6）计算全批矿石校正后的水分含量W_0(%)，结果报告至第一位小数：

$$W_0 = \overline{W} - (100 - \overline{W}) \times \left(\frac{M_3 F + M_R}{M_4}\right) \quad \cdots\cdots (B6)$$

式中的F、M_3、M_4、M_R、$\overline{W}$含义同前。

B4 在装船过程中取水分样后，矿石同时被雨淋和喷入水时，按式（B7）计算全批矿石校正后的水分含量（%），结果报告至第一位小数：

$$W_0 = \overline{W} + (100 - \overline{W}) \times \left(\frac{M_3 F + M_R}{M_4}\right) \quad \cdots\cdots (B7)$$

式中的F、M_3、M_4、M_R含义同前。

B5 计算示例

例1：在卸船过程中喷水后取水分样时，交货矿石水分含量计算方法（即对喷入水进行校正）。

品名：铁矿石。

批量：20 000t。

副样数：6个。

在卸船时为防止环境污染，向船舱中边卸货边喷水，取样是在卸船过程中，每隔20抓斗从抓斗中取一个份样，全批共制成六个副样，六个副样的加权平均水分为4.62%，全批矿石喷入120t水，F值取0.9，该批交货矿石喷水前的水分含量W_s(%) 计算如下：

$$W_s = 4.62 - (100 - 4.62) \times \frac{120}{20\,000} \times 0.9$$

$$= 4.10 = 4.1$$

例2：在装船过程中取水分样后，向矿石喷水时，装入船中的交货矿石的水分含量计算方法。

品名：滑石渣。

批量：2 000t。

为保障装卸工人的身体健康和防止污染环境，装船时向船舱中喷水，取样是在用卡车从货场向船边倒运时，每隔四卡车从货堆铲出的新断面取一个份样，全批制成一个大样，测得水分为5.34%，全批矿石喷入10t水，F值取0.9，对喷入水进行校正的该批交货矿石水分含量W_s(%) 计算如下：

$$W_s = 5.34 + (100 - 5.34) \times \frac{10}{2000} \times 0.9 = 5.77 = 5.8$$

例 3：卸船时，取水分样前交货矿已喷入水，并同时被雨淋的交货矿石水分含量计算方法。

品名：铬矿石。

批量：15 000t。

副样数：5个。

在卸船过程中，取水分样前交货矿已喷入水并同时遭雨淋，五个副样的加权平均水分为3.52%，卸货作业期间全批矿石喷入60t水，根据雨量计及船舱舱口面积计得船舱着雨量为18t，F值取0.85，对喷入水及降雨量进行校正的该批交货矿石水分含量W_0(%)计算如下：

$$W_0 = 3.52 - (100 - 3.52) \times \left(\frac{60 \times 0.85 + 18}{15\,000}\right)$$

$$= 3.08 = 3.1$$

例 4：取水分样后装船时，交货矿在装船过程中喷入水并同时被雨淋的交货矿水分含量计算方法。

品名：小粒氟石。

批量：1 000t。

测得不含喷入水和雨水的水分样的水分含量为1.23%，全批矿石喷入8t水，算得船舱着雨量为6t，F值取0.9，交货矿由于喷水并遭雨淋而变湿的水分含量W_0(%)计算如下：

$$W_0 = 1.23 + (100 - 1.23) \times \left(\frac{8 \times 0.9 + 6}{1\,000}\right)$$

$$= 2.53 = 2.5$$

附加说明：

本标准由中华人民共和国国家进出口商品检验局提出。

本标准由中华人民共和国辽宁进出口商品检验局负责起草。

本标准主要起草人段建民。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

中华人民共和国国家标准

UDC 622-8:543.05

散装矿产品取样、制样通则 粒度测定方法——手工筛分法

GB 2007.7—87

代替 GB 2007—80

General rules for the sampling and sample preparation of minerals in bulk
The method for determination of size by manual sieving

1 适用范围

本标准适用于GB 2007.1中所述各种矿石粒度的测定。

2 引用标准

GB 2007.1 散装矿产品取样、制样通则 手工取样方法
GB 2007.2 散装矿产品取样、制样通则 手工制样方法
GB 2007.5 散装矿产品取样、制样通则 取样系统误差校核方法
GB 6003 试验筛
GB 6004 试验筛用金属丝编织方孔网

3 术语定义

3.1 粒度：筛分试验中以过筛的最小筛孔尺寸表示。

3.2 粒度分布：样品按粒度大小划分的颗粒组，以质量百分率表示。

3.3 堆积密度：在空气中单位容积包括颗粒之间和颗粒内部空间的质量，以kg/m^3表示。

3.4 手工筛分：一种筛分操作方法，用手握一个筛或一套筛摇动或振动进行筛分。留在筛上的颗粒分别用手试以任何方向，轻轻放在筛孔上，试其通过或不能通过。

3.5 装样量：一次筛分操作装入筛上试样的质量。

3.6 筛分用样量：实际筛分试验使用矿石的质量。为按GB 2007.1规定对一批矿石采取的全部样品。

4 仪器

4.1 筛

4.1.1 筛孔形状：方格筛孔。

4.1.2 筛孔尺寸：参照GB 6003。

4.1.3 筛框形状和大小：最大粒度在5.6mm及以下用200mm圆形筛，最大粒度大于5.6mm的矿石，筛框形状及大小不作规定。

4.1.4 筛具的准备和校核：筛具在使用前应仔细检查，并清理干净。新筛及使用一定时间后的筛均需检查筛孔的大小，确保筛孔的尺寸在规定的允许差之内，校核方法见GB 6003。

4.2 衡器

要求衡器的最大称量接近筛分用样量，条件不具备时，允许分次衡量，筛分前所用衡器的感量为最大称量的0.5%，其他天平感量为最大称量的0.1%。

国家标准局1987-12-15批准 1988-10-01实施

4.8 烘箱

具自动控制温度功能。

5 筛分方法

5.1 装样量：按照筛孔的大小，筛网面积及样品的最大粒度最大装样量参照表1。

5.2 把少于表1所列最大装样量的筛分用样品置于规定孔径的筛中。使用多个不同孔径的筛同时筛分，按筛孔尺寸大小从上至下顺次排列。

5.3 为防止粉尘散失，筛分时应加筛盖和筛底盘。

5.4 筛分：手持筛具水平往复摇动，注意避免粒度发生变化，每分钟约60次，振幅约70mm，筛分至基本无矿石从筛上落下。

5.5 筛分终点：继续筛分1min，下筛矿石不超过装样量的0.1%为筛分终点。

表1 装样量

筛网孔径 mm	最大装样量，cm^3		
	直径200mm圆形筛	面积0.2m^2方孔筛	面积0.4m^2方孔筛
50.0		4500	10200
31.5		3250	7200
22.4		2600	5650
11.2		1250	2850
5.6	400	600	1400
2	200		
1	140		

5.6 筛分后各粒度级样品分别衡量。

5.7 当筛分50mm以上的颗粒时，筛上的残留矿石可用手试。大颗粒矿石可用相应尺寸的方形规测量。

注：机械筛分方法必须按GB 2007.5以手工筛分方法校核，证明无显著性差异方可使用，并根据试验结果确定筛分机的筛分条件。

6 结果的计算

6.1 测定大样粒度时，按式（1）计算，结果保留一位小数：

$$r = \frac{m_F}{m_G} \times 100 \quad \cdots\cdots (1)$$

式中：r——大样粒度百分率，%；

m_F——粒度区间的试样质量，kg；

m_G——大样的质量，kg。

6.2 测定副样粒度时，按式（2）计算。各粒度区间算至第2位小数：

$$r_{si} = \frac{m_{Fi}}{m_{Gi}} \times 100 \quad \cdots\cdots (2)$$

式中：m_{Fi}——i号副样粒度区间的质量，kg；

m_{Gi}——i号副样的质量，kg；

r_{si}——i号副样粒度百分率，%。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

6.3 大样粒度平均值按式（3）计算至第一位小数：

$$\overline{r}=\frac{\Sigma r_{si}m_{Gi}}{\Sigma m_{Gi}} \quad \cdots\cdots(3)$$

7 其他

7.1 样品过于潮湿，可在低于样品品质及粒度发生变化的温度下干燥至适合筛分的程度。筛分时，样品湿度与空气湿度处于平衡状态，能获得更满意的结果。

7.2 矿石的物理和化学性质对粒度的测定有重要的影响。例如矿石的脆性、研磨性、吸湿性、失水性、粘结性、磁性、静电性、化学活性等，对于一些难于筛分的矿石应采用相应的筛分措施。

7.3 为了保护筛网，对不同孔径筛网，应限定样品最大颗粒尺寸，见表2。

表2 筛网孔径其限定样品最大颗粒对照表 mm

筛网尺寸	最大颗粒尺寸
22.4	95
11.2	55
4	26
1	10

附加说明：

本标准由中华人民共和国国家进出口商品检验局提出。

本标准由中华人民共和国广西进出口商品检验局负责起草。

本标准主要起草人黄大胜。

本标准水平等级标记GB 2007.7Y。

中华人民共和国国家标准

UDC 622-3
:543.05

GB 2008—87

代替 GB 2008—80

散装氟石取样、制样方法

Method of sampling and sample preparation of fluorspar in bulk

1 适用范围

本标准适用于散装氟石（即萤石）的化学成分、水分及粒度用样品的采取和制备。

2 引用标准

GB 2007.1 散装矿产品取样、制样通则 手工取样方法
GB 2007.2 散装矿产品取样、制样通则 手工制样方法
GB 2007.3 散装矿产品取样、制样通则 评定品质波动试验方法
GB 2007.4 散装矿产品取样、制样通则 精密度校核试验方法
GB 2007.5 散装矿产品取样、制样通则 取样系统误差校核试验方法
GB 2007.6 散装矿产品取样、制样通则 水分测定方法——热干燥法
GB 2007.7 散装矿产品取样、制样通则 粒度测定方法——手工筛分法

3 术语定义

同GB 2007.1～2007.7中的规定。

一般规定

4.1 本标准规定取样、缩分、测定的总精密度β_{SDM}（%）和取样精密度β_S以CaF_2%计（概率为95%）见表1、表2。

表1 一批氟石应取份样的最少个数n及精密度β

批量，t		品质波动，%									取样单元数
>	≤	小，$S_W<1.5$			中，$1.5<S_W<2.5$			大，$S_W>2.5$			
		n	β_S，%	β_{SDM}，%	n	β_S，%	β_{SDM}，%	n	β_S，%	β_{SDM}，%	
6 000	10 000	70	0.36	0.47	140	0.38	0.49	280	0.36	0.47	2
4 000	6 000	55	0.40	0.50	110	0.43	0.53	220	0.40	0.51	1～2
2 000	4 000	45	0.45	0.62	90	0.47	0.64	180	0.45	0.62	1
1 000	2 000	30	0.55	0.70	60	0.58	0.72	120	0.55	0.70	1
500	1 000	20	0.67	0.80	40	0.71	0.83	80	0.67	0.80	1
200	500	15	0.77	0.89	30	0.82	0.93	60	0.77	0.89	1
	200	10	0.95	1.04	20	1.00	1.09	40	0.95	1.04	1

国家标准局1987-12-15批准　　1988-10-01实施

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

表1中，β_S和β_{SDM}分别按式（1）、（2）计算：

$$\beta_S = 2 \cdot \sqrt{\frac{S_W^2}{n' u}} \quad \cdots\cdots (1)$$

$$\beta_{SDM} = 2 \cdot \sqrt{\frac{\frac{S_W^2}{n'} + S_{DM}^2}{u}} \quad \cdots\cdots (2)$$

式中：n' ——单元内份样数，即$\frac{n}{u}$；

u ——取样单元数；

S_W ——品质波动标准偏差，%；

S_{DM} ——缩分、测定标准偏差，%。

表2 二级取样方法应选最低车数及取样精密度β_S

批量，t		车间品质波动标准偏差S_b									β_S
		小			中			大			
>	≤	车内品质波动标准偏差S_W									CaF_2%
		小	中	大	小	中	大	小	中	大	
2400	3600	23	38	36	33	37	42	40	43	47	0.60
1200	2400	15	18	23	22	24	28	27	29	31	0.75
600	1200	10	12	15	13	15	17	15	16	18	0.90
200	600	7	8	10	8	9	10	9	9	10	1.0

4.2 本标准所列取样及缩分方法中的第一法为仲裁法。

4.3 必须严格按照本标准规定的方法取样、缩分，并根据需要进行精密度校核试验。

4.4 交货批批量大于表1所列时，按GB 2007.1中3.24条计算取样单元数，每个取样单元分别制样、测定，并将各取样单元的结果加权平均后，作为交货批的检验结果。

4.5 如氟石品质极不均匀或混入外来杂质，必须加工整理后再行取样。

4.6 取样、制样所用的设备、工具和盛样容器必须保持洁净，坚固耐用。

4.7 成分分析样品应根据需要妥善保管至少6个月以备核查。

4.8 在整个取样、制样过程中应注意安全操作。

4.9 评定品质波动试验方法，精密度校核试验方法及取样系统误差校核试验方法按GB 2007.3～2007.5执行。水分和粒度测定参照GB 2007.6和GB 2007.7执行。

5 取样

5.1 取样简要程序

5.1.1 验明取样交货批或取样单元及其质量。

5.1.2 确定样品用途及其所需检验的品质特性项目。

5.1.3 根据最大粒度决定份样量及取样工具的容量。

5.1.4 确定交货批的品质波动类型及达到规定取样精密度所需份样个数。

5.1.5 采用系统或分层取样方法时，确定交货批中应取最低份样数，采用二级取样方法时先从全部交货批中选出应取货车数即第一取样单元，再从选出的货车中取份样。

5.1.6 确定取样间隔，以固定质量或时间间隔取份样。

5.1.7 决定取样部位和取份样的方法。

5.1.8 确定份样组合方法，然后按需要组成副样或大样。

5.2 取样工具

a. 尖头钢锹；

b. 取样铲（见表3、图1）；

表3 份样量和取样铲规格 mm

最大粒度	份样量 kg	取样铲尺寸				
		a	*b*	*c*	*d*	*e*
150	25					
100	15	300	110	300	220	100
50	10	150	75	150	130	65
22.4	5	80	45	80	70	35
10及以下	2	60	35	60	50	25

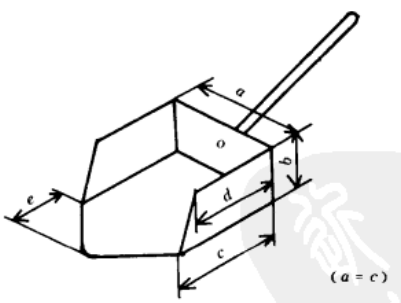


图1 取样铲

注：其他取样工具，包括机械辅助取样工具，也可用于取份样。

c. 钢锤；

d. 带盖盛样桶或内衬塑料薄膜的盛样袋。

5.3 份样数

5.3.1 系统取样方法和分层取样方法应取最少份样数及精密度（以CaF_2%计）见表1。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

表1中S_w表示取样批、单元或层内的份样间标准偏差。S_w值按GB 2007.3求出。

品质波动大小不明时，应尽快进行评定试验，也可结合日常取样工作进行，以确定品质波动的类型。对品质波动大小未知的和需要做粒度检验的氟石，份样数按品质波动大的取。

5.3.2 二级取样方法应取最低车数见表2。

5.4 份样量

根据最大粒度确定每个份样应取的最小质量（见表3）。所取的每个份样量应大致相等，其变异系数CV不得超过20%。

当份样量的$CV>20\%$时，应单独制样测定，或在适当的制样阶段，当缩分的份样质量大致相等时，再合并成副样或大样。

5.5 取样方法

5.5.1 系统取样方法

在一批散装氟石装卸、加工或衡量的移动过程中，按一定的质量或时间间隔取份样，份样间的间隔可根据表1规定的份样数和实际批量按式（3）计算：

$$T<\frac{Q}{n} \quad 或 \quad T'<\frac{60Q}{Gn} \qquad (3)$$

式中：T ——取样质量间隔，t；

Q ——批量，t；

n ——表1规定的份样数；

G ——每小时装卸量，t/h；

T' ——取样时间间隔，min。

取第一个份样时，可在第一间隔内随机确定，但不可在第一间隔的起点开始，以后继续取的份样按计算的间隔取，取样间隔不得大于计算所得的间隔，如按固定间隔应取份样数已经完成，而氟石的装卸、加工或衡量尚在进行，应仍按原定间隔继续取份样，直至整批氟石移动完毕为止。

如在运输带上或落口处取份样，须截取氟石流的全截面，如在用抓斗、吊兜、铲车及其他工具装卸或堆垛过程中取样，则应在装卸或堆垛过程中新露出的面上取样，也可在装卸工具中取样，取样点应均匀地分布在整批氟石的各个部位，而不是它的表层或某一局部，取样点的直径约为最大粒度的三倍，但不得小于100mm。

所取份样的粒度比例应符合取样间隔或取样部位的粒度比例，所得大样的粒度比例应与整批氟石的粒度分布大致相符。

5.5.2 分层取样方法

一批散装氟石在装卸、加工、堆垛过程中，分几层取样（不得少于三层），根据每层的质量，按比例在新露出的面上均匀布点取份样。同时，必须注意粒度比例，使每层所取份样的粒度比例与该层氟石的粒度分布大致相符，取样点的范围同5.5.1条。

每层应取份样数n_1按式（4）计算：

$$n_1=\frac{n\times Q_L}{Q} \qquad (4)$$

式中：n_1——每层应取份样数；

n ——表1规定份样数；

Q_L ——每层质量，t；

Q ——批量，t。

5.5.3 货车取样方法

份样的采取，原则上从货车装卸过程中新露出的面上随机定点取份样。

5.5.3.1 全部货车取样法

当组成一批货物的货车数少于规定的份样数时，每车应取最低份样数n_2按式（5）计算（如有小数进为整数）：

$$n_2=\frac{n}{M} \cdots\cdots (5)$$

式中：n ——表1规定份样数；

M——交货批所装的货车数。

当规定的份样数少于货车数时，每个货车至少取一个份样。货车装载量不同时，份样数的分配与装载量成正比。

5.5.3.2 二级取样法

当每个货车的装载量为60t时，根据表2规定先从全部货车中选出m个货车。

当货车装载量不是60t时，则应选货车的最少个数m'按式（6）计算（如有小数进为整数）：

$$m'=m\sqrt{\frac{60}{C}} \cdots\cdots (6)$$

式中：C ——货车装载量，t；

m ——表2中规定应选的最少车数。

当货车的装载量为60t时，每车应随机取4个份样。如果货车的装载量不是60t时，从每个货车中所取份样个数n_3按式（7）计算（如有小数予以舍弃）：

$$n_3=4\sqrt{\frac{C}{60}} \cdots\cdots (7)$$

如因条件所限不能采用上述四种方法取样，可酌情变更取样方法，但所采用的方法必须按GB 2007.5取样系统误差校核试验方法校核，证明无显著性差异后，方可采用。

5.6 注意事项

5.6.1 水分样品应在衡量前后立即取样，置于洁净、密闭的容器内。注意勿使水分在测定前发生变化，当批量很大、装卸时间长或下雨、气温高时，须将整批氟石分成几部分。将每一部分的份样制备成副样测定水分。

5.6.2 最大粒度大于150mm的氟石，可用砸取法取份样，即在取样点内遇有150mm以上大块时将其砸碎，取其能代表大块品质的部分碎块样品。取粒度样品时不能砸取。

5.6.3 水分测定可参照GB 2007.6进行，在105 ± 5 ℃的温度进行烘干，如已进行预干燥，则应将预干燥水分A（%）一并计算。

6 制样

6.1 制样工具

a. 颚式破碎机；
b. 对辊破碎机；
c. 圆盘粉碎机；
d. 密封式振荡研磨机；
e. 三头研磨机；附玛瑙研钵；
f. 二分器（见图2）；

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

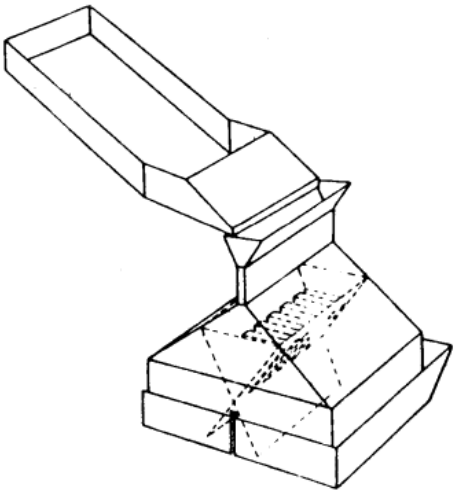


图 2 密封式二分器

（簸箕及料斗溜槽开口宽度为样品最大粒度三倍以上）

g. 分样铲（见图 3）及挡板；

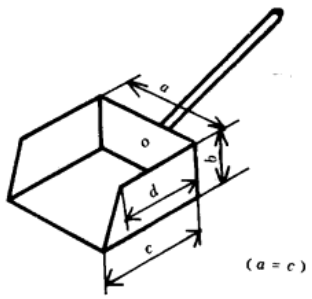


图 3 分样铲

h. 分样筛：22.4mm、10mm、1 mm方孔筛，80目筛（筛孔180μm）；

i. 不锈金属十字分样板；

j. 盛样容器；

k. 干燥箱：具控温装置，使箱内任一点的温度在设定温度± 5 ℃以内。

6.2 制样要求

6.2.1 制样原则：样品制备包括以下三个不同操作（必要时须进行预先干燥）。

破碎，经破碎和研磨以减小样品的粒度。

混合，使达到均匀。

缩分，将样品缩分为二份或多份，以减少样品质量。

以上三项操作进行一次，即组成样品制备的一个阶段。

6.2.2 在制样过程中应防止样品的成分发生变化和污染。水分样品要防止水分发生变化。

6.2.3 样品的预先干燥：样品过于潮湿不能破碎、缩分时，可在低于105 ℃的温度进行干燥或空气干燥，以达到样品可自由通过破碎机和缩分器的程度，预先干燥可在制样的任一阶段进行，需要时将干燥前、后样品称量，按式（8）计算预先干燥的水分A（%）：

$$A=\frac{W-W_1}{W}\times 100 \quad \cdots\cdots (8)$$

式中：W ——干燥前样品总质量，kg；

W_1 ——干燥后样品总质量，kg。

6.2.4 样品的破碎：破碎样品时应使用机械设备，手工破碎只限于破碎个别大块样品至第一阶段破碎机的最大给料粒度。

应定期校核破碎机的性能，并调节至排料小于规定的最大粒度，在制备成分分析样品过程中，因难于破碎的部分往往在成分上有差异，所以必须使全部样品破碎至规定粒度。

制样前用本批氟石（不得使用样品）先在破碎机中通过，再清扫干净，制样后残留在破碎机内部的样品，必须注意全部取出，防止损失。

6.2.5 样品的混合：将样品先通过二分器三次混合，每次通过后将两部分样品再行合并，小粒度样品（＜1 mm）也可用手工三次转堆混合。

6.3 样品的缩分

可采用下列的一个方法或几个方法并用。

6.3.1 二分器缩分法：二分器系非机械式样品缩分器，通常用手工给料，样品通过二分器被分成二等分，一份保留，另一份通常舍弃。

二分器的格槽宽度至少为样品最大粒度的2.5倍，二分器的一半格槽数一般为8个以上，所用的二分器应参照GB 2007.4进行校核，证明是符合要求的方可使用。

缩分程序：

a. 样品通过二分器三次混合后，放入给料容器内。

b. 将给料容器内的样品铺平，缩分时使样品沿二分器全部格槽均匀撒落。要控制给料速度，保证格槽不堵塞，如发现二分器被样品堵塞，必须清理后再继续操作。

c. 通过二分器的样品收集于二个接收器内。

d. 随机选择一个接收器内的样品为保留样品，如需进一步缩分，保留样品可再次或多次通过二分器，此时要从二分器两侧的接收器内交替收集保留样品。接收器应与主体密合，以减少粉尖和水分的损失。

e. 缩分留样：缩分大样和副样制备成分分析样品时，相应于最大粒度的最小留样量不能少于表4规定。

表4 最小缩分留样量

最大粒度，mm	最小留样量，kg	
	大　样	副　样
22.4	60	30
10	15	7.5
5	4	2
1	1	0.5

6.3.2 份样缩分法：本方法系缩分比大，且精密度高的缩分方法。

将样品置于平整洁净的钢板上，充分混合后，根据破碎粒度按表5所列厚度铺成长方形平堆，将

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

样品平堆划成等分的网格，缩分大样不得少于20格，缩分副样不得少于12格，缩分份样不得少于4格（见图4）。用挡板垂直插至平堆底部，然后于距挡板距离约等于c处将分样铲垂直插至底部，水平移动直至分样铲开口的端部接触挡板（见图5），将分样铲和挡板同时提起，以防止样品从分样铲开口处流失。从各格随机取等量的一满铲，合并为缩分样品，当大样数量多时，可将大样分成几个等分，多次按上述同样操作缩分。

表5 样品粒度、样品层厚度及分样铲尺寸 mm

样品最大粒度	样品层厚度	分样铲尺寸				材料厚度	分样铲容量，cm^3
		a	b	c	d		
22.4	35～45	80	45	80	70	2	约300
10	25～35	60	35	60	50	1	约125
5	20～30	50	30	50	40	1	约75
1	10～15	30	15	30	25	0.5	约15

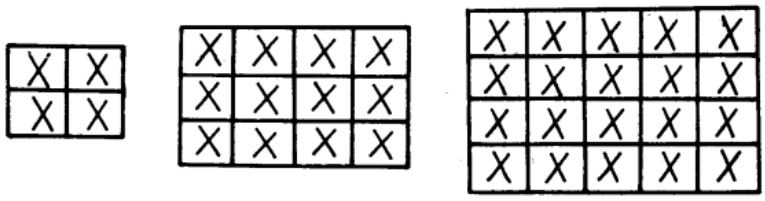


图4

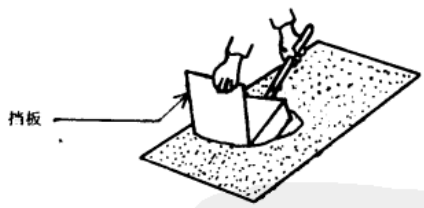
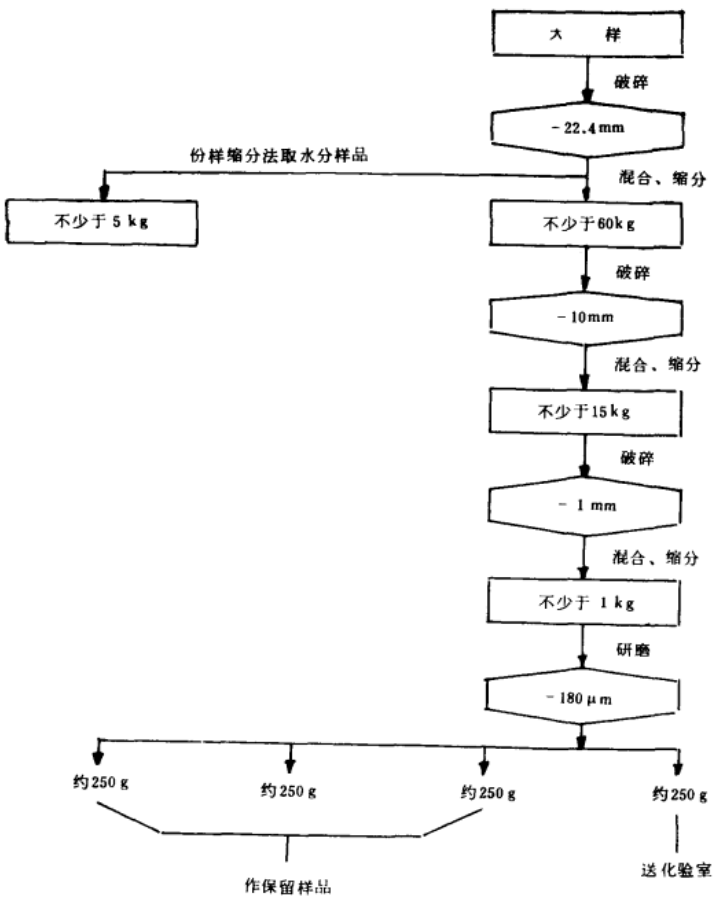


图5

6.3.3 圆锥四分法：将样品置于洁净、平整的钢板上，堆成圆锥形，每铲自圆锥顶尖落下，使均匀地沿锥尖散落，注意勿使圆锥中心错位，如此反复至少转堆三次，使充分混匀，然后将圆锥顶尖压平，用十字板自上压下，分成四等分，任取二个对角的等分，重复操作数次，缩分至不少于该粒度的最少留量（见表4）。

由于大颗粒样品堆成圆锥时容易产生偏析，造成缩分偏差，样品粒度大于1 mm不宜使用圆锥四分法。

6.4 制样流程图示例（二分器缩分法）



6.5 样品容器和标签

6.5.1 送化验室的水分样品应装入不吸水密闭的容器中，并附以标签。

6.5.2 送化验室的成分分析样品应装入样品袋中，并附以标签。

6.5.3 标签上注明以下各项：

a. 编号；

b. 品名、等级、产地；

c. 批量或取样单元（t）；

d. 船名或车号；

e. 取样、制样人员；

f. 取样、制样地点、日期及天气。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

附加说明：

本标准由中华人民共和国国家进出口商品检验局提出。

本标准由中华人民共和国上海进出口商品检验局起草。

本标准主要起草人胡忆杲。

中华人民共和国国家标准

UDC 622-3:543.05

GB 2009—87

散装矾土取样、制样方法

Method of sampling and sample preparation of bauxite in bulk

代替 2009—80

1 适用范围

本标准适用于散装矾土（生、熟料）化学成分、粒度、水分及体积密度样品的采取和制备。

2 引用标准

GB 2007.1 散装矿产品取样、制样通则 手工取样方法
GB 2007.2 散装矿产品取样、制样通则 手工制样方法
GB 2007.3 散装矿产品取样、制样通则 评定品质波动试验方法
GB 2007.4 散装矿产品取样、制样通则 精密度校核试验方法
GB 2007.5 散装矿产品取样、制样通则 取样系统误差校核试验方法
GB 2007.6 散装矿产品取样、制样通则 水分测定方法——热干燥法
GB 2007.7 散装矿产品取样、制样通则 粒度测定方法——手工筛分法

3 术语定义

同GB 2007.1～2007.7中的规定。

4 一般规定

4.1 本标准规定取样、缩分、测定的总精密度（β_{SDM}）和取样精密度（β_S）以Al_2O_3%计（概率为95%），见表1、表2。

表 1 一批矾土应取份样的最少个数 n 及精密度 β

品质波动 S_W，% / 份样数及精密度 / 批量，t	小			中			大			取样单元数
	$S_W<1.0$			$1.0\leqslant S_W<1.5$			$1.5\leqslant S_W<2.5$			
	n	β_S	β_{SDM}	n	β_S	β_{SDM}	n	β_S	β_{SDM}	
15 000以上～20 000	65	0.25	0.62	130	0.26	0.62	260	0.31	0.65	2
10 000以上～15 000	55	0.27	0.63	110	0.29	0.63	220	0.34	0.66	2
5000以上～10 000	45	0.30	0.64	90	0.32	0.65	180	0.37	0.68	2
4000以上～5000	35	0.34	0.87	70	0.36	0.88	140	0.42	0.90	1

国家标准局1987－12－15批准　　1988－10－01实施

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

续表 1

品质波动 S_W，% / 份样数及精密度 / 批量，t	小 $S_W<1.0$			中 $1.0<S_W<1.5$			大 $1.5<S_W<2.5$			取样单元数
	n	β_S	β_{SDM}	n	β_S	β_{SDM}	n	β_S	β_{SDM}	
3000以上～4000	30	0.37	0.88	60	0.39	0.89	120	0.46	0.92	1
2000以上～3000	25	0.40	0.89	50	0.42	0.91	100	0.50	0.94	1
1000以上～2000	20	0.45	0.92	40	0.47	0.93	80	0.56	0.98	1
500以上～1000	15	0.52	0.95	30	0.55	0.97	60	0.65	1.03	1
500及以下	10	0.63	1.02	20	0.67	1.04	40	0.79	1.12	1

表中β_S及β_{SDM}按式（1）、（2）计算：

$$\beta_S = 2 \cdot \sqrt{\frac{S_W^2}{n' u}} \quad \cdots\cdots (1)$$

$$\beta_{SDM} = 2 \cdot \sqrt{\frac{\frac{S_W^2}{n'} + S_{DM}^2}{u}} \quad \cdots\cdots (2)$$

式中：n' ——单元内份样数，即$\frac{n}{u}$；

u ——取样单元数；

S_W ——品质波动标准偏差，%；

S_{DM} ——缩分、测定标准偏差，%。

表 2 二级取样时最低车数（m）

批量，t	车间品质波动标准偏差 S_b									β_S，Al_2O_3 %
	小			中			大			
	车内品质波动标准偏差 S_W									
	小	中	大	小	中	大	小	中	大	
3900以上～5100	12	16	30	23	26	37	40	42	49	0.46
3000以上～3900	10	13	25	19	21	31	32	36	39	0.50
2100以上～3000	8	11	20	14	16	24	24	25	29	0.56
900以上～2100	6	7	13	9	10	14	12	13	15	0.65
480以上～900	4	5	8	5	6	8	7	7	8	0.79

4.2 本标准所列取样及缩分方法中的第一法为仲裁法。

4.3 必须严格按照本标准规定的方法取样、制样。并根据需要进行精密度和系统误差校核试验。

4.4 交货批量大于表1所列批量时，按GB 2007.1的3.24条计算取样单元数，分别制样、测定，并将各取样单元结果加权平均，计算交货批结果。

4.5 如矾土品质极不均匀或混入外来杂质，必须加工整理后再行取样。

4.6 成分分析样品应根据需要妥善保管至少六个月以备核查。

4.7 取样、制样所用的设备、工具和盛样容器必须保持洁净，坚固耐用。

4.8 在整个取样、制样过程中应注意安全操作。

4.9 评定品质波动试验方法、精密度校核试验方法及取样系统误差校核试验方法，按照GB 2007.3～2007.5执行。

5 取样

5.1 取样简要程序

5.1.1 验明取样交货批或取样单元及其质量。

5.1.2 确定样品用途及其所需检验的品质特性项目。

5.1.3 根据矿石最大粒度决定份样量及取样工具的容量。

5.1.4 确定交货批的品质波动类型及达到规定取样精密度所需份样个数。

5.1.5 采用系统或分层取样方法时，确定从交货批中应取最少份样数，采用二级取样方法时，先从全部交货批中选定应取货车数，再从选出的货车中取份样。

5.1.6 确定取样间隔，以固定质量间隔或时间间隔取份样。

5.1.7 决定取样部位和取份样的方法。

5.1.8 确定份样组合方法，按照需要组成副样或大样。

5.2 取样工具

a. 尖头钢锹；

b. 取样铲（见表3、图1）；

表3 份样量和取样铲规格

mm

最大粒度	份样量 kg	取样铲尺寸					材料厚度	取样铲容量 cm^3
		a	*b*	*c*	*d*	*e*		
150	15							
100	10	300	110	300	220	100	2	7000
50	5	150	75	150	130	65	2	1700
22.4	2	80	45	80	70	35	2	300
	0.5	60	35	60	50	25	1	125

注：其他取样工具，包括机械取样工具，也可用于取份样。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

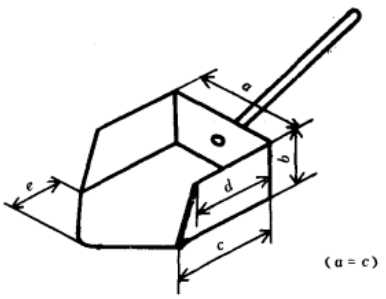


图 1 取样铲

c. 钢锤；

d. 带盖盛样筒或内衬塑料薄膜的盛样袋。

5.3 份样数

5.3.1 系统取样法和分层取样法应取的最少份样数及精密度（以Al_2O_3%计）见表 1 。

表 1 中S_W 表示取样批、单元或层内份样间品质波动标准偏差。S_W 值按 GB 2007.3求出。

品质波动类型不明确时，应尽快进行评定试验，也可结合日常取样工作进行，以确定品质波动的类型，对品质波动类型未知的和需要做粒度检验的矾土，份样数按品质波动大的取。

5.3.2 二级取样法应取最少车数见表 2 。

5.4 份样量

根据最大粒度确定每个份样应取的最小质量（见表 3），所取的每个份样量应大致相等，其变异系数CV 不得超过20%。

当份样量的CV >20%时，应单独制样、测定，或在适当的制样阶段，当缩分的份样质量大致相等时，再合并成副样或大样。

5.5 取样方法

5.5.1 系统取样法

在一批散装矾土装卸、加工或衡量的移动过程中，按一定的质量或时间间隔取份样，份样间的间隔可根据表 1 规定的份样数和实际批量按式（3）计算：

$$T \leqslant \frac{Q}{n} \text{ 或 } T' \leqslant \frac{60Q}{Gn} \quad \cdots\cdots (3)$$

式中：T ——取样质量间隔，t ；

Q ——批量，t ；

n ——表 1 规定份样数；

T' ——取样时间间隔，min ；

G——每小时装卸量，t / h 。

取第一个份样时，可在第一间隔内随机确定，但不可在第一间隔的起点开始，以后继续取的份样按计算的间隔取，取样间隔不得大于计算的间隔。如按固定间隔应取份样数已经取完，而矾土的装卸、加工或衡量尚在进行，仍应按原定间隔继续取份样，直至整批矾土移动完毕为止。

如在运输带上或落口处取份样，须截取矾土流的全断面。如在用抓斗、吊兜、铲车及其他工具装卸或堆垛过程中取样，则应在装卸或堆垛过程中新露出的面上取样，也可在装卸工具中取样。取样点应均匀地分布在整批矾土上的各个部位，而不仅是它的表层或某一局部。取样点的直径应为最大粒度的三倍以上，但不得小于100 mm 。

所取份样的粒度比例应符合取样间隔或取样部位的粒度的大致比例，所得大样的粒度比例应与整批矾土的粒度分布大致相符。

5.5.2 分层取样法

一批散装矾土在装卸、加工、堆垛过程中，分几层取样（不得少于三层），根据每层的质量按比例在新露出的面上，均匀布点取份样。同时，必须注意粒度比例，使每层所取份样的粒度比例与该层矾土的粒度分布相符（取样点的范围同5.5.1 条）。每层应取份样数按式（4）计算：

$$n_1 = \frac{n \times Q_L}{Q} \qquad \cdots\cdots (4)$$

式中：n_1——每层应取份样数；

n ——表1规定份样数；

Q_L ——每层质量，t ；

Q——批量，t 。

5.5.3 货车取样法

份样的采取，原则上从货车装卸过程中新露出的面上随机定点取份样，或在卸车矿流中取份样。

5.5.3.1 全部货车取样法

当组成一批矾土的货车数少于规定的份样数时，每车应取份样数n_2按式（5）计算（如有小数进为整数）：

$$n_2 = \frac{n}{M} \qquad \cdots\cdots (5)$$

式中：n ——表 1 规定份样数；

M——交货批所装货车数。

当规定的份样数少于货车数时，每个货车至少取一个份样，货车装载量不同时，份样数的分配与装载量成正比。

5.5.3.2 二级取样法

根据表 2 规定，先从全部货车中选出m个货车。

当货车载重量不是60t 时，则应选货车的最少个数m' 按式（6）计算(如有小数进为整数)：

$$m' = m\sqrt{\frac{60}{C}} \qquad \cdots\cdots (6)$$

式中：C——货车装载量，t 。

当货车的装载量为60t时，每车应取 4 个份样。如果货车的装载量不是 60t 时，从每个货车中所取份样个数n_3按式（7）计算（如有小数予以舍弃）：

$$n_3 = 4\sqrt{\frac{C}{60}} \qquad \cdots\cdots (7)$$

如因条件所限，不能采用上述四种方法取样。可酌情变更取样方法，但所采用的方法必须

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

按GB 2007.5取样系统误差校核试验方法校核，证明无显著性差异后方可使用。

5.6 注意事项

5.6.1 水分样品应在衡量前后立即取样，置于洁净、密闭的容器内，注意勿使水分在测定前发生变化，当批量很大，装卸时间长或下雨、气温高时，须将整批矾土分成几部分，将每一部分的份样尽快制备成副样测定水分。

5.6.2 本标准所列四个取样方法，对块状矾土均为整块取样法，但遇特大块（大于150mm）时，可按比例砸取一部分代表性样品。取粒度样品不能砸取。

5.6.3 水分、粒度测定可参照GB 2007.6及GB 2007.7进行。水分测定在105±5℃烘干。如已进行预先干燥，则应将预先干燥水分A（%）一并计算。

6 制样

6.1 制样工具

a. 颚式破碎机；
b. 对辊破碎机；
c. 圆盘粉碎机；
d. 密封式振荡研磨机；
e. 三头研磨机；附玛瑙研钵；
f. 二分器（详见图2）；

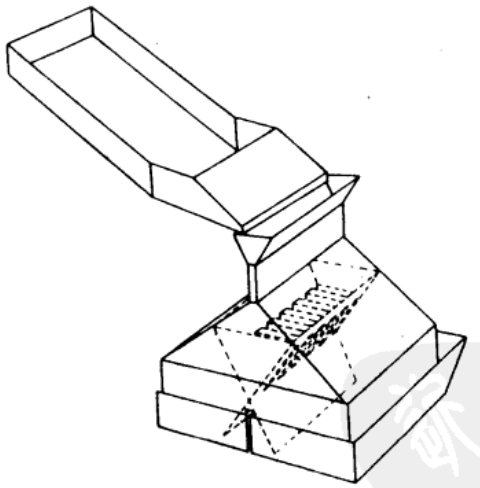


图2 密封式二分器

（簸箕及料斗溜槽开口宽度为样品最大粒度三倍以上）

g. 分样筛：22.4mm，10mm，5mm，1mm 方孔筛，80目筛（筛孔180μm）；

h. 分样铲（见图3）及挡板；

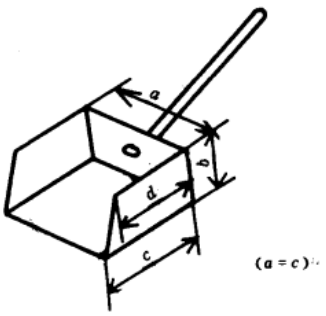


图 3 分样铲

i. 钢板；

j. 盛样容器；

k. 干燥箱：能调节温度，使箱内任一点的温度在设定温度 ± 5 ℃之内；

l. 不锈金属十字样板。

6.2 制样要求

6.2.1 制样原则：样品制备包括以下三个不同的操作（必要时进行预先干燥）：

破碎，经破碎和研磨以减小样品的粒度。

混合，使样品达到均匀。

缩分，缩分样品为两份或多份，以减少样品质量。

以上三项操作进行一次，即组成样品制备的一个阶段。

6.2.2 在制样过程中，应防止样品的成分发生变化和污染。水分样品应防止水分变化。

6.2.3 样品的预先干燥：样品过于潮湿不能破碎、缩分时，可在低于105℃进行干燥或空气干燥，达到样品可自由通过破碎机和缩分器的程度，预先干燥可在制样的任一阶段进行。需要时，将干燥前、后样品称量，按式（8）计算预先干燥水分A（%）：

$$A=\frac{W-W_1}{W}\times 100 \qquad (8)$$

式中：W——干燥前样品总质量，kg；

W_1——干燥后样品总质量，kg。

6.2.4 样品的破碎：样品的破碎应使用机械设备。手工破碎只限于破碎个别大块样品至第一阶段破碎机的最大给料粒度。

应定期校核破碎机性能，并调节至排料小于规定的最大粒度。在制备成分分析样品过程中，因难于破碎的样品往往在成分上有差异，所以必须使全部样品破碎至规定粒度。

制样前用本批矾土（不得使用样品）先在破碎机中通过，再清扫干净。制样后残留在破碎机内部的样品，必须注意全部取出防止损失。

6.2.5 样品的混合：将样品通过二分器三次混合，每次通过后将两部分样品合并，小于1mm 样品

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

也可三次转堆混合。

6.3 样品的缩分

可采用下列的一个方法或几个方法并用。

6.3.1 二分器缩分法

二分器（见图2）是非机械式样品缩分器，通常用手工给料，样品单次通过被分成二等份，一份保留，另一份通常舍弃。

格槽宽度至少为样品最大粒度的2.5倍，二分器的一半格槽数一般为8个以上，所用二分器需参照GB 2007.4及GB 2007.5进行校核，证明是符合要求的方可使用。

缩分程序：

a. 样品通过二分器三次混合后，放入给料容器；

b. 将给料容器内的样品铺平，缩分时使样品沿二分器全部格槽均匀撒落，要控制给料速度，保证格槽不堵塞，如发现二分器被样品堵塞，必须清理后再继续操作；

c. 通过二分器的样品收集于两个接收容器内，接收器应与主体密合，以减少粉尘和水分的损失；

d. 随机选择一个接收容器内的样品为保留样品，如需进一步缩分，保留样品可再次或多次通过二分器，此时要从二分器两侧交替收集保留样品。

e. 缩分留量：缩分大样或副样制备成分分析样品时，对应于最大粒度的最小留样量不能少于表4规定。

表4 最小缩分留样量 kg

最大粒度，mm	缩分大样的最小留样量	缩分副样的最小留样量
22.4	60	30
10	15	7.5
1	1	0.5

6.3.2 份样缩分法

本方法是缩分比大、精密度高的方法，也是经第一次缩分即能取出水分样品的方法。

缩分程序：

a. 样品充分混合后，在光滑、不吸水、不沾污的混样板上按表5，堆成厚度均匀的长方形；

表5 样品最大粒度、样品层厚度和分样铲尺寸 mm

样品最大粒度	样品层厚度	分样铲尺寸				样铲材料厚度	分样铲容积 cm^3
		a	*b*	*c*	*d*		
22.4	35～45	80	45	80	70	2	约300
10	25～35	60	35	60	50	1	约125
5	20～30	50	30	50	40	1	约75
1	10～15	30	15	30	25	0.5	约15

b. 将样品平堆划成等分的网格，缩分大样不得少于20格，缩分副样不得少于12格，缩分份样不得少于4格（见图 4）；

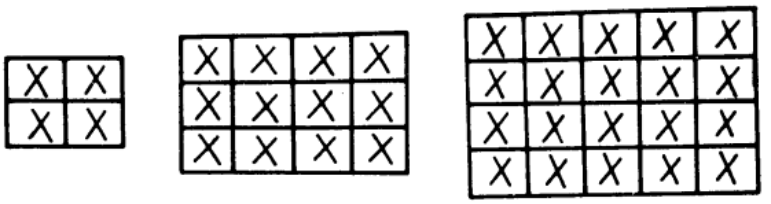


图 4

c. 用表 5 规定的分样铲从每格中随机取一满铲，收集一个份样；

d. 将挡板垂直插入样品平堆底部，然后将分样铲于距挡板约等于 c 处垂直插入平堆底部，水平移动分样铲至分样铲开口端部接触挡板（见图 5），使混样板上的这部分矾土颗粒全部被收集。

将分样铲和挡板同时提起，防止矾土颗粒从分样铲开口流失，将各份样合并为缩分样品，当大样数量多时，可将大样分成几等分，多次按上述同样操作缩分。

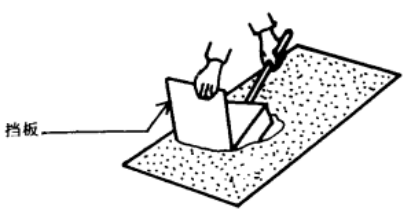


图 5

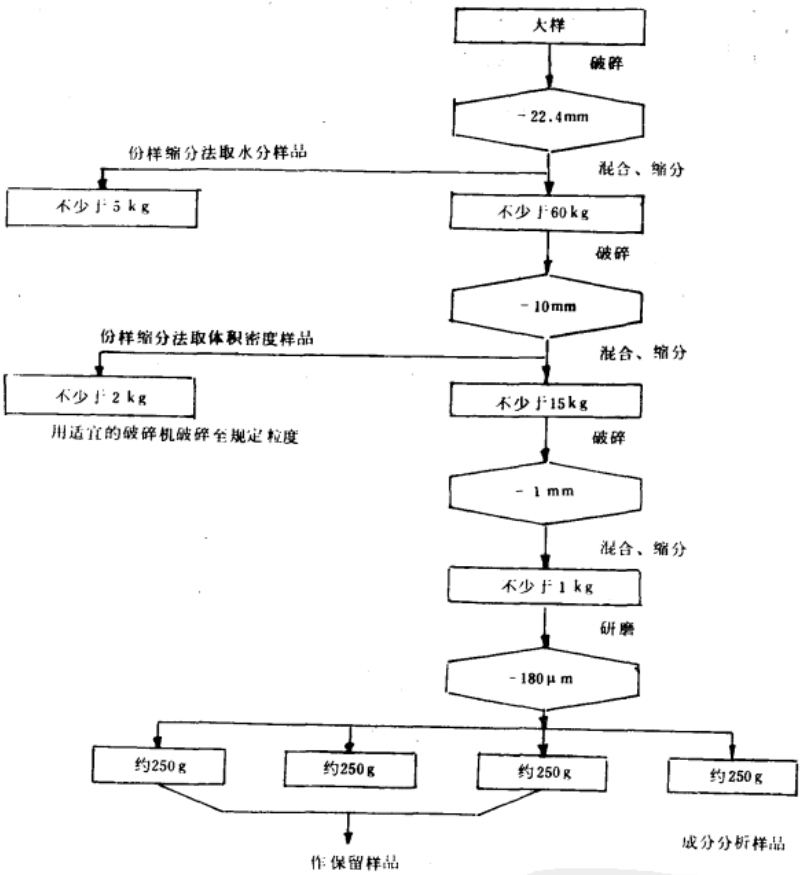
6.3.3 圆锥四分法

将样品置于洁净、平整的钢板上、堆成圆锥形，每铲自圆锥顶尖落下，使均匀地沿锥尖散落，注意勿使圆锥中心错位，如此反复至少转堆三次，使充分混匀，然后将圆锥顶尖压平，用十字板自上压下，分成四等份，任取二个对角的等份，重复操作数次，缩分至不少于该粒度的最少留量（见表 4）。

颗粒样品堆成圆锥时容易产生偏析，造成缩分偏差，样品粒度大于 1 mm 不宜使用圆锥四分法。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

7 制样程序示例



8 样品容器和标签

8.1 送化验室的水分样品应装入不吸水的密封容器内，并附以标签。

8.2 送化验室的成分分析样品应装入样品袋中，并附以标签。

8.3 标签上注明以下各项：

a. 编号；

b. 品名、等级、产地；

c. 批量或取样单元量（t）；

d. 船名或车号；

e. 样品种类（如成分分析样品、水分样品等）；

f. 取样、制样人员；

g. 取样、制样地点、日期及天气。

附加说明：

本标准由中华人民共和国国家进出口商品检验局提出。

本标准由中华人民共和国秦皇岛进出口商品检验局负责起草。

本标准主要起草人姚利林。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

中华人民共和国国家标准

UDC 622-3:543.05

GB 2010—87

散装滑石取样、制样方法

Method of sampling and sample preparation of talc in bulk

代替 GB 2010—80

1 适用范围

本标准适用于散装滑石化学成分、水分、粒度及其他物理项目检测用样品的采取和制备。

2 引用标准

GB 2007.1 散装矿产品取样、制样通则 手工取样方法
GB 2007.2 散装矿产品取样、制样通则 手工制样方法
GB 2007.3 散装矿产品取样、制样通则 评定品质波动试验方法
GB 2007.4 散装矿产品取样、制样通则 精密度校核试验方法
GB 2007.5 散装矿产品取样、制样通则 取样系统误差校核试验方法
GB 2007.6 散装矿产品取样、制样通则 水分测定方法——热干燥法
GB 2007.7 散装矿产品取样、制样通则 粒度测定方法——手工筛分法

3 术语定义

同GB 2007.1～GB 2007.7中的规定。

4 一般规定

4.1 本标准规定取样、缩分、测定的总精密度β_{SDM}和取样精密度β_S以SiO_2%计（概率为95%），见表1、表2。

表 1 一批滑石应取份样的最少个数及精密度

品质波动，% / 份样数 / 批量，t	小	中	大	精密度		取样单元数
	$S_W<1.0$	$1.0\leqslant S_W<1.5$	$S_W\geqslant1.5$	β_S	β_{SDM}	
2 000以上～4 000	30	60	120	0.37	0.62	2～4
1 000以上～2 000	20	40	80	0.45	0.85	1～2
500以上～1 000	15	30	60	0.52	0.89	1
500及以下	10	20	40	0.70	1.00	1

国家标准局1987-12-15批准 1988-10-01实施

表 2　二级取样时应选最少车数m

批　量，t	车间品质波动标准偏差S_b									β_S，SiO_2%
	小			中			大			
	车内品质波动标准偏差S_w									
	小	中	大	小	中	大	小	中	大	
2 400以上～3 600	20	22	28	24	25	30	29	30	33	0.40
1 200以上～2 400	13	14	18	15	16	19	17	18	19	0.45
600以上～1 200	8	9	11	9	10	11	9	10	11	0.50
600及以下	4	5	6	5	5	6	5	5	6	0.70

4.2　本标准所列取样及缩分方法中的第一法为仲裁法。

4.3　必须严格按照本标准规定的方法取样、制样，并根据需要进行精密度校核试验。

4.4　交货批量大时，每约1000t作为一个取样单元，分别制样测定，并将各取样单元的结果加权平均后，作为交货批的结果。

4.5　如滑石品质极不均匀或混入外来杂质，必须加工整理后再行取样。

4.6　取样、制样所用的设备、工具和盛样容器必须保持洁净、坚固耐用。

4.7　成分分析样品应根据需要妥善保管至少 6 个月，以备核查。

4.8　在整个取样、制样过程中应注意安全操作。

4.9　评定品质波动试验方法、精密度校核试验方法及取样系统误差校核试验方法按照GB 2007.3～GB 2007.5执行。水分及粒度测定参照GB 2007.6和GB 2007.7执行。

5　取样

5.1　取样简要程序

5.1.1　验明取样交货批或取样单元及其质量。

5.1.2　确定样品用途及其所需检验的品质特性项目。

5.1.3　根据最大粒度决定份样量及取样工具的容量。

5.1.4　确定交货批的品质波动类型及达到规定取样精密度所需份样个数。

5.1.5　采用系统或分层取样方法时，确定从交货批中应取的最少份样数，采用二级取样方法时先从全部交货批中选定应取货车数，再从选出的货车中取份样。

5.1.6　确定取样间隔，以固定质量或时间间隔取份样。

5.1.7　决定取样部位和取份样的方法。

5.1.8　确定份样组合方法，然后按需要组成副样或大样。

5.2　取样工具

a.　尖头钢锹；

b.　取样铲（见表 3、图 1）；

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

表 3 份样量和取样铲规格 mm

最大粒度	份样量，kg	取样铲尺寸				
		a	*b*	*c*	*d*	*e*
150	15					
100	10	300	110	300	220	100
50	5	150	75	150	130	65
22.4	2	80	45	80	70	35
10	0.5	60	35	60	50	25

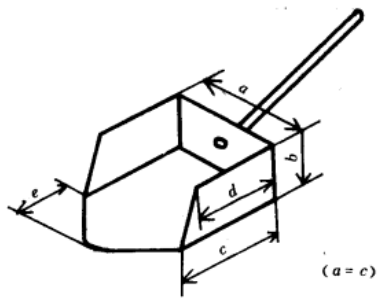


图 1 取样铲

注：其他工具包括机械辅助取样工具也可用于取份样。

c. 钢锤；

d. 带盖盛样桶或内衬塑料薄膜的盛样袋。

5.3 份样数

5.3.1 系统取样和分层取样应取的最少份样数及精密度（以SiO_2%计）见表 1 、表 2 。

表 1 中，S_w 表示取样批、取样单元或层内的份样间标准偏差，S_w 值按GB 2007.3求出。

品质波动大小不明时，应尽快进行评定试验，也可结合日常取样工作进行，以确定品质波动大小，对品质波动类型未知的和需要做粒度检验的滑石，份样数按品质波动大的取。

5.3.2 二级取样法应取最少车数见表 2 。

5.4 份样量

根据最大粒度确定每个份样应取的最小质量（见表 3 ）。所取的份样量应大致相等，其变异系数 CV 不超过 20 %。

当份样量的 $CV>20\%$ 时，应单独制样测定，或在适当的制样阶段，当缩分的份样量大致相等时，再合并成副样或大样。

5.5 取样方法

5.5.1 系统取样方法

在一批散装滑石装卸、加工或衡量的移动过程中，按一定的质量或时间间隔取份样，份样间的间

隔可根据表1中规定的份样数和实际批量按式（1）计算：

$$T \leqslant \frac{Q}{n} \text{ 或 } T' \leqslant \frac{60Q}{nG} \quad \cdots\cdots (1)$$

式中：T——取样质量间隔，t；

Q——批量，t；

n——表1规定的份样数；

T'——取样时间间隔，min；

G——每小时的装卸量，t/h。

取第一个份样时，可在第一间隔内随机确定，但不可在第一间隔的起点开始，以后继续取的份样按计算的间隔取。取样间隔不得大于计算所得的间隔。如果按固定间隔应取份样数已经完成。而滑石的装卸、加工或衡量尚在进行，则应仍按原定间隔继续取份样，直至整批滑石移动完毕为止。

如在运输带上或落口处取份样，须截取滑石流的全截面，如在用抓斗、吊兜、铲车及其他工具装卸或堆垛过程中取样，应在装卸或堆垛过程中露出的新截面上取样，也可在装卸工具中取样。取样点均匀地分布在整批滑石的各个部位，而不仅是它的表层或某一局部。取样点的直径约为最大粒度的三倍，但不得小于100mm。

所取份样的粒度比例应大致符合取样间隔或取样部位的粒度比例。所得大样的粒度比例应与整批滑石的粒度分布大致相符。

5.5.2 分层取样方法

一批滑石在装卸、加工、堆垛过程中，分几层取样（不得少于三层），根据每层的质量按比例在新露出的面上均匀布点取份样，同时必须注意粒度比例，使每层所取份样的粒度比例与该层滑石的粒度分布大致相符。取样点的范围同5.5.1条。每层应取份样数按式（2）计算：

$$n_1 = \frac{n \times Q_L}{Q} \quad \cdots\cdots (2)$$

式中：n_1——每层应取份样数；

n——表1规定份样数；

Q_L——每层质量，t；

Q——批量，t。

5.5.3 货车取样方法

5.5.3.1 全部货车取样方法

份样的采取，原则上从货车装卸过程中新露出的面上随机定点取份样。当组成一批矿石的货车数少于规定的份样数时，每车应取最少份样数n_2按式（3）计算（如有小数进为整数）：

$$n_2 = \frac{n}{M} \quad \cdots\cdots (3)$$

式中：n——表1规定最少份样数；

M——交货批所装的货车数。

当规定的份样数少于货车数时，每个货车至少取一个份样。货车装载量不同时，份样数的分配应与装载量成正比。

5.5.3.2 二级取样法

当货车装载量为60t时，根据表2规定先从全部货车中选出m个货车，每车取4个份样。

当货车装载量不是60t时，则应选货车的最小个数m'按式（4）计算（如有小数进为整数）：

$$m' = m\sqrt{\frac{60}{C}} \quad \cdots\cdots (4)$$

式中：C——货车装载量，t。

从每个货车中所取份样个数n_3按式（5）计算（如有小数予以舍弃）：

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

$$n_3 = 4\sqrt{\frac{C}{60}} \quad \cdots\cdots (5)$$

如因条件所限不能采用上述四种方法取样，可酌情变更取样方法，但所采用的方法必须按GB 2007.5取样系统误差校核试验方法校核，证明无显著差异后方可采用。

5.6 注意事项

5.6.1 水分样品应在衡量前后立即取样，置于洁净、密闭的容器内，注意勿使水分在测定前发生变化。当批量很大，装卸时间长或下雨、气温高时，须将整批滑石分成几部分，将每一部分的份样制备成副样，测定水分。

5.6.2 最大粒度大于150mm的滑石，可用砸取的办法取份样，即在取样点内有150mm以上大块时将其砸碎，取其能代表大块品质的部分碎块样品，取粒度样品时不能砸取。

5.6.3 水分、粒度测定可参照GB 2007.6及GB 2007.7进行。水分测定在105±5 ℃的温度进行烘干，如已进行预干燥，则应将预干燥水分A（%）一并计算。

6 制样

6.1 制样工具

a. 颚式破碎机；
b. 对辊破碎机；
c. 圆盘粉碎机；
d. 密封式振荡研磨机；
e. 三头研磨机：附玛瑙乳钵；
f. 二分器（见图2）；

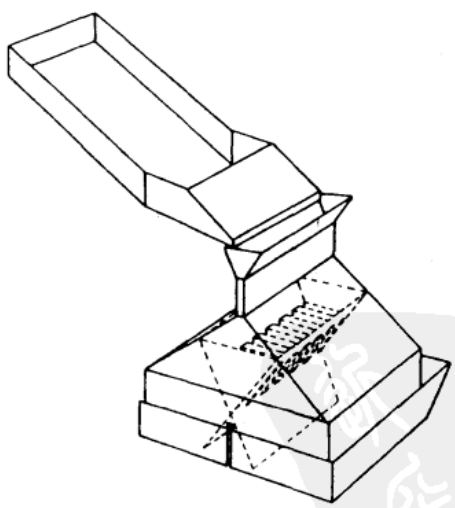


图2 密封式二分器

（簸箕及料斗溜槽开口宽度为样品最大粒度三倍以上）

g. 分样铲（见图3）及挡板；

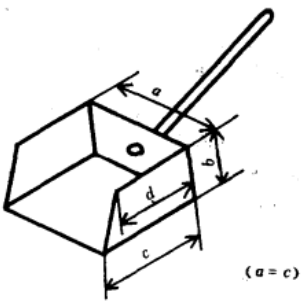


图 3　分样铲

h. 分样筛：22.4 mm、10mm、1 mm方孔筛，80目筛（筛孔180μm）；

i. 不锈金属十字分样板；

j. 盛样容器；

k. 干燥箱：具调温装置，使箱内任一点的温度在设定温度 ± 5 ℃以内。

6.2 制样要求

6.2.1 制样原则：样品制备包括以下三个不同操作（必要时尚须进行预先干燥）。

破碎，经破碎和研磨以减小样品的粒度。

混合，使达到均匀。

缩分，将样品缩分为二份或多份，以减少样品的质量。

以上三项操作进行一次，即组成样品制备的一个阶段。

6.2.2 在制样过程中，应防止样品的水分和成分有任何变化和污染。

6.2.3 样品的预先干燥：样品过于潮湿不能破碎、缩分时，可在低于105 ℃的温度进行干燥或自然风干，以达到样品可自由通过破碎机和缩分器的程度，预先干燥可在制样的任一阶段进行。需要时将干燥前、后样品称量，计算预先干燥的水分 A（%）：

$$A = \frac{W - W_1}{W} \times 100 \quad \cdots\cdots (6)$$

式中：W——干燥前样品总质量，kg；

W_1——干燥后样品总质量，kg。

6.2.4 样品的破碎：样品的破碎应使用机械设备、手工破碎只限于个别大块样品至第一阶段破碎机的最大给料粒度。

应定期校核破碎机的性能，并调节至排料小于规定的粒度（用分样筛校核）。在制备成分分析样品过程中，因难于破碎的部分往往成分上有差异，所以必须使全部样品破碎至规定粒度。

制样前用本批滑石（不得使用样品）先在破碎机中通过，再清扫干净。制样后残留在破碎机内部的样品，必须注意全部取出防止损失。

6.2.5 样品的混合：将样品先通过二分器三次混合，每次通过后将两部分样品再行合并，小于1mm的样品也可用三次转堆混合。

6.3 样品的缩分

可使用下列的一个方法或几个方法并用。

6.3.1 二分器缩分法：二分器系非机械式样品缩分器，通常用手工给料，样品单次通过二分器被分成二等分。一份保留，另一份通常舍弃。

格槽宽度至少为样品最大粒度的2.5倍。二分器的一半格槽数一般为 8 个以上，所用的二分器应参

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

照GB 2007.4精密度校核试验方法及GB 2007.5取样系统误差校核试验方法进行校核，证明符合要求方可使用。

缩分程序：

a. 样品通过二分器三次混合后。放入给料容器内；

b. 将给料容器内的样品铺平，缩分时使样品沿二分器全部格槽均匀撒落。给料时要控制好给料速度。保证格槽不堵塞。如发现二分器被样品堵塞。必须清理后再继续操作；

c. 通过二分器的样品收集于两个接收器内；

d. 随机选择一个接收器内的样品为保留样品，如需进一步缩分，保留样品可再次或多次通过二分器。此时要从二分器两侧的接收器内交替收集保留样品，接收器应与主体密合，以减少粉尘和水分的损失；

e. 缩分留量：缩分大样、副样制备成分分析样品时，相应于最大粒度的最小留样量不能少于表4规定。

表 4 最小缩分留量

最大粒度，mm	最小留样量，kg	
	大 样	副 样
22.4	60	30
10	15	7.5
5	4	2.0
1	1	0.5

6.3.2 份样缩分法：本方法是缩分比大，且精密度高的缩分法。

将样品置于平整洁净的钢板上充分混合后，根据破碎粒度按表5所列厚度铺成长方形平堆，然后将样品平堆划成等分的网格，缩分大样不得少于20格。缩分副样不得少于12格，缩分份样不得少于4格（见图4）。用挡板垂直至平堆底部，然后将分样铲于距离挡板约等于c处插至底部，水平移动直至分样铲开口的端部接触挡板（见图5），将分样铲和挡板同时提起，以防止样品从分样铲开口处流失。从各格中取出的等量的一满铲。集合为缩分样品，当大样数量多时，可将大样分成几个等分，多次按上述同样操作缩分。

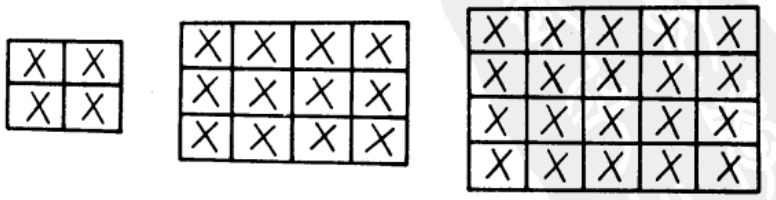


图 4

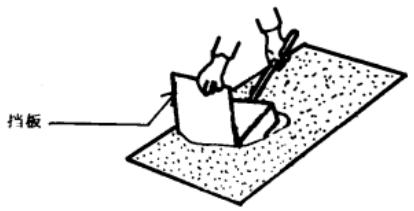


图 5

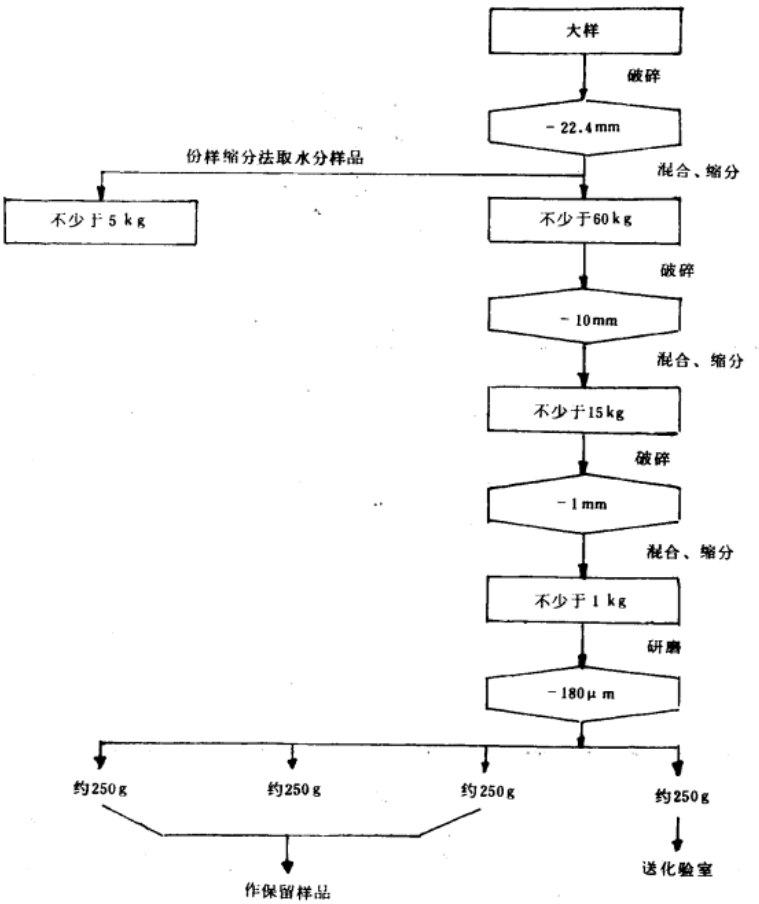
表 5　样品粒度、样品层厚度及分样铲尺寸　　mm

样品最大粒度	样品层层度	分样铲尺寸				材料厚度	分样铲容量 cm^3
		a	*b*	*c*	*d*		
22.4	35～45	80	45	80	70	2	约300
10	25～35	60	35	60	50	1	约125
5	20～30	50	30	50	40	1	约75
1	10～15	30	15	30	25	0.5	约15

6.3.3　圆锥四分法：将样品置于洁净、平整的钢板上，堆成圆锥形，每铲从圆锥顶尖落下，使均匀地沿锥尖散落，注意勿使圆锥中心错位，如此反复至少转堆三次，使充分均匀，然后将圆锥顶尖压平，用十字板自上压下，分成四等分，任取两个对角的等分，重复操作数次，缩分至不少于该粒度的最少留量（见表 4）。由于大颗粒样品堆成圆锥时容易产生偏析，造成缩分偏差，样品粒度大于 1 mm不宜使用圆锥四分法。

6.4　制样流程图示例（二分器缩分法）

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载



6.5 样品容器和标签

6.5.1 送化验室的水分样品应装入不吸水的密闭的容器中，并附以标签。

6.5.2 送化验室的成分分析样品应装入样品袋内，并附以标签。

6.5.3 标签上注明以下各项：

a. 编号；

b. 品名、等级、产地；

c. 批量或取样单元量（t）；

d. 船名或车号；

e. 取样、制样人员；

f. 取样、制样地点、日期及天气。

附加说明：

本标准由中华人民共和国国家进出口商品检验局提出。

本标准由中华人民共和国辽宁进出口商品检验局负责起草。

本标准主要起草人段建民。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

中华人民共和国国家标准

水 泥 取 样 方 法

GB 12573—90

Sampling method of cement

1 主题内容与适用范围

本标准规定了水泥取样的工具、部位、数量及步骤等。

本标准适用于出厂水泥的取样。质量控制及质量监督取样亦应参照采用。

2 术语

2.1 手工取样 用人力操作取样工具采集水泥样品的方法。

2.2 机械取样 使用自动取样设备采集水泥样品的方法。

2.3 连续取样 不间断地取出水泥样品的方法。

2.4 检查批 为实施抽样检查而汇集起来的一批单位产品。

2.5 编号 代表检查批的代号。

2.6 份样 由一个部位取出的规定量水泥。

2.7 混合样 从一个编号内取得的全部水泥份样，经充分混匀后制得的样品。

2.8 试验样和封存样 混合样均分为二，一份为试验样，用作出厂水泥的质量检验；一份为封存样，密封贮存以备复验仲裁。

2.9 分割样 在一个编号内按每 1/10 编号取得的份样，用作分割样品质试验。

2.10 通用水泥 用于一般土木建筑工程的水泥。

3 取样

3.1 取样工具

3.1.1 机械取样器

机械取样采用图 B1 所示的自动连续取样器，其他能够取得有代表性样品的机械取样装置亦可采用。

3.1.2 手工取样器

a. 袋装水泥：采用图 B2 所示的取样管。

b. 散装水泥：采用图 B3 所示的取样管。

也可采用其他能够取得有代表性样品的手工取样工具。

3.2 取样部位

a. 水泥输送管路中(适用于机械取样)。

b. 袋装水泥堆场。

c. 散装水泥卸料处或输送水泥运输机具上。

注：不应在污染严重的环境中取样。

3.3 样品数量

国家技术监督局 1990-12-15 批准　　1991-10-01 实施

3.3.1 混合样

取样数量应符合各相应水泥标准的规定。

3.3.2 分割样

a. 袋装水泥：每 1/10 编号从一袋中取至少 6 kg。

b. 散装水泥：每 1/10 编号在 5 min 内取至少 6 kg。

3.4 取样步骤

3.4.1 自动取样器取样：采用 3.1.1 规定的取样装置取样。该装置一般安装在尽量接近于水泥包装机的管路中，从流动的水泥流中取出样品，然后将样品放入洁净、干燥、不易受污染的容器中。

3.4.2 取样管取样：采用图 B2 的取样管取样。随机选择 20 个以上不同的部位，将取样管插入水泥适当深度，用大拇指按住气孔，小心抽出取样管。将所取样品放入洁净、干燥、不易受污染的容器中。

3.4.3 槽形管状取样器取样：当所取水泥深度不超过 2 m 时，采用图 B3 的槽形管式取样器取样。通过转动取样器内管控制开关，在适当位置插入水泥一定深度，关闭后小心抽出。将所取样品放入洁净、干燥、不易受污染的容器中。

3.5 样品制备

3.5.1 样品缩分

样品缩分可采用二分器，一次或多次将样品缩分到标准要求的规定量。

3.5.2 试验样及封存样

将每一编号所取水泥混合样通过 0.9 mm 方孔筛，均分为试验样和封存样。

3.5.3 分割样

每一编号所取 10 个分割样应分别通过 0.9 mm 方孔筛并按附录 A 进行试验，不得混杂。

注：样品不得混入杂物及结块。

3.6 样品的包装与贮存

3.6.1 样品取得后应存放在密封的金属容器中，加封条。容器应洁净、干燥、防潮、密闭、不易破损、不与水泥发生反应。

3.6.2 封存样应密封保管三个月。试验样与分割样亦应妥善保管。

3.6.3 存放样品的容器应至少在一处加盖清晰、不易擦掉的标有编号、取样时间、地点、人员的密封印，如只在一处标志应在器壁上。

3.6.4 封存样应贮存于干燥、通风的环境中。

3.7 取样单

样品取得后，均应由负责取样操作人员填写如下表所示的取样单。

×××水泥厂取样单

水泥编号	水泥品种及标号	取样日期	取样人签字	备注

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

附 录 A
分割样品质试验
（补充件）

A1 试验方法

分割样的品质试验按通用水泥相应的技术要求试验方法进行。其他水泥亦应参照采用。

A2 要求

A2.1 分割样试验每季度进行一次。可任选一个品种、标号。

A2.2 分割样的品质试验结果必须符合水泥标准技术要求。

A2.3 分割样取得后应立即进行试验。全部样品必须在一周内进行完毕。

A2.4 当分割样试验结果有低于水泥的技术要求时，或水泥28天抗压强度变异系数大于6%时，即应每季度进行二次；当仍有低于技术要求，或变异系数大于6%时，则每月进行一次。

A2.5 以上试验次数的增加，直至分割样试验结果全部符合A2.2的要求时，方可恢复为每季一次。

A2.6 增加试验时，一般应用同品种、标号的水泥。

A3 变异系数的计算

A3.1 分割样平均值 $\overline{X}$

$$\overline{X}=\frac{1}{10}\sum_{i=1}^{10}X_i \qquad \cdots\cdots(A1)$$

式中：X_i ——分割样抗压强度值，MPa。

A3.2 分割样标准偏差 S

分割样标准偏差 S 按式(A2)计算：

$$S=\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{10}(X_i-\overline{X})^2}{10-1}} \qquad \cdots\cdots(A2)$$

A3.3 分割样变异系数 C_v

分割样变异系数 C_v（%）按式(A3)计算：

$$C_v=\frac{S}{\overline{X}}\times 100 \qquad \cdots\cdots(A3)$$

表 A1

强度 / 分割样	抗压强度，MPa	
	3天	28天
1	30.1	51.3
2	17.7	41.8
3	25.8	46.5
4	26.3	48.8
5	23.3	42.0
6	23.3	42.1

续表 A1

强度 / 分割样	抗压强度,MPa	
	3天	28天
7	27.4	47.6
8	21.3	41.7
9	26.6	48.5
10	19.6	41.9

A4 计算示例

A4.1 示例1

某工厂425号矿渣水泥分割样试验结果见表A1。

分割样平均值 $\overline{X}_{28}$：

$$\overline{X}_{28}=\frac{1}{10}(51.3+41.8+46.5+48.8+42.0+42.1+47.6+41.7+48.5+41.9)$$
$$=45.2(\text{MPa})$$

分割样标准偏差 S_{28}：

$$S_{28}=\sqrt{\frac{1}{9}\times[(51.3-45.2)^2+(41.8-45.2)^2+(46.5-45.2)^2+(48.8-45.2)^2+(42.0-45.2)^2+(42.1-45.2)^2+(47.6-45.2)^2+(41.7-45.2)^2+(48.5-45.2)^2+(41.9-45.2)^2]}$$
$$=3.70(\text{MPa})$$

分割样变异系数 C_v(%)：

$$C_v=\frac{S_{28}}{\overline{X}_{28}}\times 100=\frac{3.70}{45.2}\times 100$$
$$=8.19$$

该厂28天抗压强度变异系数大于6%，分割样试验应改为每季二次。

附 录 B
水泥取样器
（参考件）

B1 自动连续取样器

自动连续取样器主要适用于水泥成品及原料的自动连续取样，也适用于其他粉状物料的自动连续取样。

B1.1 结构

自动连续取样器结构如图B1所示。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

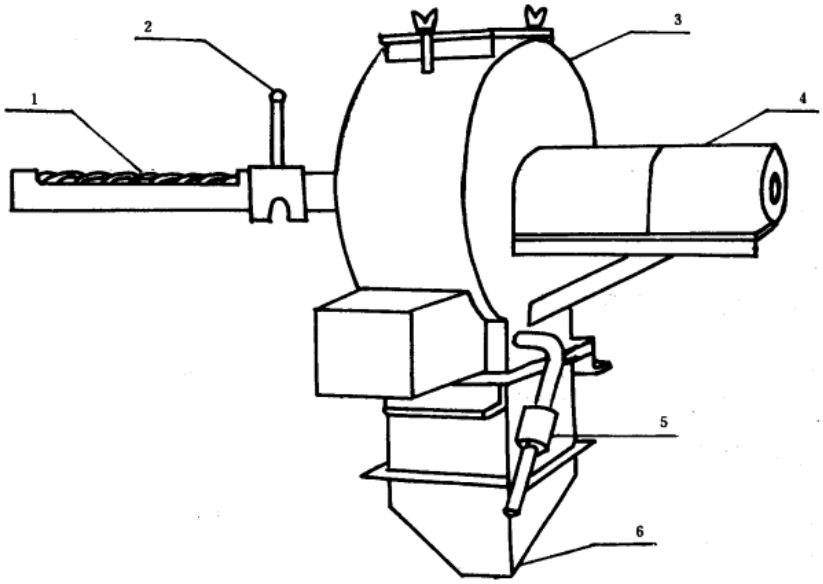


图 B1 自动连续取样器

1—入料处；2—调节手柄；3—混料筒；4—电机；5—配重锤；6—出料口

B1.2 技术要求

B1.2.1 混料筒规格分为两种：A 型 ϕ500 mm×225 mm，B 型 ϕ300 mm×150 mm。

B1.2.2 混料筒最大装料量：A 型为 15 kg，B 型为 5 kg(物料密度不小于 28 g/cm³)。

B1.2.3 电动机功率：120 W。

B1.2.4 取样量应可调，调节范围为 0～8 kg/h。

B1.2.5 取样调节阀及倒料翻转门应灵活自如。

B1.2.6 倒料门四周及各部位密封性能良好，无明显漏灰现象。

B2 袋装水泥取样器

袋装水泥取样采用如图 B2 所示的取样管。

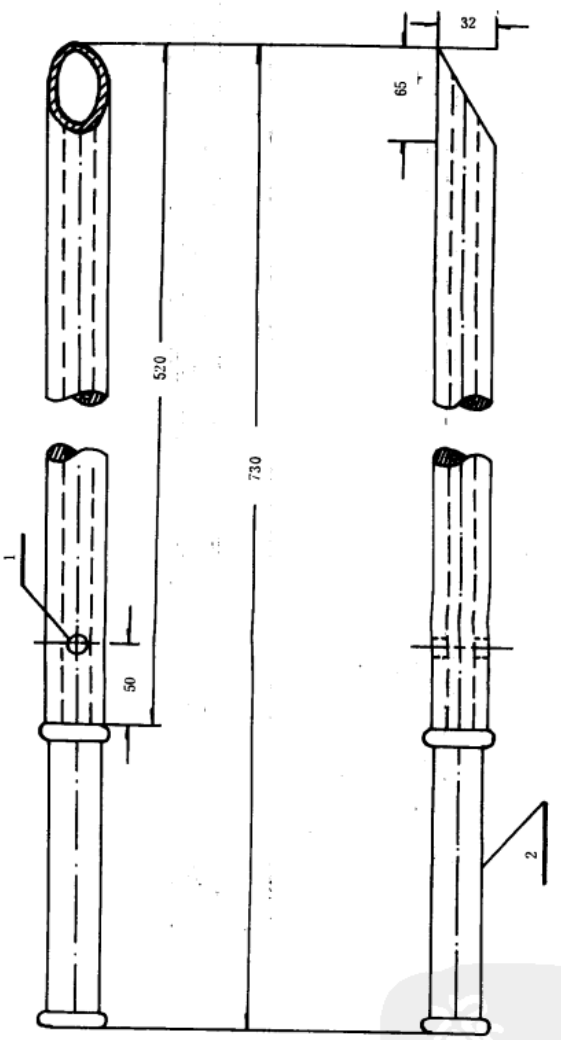


图 B2　袋装水泥取样管

1—气孔；2—手柄

材质：黄铜　　气孔和壁厚尺寸自定

B3　散装水泥取样器

散装水泥取样采用如图 B3 所示的取样管。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

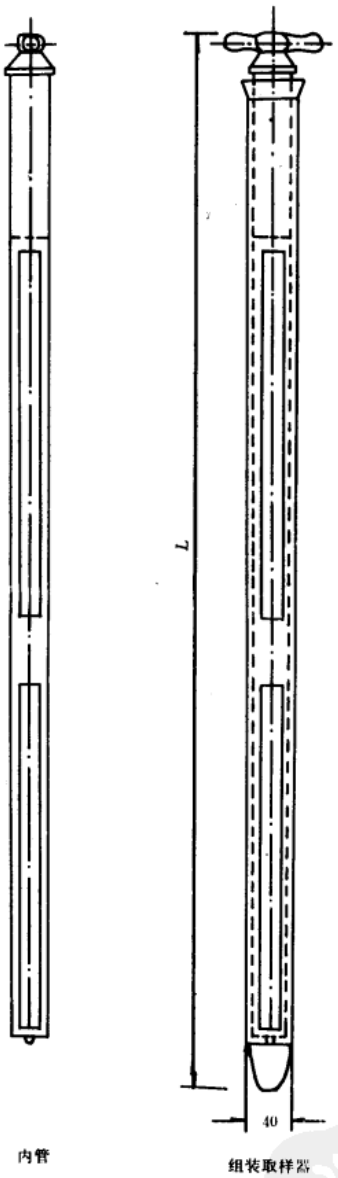


图 B3　散装水泥取样管

$L = 1\,000 \sim 2\,000$

附加说明：

本标准由国家建筑材料工业局提出。

本标准由中国建筑材料科学研究院技术归口。

本标准由国家建筑材料工业局标准化研究所负责起草。

本标准主要起草人方德瑞、魏从九。

中华人民共和国国家标准

化工用石灰石采样与样品制备方法

GB/T 15057.1—94

Limestone for chemical industry
—Methods of sampling and preparing

1 主题内容与适用范围

本标准规定了化工用石灰石采样与样品制备方法。

本标准适用于化工用石灰石分析试样的采取和制备。

2 引用标准

GB/T 4650 工业用化学产品采样词汇

GB/T 6678 化工产品采样总则

3 采样方法

3.1 矿堆采样

采样点应离顶部、底部不小于 0.3m，离表面不小于 0.2m，同批采取的各点份样量应相近似。

3.1.1 小于 1000t 矿石

采样量不小于十万分之二。行距与点距不大于 2.5m，均匀地分布于矿堆表面，在行距与点距的交叉点上采取份样。

3.1.2 大于 1000t 矿石

采样量不小于十万分之一。行距与点距不大于 3.5m，均匀地分布于矿堆表面，在行距与点距的交叉点上采取份样。

3.2 汽车、火车采样

同批采取的各点份样量应相近似。

3.2.1 一个车厢为一个采样单元。由每批矿石的车厢数选取的最少采样单元数按表 1 处理。选取的采样单元应与总的车厢数随机地分布。

3.2.2 采样点应离车壁、底部不小于 0.3m，离表面不小于 0.2m。

3.2.3 汽车车厢按图 1 由 5 点采取份样，火车车厢 30t 按图 2 由 8 点采取份样，50 或 60t 按图 3 由 11 点采取份样。

表 1 选取采样单元数的规定

总体物料的单元数	选取的单元数	总体物料的单元数	选取的单元数
1～10	全部单元	65～81	13
11～49	11	82～101	14
50～64	12	102～125	15

国家技术监督局 1994-05-05 批准　　1995-02-01 实施

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

续表1

总体物料的单元数	选取的单元数	总体物料的单元数	选取的单元数
126～151	16	297～343	21
152～181	17	344～394	22
182～216	18	395～450	23
217～254	19	451～512	24
255～296	20		

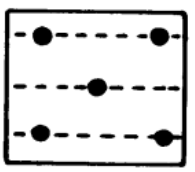


图1

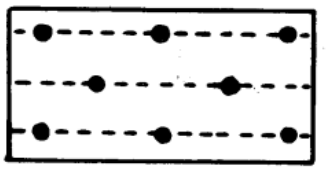


图2

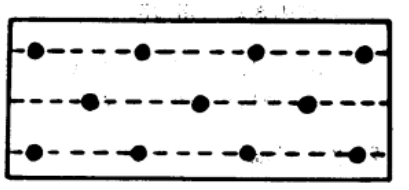


图3

3.3 船舶采样

采样点应离船壁不小于0.3m，离表面不小于0.2m，同批采取的各点份样量应相近似。

3.3.1 小于1000t船舶

采样量不小于十万分之二。行距与点距不大于1.5m，均匀地分布于船舱矿石表面，在行距与点距的交叉点上采取份样。

3.3.2 大于1000t船舶

采样量不小于十万分之一。行距与点距不大于2.0m，均匀地分布于船舱矿石表面，在行距与点距的交叉点上采取份样。

3.4 皮带运输机采样

同批采取的份样量应相近似。

3.4.1 每小时采样一次，采取量为每小时皮带运输机通过量的十万分之二。

3.4.2 采样位置可在皮带运输机的任一段进行。每次随机地在皮带运输机横截面上连续采取三点份样。

3.4.3 不足4h运输量的矿石，由皮带运输机横截面的采样次数不少于6次；不足2h运输量的矿石，不少于4次。

4 样品制备

4.1 按批混合各份样则为该批的样品。

4.2 混合的样品需经破碎、粉碎、磨细等步骤。每步骤均应过筛、混匀并用四分法缩分。每次缩分应按下式进行：

$$Q=Kd^2$$

式中：Q——缩分出样品的最小可靠质量，kg；

d——样品颗粒的最大直径，mm；

K——矿石的均匀系数，石灰石为0.1。

4.3 按4.2条制备的样品全部通过1mm筛孔后，缩分至0.2kg，磨细并全部通过125μm筛孔，再用四分法等量分取两份，分装在两个清洁、干燥的磨口瓶中，密封并注明：生产单位名称、产品名称、等级、批

号、采样人员及采样日期。

一瓶为实验室样品，送往化验室供检验用；另一瓶为备考样品，供日后有争议时复验用。

4.4 样品保存期为两个月。

附加说明：

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由化工部化工矿山设计研究院归口。

本标准由化工部化工矿山设计研究院负责起草。

本标准主要起草人李东好、许秀兰。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

前　言

本标准非等效采用国际标准 ISO 8656-1:1988《耐火原料和不定形耐火材料取样》。

我们认为本标准在制定过程中，有几方面重要的技术内容应在国际标准的基础上，予以完善。

本标准与国际标准有以下不同：

——引用标准；

——增加了定义“最大粒度”；

在耐火原料和不定形耐火材料中，都有一个最大粒度的认定问题。定义最大粒度，避免争议。

——增加标准的附录 A“大样的缩分”；

对耐火原料和不定形耐火材料的取样来说，这一部分内容很重要。如果没有这一部分，取样标准就不完整。

——增加提示的附录 B“不定形耐火材料检测性能和变异系数经验类别”；

增加这个附录是使变异系数具体化，使本标准具备了可操作性，取样中的重要参数、份样数和份样量就有据可依，取样精度有了实施的保证，取样方案才能得以落实。

本标准的附录 A 是标准的附录。

本标准的附录 B 是提示的附录。

本标准由国家冶金工业局提出。

本标准由全国耐火材料标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：国家冶金工业局建筑研究总院、国家冶金工业局信息标准研究院。

本标准主要起草人：肖玲珠、高建平、徐小春。

ISO 前言

ISO(国际标准化组织)是一个世界范围的各国标准化团体(ISO 成员)的联合机构。国际标准的制定工作是通过 ISO 的技术委员会进行的。对已建立的技术委员会的课题感兴趣的每个团体成员都有权参加该委员会。与 ISO 有关的国际组织,政府的和非政府的组织,也可以参与此项工作。ISO 与国际电工委员会(IEC)在所有的电子技术标准方面有密切的协作关系。

技术委员会正式通过的国际标准草案都经过了各成员的投票表决。形成一个正式的国际标准至少要有 75%的成员投赞成票。

国际标准 ISO 8656-1 是由 ISO/TC33 耐火材料技术委员会制定。

ISO 8656 耐火原料和不定形耐火材料取样由以下部分组成:

——第 1 部分:取样方案。

——第 2 部分:变异系数的测定。

附录 A 是 ISO 8656 这部分的必备部分。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

中华人民共和国国家标准

耐火原料和不定形耐火材料 取样

GB/T 17617—1998
neq ISO 8656-1:1988

Refractory products—Sampling of raw materials and unshaped products

1 范围

本标准规定了耐火原料和不定形耐火材料取样的定义、方法和条件。

本标准适用于耐火原料和不定形耐火材料的取样。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 2007.3—1987 散装矿产品取样、制样通则 评定品质波动试验方法

GB/T 2007.4—1987 散装矿产品取样、制样通则 精密度校核试验方法

3 定义

本标准采用下列定义。

3.1 批 lot

在条件一致的生产状态下生产的一批材料。

3.2 交货批 consignment

一次交货材料的数量。一个交货批可由一个或几个生产批组成，也可以由一个生产批中的部分组成。

3.3 检验批 test lot

供检验取样所规定的材料的最小质量。

3.4 包装单元 packaged unit

一定量材料经包装而形成的最小包装体。

3.5 样品 sample

从检验批中取出的材料，用于检测有关数据，对判定交货批或生产批提供依据。

3.6 份样 increment

取样时一次取出的样品。

3.7 大样 bulk sample

同一检验批的所有份样的总和。

3.8 试验室试样 test sample

用于检验或试验室用的样品。一般由大样混合均匀后，按一定的程序进行缩分所得。

3.9 副样 partial sample

即保留样，缩分大样取得与试验室试样平行的样品。

3.10 试样(最终试样、分析试样) test sample(final sample, analytical sample)

国家质量技术监督局 1998-12-14 批准 1999-08-01 实施

将试验室试样按规定制样方法所制备的供检验用(例如:粒度分布、水分含量、化学成分、物理性能等的测定)的样品。

3.11 最大粒度 critical cake

筛余量约5%的筛孔尺寸。

3.12 取样的标准偏差 standard deviation of sample σ

由于取样的偶然变化对所选择性能检测引起的标准偏差 σ。

3.13 变异系数 ν coefficient of variation ν

标准偏差 σ 与算术平均值 $\bar{\chi}$ 的绝对值之比(此值用百分数表示)。

$$\nu = \frac{\sigma}{\bar{\chi}} \times 100\%$$

3.14 精密度 β precision β

性能测定值相一致的程度。当概率为95%时,精密度用两倍的标准偏差表示,即

$$\beta = \pm 2\sigma_{总}$$

4 总则

根据不同材料,交货和包装方法以及取样、制样的条件和情况不同,双方应在实施取样工作前,就采用较佳的取样方案达成协议。取样方案应包括:试验批量,取样时机(动态、静态),材料待测性能及其偏差类别,份样量,份样个数,取样间隔以及取样部位,缩分方法等内容。双方商定的内容,应符合本标准的基本原则。

4.1 取样、制样须在有取样、制样经验的技术人员的监督下进行。

4.2 交货批量应该按照不同生产批或一定重量分成若干个检验批。

4.3 取样最好是在材料动态过程中进行。例如,在交货批装卸或包装时。

4.4 对于袋装交货的某些不定形耐火材料(例如,耐火浇注料),组分分别包装的(如外加剂、水泥……等)应按规定的比例分别取样;在包装或运输中产生某种程度的偏析或分层的,应该先将各组分混合均匀,然后再取样。

4.5 按议定的取样方案,份样取样按周期性系统取样法进行。即从一检验批中或按一定的时间,或按均匀取样间隔,或按等重量间隔取份样,最初的份样从第一间隔内随机取样。

4.6 份样的最小量取决于材料的最大粒度,以避免取样的系统误差,见表1。

4.7 从检验批中所取的份样个数取决于材料性质的偏差和取样精度,见表2。

4.8 取样所用设备、工具、盛样容器必须保持清洁、坚固耐用,水分样品的容器必须是密封、用非吸潮性材料制成。

4.9 在样品的取样、缩分、制备和储存等操作过程中,注意不要改变材料交货状态的试验性能,以防止待测性质发生任何变化。

4.10 如用一个试样进行数项性能测定时,须使试验结果不受数项连续试验的影响。

4.11 必须按规定的程序制备试样

5 取样

5.1 程序

5.1.1 记录待取样的交货批或部分交货批的检验批,例如材料品名、质量类别、重量、运输条件等,确定材料用途及其所要检验的品质特性项目。

5.1.2 估计材料的最大粒度。

5.1.3 按表1确定最小份样量。

5.1.4 确定交货批的性能变异系数类别及达到规定取样精确度所需要的份样个数,见表2。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

5.1.5 计算最小大样量(份样量×份样个数),验证是否符合待作试验的大样数量要求。如不足时,应加大份样量或份样个数。

5.1.6 制定取样方案,确定取样点、取样间隔和取份样的方法。

5.1.7 确定大样的合成、缩分方法。

5.1.8 按取样方案抽取要求的份样个数。

5.1.9 在合成大样之前,如有必要,也可以预先缩分份样。

5.1.10 根据有关方面协议,按取样和制样方案从份样或大样中制备试验室试样。同时制得副样,供发生争议时复检使用。

5.2 份样量

5.2.1 根据材料的最大粒度,按表1确定份样的最小量。

表1 按最大粒度确定的最小份样量

最大粒度 mm	最小份样量 kg
>100	30
100	15
50	5
20	2
10	0.5
3	0.2
1	0.05

注

1 当密度小于1 g/cm³的材料,其最小份样量可以由材料的体积密度值乘以表中的最小份样量得出。

2 如果块度很大,须有特别协议。对于需预研磨或预均化的材料,最小份样量不能按最粗的骨料粒度确定,而应该按预研磨之前的最大粒度确定。

5.2.2 实际份样量取决于取样设备和试验项目。

5.2.3 当份样量确定后,取样时要使所有的份样都取大致相同的量。

5.3 性能按变异系数范围分类

5.3.1 待检测性能的离散性用其变异系数ν表示。

5.3.2 变异系数值分为三类:

1类 $\nu \leqslant 5\%$ 小偏差

2类 $5\% < \nu \leqslant 15\%$ 中偏差

3类 $15\% < \nu \leqslant 30\%$ 大偏差

5.3.3 确定某性能的变异系数须先要确定其标准偏差,标准偏差是运用方差法或分析法从相应的试验结果中得到的。

注:凡首批材料的变异系数必须按照GB/T 2007.3测定。

5.4 份样数和取样精度

5.4.1 确定检验批取样样品组成大样的份样数n,可按有关方面达成的协议执行;但首先应考虑最大变异系数的影响。分析待测性能的标准偏差和变异系数,以及相应的取样精度β_1,用公式(1)、公式(2)、公式(3)、公式(4)可以计算出选取一定取样精度时的份样数n。

注:按照GB/T 2007.4评定取样精度。

5.4.2 将计算出的变异系数值划分在最接近的一类变差,用该特性的最大临界变异系数和检验批选择份样个数n,见表2。

表 2　最小份样数和取样精度

批　量 m $\times 10^3$ kg	变异系数类别					
	1 类 $\nu \leqslant 5\%$		2 类 $5\% < \nu \leqslant 15\%$		3 类 $15\% < \nu \leqslant 30\%$	
	n	β_1	n	β_1	n	β_1
$m<1$	4	5.00	4	15.00	8	21.21
$1 \leqslant m<5$	4	5.00	6	12.25	12	17.32
$5 \leqslant m<10$	4	5.00	8	10.61	16	15.00
$10 \leqslant m<50$	6	4.08	12	8.66	24	12.25
$50 \leqslant m<100$	8	3.54	16	7.50	32	10.61
$100 \leqslant m<500$	12	2.89	24	6.12	48	8.66
$500 \leqslant m<1\,000$	16	2.50	32	5.30	64	7.50
$1\,000 \leqslant m$	20	2.24	40	4.74	80	6.71

5.4.3　按照表 2 中规定的性能变异系数类型和试验批量得出符合要求的取样精度所需要的份样数。表 2 中的 n 值是最小值，实际的份样数一般都应该不小于表中规定的最小值。

5.4.4　当不知道变异系数、待测的材料几项性质有不同的变异系数或者变异系数大于 30，则用表 2 的第三类值(大偏差)。也可参考使用提示附录中的经验型变异系数类别。

5.4.5　当要求较高的试验精度时，其取样份数可以按表 2 中取较大类别。

5.4.6　从经济观点出发，或因为相应的制样和试验方法精度值太高，可考虑较低的取样精度。

5.4.7　在检验批用不同的运输工具运输，例如用汽车，那么从每种运输工具上至少要取一个份样，并按比例取足份样。

5.4.8　当检验批用较小的包装单元时，例如用包和袋等，则表 2 中规定的份样数应从不同的包装单元中采取。如果检验批中包装单元小于 n，可从每只包装单元中所取的份样数应等于份样总数，份样总数至少要等于 n。每一包装单元中所取的份样数应作记录。

5.5　份样的采取和大样的组成

5.5.1　份样采取点应分散于整个检验批，根据检验批的重量或时间将整个检验批分割成同所取份样数一样多的间隔。取第一个份样时，可在第一个间隔内随机取样，但不可在起点开始。以后继续取份样要按照计算的间隔采取，在一次取样操作的整个期间取样间隔不要改变。

5.5.2　份样数确定后，则无论对于单个车皮、卡车或容器，还是袋装堆码，都要按照分层次、层面上交错或方阵排列的方式分布取样点，见图 1 示例。

例 1　在 20 t 以上的单个车皮中取 15 个份样，组成一个大样。

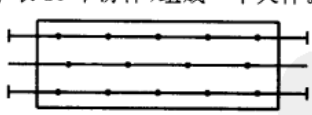


图 1

5.5.3　取样点的直径应大于材料最大粒度的 4 倍以上。所取份样粒度比例应符合取样间隔或取样部位的粒度比例，所得大样的粒度比例应与整批材料的粒度分布大致相符。

当材料粒度相当分散时，取样深度应该是装料深度的 1/3 或 2/3 或最底层交替取样。

5.5.4　当从动态材料中取样时，可以达到最佳状态，如图 2 示例。

例 2　有一火车车皮粘土质浇注料交货批 25 t，为测定 Al_2O_3 平均含量而取样。Al_2O_3 标称含量 40%，最大粒度为 20 mm。已知以前测定的 Al_2O_3 含量的标准偏差 $\nu=3\%$。按表 1，最大份样量为 5 kg。交货批为 10～50 t，变异系数小于 5 时，从表 2 查得份样量 $n=6$，即：每装或卸 4 t 粘土浇注料，要求取 5 kg的份样(任意选定取样开始点)。将按取样方案采取的 6 个份样合成大样；再从大样中制备试验室试样。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

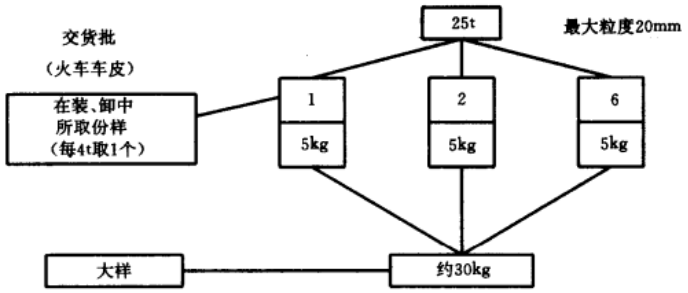


图 2　取样方案举例

5.5.5　份样采取法

5.5.5.1　从包装单元中取样

重量在 50 kg 以下的包装，按照表 2 的技术条件，随机从生产批、试验批中不同的取样点上取出若干单元（袋、桶或箱）用作检验。

重量在 500 kg、1 000 kg、2 000 kg 的集装袋，按照表 2 的条件，随机从若干包装单元中各取出 1 份或几份样。

5.5.5.2　从车皮、卡车或容器中取样

对于粉状材料，用穿孔取样器取样，每穿一个孔取一个样；而其他材料可用铲斗取样器。

用穿孔器取样时，应把穿孔器全部压入料中。

用铲斗取样器取样时，应尽可能快地在料堆上挖一料坑，其深度至少等于装料深度的一半，从底到顶将铲斗沿料坑壁铲取份样，并保证材料不要溢出铲斗。

当分散有特大颗粒时，有关方面可对取样要求达成协议，其中应考虑可以用手捡取大块。

5.5.5.3　从皮带运输机上取样.

如果皮带机可以停，则可以装配两块隔板（例如木板），其间距大于或等于最大颗粒的 4 倍。相同时间间隔停机并细心收集隔板之间的所有材料。

如设备有自动取样装置（例如，在卸料皮带上取样或者借助于活动臂从皮带机上扫料），要细心将所有材料都截取出来。

5.5.6　所有的份样合在一起，反复搅拌，混合均匀后组成大样。

5.5.7　当按规定程序取得的大样量大于各种试验所要求的量时，按附录 A 进行缩分；当大样量小于各种试验所要求的量时，可以增加份样量或者份样数以获得足够的大样量。

6　试验室试样、试样

由大样制备试验室试样和试样。

6.1　试验室试样和副样须用适宜的容器保存。

在容器的标签上和容器内的卡片上要清楚地写明下列内容：

a）材料种类、牌号和交货批或检验批的批号；

b）交货批、检验批；

c）试样或检验任务编号；

d）样本的最大粒度；

e）份样数；

f）取样日期和方法；

g）制样日期和方法；

h）其他有关事项。

6.2　用试验室试样制备分析试样用以测定有关性能。

6.3　根据试验室有关规定或有关协议，将副样保存一定日期，以备复检用。

7 性质测定的精度分析

7.1 取样精度分析

某种特性检测的平均值为 $\bar{\chi}$，标准偏差为 σ。

某种特性的取样的变异系数：

$$\nu = \frac{\sigma}{\bar{\chi}} \times 100\% \qquad \cdots\cdots(1)$$

由于取样造成的大样的某种特性的变异系数 ν_1，用取样的份样间的变异系数 ν 表示：

$$\nu_1 = \frac{\nu}{\sqrt{n}} \qquad \cdots\cdots(2)$$

该性质相应的取样精度 β_1 为：

$$\beta_1 = 2\nu_1 = \frac{2\nu}{\sqrt{n}} \qquad \cdots\cdots(3)$$

份样数 n 将取决于选择一定取样精度 β_1 的性质：

$$n = \frac{4\nu^2}{\beta_1^2} \qquad \cdots\cdots(4)$$

用标准偏差 σ_1 及其变异系数 ν_1 表示的取样离散性是确定份样数 n 的主要依据，规定于表 2 中。按照表 2 中规定的性能偏差类型和检验批得出符合要求的取样精度所需要的份样数。

7.2 性能检测的精度

某一待检批进行 n 次单独取样操作之后，将所有的份样收集成大样，充分混匀，制成试样，供对正在研究的性能进行 m 次测定。

设 X_i 值为某次的单个测定值($i=1,2,3\cdots\cdots m$)，$\sigma_{总}$表示总标准偏差，造成任意偏差的因素有 3 个：

a) 取样的标准偏差 σ_1；

b) 制样的标准偏差 σ_2；

c) 测定方法的标准偏差 σ_3。

离散性的分量 σ_1、σ_2 和 σ_3 可以用试验方法来估计。试验方法的原理见 GB/T 2007.3。

如果 m 次测定为对一种性质所做的测定次数，那么最终结果用平均值表示：

$$\bar{\chi} = \frac{1}{m}\sum_{i=1}^{m}\chi_i \qquad \cdots\cdots(5)$$

由于所测定的性质是根据用同样的试验室试样进行的 m 次测定估计的，试验室试样本身是通过缩分由 n 个份样组成的大样而成的，因此 m 次测定值平均值的精度是标准偏差 σ_1、σ_2 和 σ_3 以及 n 和 m 的函数，用式(6)计算：

$$\sigma_{总} = \sqrt{\frac{\sigma_1^2}{n} + \sigma_2^2 + \frac{\sigma_3^2}{m}} \qquad \cdots\cdots(6)$$

总相对精度 β 表示平均值的变差，即在精度范围内超过平均值的概率只有 0.05。总相对精度公式如下：

$$\beta = 2\sigma_{总} = \sqrt{\beta_1^2 + \beta_2^2 + \beta_3^2} \qquad \cdots\cdots(7)$$

其中 $\beta_1 = \frac{2\sigma_1}{\sqrt{n}}$，$\beta_2 = 2\sigma_2$，$\beta_3 = \frac{2\sigma_3}{\sqrt{m}}$

平均值 $\bar{\chi}$ 及其期望值 μ 和精度 β 允许确定一个置信区间，在这个置信区间，对待检批进行的该性能检验所得的值具有 95%的置信度。

$$\bar{\chi} - 2\sigma_{总} \leqslant \mu \leqslant \bar{\chi} + 2\sigma_{总}$$

即 $$\bar{\chi} - \beta \leqslant \mu \leqslant \bar{\chi} + \beta \qquad \cdots\cdots(8)$$

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

附 录 A
（标准的附录）
大样的缩分

A1 样品的缩分可以采用机械方法或手工方法。水分样品应防止水分变化。

A2 用格槽缩分器（或其他合适的机械分样器）将混合均匀的大样按以下程序缩分成 2 份或 4 份，随机取其中 1 份或 2 份样品作为试验室试样。如果此试样仍多于试验室试样所要求的数量，可再次进行缩分，余料作为副样保存。

格槽缩分器的溜槽开口宽度为最大粒度 3 倍以上。

操作步骤：

(1) 将混合均匀的样品徐徐铺平在给料器内。

(2) 使样品沿缩分器全部格槽均匀撒落，要控制给料速度，保证格槽不堵塞。

(3) 将通过各格槽的样品，分别收集于接收容器内。

A3 圆锥四分法 用铲子将混合均匀的大样铲起从锥顶落下堆成圆锥形，再从顶点垂直地按压下来并按平。如此反复进行 2～3 次后，进行 4 等分，取相对部分作为试验室试样。如果此试样仍多于试验室试样所要求的数量，可重复上述操作，如图 A1。

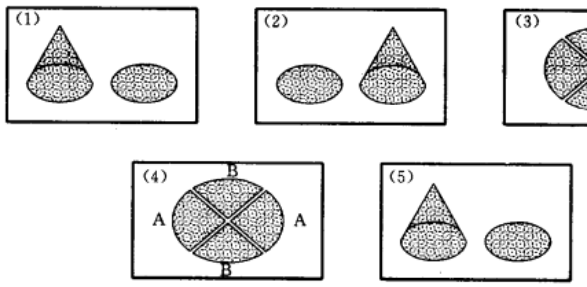


图 A1 圆锥四分法示意图

操作步骤：

(1) 将大样放在清洁的平面上堆成圆锥形。

(2) 将(1)的圆锥按平，重复(1)～(2)的操作 1～2 次。

(3) 将圆锥从顶点垂直地按压下来弄平，再将其分作扇形的 4 等分。

(4) 4 等分后的试样，取对角的 A-A，舍去 B-B。

(5) 用减半后的试样重复(1)～(4)的操作。

A4 分格缩分法 将大样在清洁的平面上铺成厚度为 20～30 mm 的薄层，再划分成 10～20 等分。用适当的平底铲从各等份中取同量的 1 份（由各等份中随机取样），集中起来作为试验室试样。此时，铲子必须铲到料层底部。如此重复操作，见图 A2。

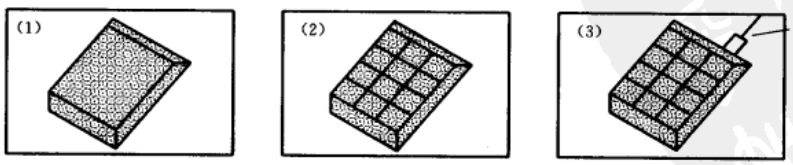


图 A2 分格缩分法

操作步骤：

(1) 将大样铺成厚度均匀的长方形。

(2) 将其分为 10～20 等分。

(3) 从各等份中随机地用平底铲各取 1～2 铲，将其集中作为试验室试样。进一步缩分时，重复(1)～(3)的操作。

A5 切样缩分法 对于水分样品，如耐火可塑料，按下述方法缩分：

A5.1 用加工纸或合成树脂包装时，从每包装单位里各块的中间采取需要量的样品，见图 A3。

A5.2 密封包装时，由一密封包装的大致中间处的各层平均采取需要量的样品。

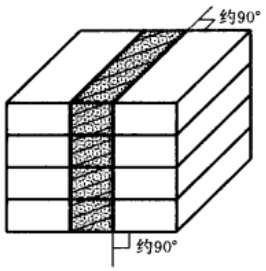


图 A3 切样缩分法

附 录 B

(提示的附录)

不定形耐火材料检测性能的变异系数经验类别

表 B1 给出了一些特性的变异系数的经验类别，可为不知道变异系数的待测性能项目提供参考。按照 5.4 得出符合要求的取样精度所需要的份样数。

表 B1 性能的变异系数经验类别

类 别	待 测 项 目	
1	耐火度	透气度
	粒度分析	显气孔率
	荷重软化温度	热膨胀率
	热态抗折强度	导热系数
	化学分析(小粒度)	
2	化学分析(大粒度)	体积密度
	烧后线变化率	常温抗折强度
3	常温耐压强度	可塑性指数
	热震稳定性	耐火泥浆粘结强度
	耐火泥浆抗剪强度	

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

（四）金属及其矿产品

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

中华人民共和国国家标准

UDC 669.10:543.05

GB 719—84

生铁化学分析用试样取制方法

Pig iron—sampling for chemical analysis

代替 GB 719—65

本标准适用于炼钢生铁、铸造生铁和球墨铸铁用生铁的化学分析试样的采取和制取方法。

1 术语含义

1.1 份样：在铁水中用取样勺一次取出的试样，或在生铁堆的一个部位一次取出的一块生铁试样。

份样代表一批生铁的一部分。同一批生铁的份样重量要大致相等。

1.2 批样：是由一批生铁取出的全部份样所组成的试样。

批样分析结果代表一批生铁的平均成分。

1.3 炉前试样：指从炉前铁水沟采取铁水浇铸的试样。炉前生铁试样的化验结果，是指导炼铁生产的重要依据。

如果以铁水状态直接发给用户，而且铁水罐中不加废铁和无其它炉次剩余生铁的情况，以及在炉前直接铸块时，也可作为生铁出厂的质量依据。

1.4 铸铁机试样：铁水在铸铁机铸铁时，于铸铁机流铁槽或铁模中采取铁水浇铸的试样。

铸铁机试样的化验结果，是判定生铁成品的质量依据。

1.5 验证试样：指从生铁堆或车箱中，按规定方法采取的铁块试样。

验证试样的化验结果，是仲裁或用户验收生铁的质量依据。

1.6 成分试样：为测定份样或批样的化学成分，按规定制样方法，制得的供化学成分分析用的试样。

2 从铁水中采取试样的方法

2.1 炉前试样

2.1.1 当生铁以铁水状态热装送往用户时，以一炉或一个铁水罐装运的生铁为一批。

2.1.1.1 以1罐铁水为一批时，每罐采取3个份样，采样的时间按下列顺序：

第一个份样　铁水流入1/4罐时；

第二个份样　铁水流入1/2罐时；

第三个份样　铁水流入3/4罐时。

铁水不足一罐的1/2时取样一次；1/2～3/4时取样两次。

2.1.1.2 以一炉次铁水为一批时，每罐铁水采取2个份样。

第一个份样　铁水流入1/3罐时；

第二个份样　铁水流入2/3罐时。

末罐铁水不足一罐的1/3时不取样；1/3～1/2时取样一次；1/2以上取样两次。

2.1.1.3 以一炉次铁水为一批时，5罐或5罐以上的铁水，每罐采取1个份样。具体采样时间按铁水流入1/2罐时掌握。末罐铁水少于1/2罐时不取样；1/2或1/2以上时取一次试样。

2.1.2 当铁水在炉前直接铸块时，以一炉次生铁为一批，每批在流铁沟或铸铁模中采取3个份样。具体采样时间为：

第一个份样　出铁初期；

第二个份样　出铁中期；

第三个份样　出铁末期。

国家标准局1984-03-24发布　　1984-10-01实施

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

2.2 铸铁机试样

2.2.1 生铁取样以一炉次或以一罐铁水为一批，在铸铁机流铁槽或铁模中每罐采取2个份样。当铁水从罐中流出量约为总铁量的1/3时，取一个份样，流出2/3时再取1个份样。

2.2.2 当铁水罐使用前，罐内积有存铁或外加废铁时，需采取三个或三个以上的份样组成批样。具体份样数由企业自行确定。

2.3 份样用取样勺取出，浇注在约长100毫米、宽50毫米和厚30毫米的长方形试样模中，或根据加工设备和仪器分析的需要，浇注在适当尺寸的圆柱形试样模中。试样模用铸铁或型砂制成。浇注试样不要太满造成溢出。避免使试样夹杂异物或形成气孔。

2.4 待试样缓慢冷却后，注明炉次或罐号等标记。

3 验证试样的取样方法

3.1 验证试样的代表批量以质量证明书的生铁重量为一批。

3.2 当从火车车箱取样时，份样从五个部位采取，即中心和两个对角线上各距离车角的1/4的部位。从每个部位的表层或表层下的任一层采取完整的一块型铁作为一个份样（大块铁取1/2或1/3）。

3.3 从生铁堆采取试样时，按批量大小于铁堆上均匀分布若干个取样部位，每个部位采取完整的一块。型铁作为一个份样（大块铁取1/2或1/3）。具体取样总份数按下列原则确定：

批量小于30吨，取3块；

30至100吨，每增加10吨多取1块。尾数4舍5入。

大于100至1000吨，每增加50吨多取1块。尾数24舍25入。

1000吨以上，每增加100吨多取1块。尾数49舍50入。

3.4 将所取得的试样块，在不影响铁块制样的部位，用油漆注明标记。或是把试样放入事先已写明铁号、批号、代表批量和到货日期等标记的贮运容器中。

4 化学成分试样的制取方法

4.1 能用普通钻头钻取的试样

4.1.1 用钢丝刷或用不影响测定成分的其它方法，把试样表面清理干净，于试样底面中心或靠近中心的部位垂直钻孔。钻头直径不小于10毫米，去掉试样表面约5毫米，钻至孔底距离另一面约5毫米为止。在钻孔位置或钻孔内部如发现有气孔、夹渣或其它杂质时，在原孔邻近的位置，平行于原孔重新钻取。

钻孔时进钻速度和钻头转速不要太快，转速一般控制在200转/分以下。避免钻屑太厚或氧化变质。要注意保持钻头锋利，不使试样成粉引起飞散损失。

4.1.2 将试样混合均匀后，收集试样屑于洁净的容器内。同一批的份样屑，各称相等重量，总量约45克，混均后缩分出10～15克用于测定碳的成分，余下30～35克在淬火的钢钵或其它制样设备中击碎。防止试样过细，要边击碎边过筛。试样过筛时必须用严密的筛盖盖好，以免试样细粉损失。试样要全部通过规定的筛孔。延展性较好的铸铁因为样屑被击成薄片而不能全部通过规定的筛孔时，待片样厚度冲击成小于规定的筛孔孔径或不影响分析溶样时，筛上试样可以按已通过规定的筛孔处理，直接混入筛下试样中。

试样粒度根据测定方法和测定成分确定：

标准法分析常规成分为60目；

快速法分析常规成分为80～100目；

燃烧法分析碳约为20目（不过筛）。

4.2 不能用普通钻头钻取的生铁试样

4.2.1 硬质生铁用工具钢钻头钻不动时，可用嵌有碳化钨刀片的硬质合金钻头钻取或用碳化硅砂轮片

从试样纵向的中部切取薄片。薄片去掉表层后打碎到20目，同一批份样碎片各称取相等的重量，总重约40克。制取的试样于淬火的钢钵内或其它制样设备内击碎并使之全部通过100目筛。

硬质生铁制样也可用热处理的方法使试样退火软化（退火温度约为850℃）。然后按可以钻孔制样的方法钻样。

注：① 硅、锰、磷仲裁分析试样粒度按60目。

② 灰口生铁禁止用磁性物吸引，以免使试样中的石墨碳损失。

③ 成分试样重量以满足分析用量和保留试样用量的要求为宜，由一个份样组成的成分试样，重量达不到要求时，可在试样块上多钻几孔，或是采用16毫米以上的粗钻头钻样。涉及外贸等重要用途的试样，要增加试样重量，一般不要低于100克，混均后缩分成两份，一份分析，一份密封保留，以便外贸随时调用。

4.3 验证分析试样

4.3.1 试样表面仔细清理后，垂直于底面钻孔。钻头直径不小于10毫米。钻孔数量按铁块大小确定。小块铁从中心钻一孔；大块铁钻三孔：中心一孔，中心到两端的二分之一处各钻一孔。试样屑加工、混均、缩分等技术要求和注意事项按 4.1 和4.2条规定。

附加说明：

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由首都钢铁公司起草。

本标准主要起草人张元杰。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

中华人民共和国国家标准

UDC 622—3:543.05

散装锰矿石取样、制样方法

GB 2011—87

Method of sampling and sample preparation of manganese ores in bulk

代替 GB 2011—80

1 适用范围

本标准适用于散装锰矿石化学成分、水分、粒度及其他物理项目检验用样品的采取和制备。

2 引用标准

GB 2007.1 散装矿产品取样、制样通则 手工取样方法
GB 2007.2 散装矿产品取样、制样通则 手工制样方法
GB 2007.3 散装矿产品取样、制样通则 评定品质波动试验方法
GB 2007.4 散装矿产品取样、制样通则 精密度校核试验方法
GB 2007.5 散装矿产品取样、制样通则 取样系统误差校核试验方法
GB 2007.6 散装矿产品取样、制样通则 水分测定方法——热干燥法
GB 2007.7 散装矿产品取样、制样通则 粒度测定方法——手工筛分法

3 术语定义

同GB 2007.1～2007.7中的规定。

4 一般规定

4.1 本标准规定取样、缩分、测定总精密度β_{SDM}及取样精密度β_S以Mn%计（概率为95%）及取样单元数，规定如表1、表2。

表 1 一批锰矿石中应取份样的最少个数和精密度

品质波动，% 份样数 n 批 量，t	大	中	小	β_{SDM}	β_S	取样单元数
	$S_w>2.0$	$2.0>S_w>1.5$	$S_w<1.5$			
10 000以上～20 000	210	140	70	0.61	0.43	2
5 000以上～10 000	180	120	60	0.63	0.46	2
2 000以上～5 000	150	100	50	0.79	0.51	1
1 000以上～2 000	120	80	40	0.83	0.57	1
500以上～1 000	90	60	30	0.88	0.65	1
500及以下	60	40	20	1.00	0.80	1

国家标准局1987-12-15批准 1988-10-01实施

表 2　二级取样应取最少车数（m）

批　量 t	总车数 M	车间品质波动标准偏差S_b								
		大			中			小		
		车内品质波动标准偏差S_w								
		大	中	小	大	中	小	大	中	小
10 000以上～20 000	167～234	83	74	71	61	51	46	47	35	30
5 000以上～10 000	84～167	56	50	46	45	37	34	37	28	23
2 000以上～5 000	34～84	30	27	26	28	23	21	25	19	16
1 000以上～2 000	17～34	17	15	15	17	14	13	17	13	11
500以上～1 000	9～17	9	9	8	9	9	8	9	8	7
500及以下	9	9	8	8	9	8	7	9	7	6

注：本表各项精密度要求同表1。

4.2　本标准所列取样及缩分方法中的第一法为仲裁法。

4.3　必须严格按照本标准规定的方法取样、制样，并根据需要进行精密度校核试验。

4.4　交货批量大于表1所列批量时，按GB 2007.1中3.24条分为数个取样单元，单独取样，分别制样、测定，并将各取样单元结果加权平均后，作为交货批的结果。

4.5　如锰矿石的品质极不均匀或混入外来杂质，必须加工整理后再行取样。

4.6　取样、制样所用的设备、工具和盛样容器必须保持洁净，坚固耐用。

4.7　成分分析样品应根据需要妥善保管至少6个月，以备核查。

4.8　在整个取样、制样过程中应注意安全操作。

4.9　评定品质波动试验方法、精密度校核试验方法及取样系统误差校核试验方法按照GB 2007.3～2007.5执行。水分和粒度测定参照GB 2007.6和GB 2007.7执行。

5　取样

5.1　取样简要程序

5.1.1　验明取样交货批或取样单元及其质量。

5.1.2　确定样品用途及其所需检验的品质特性项目。

5.1.3　根据最大粒度决定份样量及取样工具的容量。

5.1.4　确定交货批的品质波动类型及达到规定取样精密度所需份样数。

5.1.5　采用系统取样或分层取样方法时，确定从交货批中应取最少份样数。采用二级取样方法时，从全部交货批中选定货车，再从选出的货车中取份样。

5.1.6　确定取样间隔，以固定质量或时间间隔取份样。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

5.1.7 决定取样部位和取样方法。

5.1.8 确定份样组合方法，然后按需要组成副样或大样。

5.2 取样工具

a. 尖头钢锹；

b. 取样铲（见表3，图1）；

表 3 份样量和取样铲规格 mm

最大粒度	份样量，kg	取样铲尺寸				
		a	b	c	d	e
150	25					
100	15	300	110	300	220	100
50	10	150	75	150	130	65
22.4	5	80	45	80	70	35
10	2	60	35	60	50	25

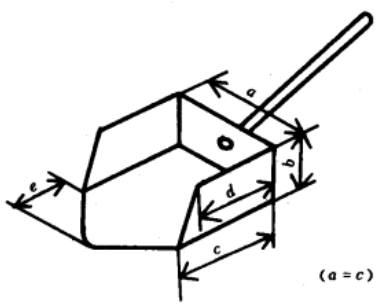


图 1 取样铲

注：其他取样工具包括机械辅助取样工具也可用于取份样。

c. 钢锤；

d. 带盖盛样桶或内衬塑料薄膜的盛样袋。

5.3 份样数

5.3.1 系统取样和分层取样应取最少份样数按表 1 规定。

表 1 中S_w表示取样批、取样单元或层内份样间标准偏差，S_w值按GB 2007.3求出。

品质波动大小不明时，应尽快进行核对试验，也可结合日常取样工作进行，以确定品质波动的大小，对品质波动类型未知的和需要做粒度检验的锰矿石，份样数按品质波动大的取。

5.3.2 二级取样法应取最少车数见表 2。

5.4 份样量

根据最大粒度确定每个份样应取的最小质量按表 3 规定。所取的每个份样数应大致相等，其变异系数CV不得超过20%。

当份样量的CV大于20%时，应单独制样测定，或在适当的制样阶段，当缩分的留样量大致相等时，再合并成副样或大样。

5.5 取样方法

5.5.1 系统取样法

在一批散装锰矿石装卸、加工或衡量的移动过程中，按一定的质量或时间间隔取份样。份样间的间隔可根据表 1 规定的份样数和实际批量按式（1）计算：

$$T \leqslant \frac{Q}{n} \text{ 或 } T' \leqslant \frac{60Q}{Gn} \quad \cdots\cdots (1)$$

式中：T——取样的质量间隔，t；

Q——批量，t；

n——表 1 规定份样数（见表 1）；

T'——取样时间间隔，min；

G——每小时装卸量，t/h。

取第一个份样时，可在第一间隔内随机确定，但不可在第一间隔的起点开始，以后继续取份样按计算的间隔取，取样间隔不得大于计算所得的间隔。如按固定间隔应取份样数已经完成，而锰矿石的装卸、加工或衡量尚在进行，应仍按原定间隔继续取份样，直至整批锰矿石移动完毕为止。

如在运输带上或落口处取份样，须截取锰矿石流的全截面，如在用抓斗、吊兜、铲车及其他工具装卸或堆垛过程中取样，则应在装卸或堆垛过程中新露出面上取样，也可在装卸工具中取样，取样点应均匀地分布在整批锰矿石的各个部位，而不仅是它的表层或某一局部。取样点的直径约为最大粒度的三倍，但不得小于100mm。

所取份样的粒度比例应大致符合取样间隔或取样部位的粒度比例，所得大样的粒度分布应与整批锰矿石的粒度分布大致相符。

5.5.2 分层取样法

一批散装锰矿石装卸、加工、堆垛过程中，分几层取样(不得少于三层)，根据每层的质量按比例在新露出的面上均匀布点取份样。同时必须注意粒度的比例，使每层所取样品的粒度比例与该层锰矿石的粒度分布大致相符。取样点的范围同5.5.1条。每层应取份样数按式（2）计算：

$$n_1 = \frac{n \times Q_L}{Q} \quad \cdots\cdots (2)$$

式中：n_1——每层应取份样数；

n——表 1 规定份样数；

Q_L——每层质量，t；

Q——批量，t。

5.5.3 货车取样法

5.5.3.1 全部货车取样法

份样的采取，原则上从货车装卸过程中新露出面上随机定点取份样。

当组成一批货物的货车数少于规定的份样数时，每车应取最少份样数n_2按式（3）计算（如有小数进为整数）：

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

$$n_2 = \frac{n}{M} \quad \cdots\cdots (3)$$

式中：n —— 表 1 规定的份样数；

M —— 交货批所装的货车数。

当规定的份样数少于货车数时，每个货车至少取一个份样，货车装载量不同时，份样数的分配与装载量成正比。

5.5.3.2 二级取样法

根据表 2 规定从全部货车中选出m个货车。

当货车装载量不是60t时，则应选货车的最少个数m'按式（4）计算（如有小数进为整数）：

$$m' = m\sqrt{\frac{60}{C}} \quad \cdots\cdots (4)$$

式中：C—— 货车装载量，t。

如果货车的装载量不是60t时，从每个货车中所取份样个数n_3按式（5）计算（如有小数予以舍弃）：

$$n_3 = 4\sqrt{\frac{C}{60}} \quad \cdots\cdots (5)$$

如因条件限制不能采用上述四种方法取样，可酌情变更取样方法。但所采用方法必须按GB 2007.5取样系统误差校核试验方法校核，证明无显著性差异后方可采用。

5.6 注意事项

5.6.1 水分样品应在衡量前后立即取样，置于洁净、密闭的容器内，注意勿使水分在测定前发生变化，当批量很大，装卸时间长或下雨、气温高时，须将整批锰矿石分成几部分，将每一部分的份样制备成副样，测定水分。

5.6.2 水分、粒度测定可参照GB 2007.6及GB 2007.7进行。测定水分温度可控制在105℃±5℃，如已进行预干燥，则应将预干燥水分A（%）一并计算。

6 制样

6.1 制样工具

a. 颚式破碎机；

b. 对辊破碎机；

c. 圆盘粉碎机；

d. 密封式振荡研磨机；

e. 三头研磨机：附玛瑙研钵；

f. 二分器（见图 2）；

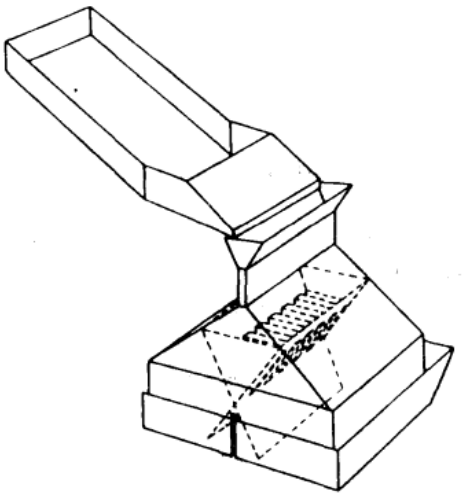


图 2　密封式二分器

g. 分样铲（见图 3）及挡板；

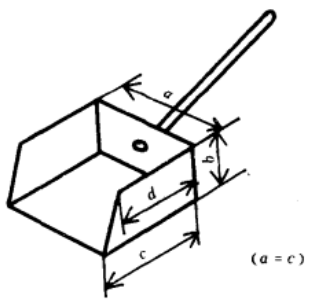


图 3　分样铲

h. 分样筛：22.4mm，11.2mm，1 mm方孔筛，80目筛（筛孔180μm）；

i. 不锈金属十字分样板；

j. 盛样容器；

k. 干燥箱：具调温装置，使箱内任一点的温度在设定温度 ± 5 C以内。

6.2 制样要求

6.2.1 制样原则：样品制备包括以下三个不同操作（必要时须进行预先干燥）。

破碎，经破碎和研磨以减小样品的粒度。

混合，使达到均匀。

缩分，将样品分为二份或多份，以减少样品的质量。

以上三项操作进行一次，即组成样品制备的一个阶段。

6.2.2 在制样过程中应防止样品的成分有变化和污染。制备水分样品应防止水分变化。

6.2.3 样品的预先干燥：样品过于潮湿不能破碎缩分时，可在低于105 C的温度下进行干燥或自然风干，以达到样品可自由通过破碎机和缩分器的程度。预先干燥可在制样的任一阶段进行，需要时将干燥前后的样品称量，按式（6）计算预先干燥水分A（%）：

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

$$A=\frac{W-W_1}{W}\times 100 \quad \cdots\cdots (6)$$

式中：W —— 干燥前样品总质量，kg；

W_1 —— 干燥后样品总质量，kg。

6.2.4 样品的破碎：样品的破碎应使用机械设备。手工破碎只限于破碎个别大块样品至第一阶段破碎机的最大给料粒度。

应定期校核破碎机的性能，并调节排料小于规定的粒度（用分样筛校核）。在制备成分分析样品过程中，要求全部样品一次破碎至规定粒度。

制样前用本批锰矿石（不得使用样品）先在破碎机中通过，再清扫干净。制样后残留在破碎机内部的样品，必须注意全部取出，防止损失。

6.2.5 样品的混合：将样品先通过二分器三次混合，每次通过后将两部分样品再行合并。1 mm以下样品也可三次转堆混合。

6.3 样品的缩分

可采用下列的一个方法或几个方法并用。

6.3.1 二分器缩分法：二分器系非机械式样品缩分器。通常用手工给料，样品通过二分器被分成二等分，一份保留，另一份通常舍弃。

格槽宽度至少为样品最大粒度的2.5倍，二分器的一半格槽一般为 8 个以上，所用的二分器需参照GB 2007.4和GB 2007.5进行精确度和系统误差校验，证明是符合要求的方能使用。

缩分程序：

a. 样品通过二分器三次混合后，放入给料容器内；

b. 将给料容器内的样品铺平，缩分时使样品沿二分器全部格槽均匀撒落（要控制给料速度，保证格槽不堵塞，如发现二分器被样品堵塞，必须清理后再继续操作）；

c. 通过二分器的样品收集于二个接受器内；

d. 随机选择一个接收器内的样品为保留样品，如需进一步缩分，保留样品可再次或多次通过二分器，此时要从二分器两侧的接收器内交替收集保留样品。接受器应与主体密合，以减少粉尘和水分的损失；

e. 缩分留量：缩分大样、副样制备成分分析样品时，相应于最大粒度的最小留样量不能少于表 4 规定。

表 4 最小缩分留样量

最大粒度，mm	最小留样量，kg	
	大 样	副 样
22.4	60	30
10	15	7.5
5	4	2
1	1	0.5

6.3.2 份样缩分法：本方法是缩分比大，且精密度高的缩分方法。

将样品充分混匀后，置于平整洁净的钢板上，根据破碎粒度按表5所列厚度铺成长方形平堆，然后将样品平堆划成等分的网格，缩分大样不得少于20格，缩分副样不得少于12格，缩分份样不得少于4格（见图4）用挡板垂直插至平堆底部，然后将分样铲于距离挡板约等于c处插至底部，水平移动直至分样铲开口的端部接触挡板（见图5），将分样铲和挡板同时提起，以防止样品从分样铲开口处流失。从各格随机取等量的一满铲，集合为缩分样品，当大样数量多时可将大样分成几个等分，多次按上述同样操作缩分。

表5　样品粒度，样品层厚度及分样铲尺寸

样品最大粒度 mm	样品层厚度 mm	分样铲尺寸，mm					分样铲容量 cm^3
		a	b	c	d	材料厚度	
22.4	35～45	80	45	80	70	2	约300
10	25～35	60	35	60	50	1	约125
5	20～30	50	30	50	40	1	约75
1	10～15	30	15	30	25	0.5	约15

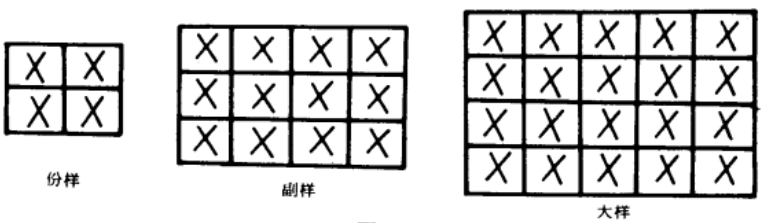


图1

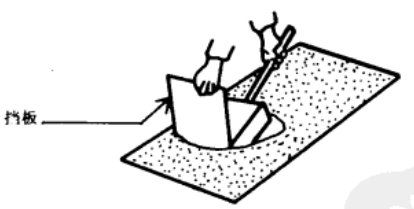


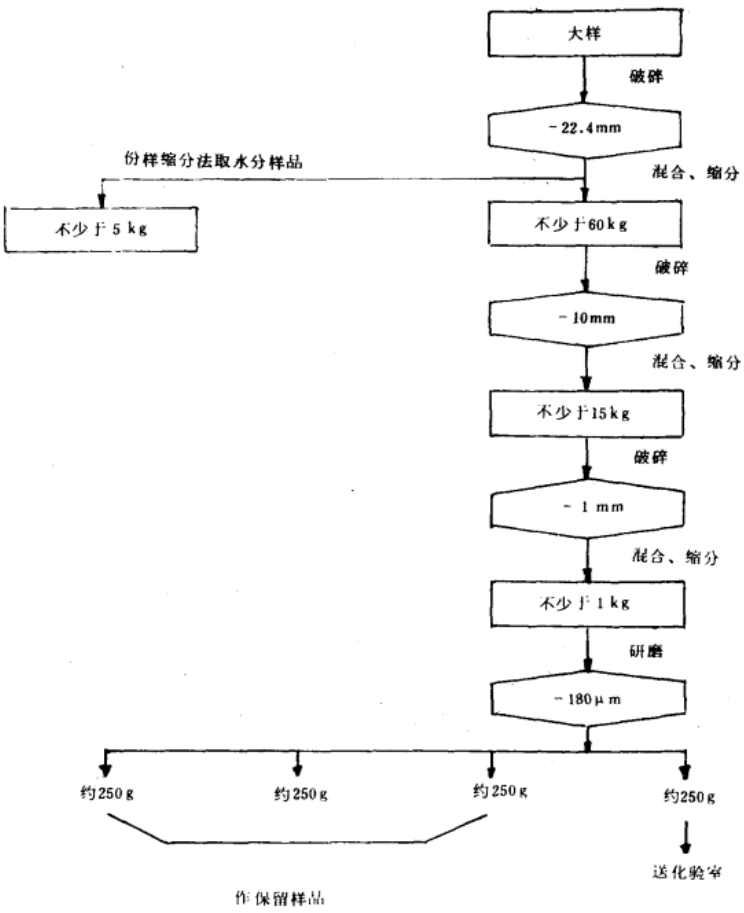
图5

6.3.3　圆锥四分法：将样品置于洁净、平整的钢板上，堆成圆锥形，每铲自圆锥顶尖落下，使均匀地沿锥尖散落，注意勿使圆锥中心错位，如此反复至少转堆三次，使充分混匀，然后将圆锥顶尖压平，用十字板自上插下，分成四等分，任取二个对角的等分，重复操作数次，缩分至不少于该粒度的最少留量，见表4。

由于大颗粒样品堆成圆锥时容易产生偏析，造成缩分偏差，故样品粒度大于1 mm不宜使用圆锥四分法。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

6.4 制样程序示例（二分器缩分法）



6.5 样品容器和标签

6.5.1 送化验室的水分样品应装入不吸水的密闭器中，并附以标签。

6.5.2 送化验室的成分分析样品应装入样品袋中，并附以标签。

6.5.3 标签上注明以下各项：

a. 编号；

b. 品名、等级、产地；

c. 批量或取样单元量（t）；

d. 船名或车号；

e. 取样、制样人员；

f. 取样、制样地点、日期及天气。

附加说明：

本标准由中华人民共和国国家进出口商品检验局提出。

本标准由中华人民共和国广西进出口商品检验局负责起草。

本标准主要起草人黄大胜。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

前　言

本标准对 GB/T 2460—81《硫铁矿和硫精矿分析试样的采取及制备方法》进行修订。

本标准在修订过程中，经过深入调查研究，大量资料分析对比，认为前版规定的采样量较大。根据国外标准确定采样总量的原则和原采样实验验证结果，参考其他化学矿采样参数，对前版规定的采样总量和每点采取的份样量作了适当的调整。对测定水分用样品的制备方法等也作了必要的修改。

本标准自生效之日起，代替 GB/T 2460—81。

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由化学工业部化工矿山设计研究院归口。

本标准负责起草单位：化学工业部化工矿山设计研究院。

本标准参加起草单位：云浮硫铁矿企业集团公司、南化公司研究院、大田硫铁矿、川化集团公司、湛化企业集团公司等。

本标准主要起草人：辜丽华、王昭文。

本标准于 1981 年 10 月首次发布，1988 年 12 月复审确认。

中华人民共和国国家标准

硫铁矿和硫精矿采样与样品制备方法

GB/T 2460—1996

代替 GB/T 2460—81

Pyrites and concentrate—Methods for sampling and preparation sample

1 范围

本标准规定了硫铁矿和硫精矿矿石产品采样与样品制备方法。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 6003—85 试验筛

3 采样和制样工具

3.1 采样探子、铁铲、铁锤。

3.2 破碎机、研磨机、缩分器。

3.3 盛样器、样品瓶、台秤。

3.4 试验筛(GB/T 6003)R40/3 系列：500 μm、150 μm。

4 采样方法

4.1 采样数量

4.1.1 硫铁矿产品采取的样品总量不少于交货批量的万分之五，每点采取的份样量不少于 500 g。

4.1.2 硫精矿产品采取的样品总量不少于交货批量的十万分之五，每点采取的份样量不少于 50 g。

4.1.3 矿石粒度小于 40 mm 的硫铁矿产品，采取的样品总量不少于交货批量的万分之一，每点采取的份样量不少于 100 g。

4.2 操作方法

4.2.1 同一等级矿石产品为一批，采样时用采样工具在离表层 0.2 m 以下深度处采取份样，采取的份样量应近似相等。

4.2.2 采样时，必须注意矿石粒度大小和不同色泽的比例，不得随意挑选。若采样点落在粒度过大的块矿上，需用锤子击碎，采取代表该块矿石的样品。

4.3 矿堆上采样

在离矿石堆顶部及底部 0.3 m 的斜表面上，每隔 1 m 斜坡距离作横截面，以各横截面四周按点间距 0.8～1 m 布置采样点，每点采取份样量及样品总量需符合 4.1.1 或 4.1.2 或 4.1.3 规定。

4.4 车船上采样

用汽车、火车、轮船装运时，在离车壁或船舷 0.3～0.5 m 处，按图 1 布置采样点(采样点数可根据载

国家技术监督局 1996-10-25 批准　　1997-05-01 实施

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

重量大小相应地增减），点间距 0.8～1 m，每点采取的份样量及样品总量需符合 4.1.1 或 4.1.2 或 4.1.3 规定。

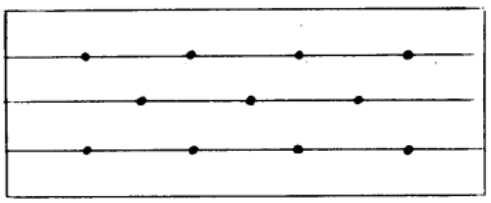


图 1 采样布点示意图

4.5 在皮带输送机上采样

根据矿石总量及皮带传送速度，相隔一定时间用自动采样装置或采样工具在传送带的任一横截面上采取份样。每次采取份样量及样品总量需符合 4.1.1 或 4.1.2 或 4.1.3 规定。

5 样品制备

5.1 硫铁矿

5.1.1 将同一批采取的各份样混合，经破碎、过筛、混匀，按式(1)进行逐级缩分：

$$Q = Kd^2 \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中：Q——缩分出样品的最小可靠质量，kg；

d——缩分样品的最大粒度，mm；

K——缩分系数，取 0.1。

如果没有缩分器，可用手工缩分，缩分方法采用四等分法。

5.1.2 按 5.1.1 制备样品至粒度在 10 mm 以下时，充分混匀，缩分出 10 kg，分取 2 kg，等量分装于两个清洁、干燥的磨口瓶中，密封后贴上标签，注明生产单位、产品名称、等级、批号、采样日期、地点及采样者姓名。一瓶为实验室样品，用作水分的测定；另一瓶为备考样品，保存期二个月，以备复验。

5.1.3 将余下的样品继续按 5.1.1 制备，至粒度为 500 μm 以下，缩分出 250 g，等量分装于两个清洁、干燥的磨口瓶中，密封后贴上标签，注明生产单位、产品名称、等级、批号、采样日期、地点及采样者姓名。一瓶为实验室样品，另一瓶为备考样品，保存期二个月，以备复验。

5.1.4 实验室收到样品后，将盛粗样品的一瓶作水分的测定，盛细样品的一瓶再磨细至全部通过 150 μm 试验筛，混匀，盛于清洁、干燥的磨口瓶中，用作水分以外其他项目的测定。

5.2 硫精矿

5.2.1 将同一批采取的各份样合并后，充分混匀，缩分出 500 g，等量分装于两个清洁、干燥的磨口瓶中，密封后贴上标签，注明生产单位、产品名称、等级、批号、采样日期、地点及采样者姓名。一瓶为实验室样品，另一瓶为备考样品，保存期二个月，以备复验。

5.2.2 实验室收到样品后，先分取一定量样品作水分的测定。余下样品磨细至全部通过 150 μm 试验筛，混匀，盛于清洁、干燥的磨口瓶中，用作水分以外其他项目的测定。

中华人民共和国国家标准

UDC 622.346.3
-15:620.11

GB 4414—84

包装钨精矿取样、制样方法

Methods of sampling and sample preparation of tungsten concentrates in bags

本标准适用于包装黑钨精矿（钨锰铁矿、钨锰矿及钨铁矿）和白钨精矿（钨酸钙矿）的化学成分和水分测定用样的采取和制备。

1 术语解释

1.1 批和批量　以一次交货同一规格的包装钨精矿为一批，构成一批钨精矿的量叫做批量。

1.2 包差　以包为单位取样测定其品质特性，各包间结果之差称为包差，其中最高与最低结果之差称为最大包差。

1.3 份样和份样量　由一批包装钨精矿的一包中，按规定重量取出的样品，称为份样。每个份样的重量叫做份样量。

1.4 副样　由一批钨精矿中的部分份样组成的样品。

1.5 大样　由一批钨精矿的全部份样或全部副样组成的样品。

1.6 制备样品　按规定制样方法从每个份样、副样或大样所制备的样品。

1.7 成分样品　从制备样品中取出的供成分分析用样品。

1.8 水分样品　由大样或副样制备的供水分测定用样品。

1.9 最大粒度　95%以上能通过的最小筛孔尺寸。

1.10 误差　测得值与真实值之差。

1.11 偏差　测得值与一组测得值的平均值之差。

1.12 方差S^2　各次测得值X_i与平均值$\overline{X}$之差的平方和除以测定次数n减1之差。

$$S^2=\frac{\Sigma(X_i-\overline{X})^2}{n-1}=\frac{n\Sigma X_i^2-(\Sigma X_i)^2}{n(n-1)} \quad \cdots\cdots (1)$$

1.13 标准偏差S　方差的平方根。

1.14 品质波动标准偏差S_W　指批内份样间品质特性波动的标准偏差，根据S_W值大小可将钨精矿划分为品质波动大、中、小三种类型。品质波动试验方法见附录A。

1.15 精确度β　测得值互相一致的程度，概率为95%时，精确度用二倍的标准偏差表示$\beta=2S$。

总精确度β_{SDM}包括取样精确度β_S、制样精确度β_D和测定精确度β_M：

$$\beta_{SDM}=2\sqrt{S_S^2+S_D^2+S_M^2} \quad \cdots\cdots (2)$$

式中：S_S——取样标准偏差；

S_D——制样标准偏差；

S_M——测定标准偏差。

校核精确度试验方法见附录B。

国家标准局1984－05－29发布　　1985－05－01实施

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

2 一般规定

2.1 本标准规定总精确度β_{SDM}为±0.6%，取样精确度β_S为±0.4%，以三氧化钨计。

2.2 包装钨精矿必须严格按照本标准规定的方法取样、制样。遇有条件或情况变化时应进行精确度校核试验。采用机械取样时，必须按附录B、C进行试验，证明符合标准规定的要求。

2.3 如品质明显不均匀，包差大于2%，最大粒度超过9mm或混入外来杂质，必须经加工整理后再行取样。

2.4 包装钨精矿如需并批，对同级品三氧化钨含量之差在0.5%之内的批次可以并批。并批后货品不能分批。

2.5 成分样品应妥善保管以备核查，保管期可根据贸易需要规定，但不得少于6个月。

2.6 取样、制样所用设备，工具和盛样容器必须保持洁净，牢固耐用。

2.7 在整个取样、制样过程中注意安全操作。

2.8 品质波动试验方法、精确度校核试验方法及取样偏差校核试验方法分别按照附录A、B、C执行。

3 取样

3.1 取样工具

a. 取样铲（见图1）；

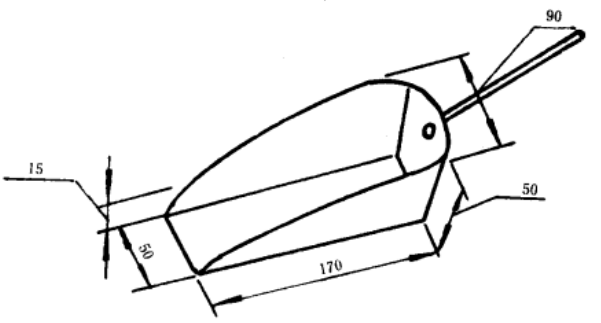


图1 取样铲

b. 样扦（见图2）；

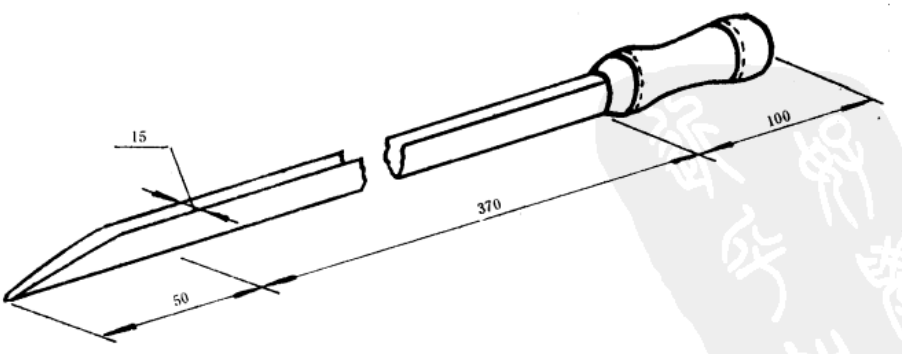


图2 取样扦

c. 取样勺　直径为11.5cm的半圆形金属勺；

d. 带盖盛样桶；

e. 钢锤。

3.2 份样数（取样包数）应取最少份样数见表1。不同批量的份样数（n_1）按式（3）计算：

$$n_1 = n\sqrt{\frac{\text{实际批量}}{\text{基本批量}}} \quad \cdots\cdots (3)$$

式中：基本批量为10t（200包），n为基本批量的应取最少份样数（见表1）。

按上式计算所得最少份样数，如有小数时进为整数。

表1　一批包装钨精矿中应取份样最少个数

批量，t	件数，包	品质波动 S_W 小	中	大
		份样数 n		
		$S_W<0.4$	$0.4<S_W<0.6$	$S_W>0.6$
100	2000	32	65	95
80	1600	30	60	85
60	1200	25	50	75
50	1000	23	45	67
40	800	20	40	60
30	600	18	35	52
20	400	15	30	45
10	200	10	20	30
最大包差（WO_3）		<1.0%	<1.5%	<2.0%

注：① 品质波动大小不明确时，应按附录A“品质波动试验方法”求出S_W值，否则份样数应按品质波动大的取样。

② 最大包差试验可按日常取样方法，随机抽取适量包件，不得少于5包；若在装包过程中取样，可在批的首尾5包内各取一包，中间取若干包，但不得少于3包，将各包所取样品分别制样，测定三氧化钨含量。

3.3 份样量　按表2取份样量，所取每个份样的重量应大致相等，其相对误差不超过20%。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

表 2　最少份样量

取 样 方 法	份 样 量，kg
逐包取样法	1
倒包三铲法	5
倒包缩分法	50[注]
扦子对角线法	0.2

注：整包混和缩分。

3.4 取样方法

3.4.1 逐包取样法　在装包过程中，每包用取样勺取约 1 kg份样。在取样前，包件必须是未经搬运移动的，否则包内钨精矿容易发生偏析。

3.4.2 倒包缩分法　根据表 1 规定份样数随机抽取样包，全部倒于平整洁净的铁板上，将超过9mm的颗粒击碎，按4.4缩分至不少于30kg。若每个份样分别制样时，则每包货品先破碎至全部通过 4 目，然后缩分至不少于 8 kg。

3.4.3 倒包三铲法　根据批量和品质波动类型按表 1 规定的份样数（即包数）随机抽取样包，逐包倒于平整洁净的铁板或水泥地上，使成圆锥形，将样铲分别从圆锥底部外圈120°角的三条母线插至圆心，然后垂直向上提起共取出 3 铲，这样每包共取份样约 5 kg。

3.4.4 扦子对角线法　仅适用于最大粒度不超过 4 mm的钨精矿。按表 1 规定的份样数加倍抽取样包，敞开袋口，将钢扦从对角线自顶插入，直至底部，将扦子旋转180°取出样品各约100g，二扦共取份样量约200g。

3.4.5 水分样品应在衡重时取样，可与品质样兼用，置于洁净密封的容器内，注意勿使水分在测定前发生变化。当批量较大，装卸时间长或大雨、气温高时，须将批货分成几个部分，将每一部分的份样制备成副样测定水分。

4 制样

4.1 制样工具

a. 铁铲；

b. 对辊破碎机；

c. 圆盘粉碎机；

d. 密封式振荡研磨机或三头研磨机（附玛瑙研钵）；

e. 二分器（规格见GB 2007—80《散装矿产品取样、制样方法》的4.1.5）；

f. 9 × 9 mm方孔筛，4 目（筛孔 5 mm）、10目（筛孔1.6mm）、80目（筛孔0.18mm）和200目（筛孔0.075mm）筛；

g. 不锈金属十字分样板；

h. 样铲和档板；

i. 白铁面混样台或玻璃面混样台；

j. 磁铁；

k. 盛样器；

l. 毛刷；

m. 磨砂塞广口玻璃瓶（容量约100ml）。

4.2 制样要求

4.2.1 在制样全过程中应防止样品有任何变化和污染。

4.2.2 样品过于潮湿不能筛分、破碎、缩分时，可在105℃进行预先干燥，使达到适于筛分和制样的程度，需要时将干燥前后样品称重，并计算预先干燥水分（A）%（取二位小数）。

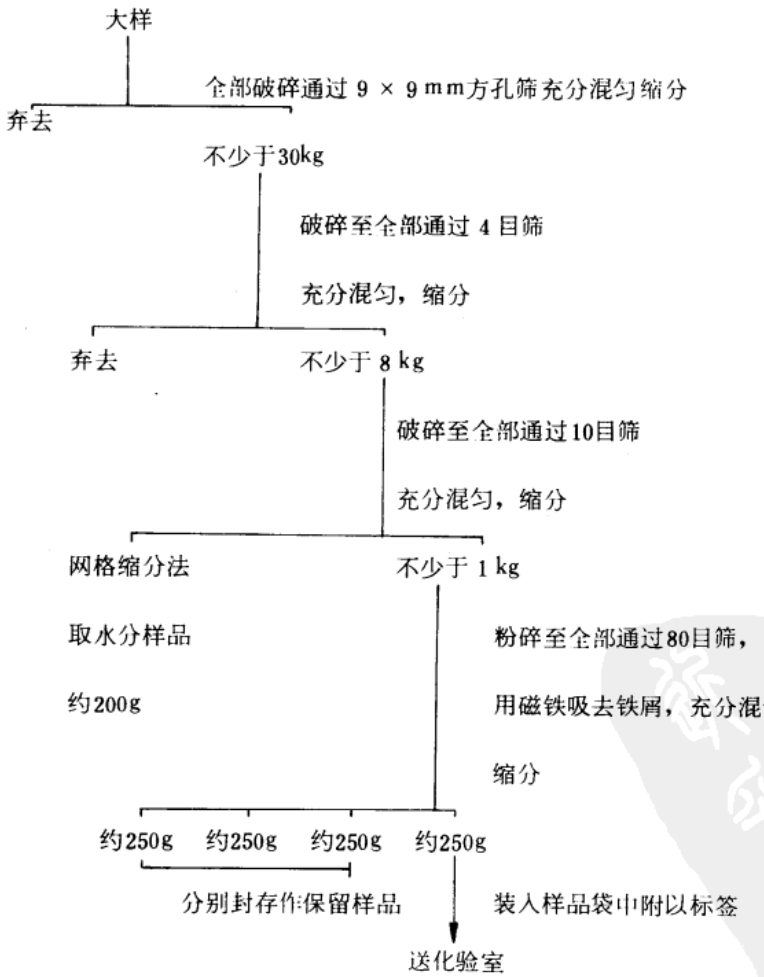
$$A\ (\%) = \frac{W - W_1}{W} \times 100 \qquad (4)$$

式中：W——干燥前样品总重量（kg）；

W_1——干燥后样品总重量（kg）。

4.2.3 样品的破碎 将全部样品用适当的破碎机破碎至规定的全量通过的粒度（根据破碎条件可适当减少制样程序中的破碎步骤）。制样前必须将破碎机内部清扫干净。制样后残留在破碎机内部的样品，必须注意全部取出。

4.3 制样程序：可根据需要参照以下程序同时或单独制备水分和成分样品。



注：含氯化钙的白钨精矿极易吸潮，水分样可不经破碎，直接称样。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

把通过80目筛的约250g样品充分混匀，缩分出约20g，研磨至全部通过200目筛，加磨后装入样品袋中附以标签作为成分分析样品。

4.4 缩分方法：可使用下列的一个或几个方法并用。

4.4.1 二分器缩分法：按表3选用合适的二分器，所选用的二分器其沟槽宽度约等于样品全量通过的最大粒度的2～3倍，并需经过精确度校核试验证明是符合要求的。

使用前必须将二分器内各个部位清理干净，沟槽内须平滑不得有锈，使用过程中要一直保持沟槽畅通无阻。

先将全部样品通过二分器二次，混匀后再行缩分，务必使样品均匀地落入每个沟槽中，将盛样容器对准出口，勿使样品撒落在外，将已分成二份的样品，随机选定一份作为缩分样品，重复操作至不少于该粒度的最少留量。

表3 样品最大粒度及适用的二分器 mm

样品全量通过的最大粒度	二分器沟槽宽度
5～10	20
3～5	10
3以下	6

4.4.2 二开二合四分法：将样品用铁铲堆成圆锥形，每铲都须从锥的顶尖垂直倾下使均匀地沿锥尖散落。待锥形堆成后再将此锥形用铁铲逐次分成2～4堆，此为一开，再将此2～4个圆锥用交替铲合成一堆，此为一合，连续二次即为二开二合。各次成堆过程，每铲均须从锥的顶尖垂直倾下，然后将圆锥顶尖压平，用十字板自上压下，分成四等分，任取二个对角的等分，重复操作数次，缩分至不少于该粒度的最少留量。

4.4.3 网格缩分法：将样品置于平整洁净的铁板上，铺成长方形平堆，然后将平堆划成等分的网格，缩分大样时不得少于20格；缩分副样时不得少于12格；缩分份样时不得少于4格。用档板及样铲插至底部，从每一格取等量的一铲，集合为缩分样品，当大样数量多时，可将大样分成几个等份，分次按上述操作缩分。

表4 样品粒度、样品层厚度及份样铲尺寸

样品粒度 mm	样品层厚度 mm	份样铲尺寸 mm					份样铲容积 ml
		a	*b*	*c*	*d*	材料厚度	
9以下	25～35	60	35	60	50	1	约125
5以下	20～30	50	30	50	40	1	约75
2以下	15～25	40	25	40	30	0.5	约40
1以下	10～15	30	15	30	25	0.5	约15
0.18以下	5～10	15	10	15	12	0.5	约2

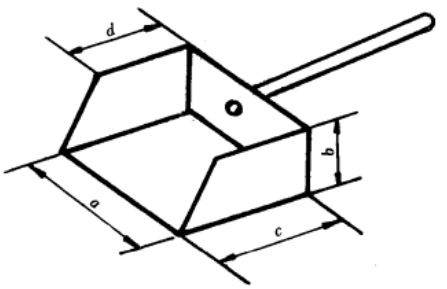


图 3　份样铲

4.4.4 圆锥四分法：将样品置于平整洁净的铁板上，成圆锥形，每铲自圆锥顶尖落下，使均匀地沿锥尖散落，注意勿使圆锥中心错位，如此反复至少转堆三次，使充分混匀，然后将圆锥顶尖压平，用十字板自上压下，分成四等分，任取二个对角的等分。重复操作数次，缩分至不少于该粒度的最低留量。

4.5 样品容器和标签

4.5.1 送化验室的水分样品（约200g）应装入磨砂塞广口玻璃瓶或密闭的容器中，并附以标签。

4.5.2 送化验室的成分样品（约250g）应装入样品袋中，并附以标签。

4.5.3 标签上注明以下各项：

a. 编号；

b. 品名、等级、类别、产地；

c. 批量或副批量，t；

d. 船名或车号；

e. 取样、制样人员；

f. 取样、制样地点、日期及天气。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

附 录 A
品质波动试验方法
（补充件）

A.1 试验目的

通过试验求出批内份样间品质波动的标准偏差（S_W）以确定钨精矿的品质波动类型。

A.2 试验方法

A.2.1 试验可结合日常取样工作进行。

A.2.2 取样制样按本标准 3、4 的规定进行。如果日常取样所取份样数不足试验时，应增加份样数。

A.2.3 试验批数一般需10批，至少要用 5 批以上同类型的钨精矿进行试验，以便取得较为可靠的结论。

A.2.4 由每一个份样或副样制备成一个成分分析样品分别测定三氧化钨。

A.3 计算公式

$$S_W=\sqrt{\frac{n\Sigma X_i^2-(\Sigma X_i)^2}{n(n-1)}\cdot H} \qquad (A1)$$

式中：S_W——批内份样间的标准偏差；

n——一批钨精矿所包含的副样数（当以单个份样制样时 n 为份样数）；

H——构成一个副样所包含的份样数；

X_i——每个副样（或份样）的三氧化钨测定值。

从公式（A 1）所得份样间标准偏差 S_W 实为取样、制样、测定的总标准偏差（S_0）

$$S_W=\sqrt{S_0^2-(S_D^2+S_M^2)\cdot H} \qquad (A2)$$

式中：S_D——制样标准偏差；

S_M——测定标准偏差。

在确定品质波动大小的类型时一般可按公式（A 1）求得的份样间标准偏差 S_W 值划分。

多批的份样间标准偏差 S_W 值的平均值 $\overline{S_W}$ 按式（A 3）求得。

$$\overline{S_W}=\sqrt{\frac{1}{K}\Sigma S_W^2} \qquad (A3)$$

式中：$\overline{S_W}$——S_W 的平均值；

K——批数。

份样间标准偏差 S_W 值，随钨精矿的生产加工、掺和、装包等条件变化而变化，所以对于品质波动大小不清楚的钨精矿，应通过试验以确定品质波动大小的类型，对已确定品质波动类型的各产地钨精矿，每经过一段时期也应进行校核，以便及时发现品质波动变化的情况。

A.4 计算示例

A.4.1 品名：黑钨精矿（江西某产地）。

A.4.2 品质波动类型：“小”。

A.4.3 粒度：小于9mm。

A.4.4 批量：各批均为10t（200包）。

A.4.5 试验批数：8批。

A.4.6 试验方法：从每批钨精矿中随机抽出10个样包，用倒包三铲法从每包中取出约5kg样品，分别破碎通过10目筛，然后按制样程序（见4.3）分别将此10个份样制备成10个成分样品，用硝酸铵重量法测定三氧化钨含量。

表 A1 品质波动试验数据

批号 / X_i / 份样号	WO_3，%							
	81－72	81－118	81－14	81－13	81－34－1	81－34	81－8	81－8－1
1	66.28	69.54	68.37	69.35	69.92	69.13	66.78	66.18
2	66.28	69.61	68.48	70.32	69.27	68.85	66.07	66.18
3	66.72	69.35	68.08	69.62	68.98	69.63	66.51	66.05
4	67.18	69.68	68.09	70.11	69.00	69.19	66.51	66.02
5	67.06	69.14	68.49	69.82	69.09	68.71	65.57	65.61
6	67.06	69.39	68.59	69.63	69.10	69.31	65.72	66.13
7	67.14	69.03	68.42	70.38	69.62	69.18	66.28	65.63
8	67.30	69.15	68.01	70.25	69.45	69.07	66.32	66.57
9	66.68	69.02	68.07	70.13	69.31	68.84	66.04	66.02
10	66.54	69.08	68.12	70.53	69.02	69.17	66.14	66.43
$\overline{X}$	66.82	69.30	68.27	70.01	69.19	69.10	66.19	66.10
ΣX	668.24	692.99	682.72	700.14	691.86	699.99	661.94	661.00
ΣX^2	44655.74	48024.07	46611.09	49020.96	47867.46	47747.34	43817.68	43692.92
S_W	0.375	0.249	0.218	0.388	0.218	0.262	0.368	0.302
最大包差	1.02	0.66	0.58	1.18	0.64	0.92	1.21	0.96

求81－72批S_W值：

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

$\Sigma X_i = 668.24$，　$\Sigma X_i^2 = 44655.74$，　$n = 10$，　$H = 1$

代入公式（A 1）得：

$$S_{W_{81-72}} = \sqrt{\frac{n\Sigma X_i^2 - (\Sigma X_i)^2}{n(n-1)} \cdot H}$$

$$= \sqrt{\frac{10 \times 44655.74 - (668.24)^2}{10(10-1)} \cdot 1}$$

$$= 0.375$$

同理求得其他各批S_W值（见表 A 1）：

$$\overline{S}_W = \sqrt{\frac{0.375^2 + 0.249^2 + 0.218^2 + 0.388^2 + 0.218^2 + 0.262^2 + 0.368^2 + 0.302^2}{8}}$$

$$= 0.305$$

该产地黑钨精矿S_W小于0.4，属于本标准表 1 中所规定品质波动“小”的类型。

附 录 B
精确度校核试验方法
（补充件）

B.1 试验目的

通过试验校核钨精矿取样、制样及测定精确度是否符合本标准规定要求。

B.2 试验方法

B.2.1 试验可结合日常工作进行。试验批数不少于10批，大批量货品可分成几个小批，逐批进行试验使达到足够的试验批数。

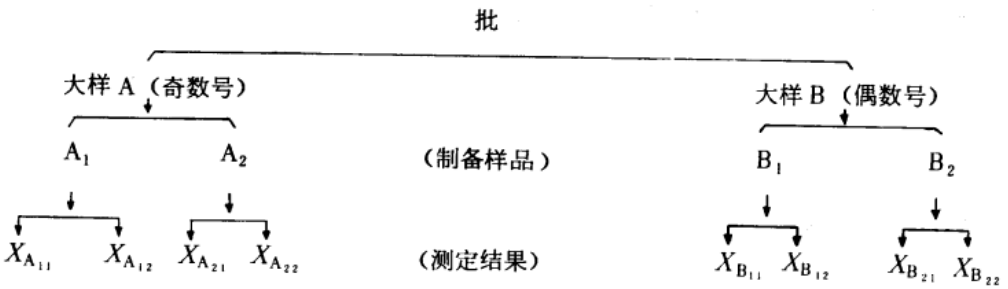
B.2.2 试验所需份样数为标准规定的二倍即$2n$，若取$2n$有困难，也可按标准规定取n个份样，每个大样包含$n/2$个份样，这样应将按公式计算所得的取样精确度除以$\sqrt{2}$，然后再与规定的取样精确度作比较。因为精确度与$\sqrt{n_1/n}$成比例（n_1为试验时所取份样数；n为标准中规定的份样数）。

B.2.3 取、制样方法

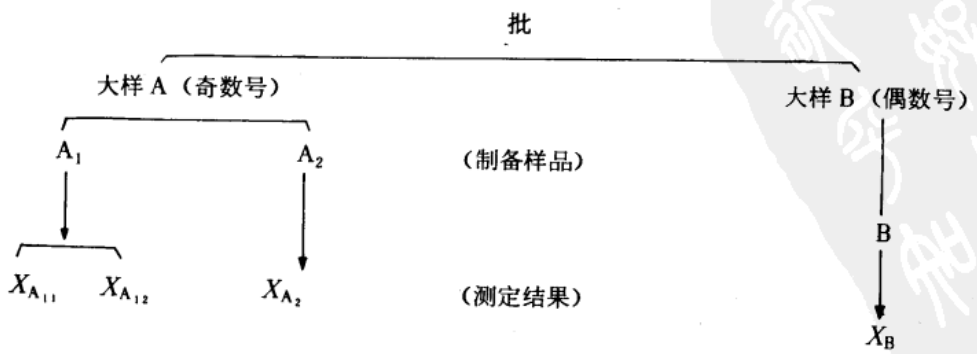
根据校核需要，按本标准3、4任一取、制样方法进行（也可按日常采用的取、制样方法进行校核）但都必须将全部奇数份样集合为一个大样A，将全部偶数份样集合为另一个大样B，用同样制样程序制备样品。

B.2.4 样品可按下列二种方式制备和测定。

方式1：



方式2：



标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

B.3 数据解析（采用95%概率）

B.3.1 方式1

B.3.1.1 将一批试验所得四个制备样品、八个测定结果用下列符号代表：

$X_{A_{11}}$、$X_{A_{12}}$代表A制备样品A_1的一对测定结果；

$X_{A_{21}}$、$X_{A_{22}}$代表大样A制备样品A_2的一对测定结果；

$X_{B_{11}}$、$X_{B_{12}}$代表大样B制备样品B_1的一对测定结果；

$X_{B_{21}}$、$X_{B_{22}}$代表大样B制备样品B_2的一对测定结果。

B.3.1.2 算出每个制备样品双试验测定结果的平均值$\overline{X}_{ij}$和极差R_1：

$$\overline{X}_{ij}=(1/2)(X_{ij1}+X_{ij2}) \quad \cdots\cdots (B1)$$

$$R_1=\left|X_{ij1}-X_{ij2}\right| \quad \cdots\cdots (B2)$$

式中：i——大样A和B的成对制备样品；

j——制备样品的双试验测定结果。

B.3.1.3 算出成对制备样品A_1、A_2和B_1、B_2的平均值$\overline{\overline{X}}_i$和极差$R_2$：

$$\overline{\overline{X}}_i=(1/2)(\overline{X}_{i1}+\overline{X}_{i2}) \quad \cdots\cdots (B3)$$

$$R_2=\left|\overline{X}_{i1}-\overline{X}_{i2}\right| \quad \cdots\cdots (B4)$$

B.3.1.4 算出大样A和B的平均值$\overline{\overline{\overline{X}}}$和极差$R_3$：

$$\overline{\overline{\overline{X}}}=1/2\ (\overline{\overline{X}}_1+\overline{\overline{X}}_2) \quad \cdots\cdots (B5)$$

$$R_3=\left|\overline{\overline{X}}_1-\overline{\overline{X}}_2\right| \quad \cdots\cdots (B6)$$

B.3.1.5 算出极差的平均值（$\overline{R}_1$、$\overline{R}_2$、$\overline{R}_3$）：

$$\overline{R}_1=(1/4K)\Sigma R_1 \quad \cdots\cdots (B7)$$

$$\overline{R}_2=(1/2K)\Sigma R_2 \quad \cdots\cdots (B8)$$

$$\overline{R}_3=(1/K)\Sigma R_3 \quad \cdots\cdots (B9)$$

式中：K——试验批数。

B.3.1.6 算出舍弃数值界限：

R_1舍弃数值界限为$\overline{R}_1\times D_4$

R_2舍弃数值界限为$\overline{R}_2\times D_4$

R_3舍弃数值界限为$\overline{R}_3\times D_4$

D_4为舍弃系数。对于成对测定D_4为3.267。凡超出舍弃数值界限之数据予以舍去。

B.3.1.7 重复按公式（B7）、（B8）、（B9）算出极差的平均值$\overline{R}_1$、$\overline{R}_2$、$\overline{R}_3$及相应的舍弃数值界限并予以舍弃，直至所有数值均小于舍弃数值界限。

B.3.1.8 算出按极差推算的测定标准偏差S_M、制样标准偏差S_D和取样标准偏差S_S的估计值：

$$S_M=\sqrt{(\overline{R}_1/d_2)^2} \quad \text{(B10)}$$

$$S_D=\sqrt{(\overline{R}_2/d_2)^2-1/2\ (\overline{R}_1/d_2)^2} \quad \text{(B11)}$$

$$S_S=\sqrt{(\overline{R}_3/d_2)^2-1/2\ (\overline{R}_2/d_2)^2} \quad \text{(B12)}$$

式中：$1/d_2$——由极差估算标准偏差的系数。对于成对试验其值为0.8865。

B.3.1.9 算出测定精确度β_M、制样精确度β_D和取样精确度β_S：

$$\beta_M=2S_M \quad \text{(B13)}$$

$$\beta_D=2S_D \quad \text{(B14)}$$

$$\beta_S=2S_S \quad \text{(B15)}$$

B.3.1.10 按下式算出总标准偏差S_{SDM}和总精确度β_{SDM}：

$$S_{SDM}=\sqrt{S_M^2+S_D^2+S_S^2} \quad \text{(B16)}$$

$$\beta_{SDM}=2S_{SDM} \quad \text{(B17)}$$

将β值与所规定的精确度进行比较。

B.3.2 方式2

B.3.2.1 将一批钨精矿的三个制备样品、四个测定结果用下列符号代表。

$X_{A_{11}}$、$X_{A_{12}}$代表大样A制备样品A_1的一对测定结果；

X_{A_2}代表大样A制备样品A_2的单试验测定结果。

X_B代表大样B制备样品B的单试验测定结果。

B.3.2.2 算出制备样品A_1双试验测定结果的极差R_1，成对制备样品A_1、A_2的极差R_2，大样A和B的极差R_3。计算方法同方式1。计算可任取$X_{A_{11}}$或$X_{A_{12}}$，但需前后一致。

B.3.2.3 算出极差的平均值$\overline{R}_1$、$\overline{R}_2$、$\overline{R}_3$：

$$\overline{R}_1=(1/K)\Sigma R_1 \quad \text{(B18)}$$

$$\overline{R}_2=(1/K)\Sigma R_2 \quad \text{(B19)}$$

$$\overline{R}_3=(1/K)\Sigma R_3 \quad \text{(B20)}$$

式中：K——试验批数。

B.3.2.4 算出舍弃数值界限，并予舍弃，直至所有极差值均小于舍弃数值界限，计算方法同方式1。

B.3.2.5 算出按极差推算的测定标准偏差S_M，制样标准偏差S_D和取样标准偏差S_S的估计值。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

$$S_M = \sqrt{(\overline{R}_1/d_2)^2} \quad \cdots\cdots (B21)$$

$$S_D = \sqrt{(\overline{R}_2/d_2)^2 - (\overline{R}_1/d_2)^2} \quad \cdots\cdots (B22)$$

$$S_S = \sqrt{(\overline{R}_3/d_2)^2 - (\overline{R}_2/d_2)^2} \quad \cdots\cdots (B23)$$

B.3.2.6 算出测定、制样、取样精确度β_M、β_D、β_S及总精确度β_{SDM}、总标准偏差S_{SDM}。计算方法同方式1。

将β值与取样、制样标准中所规定的精确度进行比较。

B.4 结果的探讨

B.4.1 通过本试验所求得的β值若小于标准中规定的β值，说明日常的取样、制样和测定过程符合要求，当试验求得的β值大于规定的β值时，应检查取样、制样和测定是否有不正常情况，必要时加以改进。若无不正常情况时，应按附录A所列的品质波动试验方法校核钨精矿品质波动是否有变化。如校核结果证实品质波动较大时，应根据校核后的品质波动类型确定应取份样数。

B.4.2 若进行品质波动试验有困难，取样精确度值大于规定值时应根据情况进行调正。

B.4.2.1 增加份样数，使取样精确度的改进与$\sqrt{n_1/n}$成比例。即$\beta_S/\beta_{S_1} = \sqrt{n_1/n}$

式中：β_{S_1}——试验所得取样精确度；

β_S——规定的取样精确度；

n_1——试验时所取份样数；

n——规定的应取份样数。

B.4.2.2 增加份样量也可提高精确度，但当达到一定量后再增大份样量对精确度的提高效果不显著。

B.5 计算示例

B.5.1 方式1

B.5.1.1 品名：黑钨精矿。

B.5.1.2 规定精确度：总精确度$\beta_{SDM} = \pm 0.6\%$；取样精确度$\beta_S = \pm 0.4\%$。

B.5.1.3 批数：10批。

B.5.1.4 批量：20t（400包）。

B.5.1.5 品质波动：“中”。

B.5.1.6 最大粒度：<9mm。

B.5.1.7 取样方法：倒包缩分法。

B.5.1.8 每批钨精矿应取份样数：30个×2=60个。

B.5.1.9 取、制样程序：从每批钨精矿中随机抽出60个样包，将1、3、5……奇数样包共30个编为A组，将2、4、6……偶数样包30个编为B组，将A、B二组样包分别合并混和，缩分至不少于60kg，经充分混匀后用二分器分成A_1、A_2和B_1、B_2各约30kg四个样品，然后分别按本标准中4.3所列的制样程序分别制成A_1、A_2和B_1、B_2四个制备样品。

B.5.1.10 测定方法：用硝酸铵重量法测定三氧化钨含量做双试验。

B.5.1.11 数据解析（95%概率）：试验数据列于表B1。

表 B1　精确度试验数据（方式 1）

批号	数量 t	份样数		A_1				A_2				A		B_1				B_2				B		$\overline{\overline{X}}$	R_3
		A	B	$X_{A_{11}}$	$X_{A_{12}}$	$\overline{X}_{A_1}$	R_1	$X_{A_{21}}$	$X_{A_{22}}$	$\overline{X}_{A_2}$	R_1	$\overline{\overline{X}}_A$	R_2	$X_{B_{11}}$	$X_{B_{12}}$	$\overline{X}_{B_1}$	R_1	$X_{B_{21}}$	$X_{B_{22}}$	$\overline{X}_{B_2}$	R_1	$\overline{\overline{X}}_B$	R_2		
1	20	30	30	66.80	66.71	66.76	0.09	66.75	66.82	66.78	0.07	66.77	0.02	66.60	66.48	66.54	0.12	66.48	66.40	66.44	0.08	66.49	0.10	66.63	0.28
2	20	30	30	67.92	67.80	67.86	0.12	67.70	67.61	67.66	0.09	67.76	0.20	67.48	67.42	67.45	0.06	67.32	67.48	67.40	0.16	67.42	0.05	67.59	0.34
3	20	30	30	66.50	66.58	66.54	0.08	66.70	66.65	66.68	0.05	66.61	0.14	66.89	66.96	66.92	0.07	66.90	66.72	66.81	0.18	66.86	0.11	66.74	0.25
4	20	30	30	69.89	69.72	69.81	0.17	69.70	69.91	69.80	0.21	69.80	0.01	69.56	69.42	69.49	0.14	69.70	69.56	69.63	0.14	69.56	0.14	69.68	0.24
5	20	30	30	66.71	66.58	66.64	0.13	66.50	66.62	66.56	0.12	66.60	0.08	66.99	66.81	66.90	0.18	66.82	66.90	66.86	0.08	66.88	0.04	66.74	0.28
6	20	30	30	68.13	67.92	68.02	0.21	67.86	67.90	67.88	0.04	67.95	0.14	67.83	67.69	67.76	0.14	67.88	67.78	67.83	0.10	67.80	0.07	67.88	0.15
7	20	30	30	66.28	66.08	66.18	0.20	66.38	66.58	66.48	0.20	66.33	0.30	66.70	66.52	66.61	0.18	66.80	66.62	66.71	0.18	66.66	0.10	66.50	0.33
8	20	30	30	67.47	67.36	67.42	0.11	67.59	67.75	67.67	0.16	67.54	0.25	67.12	67.22	67.17	0.10	67.56	67.63	67.60	0.07	67.38	0.43	67.46	0.16
9	20	30	30	65.92	65.90	65.91	0.02	65.76	65.60	65.68	0.16	65.80	0.32	65.60	65.69	65.64	0.09	65.50	65.32	65.41	0.18	65.52	0.23	65.66	0.28
10	20	30	30	67.67	67.49	67.58	0.18	67.26	67.38	67.32	0.12	67.45	0.26	67.60	67.48	67.54	0.12	67.52	67.66	67.59	0.14	67.56	0.05	67.50	0.11
						Σ	1.31				1.22		1.63				1.20				1.31		1.32		2.42

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

算出极差的平均值：

$$\bar{R}_1 = (1/4K)\Sigma R_1$$
$$= 1/40\ (1.31+1.22+1.20+1.31)$$
$$= 0.126$$
$$\bar{R}_2 = (1/2K)\Sigma R_2$$
$$= 1/20\ (1.63+1.32)$$
$$= 0.148$$
$$\bar{R}_3 = (1/K)\Sigma R_3$$
$$= 1/10 \times 2.42$$
$$= 0.242$$

求出舍弃数值界限：

R_1舍弃数值界限：$0.126 \times 3.267 = 0.412$

R_2舍弃数值界限：$0.148 \times 3.267 = 0.484$

R_3舍弃数值界限：$0.242 \times 3.267 = 0.791$

根据表B 1数据，所有R_1、R_2、R_3均小于舍弃数值界限。

算出测定、制样和取样标准偏差：

$$S_M = \sqrt{(\bar{R}_1/d_2)^2}$$
$$= \sqrt{(0.126 \times 0.8865)^2}$$
$$= \pm 0.112$$

$$S_D = \sqrt{(\bar{R}_2/d_2)^2 - 1/2\ (\bar{R}_1/d_2)^2}$$
$$= \sqrt{(0.148 \times 0.8865)^2 - 1/2\ (0.126 \times 0.8865)^2}$$
$$= \pm 0.105$$

$$S_S = \sqrt{(\bar{R}_3/d_2)^2 - 1/2\ (\bar{R}_2/d_2)^2}$$
$$= \sqrt{(0.242 \times 0.8865)^2 - 1/2\ (0.148 \times 0.8865)^2}$$
$$= \pm 0.193$$

算出测定、制样、取样精确度（%）和总精确度（%）：

$$\beta_M = 2S_M$$
$$= 2 \times (\pm 0.112)$$
$$= \pm 0.22\%$$

$$\beta_D = 2S_D$$
$$= 2 \times (\pm 0.105)$$
$$= \pm 0.21\%$$

$$\beta_S = 2S_S$$
$$= 2 \times (\pm 0.193)$$
$$= \pm 0.39\%$$

$$\beta_{SDM} = \pm 0.49\%$$

试验所得各项均符合精确度要求。

B.5.2 方式 2

B.5.2.1 品名：黑钨精矿

B.5.2.2 规定精确度：同方式 1

B.5.2.3 批数：14批

B.5.2.4 批量：20t（400包）

B.5.2.5 品质波动：“小”

B.5.2.6 最大粒度：＜9mm

B.5.2.7 取样方法：倒包三铲法

B.5.2.8 每批钨精矿应取份样数为15个 × 2 = 30个

B.5.2.9 取、制样程序：从每批钨精矿中随机抽出30个样包，将奇数样包15个编为A组，偶数样包15个编为B组，每组样包逐包倒于平整洁净的铁板上，使成圆锥形，将样铲分别从圆锥外圈底部沿120°角的三条母线插至圆心，然后向上垂直提起取出三铲作为一个份样，每个份样量约5kg，将A、B二组各15个份样分别合成A、B二个大样，然后按方式2制样程序制备成A_1、A_2和B三个制备样品。

B.5.2.10 测定方法：用硝酸铵重量法测定三氧化钨含量A_1做双试验，A_2、B各做单试验。

B.5.2.11 数据解析（95%概率）：试验数据列于表B 2。

表 B2 精确度试验数据（方式 2）

批号	数量t	份样数		A_1		R_1	A_2	R_2	B	R_3
		A	B	$X_{A_{11}}$	$X_{A_{12}}$		X_{A_2}		X_B	
1	20	15	15	66.92	66.59	0.33	66.61	0.31	66.60	0.32
2	20	15	15	66.58	66.89	0.31	66.79	0.21	66.79	0.21
3	20	15	15	66.28	66.24	0.04	66.54	0.26	66.19	0.09
4	20	15	15	66.16	66.14	0.02	66.02	0.14	65.93	0.23
5	20	15	15	70.23	70.24	0.01	70.40	0.17	70.09	0.14
6	20	15	15	71.59	71.76	0.17	71.78	0.19	71.35	0.24
7	20	15	15	70.91	70.90	0.01	70.72	0.19	70.77	0.14
8	20	15	15	68.46	68.52	0.06	68.30	0.16	68.76	0.30
9	20	15	15	69.21	69.07	0.14	68.82	0.39	68.94	0.27
10	20	15	15	67.55	67.35	0.20	67.33	0.22	67.25	0.30
11	20	15	15	67.70	67.50	0.20	67.55	0.15	67.44	0.26
12	20	15	15	67.60	67.77	0.17	67.75	0.15	67.98	0.38
13	20	15	15	66.33	66.26	0.07	66.44	0.11	66.64	0.31
14	20	15	15	68.70	68.90	0.20	69.05	0.35	69.11	0.41
						$\Sigma R_1=1.93$		$\Sigma R_2=3.00$		$\Sigma R_3=3.60$

算出极差R的平均值$\overline{R}$：

$$\overline{R_1}=(1/K)\Sigma R_1$$
$$=(1/14)\times 1.93$$
$$=0.138$$

$$\overline{R_2}=(1/K)\Sigma R_2$$
$$=(1/14)\times 3.00$$
$$=0.214$$

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

$$\overline{R}_3 = (1/K)\Sigma R_3$$
$$= (1/14) \times 3.60$$
$$= 0.257$$

算出舍弃数值界限：

R_1舍弃数值界限 $= 0.138 \times 3.267$
$= 0.451$

R_2舍弃数值界限 $= 0.214 \times 3.267$
$= 0.699$

R_3舍弃数值界限 $= 0.257 \times 3.267$
$= 0.840$

根据以上舍弃界限，所有R_1、R_2、R_3均小于舍弃数值界限，不需舍弃。

算出测定、制样和取样的标准偏差：

$$S_M = \sqrt{(\overline{R}_1 \times 0.8865)^2}$$
$$= \sqrt{(0.138 \times 0.8865)^2}$$
$$= \pm 0.122$$

$$S_D = \sqrt{(\overline{R}_2 \times 0.8865)^2 - (\overline{R}_1 \times 0.8865)^2}$$
$$= \sqrt{(0.214 \times 0.8865)^2 - (0.138 \times 0.8865)^2}$$
$$= \pm 0.145$$

$$S_S = \sqrt{(\overline{R}_3 \times 0.8865)^2 - (\overline{R}_2 \times 0.8865)^2}$$
$$= \sqrt{(0.257 \times 0.8865)^2 - (0.214 \times 0.8865)^2}$$
$$= \pm 0.126$$

算出测定、制样和取样的精确度：

$$\beta_M = 2 \times (\pm 0.122)$$
$$= \pm 0.24$$
$$\beta_D = 2 \times (\pm 0.145)$$
$$= \pm 0.29$$
$$\beta_S = 2 \times (\pm 0.126)$$
$$= \pm 0.25$$
$$\beta_{SDM} = \pm 0.45\%$$

试验所得各项均符合精确度要求。

附 录 C
取样偏差校核试验方法
（补充件）

C.1 试验目的

本试验方法采用加工过程中逐包取样方法作为无系统误差方法（称为A法）与所需校核的取样方法（称为B法）进行比较，核对B法与A法的差值是否有显著性差异，以确定B法能否适用于日常工作。

C.2 试验方法

至少用15批钨精矿进行试验，在同一批钨精矿中用A法和B法各取一个大样，分别用同样的制样、测定方法（按标准规定方法）进行试验。如果A法和B法系从同一包货物中抽取，则可以用份样或副样单独制样代替大样进行取样偏差校核试验，但试验批数不得少于3批。

C.3 数据解析

C.3.1 用X_{A_i}代表A法测定的各个结果，用X_{B_i}代表B法测定的各个结果。

C.3.2 用下式算出X_{A_i}与X_{B_i}的差值d_i：

$$d_i = X_{B_i} - X_{A_i} \quad \cdots\cdots (C1)$$

式中：i = 1、2、3……K（K为试验组数）。

C.3.3 算出差值的平均值$\overline{d}$：

$$\overline{d} = 1/K\Sigma d_i \quad \cdots\cdots (C2)$$

C.3.4 算出差值的标准偏差S_d：

$$S_d = \sqrt{\frac{K\Sigma d_i^{\,2} - (\Sigma d_i)^2}{K(K-1)}} \quad \cdots\cdots (C3)$$

C.3.5 确定取样偏差试验所需组数：

$$D = \frac{\delta}{S_d} \quad \cdots\cdots (C4)$$

式中：D——标准化差值；

δ——根据实验测得的偏差值，这里采用0.2%（WO_3）。

从表C 1查得所需试验组数N_r，如试验组数不足时，应予补足。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

表 C1　从标准化差值D得到所需试验组数

D	Nr	D	Nr
0.35～0.40	90	0.90～0.95	15
0.40～0.45	70	0.95～1.00	14
0.45～0.50	55	1.00～1.10	13
0.50～0.55	45	1.1 ～1.2	11
0.55～0.60	38	1.2 ～1.3	10
0.60～0.65	32	1.3 ～1.5	8
0.65～0.70	28	1.5 ～1.6	7
0.70～0.75	24	1.7 ～1.9	6
0.75～0.80	21		
0.80～0.85	19		
0.85～0.90	17		

C.3.6　从测得值算出t_0：

$$t_0=\frac{|\bar{d}|}{S_d}\cdot\sqrt{K} \qquad \text{(C5)}$$

C.3.7　从表C 2（t 分布表）中查出t值，其概率为95%自由度为$K-1$。

C.3.8　将t_0与t作比较，如t_0小于t则认为B法与A法无显著性差异；t_0大于t则认为B法与A法有显著性差异。

C.4　计算示例

C.4.1　品名：黑钨精矿

C.4.2　试验批数：15批

C.4.3　试验方法：

A法按本标准3.4.1在加工过程中逐包取样法抽取份样后，合成一个大样，按4.3规定的制样程序制备样品，用硝酸铵重量法测定三氧化钨含量。

B法按本标准3.4.3倒包三铲法取份样后，合成一个大样，用与A法相同的制样程序和测定方法测定三氧化钨含量。

表 C2　t 分布表（概率为95%）

自由度	2	3	4	5	6	7	8	9
t	4.303	3.182	2.776	2.571	2.447	2.365	2.306	2.262
自由度	10	11	12	13	14	15	16	17
t	2.228	2.201	2.179	2.160	2.145	2.131	2.120	2.110
自由度	18	19	20	21	22	23	24	25
t	2.101	2.093	2.086	2.080	2.074	2.069	2.064	2.060
自由度	26	27	28	29	30	40	60	120
t	2.056	2.052	2.048	2.045	2.042	2.021	2.000	1.980

表 C3　逐包取样法与倒包三铲法比较试验数据

批　　号	WO_3(%)		$d_i = X_{B_i} - X_{A_i}$	d_i^2
	X_{A_i}	X_{B_i}		
1	67.04	66.82	−0.22	0.0484
2	66.94	66.68	−0.26	0.0676
3	66.22	66.36	0.14	0.0196
4	66.60	66.27	−0.33	0.1039
5	66.34	66.12	−0.22	0.0484
6	70.26	70.08	−0.18	0.0324
7	71.54	71.42	−0.12	0.0144
8	70.80	70.91	0.11	0.0121
9	68.60	68.49	−0.11	0.0121
10	69.05	69.00	−0.05	0.0025
11	67.35	67.41	0.06	0.0036
12	67.70	68.13	0.43	0.1849
13	68.02	68.13	0.11	0.0181
14	66.22	66.30	0.08	0.0064
15	69.11	69.08	−0.03	0.0009
			$\Sigma d_i = -0.59$	$\Sigma d_i^2 = 0.5743$
			$\overline{d} = -0.04$	

$$S_d = \sqrt{\frac{K\Sigma d_i^{\,2} - (\Sigma d_i)^2}{K(K-1)}} = \sqrt{\frac{15 \times 0.5743 - (0.59)^2}{15\,(15-1)}} = 0.198$$

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

计算所需试验组数：

$$D = \frac{0.2}{0.198}$$

$$= 1.01$$

由表C 1查得$N_r = 13$，因实际试验组数为15，故试验组数已足够。

$$t_0 = \frac{|\overline{d}|}{S_d}\sqrt{K}$$

$$= \frac{0.04}{0.198}\sqrt{15}$$

$$= 0.782$$

由表C 2查得$t_{14} = 2.145$。

则$t_0 < t_{14}$，故无显著性差异。

附加说明：

本标准由中华人民共和国国家进出口商品检验局提出。

本标准由中华人民共和国国家进出口商品检验局负责起草。

本标准主要起草人胡忆杲。

中华人民共和国国家标准

UDC 621.762:669
-492.2:620
.113
GB 5314—85

粉末冶金用粉末的取样方法

Powders for powder metallurgical purposes—Sampling

本标准适用于粉末冶金用粉末的取样和分样。

本标准等效于国际标准ISO 3954—1977《粉末冶金用的粉末——取样方法》。

1 名词术语

批（lot）：同一条件下生产或处理的一定数量的粉末。

份样（increment）：用取样装置从一批粉中一次所取出的粉末。

总样（gross sample）：由一批粉中取出的所有份样组成的粉末。

混合样（composite sample）：经过混合的全部总样，或其有代表性的一部分。混合样也可以通过缩分经过充分混合的一批粉末得到。

试样（test sample）：为了测定某项性能，或制备试件，从混合样中取出的粉末。通常用缩分混合样取得。

称量样（test portion）：由试样中取出的（或者，如果二者相同，可由混合样中取出），用于试验的一定数量的粉末。

试件（test piece）：由试样制成的具有规定形状的物体。

国家标准局1985-08-24发布　　1986-07-01实施

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

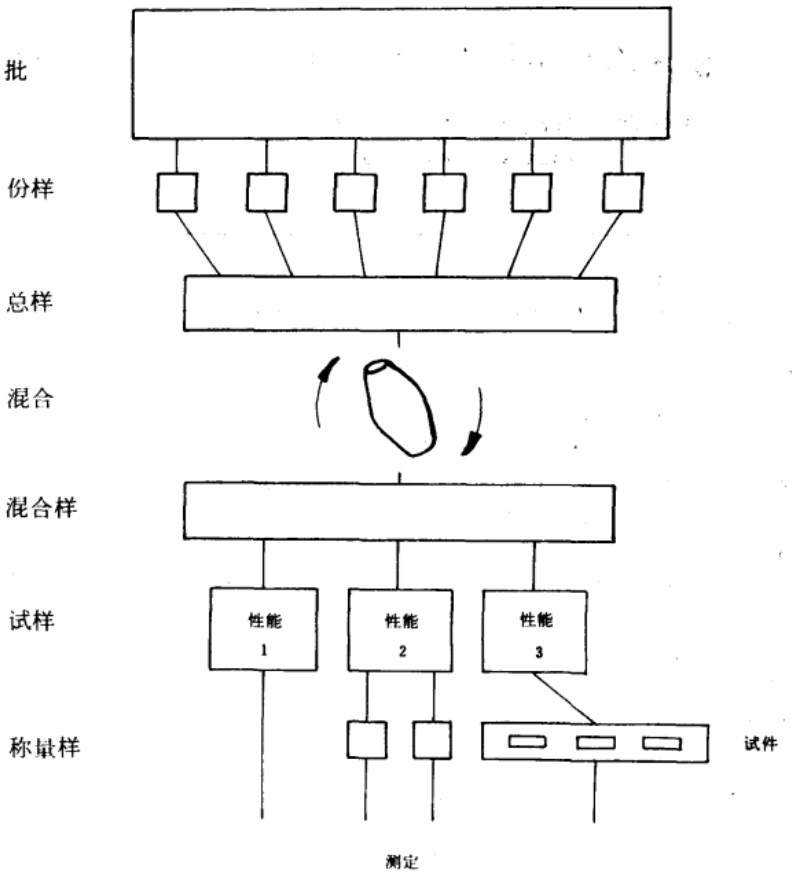


图 1 取样示意图

2 份样的数目

2.1 由装在容器内的粉中取样

除非另有协议，当由装在容器内的粉中取样时，应任意地从一批粉中选出下表所示数目的容器。从每一个选出的容器中取出一份或多份的份样，以组成总样。如果在一批粉中包含装有不同数量粉末的容器时，所选的容器应在一批粉中有代表性，由每一个选出的容器中所取份样的数量，应与容器内的装粉量成比例。

一批粉的装粉容器数目，个	应取份样的容器数目，个
1～5	全部
6～11	5
12～20	6
21～35	7
36～60	8
61～99	9
100～149	10
150～199	11
200～299	12

以后每增加100个或不到100个包装容器，应增加一个取样容器。

2.2 在连续流动出料时取样

如果整批粉末通过一个孔口连续流动出料，则可在出料时取样。在这种情况下，应在全部出料时间内，按一定间隔取份样。取份样数目取决于要求的精确度。至少应取三份份样，一份在出料开始后不久，一份在出料过程中间，一份在出料结束前不久。

3 取样

3.1 一般规则

所取份样应使组成的混合样尽可能精确地代表该批粉末。

注：当一批粉末处于运动状态时，例如在装料、出料、运输过程以及贮存时容器受到震动，随时都可能产生混合不均。

与粉末接触的取样器所有表面应光滑和清洁。

3.2 取样过程

取样过程中应不改变粉末的性能。

3.2.1 缩分取样

整批粉末的缩分取样可用第 4 章中介绍的装置和方法。

3.2.2 在连续流动出料时取样

在垂直于粉流方向上，取样容器的尺寸应比粉流横截面大出足够的宽度。

取样容器送入和撤出粉流时，应使各部分粉流具有相同的流入容器的机会。最简单的方法是使具有矩形截面的取样容器等速贯穿粉末流。

3.2.3 用取样器取样

可用不同形式的取样器。取样器的长度应使粉末能从容器的各个深度取出。取样器的结构取决于所取粉末的流动性。图 2 和图 3 示出了适应不同流动性的两种取样器图例。

图 2 适用于流动性好的松装粉末。它有一个内管和一个外管，底部封闭，在外管的适当位置开一纵向斜的长形孔，内管开一个纵向直的、宽度与外管相同的长形孔，以便内外管转动时能依次打开和关闭。为避免在转动时遇到大颗粒卡死，管子之间应有适当间隙。

用该取样器取样时，先关闭长形孔，再缓慢插入到容器的底部。建议取样器应从粉末运输和贮存时存放状态的垂直方向插入。当取样器到达底部后，打开长形孔，以使粉末由底到顶充满取样器。然后关闭长形孔，拔出取样器。取样器中的所有粉末应注入总样容器内。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

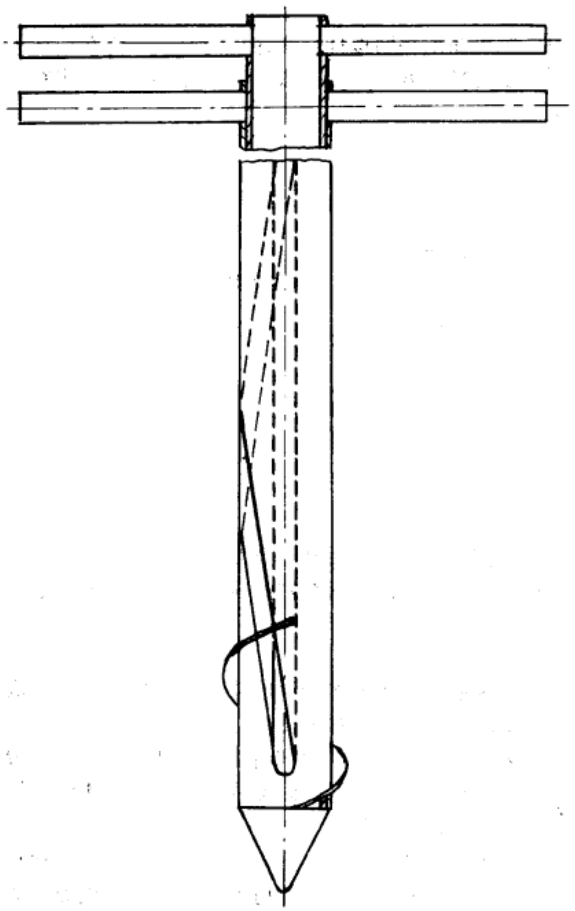


图 2 取样器

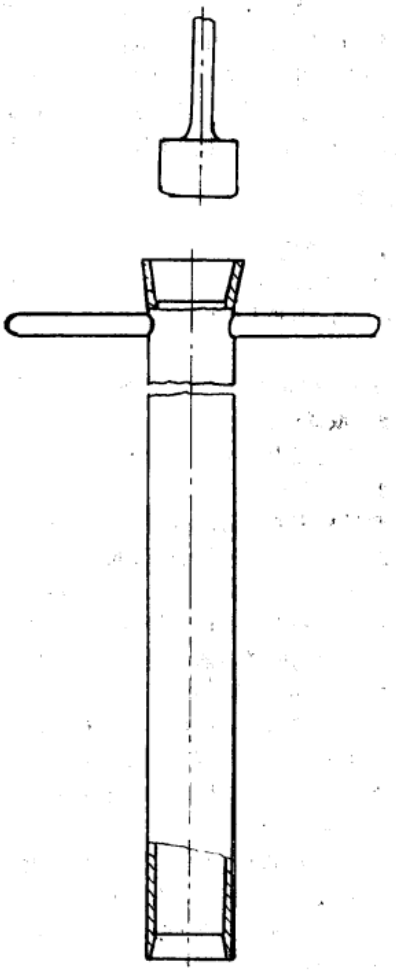


图 3 取样器

图 3 所示取样器由开口的单层管构成。该取样器适用于当其从粉末中拔出时能留在管内的各种粉末。这可通过选择合适的管径来实现。

取样器应慢慢地插入容器直到底部。建议取样器从粉末运输和贮存时存放状态的垂直方向插入，到达底部后，拔出取样器，将取出的粉末注入总样的容器内。

注：① 如果粉末的深度大于取样器长形孔的高度，应取多于一份的份样，以保证在每一深度上取样，份样的份数，是粉末深度与长形孔高度之比的倍数。

② 如果取样器插入方向上出现粉末混合不均，且从每层中取出的量不等，将出现误差。

③ 为减少在垂直于取样器插入的方向上存在混合不匀的影响，取样器插入点的分布应尽可能有代表性。如果从圆柱形容器中取几份份样，那么在距容器轴线每相等间距上，所取的份样数目，应与该距离成比例。如果在圆柱形容器的粉末中，只取一份份样，取样器应插在离中心为0.7半径的位置上。

4 分样

分样装置的大小应与待分的粉量相适应，以便可以忽略分样过程中的损失，并使污染最少。

推荐下列几种分样器（见图 4 ～ 8）。

a. 四分法分样器；

b. 分样器；

c. 旋转分样器；

d. 旋转圆锥分样器；

e. 八分法旋转分样器。

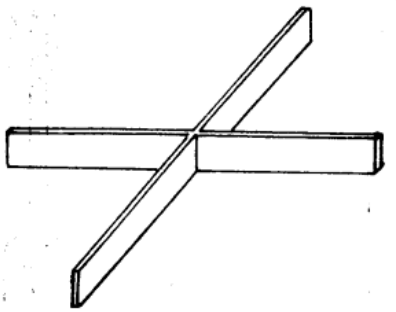


图 4 四分法分样器

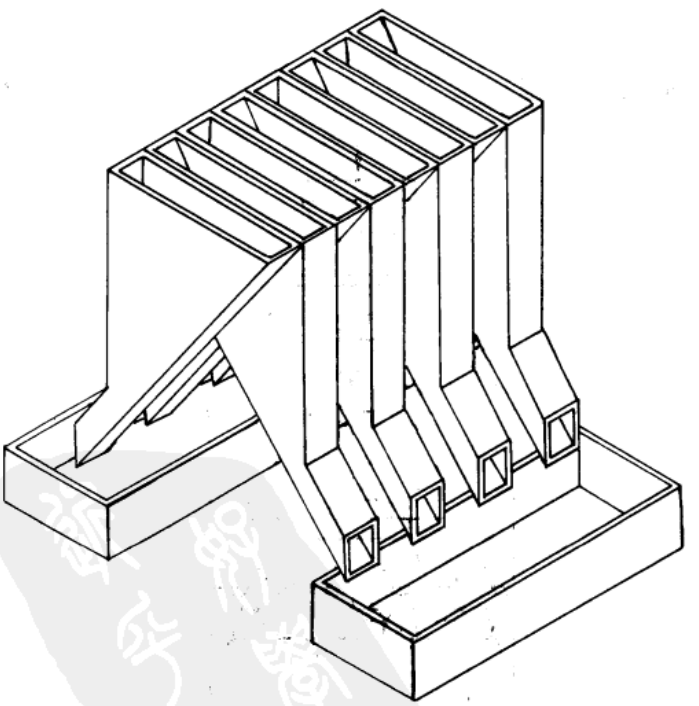


图 5 分样器

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

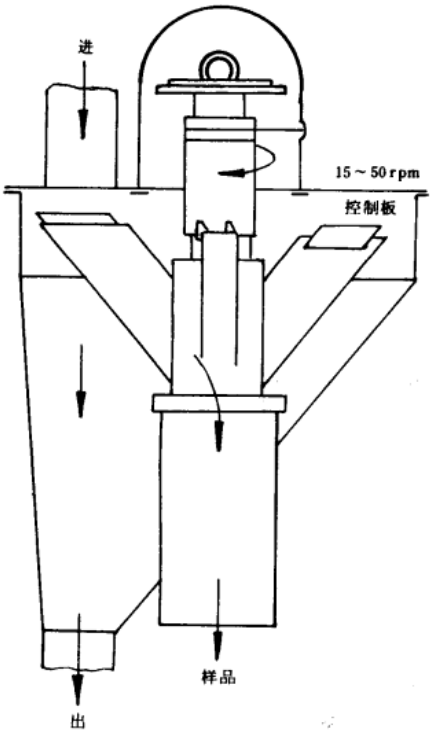


图 6　旋转分样器

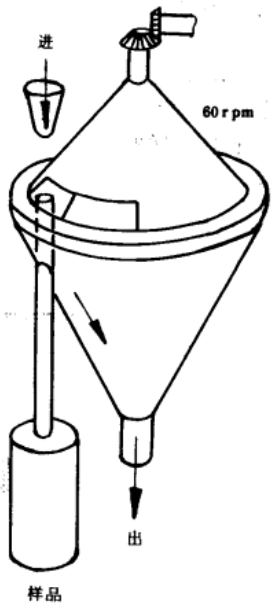


图 7　旋转圆锥分样器

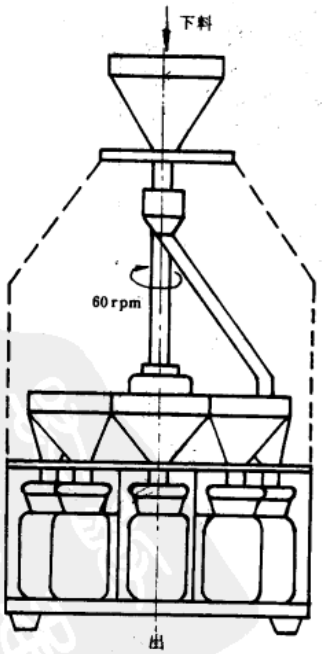


图 8　八分法旋转分样器

附加说明：

本标准由中华人民共和国冶金工业部和中国有色金属工业总公司提出。

本标准由冶金工业部钢铁研究总院负责起草。

本标准主要起草人童瑞泉、张文义。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

中华人民共和国国家标准

UDC 621.762:620.1

GB 6884—86

硬质合金制品 取样和试验方法

Hardmetal products—Sampling and testing

本标准适用于测定硬质合金物理、力学性能用的硬质合金制品的取样和试验方法。

本标准等效采用国际标准ISO 4489—1978《烧结硬质合金——取样和试验》。

1 有关标准

GB 3848—83《硬质合金矫顽（磁）力测定方法》。

GB 3850—83《致密烧结金属材料与硬质合金密度测定方法》。

GB 3851—83《硬质合金横向断裂强度测定方法》。

GB 3849—83《硬质合金洛氏硬度（A标尺）试验方法》。

GB 3489—83≈ISO 4505—1978《硬质合金——孔隙度和非化合碳的金相测定》。

GB 3488—83≈ISO 4499—1978《硬质合金——显微组织的金相测定》。

2 定义

2.1 批——根据生产的特点，批的组成方式如下：

2.1.1 混合粉批：同一批混合粉，在相同生产工艺条件下制得的各种烧结制品。

2.1.2 炉批：以相同牌号、不同混合粉批、在同一生产工艺条件下（同一炉次）制得的烧结制品。

2.2 试件——取自一批供测定性能用的一个或多个制品。

3 取样

由于硬质合金制品用途广泛，规格品种繁多，其组织结构和物理力学性能的测定既费时间，又常常具有破坏性。因此，采取与常用的尺寸检验相同的样品量是不实际的。因而，一批制品性能的均匀性程度只能在生产过程中经济地予以实现。所以，硬质合金牌号性能的评定，从一批中取1～2个试样，通常已足够了。

4 试验

取样规则及数量应符合下表：

试验项目	取样规则及数量	试验方法标准
矫顽（磁）力	每批制品中任意取2～5个	GB 3848—83
密度	每批制品中任意取2个或2个以上，总重量不小于40g	GB 3850—83
洛氏硬度（A标尺）	每批制品中任意取2个	GB 3849—83
显微组织	每批制品中任意取2个	GB 3488—83
孔隙度和非化合碳		GB 3489—83

注：① 对于硬质合金大制品（即特殊制品），如硬质合金顶锤等制品的取样和试验，可按相应国家标准中的规定进行。

国家标准局1986-09-15发布　　1987-09-01实施

② 断面、切削、钻探、冲击韧性的取样和试验，按GB 5242—85《硬质合金制品检验规则与试验方法》规定进行。

5 试验报告

硬质合金常常以少量订货，并从仓库交货。因此，批的一致性不可能被保留，故不可能随单个定货供给试验报告。

附加说明：
本标准由中国有色金属工业总公司提出。
本标准由株洲硬质合金厂负责起草。
本标准主要起草人宋志祥、刘光庭。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

中华人民共和国国家标准

UDC 621.762:620.1

GB 6885—86

硬质合金 混合粉取样和试验方法

Hardmetals—Sampling and testing of mixed powder

本标准适用于制造硬质合金用的混合粉的取样和试验方法。

本标准等效采用国际标准ISO 4884—1978《硬质合金——烧结试样用粉末的取样和试验方法》。

1 有关标准

1.1 GB 5314—85《粉末冶金用粉末的取样和试验方法》。

1.2 GB 3848—83《硬质合金矫顽（磁）力测定方法》。

1.3 GB 3851—83《硬质合金横向断裂强度测定方法》。

1.4 GB 3850—83《致密烧结金属材料与硬质合金密度测定方法》。

1.5 GB 3849—83《硬质合金洛氏硬度（A标尺）试验方法》。

1.6 GB 3489—83≈ISO 4505—1978《硬质合金——孔隙度和非化合碳的金相测定》。

1.7 GB 3488—83≈ISO 4499—1978《硬质合金——显微组织的金相测定》。

2 定义

本标准中采用的术语——批、份样、总样、混合样、试样、称量样、试件，其定义见GB 5314—85。

3 取样

3.1 按GB 5314—85中的有关规定，用取样器从一批混合粉中大致均匀的五个部位取出份样。

3.2 如果在分装容器前把单个生产批混合粉在混合器中混合为一个检验批，那么，根据供需双方的协议，可以从该检验批中取一份或几份份样。

4 试样制备

4.1 将采取的份样合为总样，经充分混合均匀制得混合样，从混合样中取其一份称量样作化学成分分析用。

4.2 从混合样中取一定数量的试样，在相应的工艺条件下加工成符合有关标准规定的试件。该试件不得有妨碍试验的各种缺陷。

4.3 对于孔隙度的测定，应选取一个或几个试件，使被检查的总面积不小于1 cm^2。

5 试验

5.1 通常一批混合粉取样进行如下试验：

5.1.1 化学成分分析。

5.1.2 由混合样加工制成的试件进行性能测定按下页表：

国家标准局1986-09-15发布 1987-09-01实施

试 验 项 目	试 验 方 法 标 准
矫顽（磁）力	GB 3848—83
横向断裂强度	GB 3851—83
密度	GB 3850—83
洛氏硬度	GB 3849—83
孔隙度和非化合碳	GB 3489—83
显微组织金相	GB 3488—83

注：① 试件规格及数量按GB 5242—85《硬质合金制品检验规则与试验方法》中有关规定。

② 表中所列性能的测定可在同一试件上进行，但在测定横向断裂强度之前，不能进行硬度、显微组织和孔隙度测定。

③ 化学分析可以从该批粉末制得的试件来进行。

附加说明：

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由株洲硬质合金厂负责起草。

本标准主要起草人李世伟、黄义章。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

中华人民共和国国家标准

UDC 622.349.7
:620.11

GB 7146—86

袋装锑矿石取样、制样方法

Methods of sampling and sample preparation of antimony ores in bags

本标准适用于袋装各类锑矿石的化学成分、水分、粒度样品的拣取和制备。

1 术语解释

1.1 批和批量

以一次交货的同一规格的袋装锑矿石为一批，构成一批锑矿石的重量称为批量。

1.2 基本批量

系上列袋装锑矿石取样、制样标准中所规定的最小批量。

1.3 份样

由一批袋装锑矿石的一袋中，按规定重量取出的样品。

1.4 副样

由一批袋装锑矿石中的部分份样组成的样品。

1.5 大样

由一批袋装锑矿石的全部份样或全部副样所组成的样品。

1.6 制备样品

按规定制样方法从份样、副样或大样所制备的样品。

1.7 成分样品

从制备样品中取出的供成分分析用样品。

1.8 水分样品

由大样或副样制备的供水分测定用样品。

1.9 粒度样品

从一批袋装锑矿石中取出的供筛分用样品。

1.10 最大粒度

指样品在筛上残余约 5 %的筛孔尺寸。

1.11 样品的重用

将全部样品用于某一测定项目，然后把此样品的全部或一部分经制备后，用于测定其他项目，如全部大样经筛分测定粒度后，再全部合并制备为成分样品。

1.12 误差

测得值与真实值之差。

1.13 偏差

测得值与一组测得值的平均值之差。

1.14 方差S^2

各次测得值X_i与平均值$\overline{X}$的差值的平方和除以测定次数n减 1 。即

$$S^2=\frac{\Sigma(X_i-\overline{X})^2}{n-1}=\frac{n\Sigma X_i^2-(\Sigma X_i)^2}{n(n-1)} \quad \cdots\cdots\cdots\cdots (1)$$

国家标准局1986-12-30发布　　1987-11-01实施

1.15 标准偏差S

方差的平方根。

1.16 品质波动标准偏差S_W

指批内份样间品质特性波动的标准偏差，根据S_W值可将锑矿石划分为品质波动大、中、小三种类型。品质波动试验方法见附录A。

1.17 精确度β

测得值互相一致的程度。概率为95%时，精确度用二倍的标准偏差（$\beta = 2S$）表示。总精确度β_{SDM}包括取样精确度β_S、制样精确度β_D和测定精确度β_M：

$$\beta_{SDM} = 2\sqrt{S_S^2 + S_D^2 + S_M^2} \quad \cdots\cdots (2)$$

式中：S_S——取样标准偏差；

S_D——制样标准偏差；

S_M——测定标准偏差。

核对精确度试验方法见附录B。

2 一般规定

2.1 本标准规定取样、制样及测定总精确度β_{SDM}为±1.00%，取样精确度β_S为±0.8%（概率为95%），以含锑量计。

2.2 必须严格按照本标准规定的方法取样、制样并根据需要按照附录A品质波动试验方法、附录B精确度校核试验方法、附录C取样偏差校核试验方法进行校核试验。

2.3 若品质明显不均匀、最大粒度超过100 mm均需经加工整理。如需并批，含锑量之差不得超过5%，经掺合均匀后再行取样。

2.4 取样、制样所用设备、工具和盛样容器必须保持清洁，坚固耐用。

2.5 在取样、制样过程中应注意安全防护。

2.6 成分样品应妥善保管六个月，以备核查。

3 取样

3.1 取样工具

a. 平头钢锹（见图1）；

b. 带盖盛样桶或内衬塑料薄膜的盛样袋。

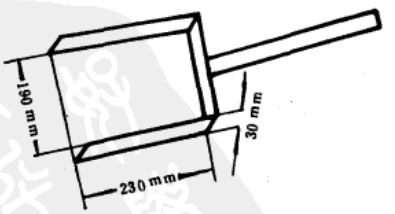


图 1

3.2 份样数

由一批锑矿石中应取份样的最少个数。按表1规定执行。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

表 1 一批袋装锑矿石中应取份样的最少个数

份样数 / 品质波动 / 批量，t	小	中	大
	$S_w < 2.0$	$2.0 \leq S_w \leq 3.0$	$3.0 < S_w \leq 4.0$
80以上～100	90	135	225
60以上～80	80	120	200
50以上～60	70	105	175
40以上～50	65	95	160
30以上～40	60	85	145
20以上～30	50	75	125
20以下～20	40	60	100

对品质波动大小未知的或需要进行粒度试验的货物，应按品质波动大的取份样数，或按附录A求出S_w值用以确定份样数。

3.3 份样量

每个份样的重量为10 ± 2 kg。

3.4 取样方法

3.4.1 流动间隔取样法

在一批锑矿石装包、装卸或衡重的移动过程中，按一定的重量或袋数间隔取样包，样包间的间隔可根据规定的该批锑矿石的份样数和批量按式（3）算出：

$$\text{取样间隔（吨或袋）} < \frac{\text{批量（吨或袋）}}{\text{规定份样数}} \quad \cdots\cdots (3)$$

取第一个样包时，可在第一间隔内任意确定，但不可在第一间隔的起点开始，以后继续取的样包按一定的间隔取，取样间隔不得大于计算所得的间隔，以保证拣取的样包数不低于表1所规定的最少份样数。

取出的样包，逐包分别倒于平整洁净的铁板或水泥地上，使成圆锥形，再平成圆形并尽量使粒度分布均匀，从任一直径两端各取一铲至圆心，每铲约5 kg，每袋共取一个份样重约10kg，将所有份样合为一个大样。

所取份样的粒度比例应符合该袋矿石的粒度比例，所得大样的粒度比例应尽可能与整批锑矿石的粒度分布相等。

水分样品应在衡重前后立即取出，置于密闭容器内，注意在测定前勿使水分含量发生变化。当批量很大时，须将整批锑矿石分成几个部分，将每一部分的份样制备成副样测定水分。

3.4.2 随机取样法

按表1规定的份样数于包堆中随机抽取样包，取出的样包以相同于流动间隔法的操作进行。

4 制样

4.1 制样工具

a. 铁铲。
b. 锤式破碎机。
c. 对辊破碎机。
d. 封密式振荡研磨机。
e. 钢研钵。
f. 二分器（见图 2，表 2）。
g. 分样筛：20×20mm、10×10mm、5×5mm方孔筛，10目（筛孔1.7mm）、40目（筛孔0.42mm）。
h. 不锈金属十字分样板。
i. 份样铲及挡板（见图 3）。
j. 不锈钢混样板或玻璃面混样板。
k. 毛刷。
l. 盛样器。

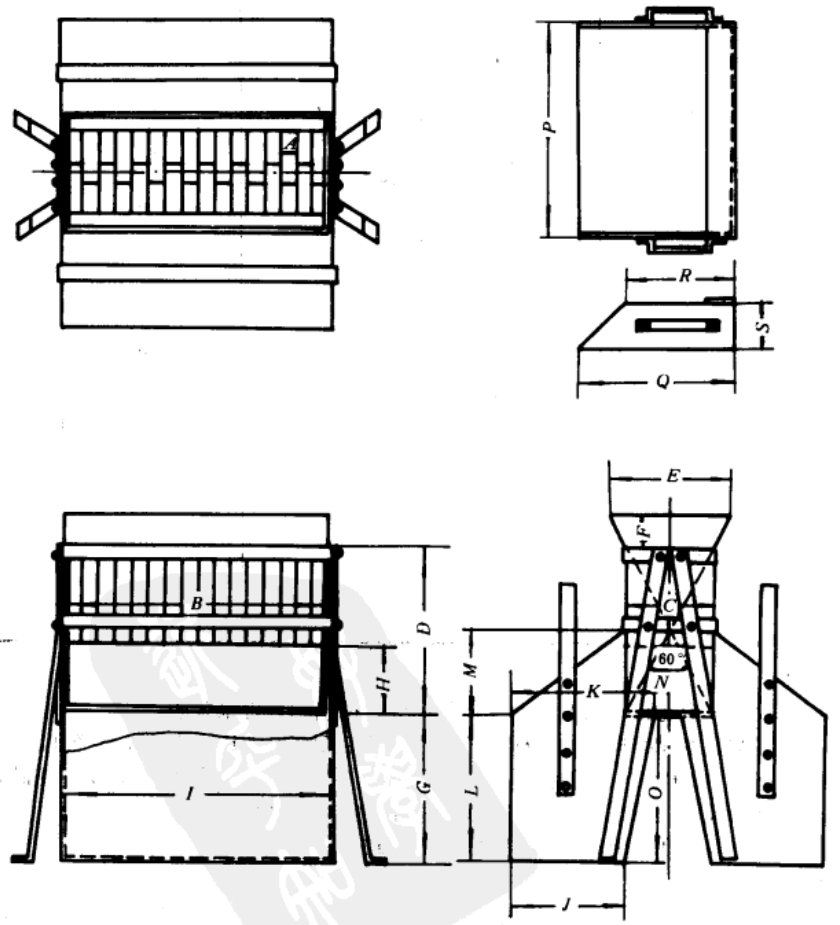


图 2 二分器

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

表 2 二分器尺寸

mm

种 类	50号	30号	20号	10号	6号
沟 数	12	12	16	16	16
A	50 ± 1	30 ± 1	20 ± 1	10 ± 0.5	6 ± 0.5
B	630	380	346	171	112
C	250	170	105	55	40
D	500	340	210	110	80
E	300	200	135	75	60
F	50	30	30	20	20
G	340	340	210	110	80
H	200	140	85	45	30
I	640	390	360	184	120
J	220	220	140	65	55
K	220	220	140	65	55
L	340	300	210	110	80
M	250	170	105	55	40
N	75	55	35	20	15
O	340	300	210	110	80
P	630	380	346	171	112
Q	400	300	200	120	80
R	265	200	135	70	45
S	200	150	105	50	35

4.2 制样要求

4.2.1 制样过程中，应防止样品有任何变化和污染，挑出明显外来杂质。

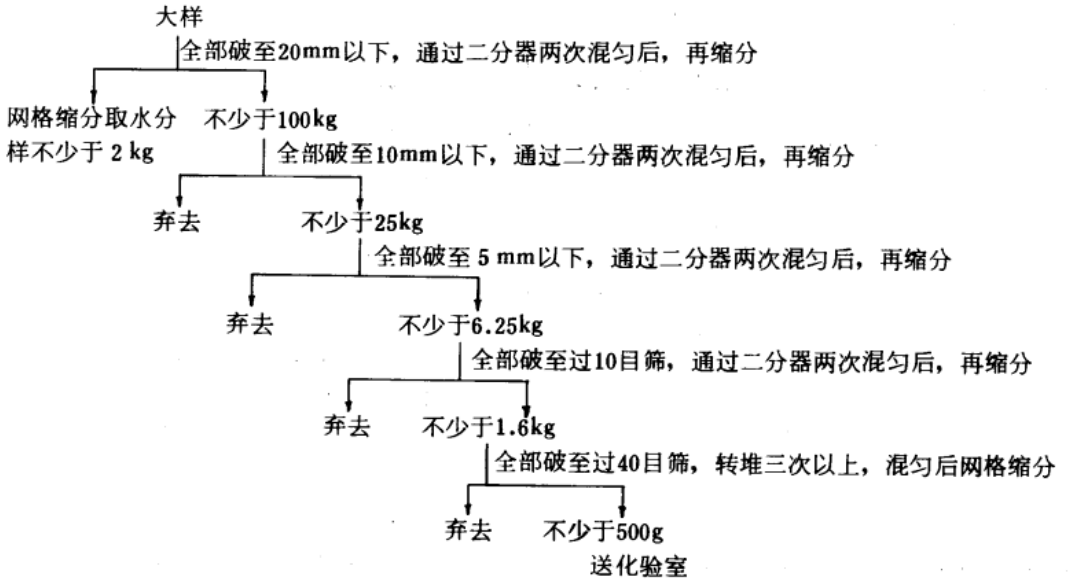
4.2.2 必须严格按照本标准规定的制样程序进行，并定期按附录B校核制样精确度。

4.2.3 制样前必须将破碎机内部清扫干净，用适量的本批矿石（不得使用样品）先在破碎机中通过，再清扫干净。制样后残留在破碎机内部的样品，必须注意全部取出，防止损失。

4.2.4 样品在成分与粒度重用时，测定粒度前不得破碎。

4.3 制样程序

将从一批锑矿石中所取出的全部份样集合成大样，按下列方法混合、破碎、缩分，同时或单独制备水分及成分样品。根据破碎条件可适当减少制样程序中的破碎步骤。



4.4 缩分方法

4.4.1 二分器缩分法

按表 3 选用合适的二分器，所选用的二分器其沟槽宽度约等于样品全量通过的最大粒度的 2 ～ 3 倍，并通过精确度核对试验证明是符合要求的。

使用前必须将二分器内各个部位清理干净，沟槽内须平滑不得有锈，使用过程中要一直保持沟槽畅通无阻。

先将全部样品通过二分器二次，混匀后再行缩分，务必使样品均匀地落入每个沟槽中，将盛样容器对准出口，勿使样品撒落在外，将已分成二份的样品，随机选定一份作为缩分样品，重复操作至不少于该粒度的最少留量。

表 3 样品最大粒度及适用的二分器

样品全量通过的最大粒度，mm	二分器沟槽宽度，mm	二分器沟槽格数
15～20	50	12
10～15	30	14
5～10	20	16
3～5	10	18
3以下	6	20

4.4.2 网格缩分法

将样品置于洁净、平整的铁板上，根据破碎粒度按表 4 所列厚度铺成长方形平堆，然后将样品平堆划成等分的网格，缩分大样不得少于20格，缩分副样不得少于12格，缩分份样不得少于4格（见图4），用挡板及份样铲（见图 3）插至底部，从每格取等量的一铲，集合为缩分样品。当大样数量多时，可

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

将大样分成几个等分，分次按上述同样操作缩分。

表 4 样品粒度、样品层厚度及份样铲尺寸

样品粒度 mm	样品层厚度 mm	份样铲尺寸，mm					份样铲容量 ml
		a	*b*	*c*	*d*	材料厚度	
10～20以下	35～45	80	45	80	70	2	约300
5～10以下	25～35	60	35	60	50	1	约125
3～5以下	20～30	50	30	50	40	1	约 75
1～3以下	15～25	40	25	40	30	0.5	约 40
1以下	10～15	30	15	30	25	0.5	约 15

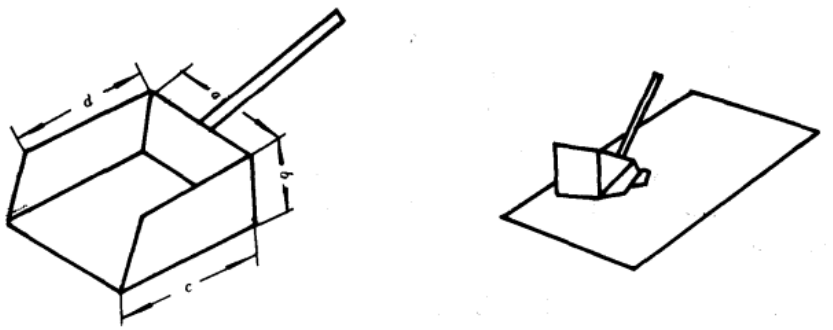


图 3 份样铲

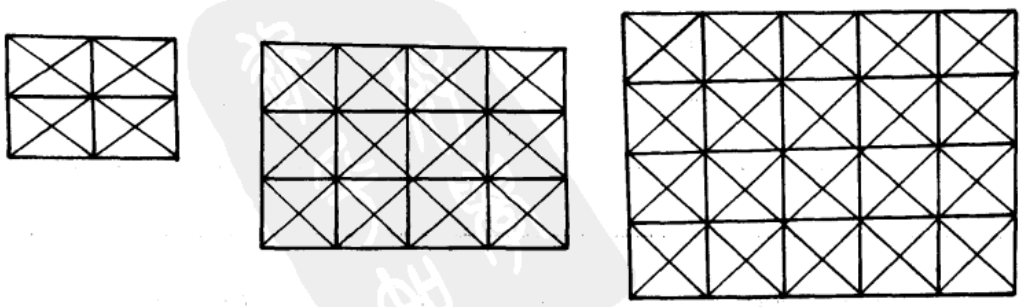


图 4 网格划分法

4.5 样品容器和标签

4.5.1 送化验室的水分样品应装入密封的容器中，并附以标签。

4.5.2 送化验室的成分样品应装入样品袋中，并附以标签。

4.5.3 标签上注明以下各项：

a. 编号；

b. 矿石品名、等级、产地；

c. 批量（t）；

d. 船名或车号；

e. 取样、制样人员；

f. 取样、制样地点、日期及天气。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

附 录 A
品质波动试验方法
（补充件）

A.1 试验目的

通过试验求出批内份样间品质波动的标准偏差（S_W），以确定该类锑矿石的品质波动程度。

A.2 试验方法

A.2.1 试验可结合日常工作进行。

A.2.2 取样、制样按本标准第 3 、 4 章的规定进行。

A.2.3 试验一般用10批，至少用 5 批以上同类型的锑矿石进行试验，每一批分成份样数相等的10个副样。

A.2.4 由每一个副样制备成一个成分分析样品，分别进行测定。

A.3 计算方法

$$S_W = \sqrt{H \cdot \frac{n\Sigma X_i^2 - (\Sigma X_i)^2}{n(n-1)}} \quad \cdots\cdots (A1)$$

式中：S_W——批内份样间的标准偏差；

n——批矿石所包含的副样数；

H——构成一个副样的份样数；

X_i——每个副样的锑测定值。

份样间标准偏差（S_W）精确的算法应按公式（A2）计算：

$$S_W = \sqrt{S_O^2 - (S_D^2 + S_M^2) \cdot H} \quad \cdots\cdots (A2)$$

式中：S_O——取样、制样、测定总标准偏差；

S_D——制样标准偏差；

S_M——测定标准偏差。

在确定品质波动大小的类型时，一般可按公式（A1）求得的份样间标准偏差（S_W）值划分。

多批的份样间标准偏差（S_W）值的平均值（$\overline{S_W}$）按公式（A3）求得：

$$\overline{S_W} = \sqrt{\frac{1}{K}\Sigma S_W^2} \quad \cdots\cdots (A3)$$

式中：$\overline{S_W}$——S_W的平均值；

K——批数。

注：份样间标准偏差（S_W）值随锑矿石的生产条件而变化，对于品质波动大小不清楚的矿石，应通过试验求得份样间标准偏差（S_W），已经求得份样间标准偏差（S_W）值的各种类型和产地的矿石，每经过一段时间也必须进行校核，以便及时发现份样间标准偏差（S_W）值的变化情况。

A.4 示例

A.4.1 品名：混合锑矿石。

A.4.2 最大粒度：100mm。

A.4.3 批数：10批。

A.4.4 批量：20 t。

A.4.5 试验方法：从每批锑矿石中随机抽出20个样包分别倒包，每包取二铲共 5 × 2 = 10kg。每二个份样合为一个副样共10个副样，每个副样量为10 × 2 = 20kg，按本标准4.3规定制成10个成分分析样，测定含锑量。

品质波动试验数据

X_i 批号 / 副样号	Sb%									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
1	46.89	43.70	61.17	40.88	41.34	42.20	44.70	54.40	55.52	42.49
2	45.58	44.18	58.80	42.38	39.82	43.93	44.76	57.81	55.71	44.52
3	43.49	45.50	58.95	39.99	41.38	43.46	42.10	56.84	55.33	40.46
4	45.80	46.08	58.02	39.94	44.00	44.14	41.50	56.30	54.79	44.64
5	44.80	46.21	57.58	43.54	42.56	44.01	42.18	55.92	53.64	41.94
6	44.06	45.97	57.50	42.13	42.88	45.52	43.26	58.06	55.30	43.62
7	45.45	46.68	58.49	42.90	43.00	41.27	39.88	56.61	54.51	44.33
8	43.96	42.69	59.10	40.05	41.83	41.04	42.38	56.40	55.81	45.07
9	43.59	44.19	58.10	44.04	44.03	42.78	43.13	55.77	56.83	43.35
10	43.76	47.02	59.57	40.51	44.44	46.04	40.74	56.76	56.15	43.48
X	44.74	45.22	58.73	41.64	42.53	43.44	42.46	56.49	55.36	43.39
S_w	1.62	2.03	1.54	2.20	2.05	2.34	2.22	1.47	1.26	2.01
副样极差	3.40	4.33	3.67	4.10	4.62	5.00	4.88	3.66	3.19	4.61

按公式（A1）计算批内份样间标准偏差。

求第1批S_w值：

$$\Sigma X_i = 447.38$$

$$\Sigma X_i^2 = 20026.762$$

$$n = 10$$

$$H = 2$$

代入公式（A1）得：

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

$$S_{W1}=\sqrt{2\times\frac{10\times20026.762-(447.38)^2}{10(10-1)}}$$

$$=1.62$$

同理求得其他各批S_W值（见表）。

$$\overline{S_W}=\sqrt{\frac{(1.62)^2+(2.03)^2+(1.54)^2+(2.20)^2+(2.05)^2+(2.34)^2+(2.22)^2+(1.47)^2+(1.26)^2+(2.01)^2}{10}}$$

$$=1.91$$

该产地锑矿石符合本标准3.2表1规定的品质波动小（$S_W<2.0$）类型，20t至少应取40个份样。

A.5 份样数的计算公式

$$n=\left(\frac{2S_W}{\beta_S}\right)^2 \text{或} n=\left(\frac{S_W}{S_S}\right)^2 \quad \cdots\cdots (A4)$$

式中：n——份样数；

S_W——份样间的标准偏差；

β_S——取样精确度；

S_S——取样标准偏差。

计算所得为最低份样数，只可增加不得减少。不同批量的份样数按式（A5）计算：

$$n_1=n\cdot\sqrt{\frac{\text{实际批量(t)}}{\text{基本批量(t)}}} \quad \cdots\cdots (A5)$$

式中：n_1——批量增大时应取份样数；

n——本标准基本批量（20t）的应取份样数。

附 录 B
精确度校核试验方法
（补充件）

B.1 试验目的

通过试验校核锑矿石取样、制样及测定精确度是否符合标准规定要求。

B.2 试验方法

B.2.1 试验可结合日常工作进行。试验批数不少于10批，大批量货物可分成几个小批，逐批进行试验，以使达到足够的试验批数。

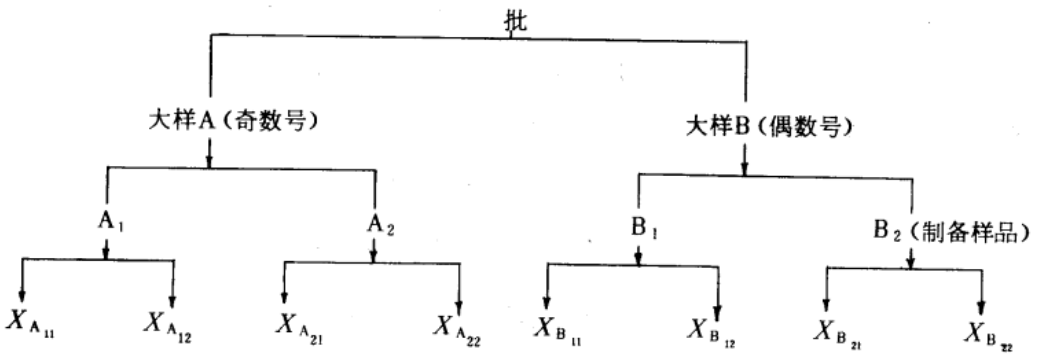
B.2.2 试验所需份样数按表1规定的二倍即$2n$。若取$2n$有困难，也可取n个份样，每个大样包含$n/2$个份样，这时应将按公式计算所得的取样精确度除以$\sqrt{2}$，然后再与规定的取样精确度作比较。因为精确度与$\sqrt{n_1/n}$成比例（n_1——试验时所取份样数；n——标准中规定的份样数）。

B.2.3 取样、制样方法

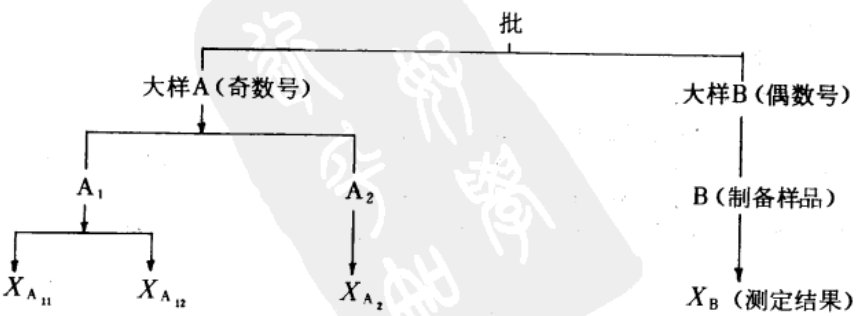
根据校核需要按本标准3.4任一取样、制样方法进行，但都必须将全部奇数份样集合为A样，将全部偶数份样集合为B样，用同样制样程序制备样品。

B.2.4 样品可按下列方式制备并测定锑含量。

方式1：



方式2：



标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

B.3 数据解析（采用95%概率）

B.3.1 方式1

B.3.1.1 将一批试验所得四个制备样品、八个测定结果用下列符号代表：

$X_{A_{11}}$，$X_{A_{12}}$：代表大样A制备样品A_1的一对测定结果；

$X_{A_{21}}$，$X_{A_{22}}$：代表大样A制备样品A_2的一对测定结果；

$X_{B_{11}}$，$X_{B_{12}}$：代表大样B制备样品B_1的一对测定结果；

$X_{B_{21}}$，$X_{B_{22}}$：代表大样B制备样品B_2的一对测定结果。

B.3.1.2 算出每个制备样品双试验测定结果的平均值（$\overline{X}_{ij}$）和极差（R_1）：

$$\overline{X}_{ij}=\frac{1}{2}(X_{ij_1}+X_{ij_2}) \quad \cdots\cdots (B1)$$

$$R_1=|X_{ij_1}-X_{ij_2}| \quad \cdots\cdots (B2)$$

式中：i——大样A和B的成对制备样品；

j——制备样品的双试验测定结果。

B.3.1.3 算出成对制备样品A_1、A_2和B_1、B_2的平均值（$\overline{\overline{X}}_i$）和极差（$R_2$）：

$$\overline{\overline{X}}_i=\frac{1}{2}(\overline{X}_{i_1}+\overline{X}_{i_2}) \quad \cdots\cdots (B3)$$

$$R_2=|\overline{X}_{i_1}-\overline{X}_{i_2}| \quad \cdots\cdots (B4)$$

B.3.1.4 算出大样A和B的平均值（$\overline{\overline{\overline{X}}}$）和极差（$R_3$）：

$$\overline{\overline{\overline{X}}}=\frac{1}{2}(\overline{\overline{X}}_1+\overline{\overline{X}}_2) \quad \cdots\cdots (B5)$$

$$R_3=|\overline{\overline{X}}_1-\overline{\overline{X}}_2| \quad \cdots\cdots (B6)$$

B.3.1.5 算出极差的平均值（$\overline{R}_1$、$\overline{R}_2$、$\overline{R}_3$）：

$$\overline{R}_1=\frac{1}{4K}\Sigma R_1 \quad \cdots\cdots (B7)$$

$$\overline{R}_2=\frac{1}{2K}\Sigma R_2 \quad \cdots\cdots (B8)$$

$$\overline{R}_3=\frac{1}{K}\Sigma R_3 \quad \cdots\cdots (B9)$$

式中：K——试验批数。

B.3.1.6 算出舍弃数值界限：

R_1 舍弃数值界限为$\overline{R}_1\times D_4$；

R_2 舍弃数值界限为$\overline{R}_2\times D_4$；

R_3 舍弃数值界限为$\overline{R}_3\times D_4$。

D_4——舍弃系数。对于成对测定为3.267。凡超出舍弃数值界限之数据予以舍去。

B.3.1.7 凡有舍弃数值时，应重复按公式（B7）、（B8）、（B9）算出极差的平均值$\overline{R}_1$、$\overline{R}_2$、$\overline{R}_3$及相应的舍弃数值界限，并予舍弃，直至所有数值均小于舍弃数值界限。

B.3.1.8 算出按极差推算的测定标准偏差（S_M）、制样标准偏差（S_D）和取样标准偏差（S_S）的估计值：

$$S_M=\sqrt{(\overline{R}_1/d_2)^2} \quad \cdots\cdots (B10)$$

$$S_D = \sqrt{(\overline{R}_2/d_2)^2 - \frac{1}{2}(\overline{R}_1/d_2)^2} \quad \text{(B 11)}$$

$$S_S = \sqrt{(\overline{R}_3/d_2)^2 - \frac{1}{2}(\overline{R}_2/d_2)^2} \quad \text{(B 12)}$$

式中：$1/d_2$——由极差估算标准偏差的系数，对于成对试验为0.8865。

B.3.1.9 算出测定精确度（β_M）、制样精确度（β_D）和取样精确度（β_S）：

$$\beta_M = 2S_M \quad \text{(B 13)}$$

$$\beta_D = 2S_D \quad \text{(B 14)}$$

$$\beta_S = 2S_S \quad \text{(B 15)}$$

B.3.1.10 按下列关系算出取样、制样和测定的总标准偏差（S_{SDM}）和总精确度（β_{SDM}）：

$$S^2_{SDM} = S^2_M + S^2_D + S^2_S \quad \text{(B 16)}$$

$$S_{SDM} = \sqrt{S^2_M + S^2_D + S^2_S} \quad \text{(B 17)}$$

$$\beta_{SDM} = 2S_{SDM} \quad \text{(B 18)}$$

将β值与所规定的精确度进行比较。

B.3.2 方式2

B.3.2.1 将一批矿石的三个制备样品、四个测定结果用下列符号代表：

$X_{A_{11}}$、$X_{A_{12}}$：代表大样A制备样品A_1的一对测定结果；

X_{A_2}：代表大样A制备样品A_2的单试验测定结果；

X_B：代表大样B制备样品B的单试验测定结果。

B.3.2.2 算出制备样品A_1双试验测定结果的极差（R_1）、成对制备样品A_1、A_2的极差（R_2）、大样A和B的极差（R_3），计算方法同方式1。计算可任取$X_{A_{11}}$或$X_{A_{12}}$，但需前后一致。

B.3.2.3 算出极差的平均值（$\overline{R}_1$、$\overline{R}_2$、$\overline{R}_3$）：

$$\overline{R}_1 = \frac{1}{K}\Sigma R_1 \quad \text{(B 19)}$$

$$\overline{R}_2 = \frac{1}{K}\Sigma R_2 \quad \text{(B 20)}$$

$$\overline{R}_3 = \frac{1}{K}\Sigma R_3 \quad \text{(B 21)}$$

式中：K——试验批数。

B.3.2.4 算出舍弃数值界限，并予舍弃，直至所有极差值均小于舍弃数值界限。计算方法同方式1。

B.3.2.5 算出按极差推算的测定标准偏差（S_M）、制样标准偏差（S_D）和取样标准偏差（S_S）的估计值：

$$S_M = \sqrt{(\overline{R}_1/d_2)^2} \quad \text{(B 22)}$$

$$S_D = \sqrt{(\overline{R}_2/d_2)^2 - (\overline{R}_1/d_2)^2} \quad \text{(B 23)}$$

$$S_S = \sqrt{(\overline{R}_3/d_2)^2 - (\overline{R}_2/d_2)^2} \quad \text{(B 24)}$$

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

B.3.2.6 算出测定、制样、取样精确度(β_M、β_D、β_S)及总精确度(β_{SDM})、总标准偏差(S_{SDM})。计算方法同方式1。

将β值与所规定的精确度进行比较。

B.4 实验结果的探讨与异常情况的处理

B.4.1 通过本试验所求得的β值若小于标准中规定的β值，说明日常的取样、制样和测定过程符合要求。当试验求得的β值大于规定的β值时，应检查取样、制样和测定是否有不正常情况，必要时加以改进。若无不正常情况时，应按附录A所列的品质波动试验方法校核锑矿石品质波动是否有变化。如校核结果证实该批矿石品质波动较大时，应根据校核后的品质波动类型确定份样数。

B.4.2 若进行品质波动试验有困难，取样精确度值大于规定值时，应根据情况进行调整。

B.4.2.1 增加份样数，使取样精确度的改进与$\sqrt{n_1/n}$成比例。即：

$$\beta_S/\beta_{S_1}=\sqrt{n_1/n} \quad \cdots\cdots (B25)$$

式中：β_{S_1}——试验所得取样精确度；

β_S——规定的取样精确度；

n_1——试验时所取份样数；

n——规定的应取份样数。

B.4.2.2 增加份样量也可提高精确度，但当达到一定量后再增大份样量对精确度的提高不显著，仍应再增加份样数。

B.5 示例（方式1）

B.5.1 品名：混合锑矿石。

B.5.2 规定精确度：总精确度β_{SDM}：±1.0%（以含锑量计）；

取样精确度β_S：±0.8%（以含锑量计）。

B.5.3 批数：10批。

B.5.4 批量：20t。

B.5.5 品质波动类型：小。

B.5.6 最大粒度：100mm。

B.5.7 取样方法：流动间隔取样法。

B.5.8 份样量：10kg。

B.5.9 每批锑矿石应取份样数：40个（试验采用$n/2$个份样数）。

B.5.10 取样、制样程序：在袋装锑矿石流动过程中按规定间隔取出份样，若批量为20t即400袋，则取样间隔为20/40 = 0.5t或400/40 = 10袋，即每隔10袋抽一袋，倒包后取二铲共5 × 2 = 10kg为一个份样。将1、3、5……单数份样合并混合为A大样；将2、4、6……偶数份样合并混合为B大样。A、B大样各约200kg，分别用锼式破碎机破至20mm以下，各用二分器混匀后再分为A_1、A_2和B_1、B_2各约100kg四个样品。然后按本标准4.3所列的制样程序分别制成A_1、A_2和B_1、B_2四个成分分析样品，测定含锑量。

B.5.11 数据解析（概率为95%）：试验数据列于下表。

精确度试验数据

批号	批量 t	份样数 A	份样数 B	A_1				A_2				A		B_1				B_2				B		$\overline{\overline{X}}$	R_3
				$X_{A_{11}}$	$X_{A_{12}}$	$\overline{X}_{A_1}$	R_1	$X_{A_{21}}$	$X_{A_{22}}$	$\overline{X}_{A_2}$	R_1	$\overline{\overline{X}}_A$	R_2	$X_{B_{11}}$	$X_{B_{12}}$	$\overline{X}_{B_1}$	R_1	$X_{B_{21}}$	$X_{B_{22}}$	$\overline{X}_{B_2}$	R_1	$\overline{\overline{X}}_B$	R_2		
1	20	20	20	42.92	42.76	42.84	0.16	42.28	42.44	42.36	0.16	42.60	0.40	43.30	43.59	43.44	0.29	43.36	43.10	43.23	0.26	43.34	0.21	42.97	0.74
2	20	20	20	43.17	43.18	43.18	0.01	43.16	43.07	43.12	0.09	43.15	0.06	42.49	42.89	42.69	0.40	42.76	42.62	42.69	0.14	42.69	0.00	42.92	0.46
3	20	20	20	39.62	39.54	39.58	0.08	39.32	39.35	39.34	0.03	39.46	0.24	39.34	39.43	39.38	0.09	39.55	39.57	39.56	0.02	39.47	0.18	39.47	0.01
4	20	20	20	39.72	39.76	39.74	0.04	39.40	39.36	39.38	0.04	39.56	0.36	39.73	39.70	39.72	0.03	39.53	39.59	39.56	0.06	39.64	0.16	39.60	0.08
5	20	20	20	55.36	55.22	55.29	0.14	55.55	55.22	55.38	0.33	55.34	0.09	56.36	56.18	56.27	0.18	56.31	56.31	56.31	0.00	56.29	0.04	55.82	0.95
6	20	20	20	56.66	56.39	56.52	0.27	56.15	55.86	56.00	0.29	56.26	0.52	56.85	56.67	56.76	0.18	56.59	56.75	56.67	0.16	56.72	0.09	56.49	0.46
7	20	20	20	55.24	55.26	55.25	0.02	55.04	55.09	55.06	0.05	55.16	0.19	54.99	54.97	54.98	0.02	55.32	55.32	55.32	0.00	55.15	0.34	55.16	0.01
8	20	20	20	44.51	44.35	44.43	0.16	43.83	43.67	43.75	0.16	44.09	0.68	43.87	43.83	43.85	0.04	44.15	44.03	44.09	0.12	43.97	0.24	44.03	0.12
9	20	20	20	42.52	42.43	42.48	0.09	42.35	42.33	42.34	0.02	42.41	0.14	42.33	42.25	42.29	0.08	42.64	42.75	42.70	0.11	42.50	0.41	42.46	0.09
10	20	20	20	42.76	42.41	42.58	0.35	42.27	42.27	42.27	0.00	42.42	0.31	42.67	42.73	42.78	0.06	43.26	43.27	43.26	0.01	42.98	0.56	42.70	0.56
Σ							1.32				1.17		3.07				1.37				0.88		2.23		3.48

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

算出极差的平均值：

$$\overline{R}_1 = \frac{1}{4K}\Sigma R_1 = \frac{1}{40} \times 4.74 = 0.118$$

$$\overline{R}_2 = \frac{1}{2K}\Sigma R_2 = \frac{1}{20} \times 5.30 = 0.265$$

$$\overline{R}_3 = \frac{1}{K}\Sigma R_3 = \frac{1}{10} \times 3.48 = 0.348$$

求出舍弃数值界限：

R_1舍弃数值界限：$0.118 \times 3.267 = 0.386$

R_2舍弃数值界限：$0.265 \times 3.267 = 0.866$

R_3舍弃数值界限：$0.348 \times 3.267 = 1.137$

根据上表数据，所有R_2、R_3均小于舍弃界限0.872和1.134，而第二批B_1的R_1值0.40大于0.386，可舍去。

则

$$\Sigma R_1 = 4.74 - 0.40 = 4.34$$

$$\overline{R}'_1 = \frac{1}{40-1} \times 4.34 = 0.111$$

R'_1舍弃数值界限：$0.111 \times 3.267 = 0.363$

余下的R_1值均小于0.363，不予舍弃，算出测定、制样和取样标准偏差（%）：

$$S_M = \sqrt{(\overline{R}_1/d_2)^2} = \sqrt{(0.111 \times 0.8865)^2} = \pm 0.098$$

$$S_D = \sqrt{(\overline{R}_2/d_2)^2 - \frac{1}{2}(\overline{R}_1/d_2)^2}$$

$$= \sqrt{(0.265 \times 0.8865)^2 - \frac{1}{2}(0.111 \times 0.8865)^2}$$

$$= \pm 0.224$$

$$S'_S = \sqrt{(\overline{R}_3/d_2)^2 - \frac{1}{2}(\overline{R}_2/d_2)^2}$$

$$= \sqrt{(0.348 \times 0.8865)^2 - \frac{1}{2}(0.265 \times 0.8865)^2}$$

$$= \pm 0.260$$

S'_S系份样数为$n/2$时的取样标准偏差，而份样数为n的取样标准偏差S_S为$S'_S/\sqrt{2}$。即：

$$S_S = 0.260/\sqrt{2} = \pm 0.184$$

算出测定、制样、取样精确度（%）和总精确度（%）：

$$\beta_M = 2S_M = 2 \times (\pm 0.098) = \pm 0.20$$

$$\beta_D = 2S_D = 2 \times (\pm 0.224) = \pm 0.45$$

$$\beta_S = 2S_S = 2 \times (\pm 0.183) = \pm 0.37$$

$$\beta_{SDM} = 2\sqrt{S_M^2 + S_D^2 + S_S^2}$$

$$= 2\sqrt{(0.098)^2 + (0.224)^2 + (0.184)^2}$$

$$= \pm 0.61$$

试验所得各项均符合精确度要求。

附 录 C
取样偏差校核试验方法
（补充件）

C.1 试验目的

本试验方法采用取样方法中的流动间隔取样方法作为无系统误差的方法(称为A法)，与所需校核的取样方法（称为B法）进行比较，校核B法与A法的差值是否有显著性差异，以确定B法能否适用于日常工作中。

C.2 试验方法

至少用10批锑矿石进行试验，在同一批矿石中用A法和B法各取一个大样，分别用同样的制样、测定方法（按标准规定方法）进行试验。

C.3 数据解析

C.3.1 用X_{A_i}代表A法测定的各个结果，用X_{B_i}代表B法测定的各个结果。

C.3.2 用下式算出X_{A_i}与X_{B_i}的差值d_i：

$$d_i = X_{B_i} - X_{A_i} \quad \cdots\cdots (C1)$$

式中：$i = 1、2、3\cdots\cdots K$（K为试验批数）。

C.3.3 算出差值的平均值$\overline{d}$：

$$\overline{d} = \frac{1}{K}\Sigma d_i \quad \cdots\cdots (C2)$$

C.3.4 算出差值的标准偏差S_d：

$$S_d = \sqrt{\frac{K\Sigma d_i^2 - (\Sigma d_i)^2}{K(K-1)}} \quad \cdots\cdots (C3)$$

C.3.5 按下式确定取样偏差试验所需组数：

$$D = \frac{\delta}{S_d} \quad \cdots\cdots (C4)$$

式中：D——标准化差值；

δ——规定取样精确度的一半（$\beta_S/2$），这里采用0.4%（Sb%）。

表 C1 从标准化差值（D）得到所需试验组数（N_r）

D	N_r	D	N_r	D	N_r
0.35～0.40	90	0.70～0.75	24	1.10～1.20	11
0.40～0.45	70	0.75～0.80	21	1.20～1.30	10
0.45～0.50	55	0.80～0.85	19	1.30～1.50	8
0.50～0.55	45	0.85～0.90	17	1.50～1.60	7
0.55～0.60	38	0.90～0.95	15	1.70～1.90	6
0.60～0.65	32	0.95～1.00	14		
0.65～0.70	28	1.00～1.10	13		

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

从表C1查出所需试验组数N_r以确定是否需要补充试验。

C.3.6 从测得值算出t_0：

$$t_0 = \frac{|\bar{d}|}{S_d}\sqrt{K} \quad \cdots\cdots (C5)$$

C.3.7 从表C2（t分布表）中查出t值，其概率为95%，自由度为（$K-1$）。

C.3.8 将t_0与t作比较，如$t_0 < t$则认为B法与A法无显著性差异；$t_0 > t$则认为B法与A法有显著性差异。

表 C2 t分布表（概率为95%）

自由度	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
t	2.571	2.447	2.365	2.306	2.262	2.228	2.201	2.179	2.160	2.145
自由度	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24
t	2.131	2.120	2.110	2.101	2.093	2.086	2.080	2.074	2.069	2.064
自由度	25	26	27	28	29	30	40	60	120	∞
t	2.060	2.056	2.052	2.048	2.045	2.042	2.021	2.000	1.980	1.960

C.4 示例

C.4.1 品名：混合锑矿石、硫化锑矿石。

C.4.2 批数：混合锑矿石9（1～9）批，硫化锑矿石13（10～22）批。

C.4.3 份样数：根据品质类型按本标准3.2表1的规定。

C.4.4 试验方法

A法：按本标准3.4.1流动间隔取样法取份样，合并成大样；按4.3规定的制样程序制样，测定含锑量。

B法：按本标准3.4.2随机取样法取份样，合并成大样；按4.3规定的制样程序制样，测定含锑量。

C.4.5 数据解析（概率为95%）：试验数据列于表C3。

表 C3 取样偏差试验数据

批号	批量 t	份样数	Sb%		$d_i = X_{B_i} - X_{A_i}$	d_i^2
			X_{B_i}	X_{A_i}		
1	20	40	43.12	43.45	−0.33	0.109
2	20	40	43.38	43.26	+0.12	0.014
3	20	40	42.90	43.19	−0.29	0.084
4	20	40	56.21	56.34	−0.13	0.017
5	20	40	56.14	56.78	−0.64	0.410

续表 C3

批 号	批 量 t	份 样 数	Sb%		$d_i = X_{B_i} - X_{A_i}$	d_i^2
			X_{B_i}	X_{A_i}		
6	20	40	55.31	55.70	−0.39	0.152
7	20	40	43.94	44.43	−0.49	0.240
8	20	40	43.24	43.83	−0.59	0.348
9	20	40	42.60	42.50	+0.10	0.010
10	20	60	27.69	27.14	+0.55	0.303
11	20	60	27.92	27.85	+0.07	0.005
12	20	60	39.42	38.62	+0.80	0.640
13	20	60	56.03	55.38	+0.65	0.423
14	20	60	57.32	57.20	+0.12	0.014
15	20	60	30.54	30.39	+0.15	0.023
16	20	60	31.11	30.12	+0.99	0.980
17	20	60	50.32	49.46	+0.84	0.740
18	20	60	55.30	55.33	−0.03	0.001
19	20	60	54.09	54.23	−0.14	0.020
20	20	40	46.68	46.92	−0.24	0.058
21	20	40	47.70	47.21	+0.49	0.240
22	20	40	50.27	49.85	+0.42	0.176

$\Sigma d_i = 2.03 \qquad \Sigma d_i^2 = 4.971$

$$\overline{d} = \frac{1}{K}\Sigma d_i = \frac{(-0.33) + 0.12 \cdots\cdots + 0.42}{22} = 0.092$$

$$S_d = \sqrt{\frac{K\Sigma d_i^2 - (\Sigma d_i)^2}{K(K-1)}}$$

$$= \sqrt{\frac{22 \times 4.971 - (2.03)^2}{22(22-1)}}$$

$$= \pm 0.477$$

计算所需试验组数：

$$D = \frac{\delta}{S_d} = \frac{0.4}{0.477} = 0.839$$

查表C1得$N_r = 19$

因实际试验组数N_p为22，故试验组数已足够，若$N_r > N_p$则需补充试验（$N_r - N_p$）组。

$$t_0 = \frac{|\overline{d}|}{S_d} \cdot \sqrt{K} = \frac{0.092}{0.477} \times \sqrt{22} = 0.905$$

从表C2查得t值为2.080，其自由度为$K - 1 = 22 - 1 = 21$。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

由于0.905＜2.080故B法与A法无显著性差异。

附加说明：

本标准由中华人民共和国国家进出口商品检验局提出。

本标准由中华人民共和国云南进出口商品检验局、中华人民共和国广东进出口商品检验局负责起草。

本标准主要起草人徐玉玲、王毅明、刘铭增。

中华人民共和国国家标准

金块矿取样和制样方法　手工方法

GB/T 13449—92

Gold lump ores—Increment sampling and sample preparation—Manual method

1　主题内容与适用范围

本标准规定了冶金用金块矿取样和制样的基本原则、工艺流程、工具、操作的基本要求和精密度。

本标准适用于冶金用金块矿技术标准所规定的条件下，以手工方法为主的取样和制样方法。

2　引用标准

GB 2007.1　散装矿产品取样、制样通则　手工取样方法

GB 2007.2　散装矿产品取样、制样通则　手工制样方法

GB 2007.4　散装矿产品取样、制样通则　精密度校核试验方法

GB 2007.6　散装矿产品取样、制样通则　水分测定方法　热干燥法

GB 2007.7　散装矿产品取样、制样通则　粒度测定方法　手工筛分法

3　术语

3.1　手工取样

用人力操作取样工具(包括使用机械辅助工具)来采集份样以组成副样和大样的方法。

3.2　批

在假定相同条件下，加工或生产的一定质量的矿石。

3.3　交货批

以一次交货的同一规格的散装矿石为一交货批，交货批可由一批或多批组成。

3.4　批量和交货批量

构成一批或一交货批的矿石的质量。

3.5　基本批量

取样标准中所规定的一批货的最小质量。冶金用金块矿是以货车单车矿石为一基本批量。

3.6　份样

由一交货批矿石中的1个点或1个部位按规定质量取出的样品。

3.7　副样

由一交货批矿石中2个或2个以上的份样或逐个经过破碎和缩分后组成的样品。

3.8　大样

由一交货批的全部份样或全部副样或将其逐个进行了破碎和缩分后组成的样品。

3.9　试样

按规定制样方法从每个份样、副样或大样所制备的供测定水分含量、粒度、化学成分或物理性能的样品。

国家技术监督局1992-04-24批准　　1992-12-01实施

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

3.10 最大粒度

筛余量约5%时的筛孔尺寸。

注：交货批的最大粒度可根据以往经验或通过试验来确定，亦可用目测估计。

3.11 分层取样

将交货批分成数层，从不同层中按质量比例取样。

3.12 系统取样

从一交货批中以一定的时间或质量间隔取份样，最初的份样从第一间隔内随机取样。

其他有关取样和制样术语按GB 2007.1规定。

4 一般规定

4.1 按本标准所取样品供测定水分、化学成分所需样品。

4.2 取样和制样所用设备、工具、盛样容器必须保持清洁，坚固耐用。水分样品的容器必须是密封、用非吸潮性材料制成。

4.3 取样和制样必须严格按本标准规定进行。

4.4 化学成分分析用试样保存100天，以备核查。保存试样必须保证不变质。

4.5 当冶金用金块矿质量不符合标准要求的情况下，必须经加工处理符合标准后再进行取样。

4.6 采取份样时，应根据交货批的最大粒度，每个份样量应大体一致，即份样量的误差其变异系数小于20%。

4.7 试样的质量在规定质量以下时，份样量应增大或增加份样数。

4.8 取样完后，填好标签(注明发货单位、品名、车号、取样时间和取样人姓名)连同试样一起用专门工具送往试样加工室。化学成分分析试样加工完后，填好标签(注明发货单位、品名、统一编号、制样时间和制样人姓名)，由专人送往化验室。

4.9 未尽事宜由供需双方议定。

5 取样

5.1 确定冶金用金块矿总精密度为±2%。

5.2 确定冶金用金块矿取样精密度为1.62%。

5.3 取样工具

a. 尖头钢锹；

b. 带盖盛样桶(箱)或内衬塑料薄膜的盛样袋。

5.4 批量规定为50 t左右。

5.5 份样数和大样量的确定：

5.5.1 冶金用金块矿规定份样数为72～90个。

5.5.2 冶金用金块矿规定大样量为80～120 kg。

5.6 大样的组成。将交货批所采取的份样集合在一起，组成大样。

5.7 取样方法

5.7.1 分层取样

将冶金用金块矿按车厢上、中、下分为等高的三层，在每层上按棋盘式布点法采取所规定份样总数的1/3，在取上层份样前需用取样工具剥去表层矿石100 mm后，再采取份样。每份样量应大致相同。份样采完后，卸去上层矿石再继续采取中层份样，卸去中层矿石再采取下层份样。将三次采取份样合成大样。

5.7.2 系统取样

5.7.2.1 人工装卸车分三次进行。第一次是在矿石落地量占总矿量的三分之一时，将落地矿石摊平同

车厢底板面积大小的平面，在其上面按棋盘式布点采取份样。第二次、第三次同第一次方法。每次所取份样量大致相同，最后将所采取份样合成大样。

5.7.2.2 抓斗装卸车时，根据抓斗的容量和矿石总量，计算出每抓斗矿石应采取的部分份样，然后在抓斗内随机采取份样，最后将所采取份样合成大样。

例如，金块矿总矿量为 60 t，抓斗容量为 5 t，总份样数为 72 个，计算出每抓斗应采取的份样数为 72×5/60=6(个)。

5.7.2.3 皮带运输机装卸时，根据本标准规定的大样量和份样数计算出采取份样的时间间隔，采取份样，最后将所采份样合成大样。

6 制样方法

6.1 制样设备及工具

a. 颚式破碎机；
b. 双辊破碎机；
c. 圆盘粉碎机；
d. 密封式振动研磨机或三头研磨机；
e. 二分器；
f. 样铲和挡板；
g. 分样筛；
h. 盛样容器；
i. 棒磨机；
j. 毛刷；
k. 磁铁；
l. 干燥箱。

6.2 制样要求

6.2.1 制样前应认真核实矿石种类，发现矿石中有外来杂物要认真清理。

6.2.2 制样过程中应防止样品污染。

6.2.3 制样前必须将设备清扫干净。

6.2.4 样品过湿过粘时，必须经预先干燥后再进行加工。

6.2.5 制备水分样品时，应尽快进行。如不能立即制备水分样品，必须将水分样品装在密闭容器内以防发生变化。

6.2.6 整个制样过程，必须严格按照本标准规定的制样程序进行。

6.3 制样程序

6.3.1 将大样按图 1 程序进行破碎、混合、缩分同时，或单独制备水分及成分样品。

6.3.2 将大样全部破碎至 22.4 mm 以后，充分混合均匀，继续破碎至 10 mm 以下，用二分器混合缩分，留量不少于 20 kg。同时采用网格缩分法取水分样品 1 kg 进行水分测定。将－10 mm 的样品破碎至－3 mm，再混合缩分，留量不少于 5 kg。然后继续破碎至－1 mm，充分混合，缩分留量不少于 600 g。将全部样品研磨至－150 目，混合缩分各 150 g 四份样品，并将四份样品分别装有标签的袋中，即为成分分析用样、保留样、仲裁样和返回矿山样。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

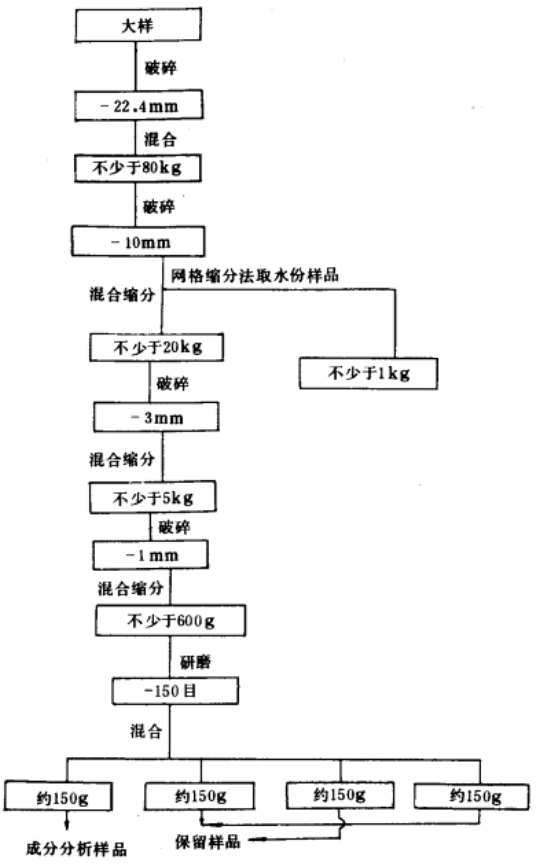


图 1

6.3.3 缩分法

6.3.3.1 二分器缩分法

按表 1 选用合适的二分器。所选用的二分器，其沟槽宽度约为样品全量通过的最大粒度的 2～3 倍。先将样品全部通过二分器，进行三次混匀后，再继续缩分。缩分时务必使样品均匀地落入每个沟槽中。将盛样容器对准出沟槽，以防样品散落在外。再将分成二份的样品，随意选一份作为缩分样品。重复操作至不少于该粒度的最少留量。

表 1　样品最大粒度及适用的二分器

样品全部通过的最大粒度 mm	二分器沟槽宽度 mm	二分器沟槽数 个
15～<20	50	12
10～<15	30	14
5～<10	20	16
3～<5	10	18
<3	6	20

6.3.3.2　网格缩分法

将样品置于洁净平整的钢板上，根据破碎粒度按表 2 所列厚度铺成长方形平堆，然后将样品平堆成等份的网格如图 3，缩分样品不得少于 4 格，用挡板及分样铲插至底部，每格取等量的一铲，集合为缩分样品。当大样量多时，可将大样分成几个等份，分次按上述方法操作进行缩分。分样铲如图 2。

6.3.3.3　圆锥四分法

将样品置于洁净、平整的钢板上，堆成圆锥形，每铲自圆锥顶落下，使均匀地沿锥尖散落，注意勿使圆锥中心错位，如此反复至少转堆三次，使充分混匀，然后将圆锥顶尖压平，用十字板自上压下，分成四等份，任取两个对角的等份，重复操作至不少于该粒度规定的最小留量。

表 2　样品粒度、样品层厚度和分样铲尺寸　　mm

样品粒度	样品层厚度	分样铲尺寸				分样铲材料厚度	分样铲容积，mL
		a	*b*	*c*	*d*		
10～<20	35～45	80	45	80	70	2	约 300
5～<10	25～35	60	35	60	50	1	约 125
3～<5	20～30	50	30	50	40	1	约 75
1～<3	15～25	40	25	40	30	0.5	约 40
<1	10～15	30	15	30	25	0.5	约 15

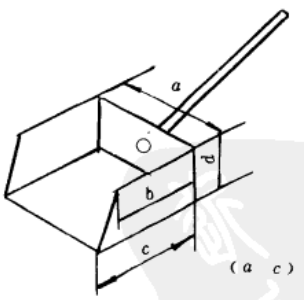


图 2　分样铲

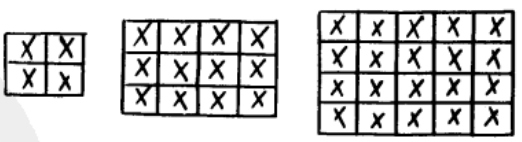


图 3

7　水分测定

冶金用金块矿水分测定方法按 GB 2007.6 进行。

8　粒度测定

冶金用金块矿粒度的测定方法按 GB 2007.7 进行。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

9 精密度校核试验方法

冶金用金块矿精密度校核试验方法按 GB 2007.4 进行。

10 样品容器和标签

10.1 成分分析试样应装入样袋中，并附标签。

10.2 水分分析试样应装入下吸水的密封容器内，并附标签。

10.3 标签上应标明：

a. 编号；

b. 品名、产地；

c. 车号；

d. 取样和制样人员姓名；

e. 取、制样日期。

11 其他

11.1 本标准未尽事宜，由供需双方议定。

11.2 经供需双方协商，也可采用其他取样和制样方法，但所采用方法符合本标准规定的精密度。

11.3 采用汽车交货的冶金用金块矿取样方法，原则上亦可参照本标准执行。

附加说明：

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由沈阳冶炼厂负责起草。

本标准主要起草人李振环、谷正阳、方成伦、吴永福。

本标准水平等级标记　GB/T 13449—91 Y

中华人民共和国国家标准

散装重有色金属浮选精矿取样、制样通则

GB 14260—93

General rules for sampling and sample preparation of heavy nonferrous metals flotation concentrates in bulk

1 主题内容与适用范围

本标准规定了散装重有色金属浮选精矿产品的化学成分、水分及其他物理项目检测用样品的取样、制样、水分测定的一般原则。还规定了品质波动、取样精密度校核、取样系统误差校核试验方法。

本标准适用于散装重有色金属浮选精矿的化学成分、水分及其他物理项目检验用样品的采取、制备。

2 引用标准

GB 14262 散装浮选铅精矿取样、制样方法

GB 14263 散装浮选铜精矿取样、制样方法

3 术语及其定义

3.1 检验批

为测定品位而划定的取样单元。

3.2 交货批

一次交货的同一规格的一定数量的精矿。交货批可由一个或多个检验批组成。

3.3 副批

将检验批划分成若干个部分，每一部分为一个副批。

3.4 基本批量

基本批量是取、制样标准中规定的一批精矿的最小质量。

3.5 份样

原则上从检验批或副批中以一次性动作取得的一定质量的样品。

3.6 副样

由两个或两个以上的份样组成的样品。

3.7 大样

把从一个检验批中取出的(或根据需要逐个进行缩分后的)全部份样或全部副样合并所组成一定质量的样品。

3.8 试样

用于测定检验批的水分含量、化学成分等项目用的样品。

3.9 水分试样

用于测定水分的试样。

3.10 成分试样

国家技术监督局1993-03-20批准　　1993-12-01实施

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

用于测定化学成分的试样。

3.11 试样的兼用

把试样分成两份或多份，分别用于测定两个或多个检测项目。

3.12 试样的重用

把用于测定一个品质特性后的试样再用于测定其他检测项目。

3.13 品质波动

精矿中品质特性的不均匀程度，用批内份样间的标准偏差(σ_w)表示。根据σ_w值可将精矿产品划分成品质波动大、中、小三种类型。

3.14 精密度(β)

测得值互相一致的程度。概率为95%时，精密度用二倍的标准偏差表示($\beta=2\sigma$)。总精密度(β_{SPM})包括取样精密度(β_S)、制样精密度(β_P)和测定精密度(β_M)

$$\beta_{SPM}=2\sqrt{\sigma_S^2+\sigma_P^2+\sigma_M^2} \quad \cdots\cdots (1)$$

式中：σ_S——以标准偏差表示的取样精密度；

σ_P——以标准偏差表示的制样精密度；

σ_M——以标准偏差表示的测定精密度。

3.15 变异系数(C_V)

用标准偏差除以测定值的平均值($\bar{x}$)的百分率表示：

$$C_V=\frac{\sigma}{\bar{x}}\times 100\% \quad \cdots\cdots (2)$$

3.16 系统取样

从一个检验批中按一定的时间或质量间隔随机采取份样。

3.17 分层取样

在精矿的装卸过程中，将检验批分成数层(不得少于3层)，从不同层中按质量比例布点采取份样。

3.18 货车(船)取样

当精矿用货车(船)装运时，从货车或船上取样。

4 一般规定

4.1 本通则所列取样及制样方法中的第一种方法视为无系统误差方法。

4.2 精密度

4.2.1 总精密度按检验批的交易金额来确定。本标准规定不同交易金额的精度水准(用变异系数表示)如表1。

表1 不同交易金额的精度水准

检验批的交易金额，万元	精度水准C_V，%
<6	5
6～<15	2.5
15～<150	1.0
≥150	0.5

4.2.2 本通则中所述的取样、制样、测定总精密度按公式(3)确定。

$$\beta_{SPM}=\frac{C_V\cdot\bar{x}}{100}\times 2 \quad \cdots\cdots (3)$$

式中：C_V——用变异系数表示的精度水准；

$\bar{x}$——精矿的平均品位。

4.3 取样、制样所用的工具和盛样容器必须保持清洁、干燥、坚固耐用。水分试样容器应是密封性好，不吸水。盛样容器不得放在阳光下、通风处，炉子边以防止试样的水分含量发生变化。

4.4 严格按本标准规定的方法进行取样和制样，并根据需要按附录 B、附录 C 进行取样、制样精密度和取样系统误差校核试验。

4.5 根据精矿品质波动的大小、堆存、装卸等情况参照合同要求，可适当变更取样方法。但所用的取样方法必须按附录 C 校核后证明无系统误差。

4.6 精矿的品质波动大小是随着生产、贮存、运输等条件的改变而变化的，应定期进行品质波动试验，以掌握精矿品质波动的变化情况。

4.7 一般以主成分的百分含量作为品质特性。

4.8 如果交货矿的品质极不均匀或混入外来杂质，由供需双方协商或不予取样。

4.9 成分试样应妥善保存至少 3 个月以备核查。

4.10 在整个取样过程中应注意安全操作。

5 取样

5.1 取样工具

5.1.1 取样钎(见图 1)，其规格尺寸应满足所需份样量的需要。

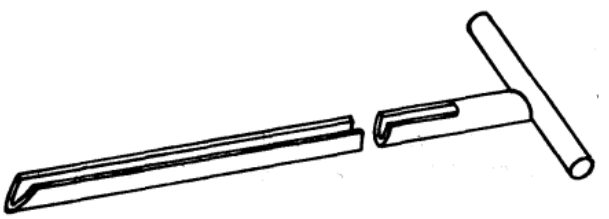


图 1 取样钎示意图

5.1.2 取样铲(见图 2)。其尺寸根据需要而定。

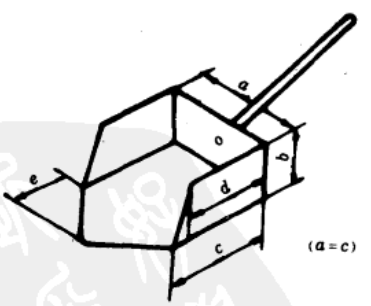


图 2 份样取样铲示意图

注：样品缩分用时需用无尖铲($e=0$)。

5.1.3 带盖的盛样桶或塑料盛样袋。

5.1.4 铁锤和钢锹。

5.2 取样程序

5.2.1 根据检验批质量的大小、品质波动的类型及取样精密度的要求，确定应取最少的份样个数、取样

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

间隔。

5.2.2 确定应取的份样量。

5.2.3 根据具体情况，于5.6条所列方法中选择一种进行取样。

5.3 份样数

5.3.1 基本批量时应取最少份样数的计算按公式(4)进行。

$$n_0=\left(\frac{2\sigma_w}{\beta_S}\right)^2 \text{ 或 } n_0=\left(\frac{\sigma_w}{\sigma_S}\right)^2 \quad \cdots\cdots (4)$$

式中：n_0——基本批量时应取的最少份样数；

σ_w——份样间的标准偏差；

β_S——取样精密度；

σ_S——取样标准偏差。

注：计算结果为最少份样数，日常取样时只能增加不得减少。对品质波动大小未知的精矿，应按品质波动大的类型来计算应取的最少份样数。

5.3.2 检验批量增大时应取份样数的计算按公式(5)进行。

$$n_1=n_0\sqrt{N_1/N} \quad \cdots\cdots (5)$$

式中：n_1——检验批量增大时应取的最少份样数；

n_0——基本批量时应取的最少份样数；

N——基本批量，t；

N_1——检验批量，t。

5.4 份样量

5.4.1 份样量不少于300g。

5.4.2 份样量应基本一致，其质量变异系数不大于20%。

5.4.3 各种精矿应取的份样数和份样量按其相应的取样、制样标准的规定进行。

5.5 份样的组合方式

把检验批的所有份样集中起来组成大样。在分成副批的情况下，把每个副批的所有份样集中起来组成副样。

5.6 取样方法

5.6.1 系统取样法

在一批精矿的装卸或计量的移动过程中按一定的质量(或时间)间隔采取份样。取样间隔可根据各种精矿规定的份样数和检验批量按公式(6)进行计算：

$$T\leqslant\frac{N_1}{n} \text{ 或 } T\leqslant\frac{60N_1}{G\cdot n} \quad \cdots\cdots (6)$$

式中：T——取样质量间隔，t；

N_1——检验批量，t；

n——标准中规定的份样数；

G——每小时装卸量，t/h。

注：如遇小数则舍去小数部分。

第一个份样，可在第一个间隔内随机取样，但不可在第一间隔的起点处取样。以后按计算的间隔采取份样。按固定间隔已经取完应取的份样数，而精矿的装卸尚在进行，应仍按规定的间隔继续取份样，直至整批精矿移动完毕为止。

如在输送带上或落口处取样，需截取精矿流的全截面。如在抓斗、铲车等工具装卸、堆垛过程中取样，则应在装卸或堆垛过程中新露出的精矿面上进行取样，也可在装卸工具中取样。取样点应均匀分布在整批精矿的各个部位。

5.6.2 分层取样法

一批精矿在装卸过程中分数层取样(不得少于三层),根据每层的质量,按比例在新露出的面上,均匀布点取样。每层应取的份样数按公式(7)进行计算。

$$n_l \geqslant \frac{n \cdot N_l}{N_1} \quad \cdots\cdots (7)$$

式中:n_l——每层应取份样数;

n——标准中规定份样数;

N_l——每层质量,t;

N_1——检验批量,t。

注:如遇小数则进为整数。

5.6.3 货车取样法

原则上从货车的装卸过程中新露出的表面取样。在日常取样工作中,可从货车上进行取样,但该种方法必须是按附录C校核后证明不会带来误差。取样点根据每车应取的份样数均匀布于车厢内,从上到下采取份样,避免从表层或局部采取。每车应取份样数按公式(8)计算:

$$n_2 \geqslant \frac{n}{M} \quad \cdots\cdots (8)$$

式中:n_2——每车应取的份样数;

n——标准中规定的份样数;

M——检验批总车数。

注:① 如遇小数则进为整数。

② 货车装载质量不同时,份样数的分配与装载质量成正比。

6 制样

6.1 制样设备及工具

6.1.1 缩分板要求不吸水。

6.1.2 研磨机。

6.1.3 毛刷。

6.1.4 恒温干燥箱。

6.1.5 份样铲(参见图2)。

6.1.6 盛样容器。

6.1.7 不锈钢十字分样板。

6.1.8 标准筛。

6.2 制样要求

6.2.1 在制样过程中应防止样品的水分和成分有任何变化和污染。

6.2.2 如成分试样因水分太大而较粘,不能顺利混合缩分时,可在低于引起化学成分变化的温度下进行预干燥(空气或干燥箱干燥)至不影响缩分的程度。

6.2.3 应严格按本通则规定的方法进行制样并根据需要按附录B校核制样精密度。

6.3 制样程序

样品的组合方式及制样程序示意图见图3。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

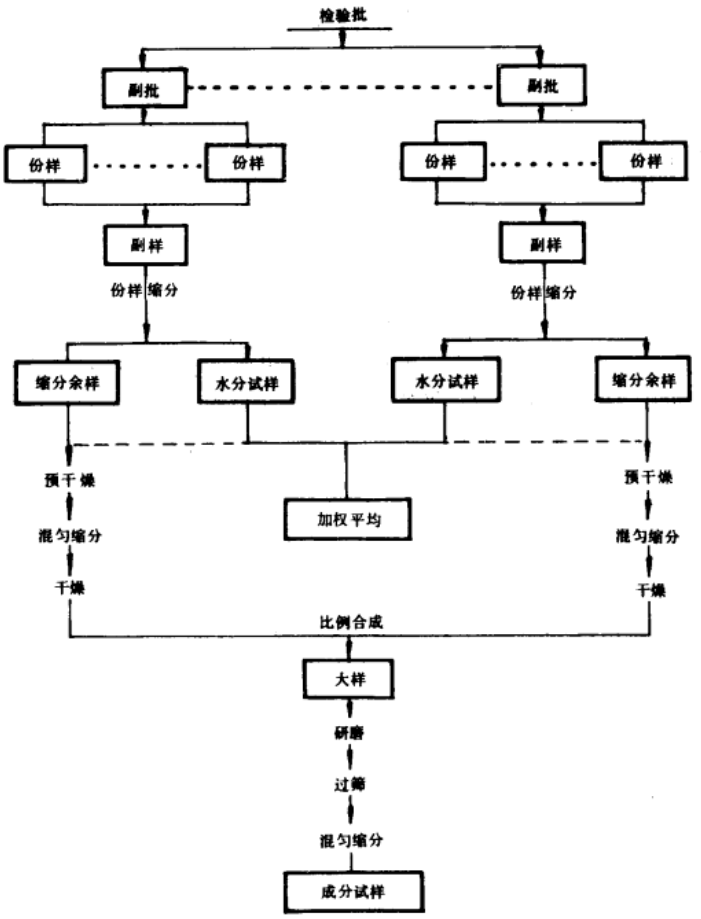


图 3　样品的组合方式及制样流程示意图

6.4　缩分方法

在具体制样过程中可使用下列任一方式或几种方式并用。

6.4.1　份样缩分法

将待缩分的样品置于干净的缩分极上混匀，将其铺成厚度一定的均匀的长方形平堆。

将长方形平堆划分成等分的网格，缩分大样时不得少于 20 格，缩分副样时不得少于 12 格，缩分份样时不得少于 4 格。

选择适当的份样铲和挡板，从每一格中的任一部位，从上到下垂直插入采取一满铲样品，然后把这些等量的样品合并。

如果经缩分后所得的样品质量小于试验所需质量时，应增加每一铲的质量或网格数。

6.4.2　圆锥四分法

将样品置于清洁的缩分板上，堆成圆锥形，每铲样品放在前一铲样品的堆尖，使之沿坡均匀散落，形成锥形。注意，勿使圆锥的中心错位。铲样时应始终沿着前一锥堆的四周铲样。以同样的方式至少转堆三次，使之充分混匀。

将铲子垂直插入锥堆，从中心部位开始，沿着锥形径向铺开，使之形成一个厚度大至相等的圆饼。圆饼的中心应和原锥堆的中心重合。用十字分样板自上压下分成四等分，随机取出对角的两部分，其余弃之。重复操作数次，缩分至需要量为止。

6.5 试样的保存和标签

试样应装入试样袋中(水分试样应装入有密封盖的容器中)并附以标签，其上注明：

a. 编号；

b. 精矿品名、产地；

c. 车号或船号；

d. 取样、制样人员；

e. 取样日期；

f. 分析项目。

7 水分测定

7.1 设备

7.1.1 干燥盘。表面光滑清洁，并可容纳料层厚度不大于 30mm 的试样。

7.1.2 恒温干燥箱。

7.1.3 天平。其精度应符合表 2 的要求。

表 2 天平精度要求

称量的试样的质量，g	要求天平的精度，g
≥1 000	0.000 5
500～<1 000	0.000 25

7.2 水分试样

水分试样按有关标准规定的方法采取、制备。所需水分试样的最小质量依据天平精度的不同，可选择不小于 1 000g 或不小于 500g 两个档次。

如遇批量大、装卸时间长、降雨或高温等情况，检验批水分变化显著时，应从副样制备水分试验，同时记录各副批的质量。

当由大样制备水分试样时，应制备两个水分试样。由每个副样制备水分试样时，制备一个水分试样。

7.3 测定步骤

7.3.1 称量干燥盘的质量(m_1)。

7.3.2 将水分试样平铺于干燥盘内，使其厚度不超过 30mm，立即称量其质量(m_2)。

7.3.3 将装有水分试样的干燥盘放入 105±5℃的干燥箱内，并保持这一温度不小于 3h。从干燥箱内取出装有试样的干燥盘，趁热立即称量。冷称量时，应事先将试样置入干燥器内，冷却至室温后再称量。

注：热称量时，应用适当的隔热材料隔离称量盘，以免对天平产生影响。

7.3.4 再次将干燥盘放入干燥箱内，继续烘干 1h，取出立即称量。重复上述操作，直至最后两次称量之差不大于水分试样初始质量的 0.05%，即视为恒量。记录最后一次质量(m_3)。

7.4 结果的计算与表示

7.4.1 试样水分含量的计算

每个试样的水分含量 W_i(%)按公式(9)计算，数值修约到小数点后第二位。

$$W_i(\%)=\frac{m_2-m_3}{m_2-m_1}\times 100 \quad \cdots\cdots (9)$$

式中：m_1——干燥盘的质量，g；

m_2——盘加湿样的质量，g；

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

m_3——盘加干样的质量，g。

7.4.2 检验批的水分含量

7.4.2.1 当由大样制备水分试样测定水分时，检验批的水分含量 $\overline{W}$(%)按公式(10)计算，数值修约到小数点后第二位。

$$\overline{W}(\%)=\frac{W_1+W_2}{2}\times 100 \quad \cdots\cdots (10)$$

式中：W_1、W_2——分别为两个试样的水分含量。

注：W_1、W_2 的允许差应不大于 0.2%。

7.4.2.2 当由副样制备水分试样测定水分时，检验批的水分含量 W(%)按公式(11)计算，数值修约到小数点后第二位。

$$W(\%)=\frac{\sum_{i=1}^{k} m_i W_i}{\sum_{i=1}^{k} m_i}\times 100 \quad \cdots\cdots (11)$$

式中：k——副样数；

W_i——第 i 个副样的水分含量，%；

m_i——第 i 个副批的质量，t。

附 录 A
精矿品质波动试验方法
（补充件）

A1 试验目的

通过试验求出检验批内份样间标准偏差(σ_w)，以确定一类精矿的品质不均匀程度。

A2 一般规定

A2.1 试验可结合日常工作进行。

A2.2 通常选择精矿主成分的百分含量作为品质特性。亦可选择其他检测项目。

A2.3 取样、制样按有关标准的规定进行。

A2.4 至少要用 5 批以上的同类型的精矿进行试验，一般用 10 批。

A3 试验方法

A3.1 求大批量精矿份样间标准偏差时，可将该批精矿分成数量大致相等的至少 10 个部分（如图 A1 所示），将每部分所取的份样按顺序编上号，然后将每部分的奇数号份样合并为 A 副样，偶数号份样合并为 B 副样，从而构成一对副样，每个副样制备成一个成分试样，分别进行测定。

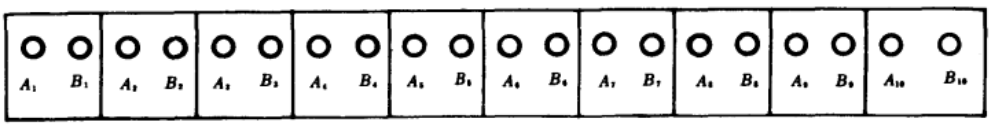


图 A1 以一个交货批精矿分成 10 份为例

A3.2 求小批量精矿份样间标准偏差时，可将从每一批中取出的全部份样分成 10 个份样数相等的副样，每个副样由二个以上相邻的份样组成。由每个副样制备成一个成分试样，分别进行测定。

注：如果按日常方法取出的份样数不足试验时，应增加份样，以使得每个副样由相等数量的份样组成。

A4 计算方法

A4.1 对于 A3.1 中所述的方法，可由极差法估算出份样间标准偏差。

成对测定数值的极差 R 按公式(A1)计算：

$$R=|A-B| \qquad \text{(A1)}$$

式中：A——由副样 A 制备的成分试样所得的测定值；

B——由副样 B 制备的成分试样所得的测定值。

所有极差的平均值 $\overline{R}$ 按公式(A2)计算：

$$\overline{R}=\frac{1}{K}\Sigma R \qquad \text{(A2)}$$

式中：K——R 值的个数。

份样间标准偏差估计值 $\hat{\sigma}_w$ 按公式(A3)计算。

$$\hat{\sigma}_w=\sqrt{n_S}(\overline{R}/d_2) \qquad \text{(A3)}$$

式中：n_S——组成副样 A(或 B)的份样数；

d_2——由极差估计标准偏差的计算系数，成对数据时$\frac{1}{d_2}$为 0.8865。

A4.2 对于 A3.2 中所述的方法，按公式(A4)计算份样间的标准偏差。

$$\hat{\sigma}_w=\sqrt{H\cdot\frac{m\Sigma X_i^2-(\Sigma X_i)^2}{m(m-1)}} \qquad \text{(A4)}$$

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

式中：H——组成一个副样的份样数；

X_i——每个副样的测定值；

m——副样的个数。

从公式(A3)、(A4)中得出的 $\hat{\sigma}_w$ 实为取样、制样、测定的总标准偏差，是过高估计的 $\hat{\sigma}_w$，但在确定品质波动大小类型时一般可按此值划分。

A5 结果的表示

依照上述方法从一系列试验中所得份样间标准偏差估计值的平均值按公式(A5)计算：

$$\bar{\sigma}_w=\sqrt{\frac{1}{h}\Sigma\hat{\sigma}_w^2} \quad \cdots\cdots (A5)$$

式中：h——$\hat{\sigma}_w$ 的个数。

A6 计算示例

A6.1 示例 1

A6.1.1 精矿名称

某大型铜矿山所产的散装浮选铜精矿。

A6.1.2 批量

交货批量约 600t。

A6.1.3 批数

1 批。

A6.1.4 品质波动类型

根据以往情况，该矿山所产的铜精矿类型为“中”。

A6.1.5 份样量

根据 GB 14263 标准的规定，份样量为 300±60g。

A6.1.6 份样数

根据 GB 14263 标准的规定，份样数为 80 个。

A6.1.7 部分数

将该交货批分成精矿质量大致相等的 10 个部分。

A6.1.8 组成副样的份样数

$$n_S=\frac{80}{10\times 2}=4$$

A6.1.9 品质特性

以铜精矿中铜的百分含量作为品质特性。

A6.1.10 将试验结果列入表 A1。

表 A1 品质波动试验数据

部分号	副样 A	副样 B	极差 R
1	18.94	18.21	0.73
2	18.42	18.46	0.04
3	20.99	20.80	0.19
4	19.94	20.18	0.24
5	20.17	19.64	0.53
6	20.33	18.47	1.86

续表 A1

部　分　号	副　样　A	副　样　B	极　差　R
7	18.92	19.97	0.87
8	18.45	18.72	0.27
9	19.14	18.90	0.24
10	19.04	19.14	0.10
ΣR			5.07

A6.1.11　计算极差的平均值。按公式 A2 计算：

$$\overline{R}=\frac{1}{K}\Sigma R=\frac{1}{10}\times 5.07=0.507$$

A6.1.12　计算份样间的标准偏差的估计值。按公式 A4 计算：

$$\sigma_w=\sqrt{n_S}\cdot\left(\frac{\overline{R}}{d_2}\right)$$

$$=\sqrt{4}\times\left(\frac{0.507}{d_2}\right)=0.899$$

A6.2　示例 2

A6.2.1　精矿名称

某小型铜矿山所产的浮选铜精矿。

A6.2.2　批量

每个交货批的批量约 60t。

A6.2.3　批数

共进行了 5 批试验。

A6.2.4　品质波动类型

根据以往情况，该矿山的精矿品质波动类型属于“中”。

A6.2.5　份样量

按 GB 14263 标准的规定。每个份样的质量为 300±60g。

A6.2.6　份样数

按 GB 14263 标准的规定，每批至少要取 12 个份样，但本试验在每个批中取 16 个份样。

A6.2.7　组成每个副样的份样数

本试验直接对份样进行制样、测定，即每个副样由一个份样组成。

A6.2.8　品质特性

以铜精矿中铜的百分含量作品质特性。

A6.2.9　计算每批试验结果的标准偏差(按公式(A4)进行。并将所有结果记入表 A2 中。

A6.2.10　计算该小型铜矿山的浮选精矿的品质波动类型。按公式(A5)计算：

$$\overline{\sigma}_w=\sqrt{\frac{1}{n}\Sigma\sigma_{wi}^2}=\sqrt{\frac{1}{5}(0.847^2+0.338^2+0.354^2+0.303^2+0.137^2)}$$

$$\approx 0.46$$

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

表 A2 品质波动试验数据

x_i 批号 / 份样号	1	2	3	4	5
1	19.74	18.53	20.95	21.08	19.97
2	18.60	18.48	20.89	20.85	19.70
3	19.87	18.85	21.16	21.58	19.75
4	19.34	18.90	21.24	21.08	19.94
5	19.75	18.50	20.90	21.50	19.84
6	19.92	18.62	20.92	21.07	19.89
7	19.94	18.08	20.91	21.74	20.04
8	19.36	18.90	19.77	21.93	19.67
9	17.77	18.86	21.01	21.54	19.77
10	17.06	18.54	20.92	21.04	19.83
11	19.94	18.34	20.63	21.66	19.88
12	20.02	18.58	21.27	21.50	19.89
13	19.32	18.94	21.07	21.25	19.73
14	19.66	18.70	21.08	21.66	20.16
15	19.88	19.11	20.54	21.29	19.73
16	19.52	19.53	20.81	21.38	20.01
$\bar{x}$	19.36	18.72	20.88	21.38	19.86
Σx	309.69	299.46	334.07	342.15	317.80
Σx^2	6005.01	5606.48	6977.05	7318.04	6312.58
$\hat{\sigma}_w$	0.847	0.338	0.354	0.303	0.137

附 录 B
精密度校核试验方法
（补充件）

B1 试验目的

通过试验校核散装重有色金属浮选精矿取样、制样及测定精密度是否符合其标准的规定。

B2 一般规定

B2.1 试验批数

最好用 20 批以上同一种类不同品位的精矿进行试验，但不得少于 10 批。如果供做试验的批数不够，可将大批量划分成几个小批，对每个小批进行试验，以达到足够的试验批数。

B2.2 份样数

试验所需的份样数为取样标准中规定的 2 倍，即 $2n$。如果试验结合日常工作进行，取 $2n$ 个份样有困难，也可按标准规定取 n 个份样，这样每个大样由 $n/2$ 个份样组成。

B2.3 份样量

份样量应符合有关取样、制样标准中的规定。

B2.4 取样方法

根据校核需要，可从有关取样、制样标准中任意选择一种方法进行。

B3 试验方法

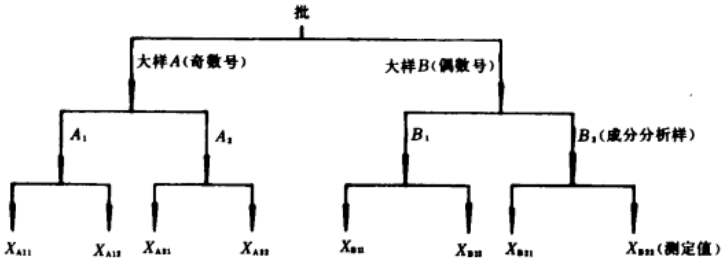
B3.1 大样的组合方式

将从检验批中取出的所有份样按顺序编上号，将全部奇数号份样合并为 A 大样，全部偶数号份样合并为 B 大样。

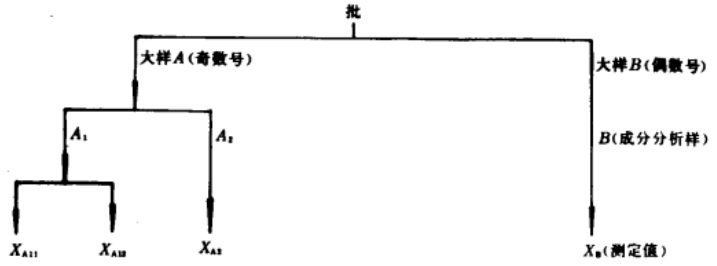
B3.2 样品的缩分方式

根据需要可从下列两种缩分方式中任意选择一种进行。

方式 1



方式 2



B4 数据解析(采用 95% 概率)

B4.1 方式 1

B4.1.1 将一批试验所得的四个成分分析样品的八个测定结果用下列符号表示。

X_{A11}、X_{A12}——代表由大样 A 制备出的成分分析样品 A_1 的一对测定结果；

X_{A21}、X_{A22}——代表由大样 A 制备出的成分分析样品 A_2 的一对测定结果；

X_{B11}、X_{B12}——代表由大样 B 制备出的成分分析样品 B_1 的一对测定结果；

X_{B21}、X_{B22}——代表由大样 B 制备出的成分分析样品 B_2 的一对测定结果。

B4.1.2 算出每个成分分析样品双试验测定结果的平均值($\overline{X}_{ij}$)和极差(R_1)：

$$\overline{X}_{ij}=\frac{1}{2}(X_{ij1}+X_{ij2}) \quad \cdots\cdots (B1)$$

$$R_1=|X_{ij1}-X_{ij2}| \quad \cdots\cdots (B2)$$

式中：i——大样 A 或 B 的成对制备样品；

j——大样 A 和 B 的成对成分试样；

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

1、2——成分试样的双试验测定结果。

B4.1.3 算出成对成分试样 A_1、A_2 和 B_1、B_2 的平均值($\bar{\bar{x}}_i$)和极差(R_2)：

$$\bar{\bar{x}}_i=\frac{1}{2}(\bar{X}_{i1}+\bar{X}_{i2}) \quad \text{(B3)}$$

$$R_2=|\bar{X}_{i1}-\bar{X}_{i2}| \quad \text{(B4)}$$

B4.1.4 算出大样 A 和 B 的平均值($\bar{\bar{X}}$)和极差(R_3)：

$$\bar{\bar{X}}=\frac{1}{2}(\bar{\bar{X}}_1+\bar{\bar{X}}_2) \quad \text{(B5)}$$

$$R_3=|\bar{\bar{X}}_1-\bar{\bar{X}}_2| \quad \text{(B6)}$$

B4.1.5 算出极差的平均值($\bar{R}_1$、$\bar{R}_2$、$\bar{R}_3$)：

$$\bar{R}_1=\frac{1}{4K}\Sigma R_1 \quad \text{(B7)}$$

$$\bar{R}_2=\frac{1}{2K}\Sigma R_2 \quad \text{(B8)}$$

$$\bar{R}_3=\frac{1}{K}\Sigma R_3 \quad \text{(B9)}$$

式中：K——试验批数。

B4.1.6 计算极差 R 的控制上限，作出控制图。

R_1 的上限：$D_4\bar{R}_1$

R_2 的上限：$D_4\bar{R}_2$

R_3 的上限：$D_4\bar{R}_3$

式中：D_4——3.267(对于成对测定值而言)。

注：凡超出上限值的数据应舍去。凡有舍弃数值的上限，应重新按公式(B7)、(B8)、(B9)算出极差的平均值 $\bar{R}_1$、$\bar{R}_2$、$\bar{R}_3$ 及相应的舍弃数值上限，并予舍弃，直至所有数值均小于上限值为止。

B4.1.7 算出按极差推算的测定标准偏差($\hat{\sigma}_M$)、制样标准偏差($\hat{\sigma}_P$)和取样标准偏差($\hat{\sigma}_S$)的估计值：

$$\hat{\sigma}_M=\frac{\bar{R}}{d_2} \quad \text{(B10)}$$

$$\hat{\sigma}_P=\sqrt{\left(\frac{\bar{R}_2}{d_2}\right)^2-\frac{1}{2}\left(\frac{\bar{R}_1}{d_2}\right)^2} \quad \text{(B11)}$$

$$\hat{\sigma}_S=\sqrt{\left(\frac{\bar{R}_3}{d_2}\right)^2-\frac{1}{2}\left(\frac{\bar{R}_2}{d_2}\right)^2} \quad \text{(B12)}$$

式中：$\frac{1}{d_2}$——成对试验时由极差估算标准偏差的系数，为 0.8865。

注：如大样由 $n/2$ 个份样组成，公式(B12)中的 $\hat{\sigma}_S$ 的值应除以 $\sqrt{2}$。

B4.1.8 计算出测定精密度(β_M)、制样精密度(β_P)和取样精密度(β_S)：

$$\beta_M=2\hat{\sigma}_M \quad \text{(B13)}$$

$$\beta_P=2\hat{\sigma}_P \quad \text{(B14)}$$

$$\beta_S=2\hat{\sigma}_S \quad \text{(B15)}$$

B4.1.9 按下式算出取样、制样和测定的总标准偏差(σ_{SPM})和总精密度(β_{SPM})：

$$\sigma^2_{SPM}=\hat{\sigma}_S^2+\hat{\sigma}_P^2+\hat{\sigma}_M^2 \quad \text{(B16)}$$

$$\sigma_{SPM}=\sqrt{\hat{\sigma}_S^2+\hat{\sigma}_P^2+\hat{\sigma}_M^2} \quad \text{(B17)}$$

$$\beta_{SPM}=2\sigma_{SPM} \quad \text{(B18)}$$

B4.1.10 将 β_{SPM} 与有关标准规定的精密度进行比较。

B4.2 方式 2

B4.2.1 将一批精矿的三个制备样品，四个测定结果用下列符号表示：

X_{A11}、X_{A12}——代表由大样 A 制备出的成分分析样品 A_1 的一对测定结果；

X_{A2}——代表大样 A 制备样品 A_2 的单试验测定结果；

X_B——代表大样 B 制备样品 B 的单试验测定结果。

B4.2.2 算出制备样品 A_1 双试验测定结果的极差(R_1)、成对制备样品 A_1、A_2 的极差(R_2)、大样 A 和 B 的极差(R_3)。计算方法同 B4.1。计算可任取 X_{A11} 或 X_{A12}，但须前后一致。

B4.2.3 算出极差的平均值($\overline{R}_1$、$\overline{R}_2$、$\overline{R}_3$)：

$$\overline{R}_1=\frac{1}{K}\Sigma R_1 \quad \cdots\cdots (B19)$$

$$\overline{R}_2=\frac{1}{K}\Sigma R_2 \quad \cdots\cdots (B20)$$

$$\overline{R}_3=\frac{1}{K}\Sigma R_3 \quad \cdots\cdots (B21)$$

式中：K——试验批数。

B4.2.4 算出舍弃数值的上限，作出控制图并予舍弃，直至所有极差值小于舍弃上限。计算方法同 B4.1。

B4.2.5 算出按极差推算的测定标准偏差($\hat{\sigma}_M$)、制样标准偏差($\hat{\sigma}_P$)和取样标准偏差($\hat{\sigma}_s$)的估算值。

$$\hat{\sigma}_M=\sqrt{\left(\frac{\overline{R}_1}{d_2}\right)^2} \quad \cdots\cdots (B22)$$

$$\hat{\sigma}_P=\sqrt{\left(\frac{\overline{R}_2}{d_2}\right)^2-\left(\frac{\overline{R}_1}{d_2}\right)^2} \quad \cdots\cdots (B23)$$

$$\hat{\sigma}_S=\sqrt{\left(\frac{\overline{R}_3}{d_2}\right)^2-\left(\frac{\overline{R}_2}{d_2}\right)^2} \quad \cdots\cdots (B24)$$

B4.2.6 算出测定、制样、取样精密度(β_M、β_P、β_S)及总精密度(β_{SPM})。计算方法同 B4.1。

B4.2.7 将 β 值与有关标准中规定的精密度进行比较。

B5 试验结果的分析和异常情况的处理

B5.1 通过本试验求得的 β 值若小于标准中的规定值，说明日常的取样、制样和测定过程符合要求。当试验求得的 β 值大于规定值时，应检查取样、制样和测定是否有不正常情况，必要时加以改进。若无不正常情况，应按附录 A 重新评价浮选精矿的品质波动是否发生变化，以便相应地改变份样数。

B5.2 如进行品质波动试验有困难，而取样精密度大于规定值时，应提高取样精密度。

B5.2.1 增加份样数，按公式(B25)计算应取的份样数。

$$\beta_S/\beta_{S1}=\sqrt{n/n'} \quad \cdots\cdots (B25)$$

式中：β_{S1}——试验所得取样精密度；

β_S——应达到的取样精密度；

n——标准中规定的份样数；

n'——达到 β_S 时应取的份样数。

B5.2.2 增加份样量也可提高取样精密度。但份样量增大到一定程度后，再继续增大份样量，对精密度的提高效果不显著。

B6 计算示例

试验用系统取样法按方式 1 并结合日常工作进行。

B6.1 精矿名称

浮选铅精矿

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

B6.2 批数

批数：19 批。

B6.3 批量

批量：60t。

B6.4 品质波动类型

品质波动类型：小。

B6.5 份样量

按 GB 14262 标准中的规定，份样量应不小于 300±60g。

B6.6 每批铅精矿应取的份样数。

按 GB 14262 标准中的规定，每批取 10 个份样，这样每个大样由 $\frac{1}{2}n$ 个份样组成。

B6.7 规定的精密度

按 GB 14262 标准中的规定，$\beta_{SPM}=1.02\%$；$\beta_s=1.00\%$。

B6.8 取样方法

在精矿的装卸过程中，按计算出来的间隔，在抓斗上取样，将奇数份样置于容器 A 中，组成 A 大样；将偶数份样置于 B 大样中，组成 B 大样。

B6.9 制样方法

按 GB 14262 标准中的要求，将 A、B 两个大样分别制备成 A_1、A_2、B_1、B_2 四个试样进行测定，其结果列入表 B1。

表 B1　精密度校核试验数据表

批号	批量	份样数		A_1				A_2				A		B_1				B_2				B		$\bar{\bar{X}}$	R_3
	(t)	A	B	X_{A11}	X_{A12}	$\bar{X}_{A1}$	R_1	X_{A21}	X_{A22}	$\bar{X}_{A2}$	R_1	$\bar{\bar{X}}_A$	R_2	X_{B11}	X_{B12}	$\bar{X}_{B1}$	R_1	X_{B21}	X_{B22}	$\bar{X}_{B2}$	R_1	$\bar{\bar{X}}_B$	R_2		
1	62	10	10	61.24	61.17	61.20	0.07	61.19	61.07	61.13	0.12	61.16	0.07	59.88	59.70	59.79	0.18	59.88	59.77	59.82	0.11	59.80	0.03	60.48	1.36
2	50	10	10	59.88	59.93	59.90	0.05	59.59	59.62	59.60	0.03	59.75	0.30	59.88	59.70	59.79	0.18	59.88	59.77	59.82	0.11	59.80	0.03	59.78	0.05
3	55	10	10	60.77	60.73	60.75	0.04	60.62	60.80	60.71	0.18	60.73	0.04	61.80	61.92	61.86	0.12	61.80	61.61	61.70	0.19	61.78	0.16	61.26	1.05
4	50	10	10	60.88	60.70	60.79	0.18	60.66	60.89	60.78	0.23	60.78	0.01	59.71	59.48	59.60	0.23	59.77	59.95	59.86	0.18	59.73	0.26	60.26	1.05
5	62	10	10	63.23	63.00	63.12	0.23	63.12	62.92	63.02	0.19	63.07	0.10	62.07	62.00	62.04	0.07	61.96	61.73	61.84	0.23	61.94	0.20	62.50	1.13
6	50	10	10	61.92	62.00	61.96	0.08	62.13	61.87	62.00	0.26	61.98	0.04	62.25	62.31	62.28	0.06	61.96	61.72	61.84	0.24	62.06	0.44	62.02	0.08
7	50	10	10	61.79	61.82	61.80	0.03	61.60	61.49	61.54	0.11	61.67	0.26	60.68	60.67	60.68	0.01	60.53	60.51	60.52	0.02	60.60	0.16	61.14	1.07
8	62	10	10	58.51	58.50	58.50	0.01	58.55	58.44	58.50	0.11	58.50	0.00	57.57	57.50	57.54	0.07	57.90	57.98	57.94	0.08	57.74	0.40	58.12	0.76
9	62	10	10	56.89	57.01	56.95	0.12	57.55	57.57	57.56	0.02	57.25	0.61	57.07	56.88	56.98	0.19	56.92	56.95	56.94	0.03	56.96	0.04	57.10	0.29
10	62	10	10	59.28	59.44	59.36	0.16	59.34	59.29	59.32	0.05	59.34	0.04	58.96	58.79	58.88	0.17	58.80	58.82	58.81	0.02	58.84	0.07	59.09	0.50
11	62	10	10	59.37	59.37	59.37	0.00	59.36	59.25	59.30	0.11	59.34	0.07	59.11	58.97	59.04	0.14	59.26	59.10	59.18	0.16	59.11	0.14	59.22	0.23
12	62	10	10	58.87	58.90	58.89	0.03	58.88	58.73	58.80	0.15	58.84	0.09	60.49	60.26	60.38	0.23	60.18	60.02	60.10	0.16	60.24	0.28	59.54	1.40
13	50	10	10	58.68	58.59	58.64	0.09	58.56	58.40	58.48	0.16	58.56	0.16	58.93	58.75	58.84	0.18	59.00	58.83	58.91	0.17	58.87	0.07	58.71	0.31
14	62	10	10	56.90	57.01	56.96	0.11	56.76	56.71	56.74	0.05	58.85	0.22	56.87	56.88	56.88	0.01	56.89	56.93	56.91	0.04	56.90	0.03	56.87	0.05
15	62	10	10	57.73	57.88	57.80	0.15	57.35	57.48	57.42	0.13	57.61	0.38	57.91	58.06	57.98	0.15	57.72	57.84	57.78	0.12	57.88	0.20	57.74	0.27
16	62	10	10	58.77	58.85	58.81	0.08	58.96	58.80	58.88	0.16	58.84	0.07	59.05	59.08	59.06	0.03	58.92	58.82	58.87	0.10	58.96	0.19	58.90	0.12
17	58	10	10	58.65	58.53	58.59	0.12	58.45	58.37	58.41	0.08	58.50	0.18	58.74	58.65	58.70	0.09	58.61	58.57	58.59	0.04	58.64	0.11	58.57	0.14
18	55	10	10	58.46	58.45	58.46	0.01	58.72	58.67	58.70	0.05	58.58	0.24	58.84	58.72	58.78	0.12	58.99	58.82	58.90	0.17	58.84	0.12	58.71	0.26
19	62	10	10	63.20	62.96	63.08	0.24	62.81	62.88	62.84	0.07	62.96	0.24	64.28	64.04	64.16	0.24	63.40	63.40	63.40	0.00	63.78	0.76	63.37	0.82
Σ							1.80				2.26		3.12				2.47				2.17		3.69		10.94

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

B6.10 数据解析

B6.10.1 算出极差的平均值

$$\overline{R}_1=\frac{1}{4K}\Sigma R_1=8.7/19\times4=0.114$$

$$\overline{R}_2=\frac{1}{2K}\Sigma R_2=6.81/19\times2=0.178$$

$$\overline{R}_3=\frac{1}{K}\Sigma R_3=10.94/19=0.576$$

B6.10.2 求出舍弃数值上限

R_1 舍弃数值上限：$D_4\overline{R}_1=3.267\times0.114=0.372$

R_2 舍弃数值上限：$D_4\overline{R}_2=3.267\times0.179=0.585$

R_3 舍弃数值上限：$D_4\overline{R}_3=3.267\times0.576=1.882$

B6.10.3 作图

将全部数据标入 R 控制图(见图 B1)，检查 R_1、R_2、R_3 数值是否处于控制状态。经检查，R_1、R_3 之值均处于控制状态，第 9 批 A 副样 R_2 和第 19 批 B 副样的 R_2 超出了上限值处于异常状态。经查，其原因是制样工具污染造成。

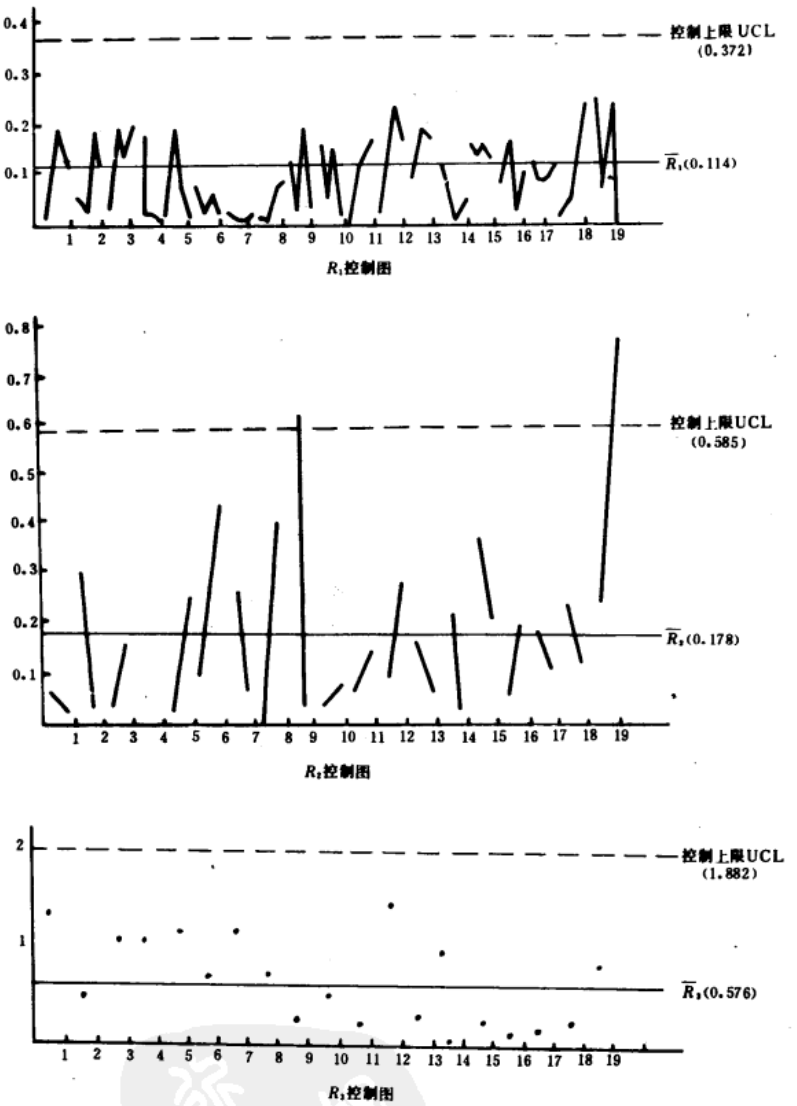


图 B1　R 控制图

B6.10.4　剔除异常值后重新计算 $\overline{R}_2$

$$\overline{R}_2=5.44/2\times18=0.151$$

R_2 的舍弃上限：$D_4\overline{R}_2=3.267\times0.151=0.493$

经检查，余下的 R_2 均小于 0.493。

B6.10.5　算出测定、制样和取样标准偏差(%)：

$$\sigma_M=\sqrt{\left(\frac{\overline{R}_1}{d_2}\right)^2}=\sqrt{(0.114\times0.8865)^2}=0.101\%$$

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

$$\sigma_P=\sqrt{\left(\frac{\overline{R}_2}{d_2}\right)^2-\frac{1}{2}\left(\frac{\overline{R}_1}{d_2}\right)^2}=\sqrt{(0.151\times0.8865)^2-0.5\times(0.144\times0.8865)^2}=0.113\%$$

$$\sigma_s=\sqrt{\left(\frac{R_3}{d_2}\right)^2-\frac{1}{2}\left(\frac{R_2}{d_2}\right)^2}=\sqrt{(0.576\times0.8865)^2-0.5\times(0.151\times0.8865)^2}=0.474\%$$

B6.10.6 算出测定、制样、取样精密度(%)和总精密度(%)：

$$\beta_M=2\sigma_M=2\times0.101=0.202\%$$

$$\beta_P=2\sigma_P=2\times0.113=0.226\%$$

$$\beta_s=2\sigma'_S=2\frac{\sigma_s}{\sqrt{2}}=\sqrt{2}\cdot\sigma_s=0.474\times0.474=0.670\%$$

注：因大样由$\frac{1}{2}n$个份样组成，故实际的 $\sigma'_S=\sigma_S/\sqrt{2}$。

$$\beta_{SPM}=2\cdot\sqrt{\sigma_s^2+\sigma_P^2+\sigma_M^2}$$

$$=2\cdot\sqrt{0.375^2+0.113^2+0.101^2}$$

$$=0.735\%$$

B6.10.7 将试验结果和标准中的规定进行比较。

经比较，试验所得各项均达到标准中的精密度要求。

附 录 C
取样系统误差校核试验方法
（补充件）

C1 试验目的

从同一批散装浮选精矿中，分别用参比取样方法(A法)和被校核取样方法(B法)采取一系列成对样品，并将他们的结果进行比较，校核其差值是否存在显著性差异，从而确定B法能否适合于日常工作。

C2 一般规定

C2.1 试样的品质特性

以精矿的主成分含量作为试样的品质特性。

C2.2 试验组数

预先试验组数不得少于20组。所需的试验组数根据20个试验差值的标准偏差和最大允许系统偏差(δ)值计算确定。

注：最大允许系统偏差(δ)一般定为总精密度的一半。

C2.3 试验用精矿的选择

最好选用品质波动大的精矿作为试验用精矿。

C2.4 对比试验用样品的选择

采用副样或大样对比法。

C2.5 参比方法的选择

参比方法是从技术经济的角度考虑不会带来系统误差的方法。根据现场条件，可由有关各方协商确定。

C2.6 制样及样品分析方法

样品的制备及其分析按各有关标准的规定进行。

C2.7 显著性水平检验方法

采用5%显著性水平t检验(单侧)评定系统误差。

C3 试验方法

从同一批精矿中分别用A法和B法取出相同数目的份样，然后分别将他们合并成一个 A 大样(或 A 副样)和一个 B 大样(或 B 副样)。同时用相同的制样、分析方法进行试验。

C4 数据解析

C4.1 用 X_{Ai} 代表按A法取出样品的各个测定结果，用 X_{Bi} 代表按B法取出样品的各个测定结果。

C4.2 用下式算出 X_{Ai} 与 X_{Bi} 的差值 d_i：

$$d_i=X_{Bi}-X_{Ai} \quad \cdots\cdots (C1)$$

式中：$i=1、2、3\cdots\cdots K$。

C4.3 算出差值的平均值 $\overline{d}$：

$$\overline{d}=\frac{1}{K}\Sigma d_i \quad \cdots\cdots (C2)$$

C4.4 算出差值的标准偏差 S_d：

$$S_d=\sqrt{\frac{K\Sigma d_i^2-(\Sigma d_i)^2}{K(K-1)}} \quad \cdots\cdots (C3)$$

C4.5 确定所需的成对试验组数

C4.5.1 按公式(C4)计算系数 D

$$D=\frac{\delta}{S_d} \quad \cdots\cdots (C4)$$

式中：δ——最大允许系统误差。

C4.5.2 由表C1查出所需成对试验组数 n_t。当 $n_t\leqslant 20$ 时，按公式(C5)计算 t_0 值；当 $n_t>20$ 时，应进行追加试验。

表C1 由系数 D 确定所需的成对数据组数 n_t

系数 D 的范围	所需的成对数据组数 n_t	系数 D 的范围	所需的成对数据组数 n_t
$0.30\leqslant D<0.35$	122	$0.95\leqslant D<1.00$	14
$0.35\leqslant D<0.40$	90	$1.00\leqslant D<1.05$	13
$0.40\leqslant D<0.45$	70	$1.1\leqslant D<1.2$	11
$0.45\leqslant D<0.50$	55	$1.2\leqslant D<1.3$	10
$0.45\leqslant D<0.55$	45	$1.3\leqslant D<1.4$	8
$0.55\leqslant D<0.60$	38	$1.4\leqslant D<1.5$	8
$0.60\leqslant D<0.65$	32	$1.5\leqslant D<1.6$	7
$0.65\leqslant D<0.70$	28	$1.6\leqslant D<1.7$	6
$0.70\leqslant D<0.75$	24	$1.7\leqslant D<1.8$	6
$0.75\leqslant D<0.80$	21	$1.8\leqslant D<1.9$	6
$0.80\leqslant D<0.85$	19	$1.9\leqslant D<2.0$	5
$0.85\leqslant D<0.90$	17	$2.0\leqslant D$	5
$0.90\leqslant D<0.95$	15		

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

C4.6 t_0 值的计算按公式(C5)进行。

$$t_0=\frac{|\bar{d}|}{S_d/\sqrt{K}} \quad \cdots\cdots (C5)$$

C4.7 从表C2(单侧 t 分布表)中查出 t 值,其概率为95%。

表C2 5%显著性水平的 t 值(单侧)

成对组数	t	成对组数	t	成对组数	t
2	6.314	21	1.725	40	1.685
3	2.920	22	1.721	41	1.684
4	2.353	23	1.717	42	1.683
5	2.132	24	1.714	43	1.682
6	2.015	25	1.711	44	1.681
7	1.943	26	1.708	45	1.680
8	1.895	27	1.706	46	1.679
9	1.860	28	1.703	47	1.679
10	1.833	29	1.701	48	1.678
11	1.812	30	1.699	49	1.677
12	1.796	31	1.697	50	1.677
13	1.782	32	1.696	51	1.676
14	1.771	33	1.694	61	1.671
15	1.761	34	1.692	81	1.664
16	1.753	35	1.691	121	1.658
17	1.746	36	1.690	240	1.651
18	1.740	37	1.688	∞	1.645
19	1.734	38	1.687		
20	1.729	39	1.686		

C4.8 将 t_0 与 t 进行比较。如果 $t_0<t$,则认为B法与A法无显著性差异,B法可用于日常取样工作;如果 $t_0>t$,则认为B法与A法有显著性差异,B法不能用于日常取样工作,应采取措施消除该系统误差。

C5 计算示例

C5.1 精矿名称

散装浮选铅精矿。

C5.2 品质波动类型

精矿品质波动类型为"大"。

C5.3 检验批量

检验批量为60t。

C5.4 试验批数

预先试验批数为20批。

C5.5 参比取样及校核取样方法。

选择系统取样法作为参比取取样方法(A法),货车取样法作为校核取样方法(B法)。

C5.6 试验步骤

将从同一检验批用 A 法和 B 法取出的所有份样合并成 A 大样和 B 大样，然后用相同的制样、分析方法进行制样、测定，并将各自的测定结果记入表 C3。

表 C3 系统误差试验结果

试　验	随机取样法	动态取样	$d_i=X_{Bi}-X_{Ai}$	d_i^2
	Pb，%	Pb，%		
1	53.90	54.35	−0.45	0.202 5
2	53.30	52.88	0.42	0.176 4
3	52.84	53.34	−0.50	0.250 0
4	54.31	55.02	−0.71	0.504 1
5	49.09	48.64	0.45	0.202 5
6	48.52	48.82	−0.30	0.090 0
7	43.98	44.46	−0.48	0.230 4
8	44.90	44.10	0.80	0.640 0
9	51.42	51.53	−0.11	0.012 1
10	52.61	52.01	0.60	0.360 0
11	58.82	58.78	0.04	0.001 6
12	59.98	59.52	0.46	0.211 6
13	59.36	59.48	−0.12	0.014 4
14	60.06	59.99	0.07	0.004 9
15	60.92	60.74	0.18	0.032 4
16	60.38	60.53	−0.15	0.022 5
17	59.94	60.46	−0.52	0.270 4
18	57.54	57.84	−0.30	0.090 0
19	57.95	57.58	0.37	0.136 9
20	57.70	57.98	−0.28	0.078 4
合　计			−0.53	3.531 1

C5.7 计算差值的平均值($\bar{d}$)：

$$\bar{d}=\frac{1}{K}\Sigma d_i=\frac{1}{20}\times(-0.53)=-0.026\ 5$$

C5.8 计算差值的标准偏差(S_d)：

$$S_d=\sqrt{\frac{K\Sigma d_i^2-(\Sigma d_i)^2}{K(K-1)}}$$

$$=\sqrt{\frac{20\times 3.5311-(-0.53)^2}{20\times(20-1)}}=0.430$$

C5.9 确定所需的成对试验组数 n_r：

C5.9.1 最大允许系统误差 δ：

$$\delta=\frac{1}{2}\beta_{SPM}=\frac{1}{2}\times 1.30=0.65$$

C5.9.2 计算系数 D：

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

$$D=\frac{\delta}{S_d}=\frac{0.65}{0.430}=1.512$$

C5.9.3 根据 D 值查表 C1 得所需成对试验组数 $n_r=7$，故所收集的 20 组数据对于本试验来说已足够。

C5.10 计算 t_0：

$$t_0=\frac{|\bar{d}|}{S_d/\sqrt{K}}=\frac{|-0.0265|}{0.427/\sqrt{20}}=0.276$$

C5.11 查 5%显著性水平的 t 值表(单侧)。

由表 C2 查得成对试验组数为 20 时的 t 值为 $t=1.729$。

C5.12 结论

由于 $t_0<t$，故 B 法与 A 法无显著性差异，B 法(货车取样法)可作为日常取样方法。

附加说明：

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由中国有色金属工业总公司标准计量研究所负责起草。

本标准主要起草人周维芳、章吉林。

中华人民共和国国家标准

散装浮选锌精矿取样、制样方法

GB 14261—93

Methods for sampling and sample preparation of flotation zinc concentrates in bulk

1 主题内容与适用范围

本标准规定了散装浮选锌精矿的取样、制样和测定水分的程序及方法。

本标准适用于散装浮选锌精矿的化学成分、水分及其他物理项目检测用试样的采取、制备和水分的测定。

2 引用标准

GB 14260 散装重有色金属浮选精矿取样、制样通则

3 术语定义

同 GB 14260 的规定。

4 一般规定

4.1 本标准规定取样、制样及测定总精密度 β_{SPM}(见表 1)。

表 1 不同检验批量锌精矿应取最少份样数及精密度

品质波动类型 / 份样数 n / 检验批量，t	小	中	大	总精密度 β_{SPM} %
	$\sigma_w \leqslant 1.0$	$1.0 \leqslant \sigma_w \leqslant 2.0$	$\sigma_w > 2.0$	
$N \leqslant 60$	6	18	28	1.00
$60 < N \leqslant 180$	9	32	48	
$180 < N \leqslant 300$	12	40	62	

4.2 本标准所列取样及缩分方法中的第一种方法为无系统误差法。

4.3 本标准规定以锌的百分含量作为锌精矿的品质特性。

4.4 严格按本标准规定的方法进行取样和制样，并根据需要进行精密度校核试验。

4.5 成分试样应妥善保管三个月，以备核查。

4.6 取样、制样所用设备、工具和盛样容器必须保持清洁、干燥、耐用。盛样容器应有较好的密封性，以防止试样变质。

4.7 评定品质波动试验方法、精密度校核试验方法及取样系统误差校核试验方法分别按 GB 14260 中附录 A、附录 B、附录 C 进行。

4.8 整个取样、制样过程应遵守有关的安全操作规程。

国家技术监督局 1993-03-12 批准　　1993-12-01 实施

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

5 取样

5.1 取样工具

5.1.1 取样钎，其规格尺寸见图 1。

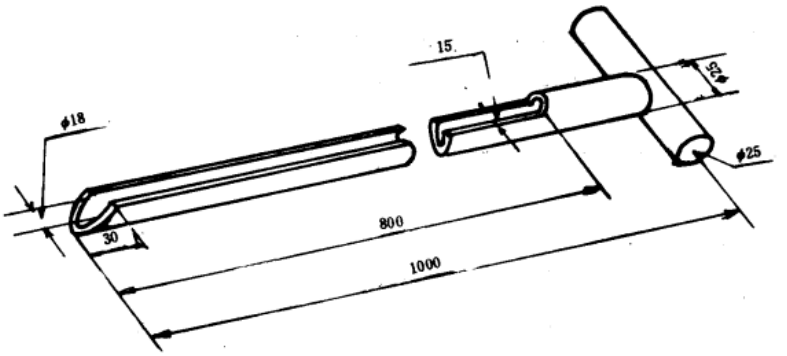


图 1 取样钎

5.1.2 取样铲，其规格尺寸见图 2 及表 2。

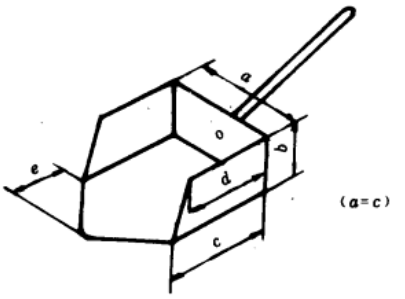


图 2 取样铲示意图

表 2 取样铲规格及尺寸

编号	取样铲尺寸，mm					容量，mL
	a	*b*	*c*	*d*	*e*	
20	80	45	80	70	35	约 270
15	70	40	70	60	30	约 180
10	60	35	60	50	25	约 120
5	50	30	50	40	20	约 70

5.1.3 钢锹和铁锤。

5.1.4 带盖的盛样桶或塑料盛样袋。

5.2 取样程序

5.2.1 验明检验批或副批的质量。

5.2.2 确定取样方法、工具。

5.2.3 根据检验批量大小、品质波动类型及取样精密度的要求确定应取的最少份样数和取样间隔。

5.2.4 确定份样组合方式，见图 3。

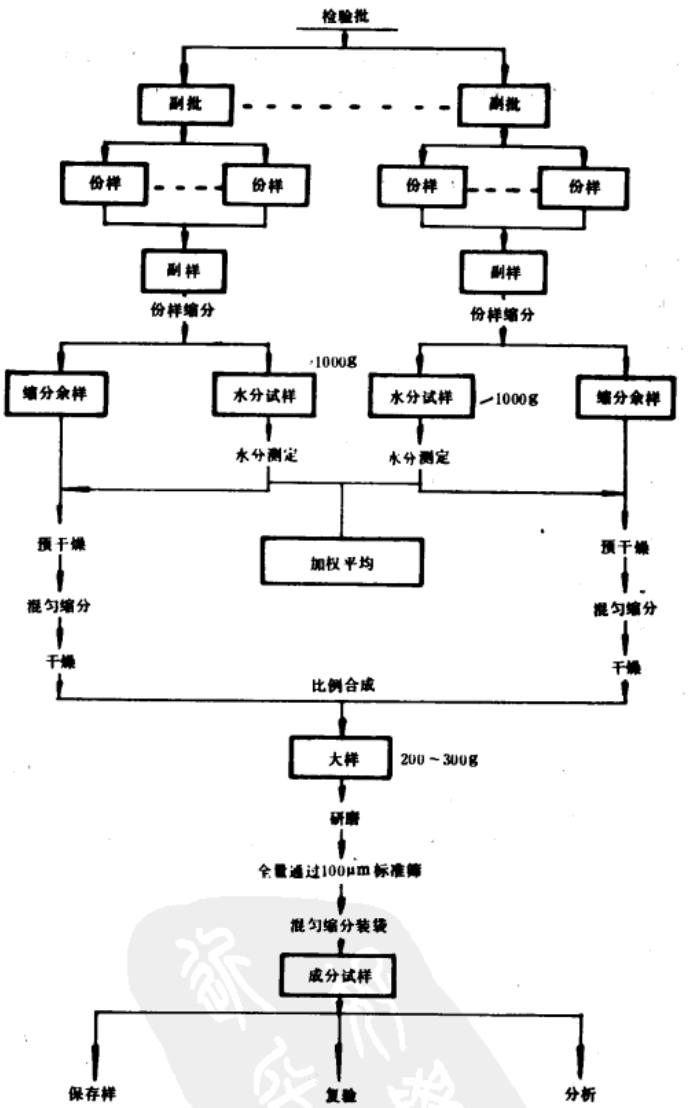


图 3 试样组合方式及制样流程图

5.3 份样数

5.3.1 不同检验批量所取最少份样数应不少于表 1 的规定。

5.3.2 当锌精矿的品质波动类型不明时，应按品质波动“大”的类型来选取份样数。但应尽早进行品质

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

波动试验以确定其类型。

5.4 份样量

5.4.1 用取样铲取样时，应按表 2 规定选取合适的取样铲，以确保份样量。

5.4.2 用取样钎取样时，份样量约为 300 g。

5.4.3 所取份样量应基本一致，其质量变异系数(C_V)不大于 20%。

5.5 取样方法

5.5.1 系统取样法

在一批精矿装卸、计量或传送的移动过程中，按一定的质量(或时间)间隔随机采取份样。取样间隔可根据表 1 规定的份样数和检验批量按公式(1)进行计算，如遇小数则取整数部分。

$$T \leqslant \frac{N_1}{n} \text{ 或 } T \leqslant \frac{60N_1}{G \cdot n} \quad \cdots\cdots(1)$$

式中：T——取样质量间隔，t；

N_1——检验批质量，t；

n——表1 规定的份样数；

G——每小时装卸量，t/h。

5.5.2 分层取样法

将正在装卸的精矿分成数层(不得少于三层)，在各层的新露面上均匀布点采取份样。每层应取最少份样数按公式(2)计算，如遇小数则进为整数。

$$n_i \geqslant n \frac{N_i}{N_1} \quad \cdots\cdots(2)$$

式中：n_i——每层应取的份样数；

n——表1 中规定的份样数；

N_i——每层的质量，t；

N_1——检验批质量，t。

5.5.3 货车取样法

当一批锌精矿用货车交货时，应在每辆货车上均匀布点，用取样钎从上垂直插入底部，旋转后采取有代表性的份样。避免从表层或某一局部采样。

如检验批由多辆货车交货时，每辆货车应取的最少份样数按公式(3)计算，如遇小数则进为整数。

$$n_2 \geqslant \frac{n}{M} \quad \cdots\cdots(3)$$

式中：n_2——每辆货车应取的最少份样数；

n——表1 中规定的最少份样数；

M——检验批的总车数。

注：当货车装载质量不同时，份样数的分配与装载质量成正比。

5.6 水分试样应在计量时采取，并置于干燥、洁净的密闭容器中，以防止水分发生变化。

6 制样

6.1 制样设备及工具

6.1.1 制样粉碎机。

6.1.2 恒温干燥箱。

6.1.3 份样铲，其规格尺寸见图 4 和表 3。

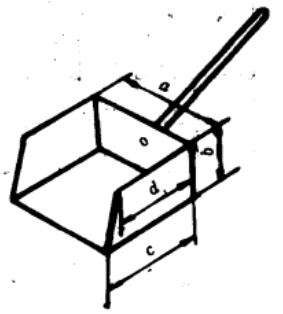


图 4　份样铲

表 3　份样铲规格及尺寸

编　号	份样铲尺寸,mm				料层厚度,mm	容量,mL
	a	*b*	*c*	*d*		
5.0D	50	30	50	40	20～30	约 70
2.8D	40	25	40	30	15～25	约 35
1.0D	30	20	30	25	10～20	约 16
0.25D	15	10	15	12	5～10	约 2

6.1.4　缩分板。

6.1.5　十字分样板。

6.1.6　标准筛。

6.1.7　毛刷、样刀。

6.1.8　盛样容器及干燥器。

6.2　制样要求

6.2.1　制样过程中,应防止试样的任何变化和污染。

6.2.2　制备水分试样时,应保证试样中的水分不发生任何变化。

6.2.3　当试样过湿发粘难于制备成分试样时,可在不高于 105℃的干燥箱中或空气中进行预干燥至制样不发生困难为止。

6.2.4　制样设备和工具必须保持清洁、干净,制样后,设备中不能残留试样。

6.2.5　试样应允许混匀,以减小缩分误差。

6.2.6　严格按照本标准的规定制样,并根据需要按 GB 14260 附录 B 进行精密度校核试验。

6.3　制样程序

6.3.1　一个检验批由多个副批组成时,所取份样的组合方式和制样程序如图 3 所示。

6.3.2　当一检验批精矿由单一副批组成时,其制样流程按图 3 副批以下的流程制样。

6.4　缩分方法

6.4.1　份样缩分法

将试样置于平整、洁净的缩分板上,平铺成厚度均匀的长方形平堆。将平堆划分成 20 个等份的网格(见图 5),根据平堆的厚度从表 3 中选择合适的份样铲和挡板,从每一网格的任意部位垂直插入,铲取等量的一铲集合为缩分试样。

注:如果缩分后的试样质量小于所需质量,应增加每铲的质量或网格数。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

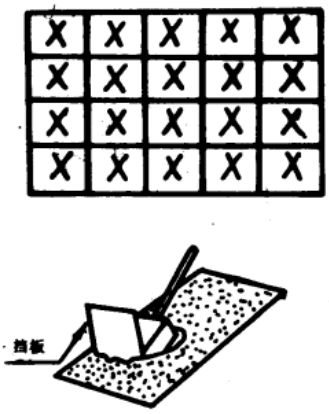


图 5 份样缩分法示意图

6.4.2 圆锥四分法

将试样置于平整、洁净的缩分板上，堆成圆锥形，然后转堆，每铲沿圆锥顶尖均匀散落，注意勿使圆锥中心错位。如此反复、至少转堆三次，待试样充分混匀后，将锥顶压平，用十字分样板自上而下将试样分成四等份，任取对角两部分、其余弃之，重复上述操作数次，缩分至所需用量。

6.5 试样容器和标签

成分试样混匀缩分后装入试样袋中；水分试样装入带密封盖的容器中，并附以标签注明：

a. 编号；

b. 精矿品名、产地；

c. 车号或船号；

d. 取样、制样人员；

e. 取样日期；

f. 分析项目。

7 水分测定

7.1 设备

7.1.1 天平，精度为 0.000 5 g。

7.1.2 恒温干燥箱。

7.1.3 搪瓷干燥盘，要求表面光洁、耐热、耐蚀。

7.2 测定要求

7.2.1 水分试样应是刚采取的份样经合并缩分后的全量。

7.2.2 水分试样量不少于 1 000 g。

7.3 测定步骤

将水分试样平铺于已知质量(m_1)的干燥盘内，使其厚度不超过 30 mm，立即称量(m_2)，放入 105±5℃的恒温干燥箱内。干燥一定时间后取出，趁热立即称量或在干燥器中冷却至室温后称量。重复上述操作步骤，直至最后两次称量之差不大于试样初始质量的 0.05%。记录最后一次质量(m_3)。热称量时，应用适当的隔热材料隔离称量盘，以免对天平产生影响。

7.4 计算

7.4.1 按公式(4)计算试样的水分含量。

$$W_t(\%) = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \times 100 \quad \cdots\cdots (4)$$

式中：m_1—干燥盘的质量，g；

m_2——干燥盘加湿样质量，g；

m_3——干燥盘加干样质量，g。

7.4.2 检验批的水分含量按公式(5)计算。

$$W(\%)=\frac{\sum_{i=1}^{K}m_i\cdot W_i}{\sum_{i=1}^{K}m_i}\times 100 \qquad \cdots\cdots(5)$$

式中：K——副样数；

W_i——第i个副样的水分含量，%；

m_i——第i个副批的质量，t。

注：以上计算数值修约到小数点后第二位。

附加说明：

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由葫芦岛锌厂负责起草。

本标准主要起草人陈志钧、赵鹏海、邢广和、孟庆芬。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

中华人民共和国国家标准

散装浮选铅精矿取样、制样方法

GB 14262—93

Methods for sampling and sample preparation of flotation lead concentrates in bulk

1 主题内容与适用范围

本标准规定了散装浮选铅精矿的取样、制样和测定水分的程序及方法。

本标准适用于散装浮选铅精矿的化学成分及水分测定用试样的采取、制备和水分测定。

2 引用标准

GB 14260 散装重有色金属浮选精矿取样、制样通则

3 术语定义

同 GB 14260 中的规定。

4 一般规定

4.1 本标准规定了不同检验批量的取样、制样及测定的总精密度(β_{SPM})和取样精密度(β_S)(见表 1)。

表 1 不同检验批铅精矿应取最少份样数及精密度

份样数 n / 品质波动类型 σ_w / 检验批量，t	小	中	大	取样精密度 β_S %	总精密度 β_{SPM} %
	$\sigma_w<1.0$	$1.0\leqslant\sigma_w<2.0$	$\sigma_w\geqslant2$		
≤60	6	16	22	1.26	1.30
>60～180	8	30	46	0.90	0.96
>180～300	16	40	80	0.70	0.71

4.2 本标准所列取样及缩分方法中的第一种方法视为无系统偏差方法。

4.3 本标准规定以铅的百分含量作为铅精矿的品质特性。

4.4 严格按本标准规定的方法进行取样和制样，并根据需要进行精密度校核试验。

4.5 如因条件限制，可酌情变更取样方法，但必须经校核试验确认其无系统误差，方可采用。

4.6 成分试样应妥善保管三个月(国际贸易保存六个月)，以备核查。

4.7 如果交货矿的品质极不均匀或混入外来夹杂物，由供需双方协商或不予取样。

4.8 取样、制样所用设备、工具和盛样容器必须保持清洁、干燥、耐用。盛样容器应有较好的密封性，以防试样变质。

4.9 评定品质波动试验方法、精密度校核试验方法及取样系统误差校核试验方法分别按 GB 14260 中附录 A、附录 B、附录 C 进行。

4.10 整个取样、制样过程中应遵守有关的安全操作规程。

国家技术监督局 1993-03-12 批准　　1993-12-01 实施

5 取样

5.1 取样工具

5.1.1 取样钎，其规格尺寸见图 1。

5.1.2 取样铲，其规格尺寸见图 2。

5.1.3 钢锹和铁锤。

5.1.4 带盖盛样桶或内衬塑料膜的盛样袋。

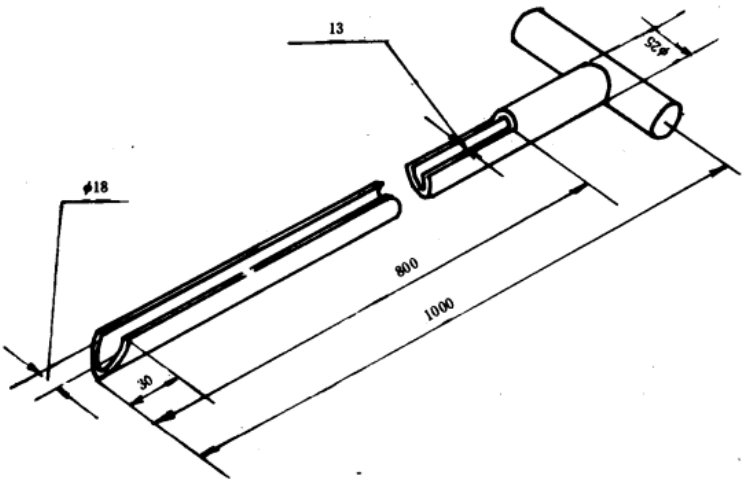


图 1 取样钎

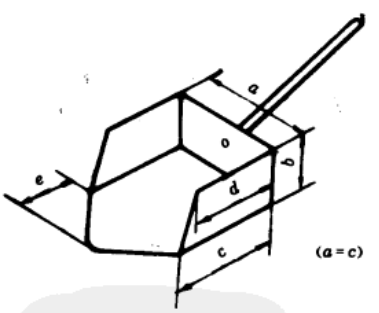


图 2 取样铲示意图

5.2 取样程序

5.2.1 验明检验批或副批的质量。

5.2.2 确定取样方法、工具及份样量。

5.2.3 根据检验批量的大小、品质波动类型及取样精密度要求，确定所需最少份样数。

5.2.4 确定份样组合方式，见图 4。

5.3 份样数

5.3.1 不同检验批所取最少份样数应不少于表 1 的规定。

5.3.2 当铅精矿的品质波动类型不明时，应按品质波动“大”的类型来选取份样数，但应尽早进行品质波动试验，以确定其类型。

5.4 份样量

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

5.4.1 用取样铲取样时，应按表2规定选用适合的份样铲。份样量约为400g。

表2 取样铲规格及尺寸

编号	取样铲尺寸，mm					容量，mL	适用范围
	a	*b*	*c*	*d*	*e*		
15	70	40	70	60	30	约180	松散矿
10	60	35	60	50	25	约120	粘结矿

5.4.2 用取样钎取样时，份样量约为400g。

5.4.3 所取份样的质量应基本一致，其质量变异系数(C_V)不大于20%。

5.5 取样方法

5.5.1 系统取样法

在一检验批散装铅精矿的装卸或计量的移动过程中，按一定的质量(或时间)间隔采取份样。取样间隔应按表1规定的份样数和检验批质量按式(1)计算。如遇小数则取整数部分。

$$T \leqslant \frac{N_1}{n} 或 T \leqslant \frac{60N_1}{G \cdot n} \quad \cdots\cdots (1)$$

式中：T——取样间隔，t；

N_1——检验批质量，t；

n——表1规定的份样数；

G——每小时装卸量，t/h。

取第一个份样时，可在第一个间隔内随机采取，但不可在第一间隔的起点取份样。以后按计算的间隔采取份样。按固定的间隔取完应取的份样数、若铅精矿的装卸尚在进行，仍应按规定的间隔继续取份样、直至整批铅精矿装卸完毕。

用抓斗、铲车及其他工具装卸时，应在装卸过程新露精矿面上采取份样；也可在抓斗、铲车中采取，取样点应均匀分布在整批精矿的各个部位。

5.5.2 分层取样法

将正在装卸的精矿分成数层(不得少于3层)，在各层的新露面上均匀布点采取份样。每层应取最少份样数按公式(2)计算，如遇小数则进为整数。

$$n_l \geqslant n \frac{N_l}{N_1} \quad \cdots\cdots (2)$$

式中：n_l——每层应取的份样数；

n——表1中规定的份样数；

N_l——每层的质量，t；

N_1——检验批质量，t。

5.5.3 货车取样法

当一批铅精矿用货车交货时，应在每辆货车上均匀布点，去表层(取样部位)20mm，用取样钎从上垂直插入底部，旋转后采取有代表性的份样。避免只从表层或某一局部采样。

如检验批由多辆货车交货时，每辆货车应取的最少份样数按公式(3)计算，如遇小数则进为整数。

$$n_2 \geqslant \frac{n}{M} \quad \cdots\cdots (3)$$

式中：n_2——每辆货车应取的最少份样数；

n——表1中规定的最少份样数；

M——检验批的总车数。

5.6 水分试样应在计量时采取，并置于干燥、洁净的密闭容器中，以防水分发生变化。

6 制样

6.1 制样设备及工具

6.1.1 制样研磨机。

6.1.2 恒温干燥箱。

6.1.3 份样铲，见图 3 及表 3。

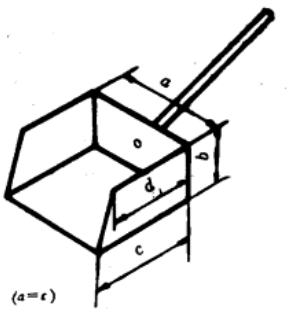


图 3 份样铲

表 3 份样铲规格及尺寸

编号	份样铲尺寸，mm				料层厚度，mm	容量，mL
	a	*b*	*c*	*d*		
5.0P	50	30	50	40	20～30	≈70
2.8P	40	25	40	30	15～25	≈35
1.0P	30	20	30	25	10～20	≈16
0.25P	15	10	15	12	5～10	≈2

6.1.4 磨矿板及磨矿锤。

6.1.5 不锈金属缩分板、十字分样板。

6.1.6 标准筛，筛孔为 0.1mm。

6.1.7 毛刷。

6.1.8 盛样容器及成分试样袋。

6.2 制样要求

6.2.1 在制样过程中，应防止试样的任何变化和污染。

6.2.2 制备水分试样时，应保证试样中的水分不发生任何变化。

6.2.3 当试样过湿发粘难于制备成分试样时，可在不高于 105℃的干燥箱中或空气中进行预干燥至制样不发生困难为止。

6.2.4 制样设备和工具必须保持清洁、干净，制样后设备中不能残留试样。

6.2.5 试样应充分混匀，以减小缩分误差。

6.2.6 严格按照本标准的规定制样，并根据需要按 GB 14260 附录 B 进行精密度校核试验。

6.3 制样程序

根据需要，参照图 4 程序，同时或单独制备水分和成分试样。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

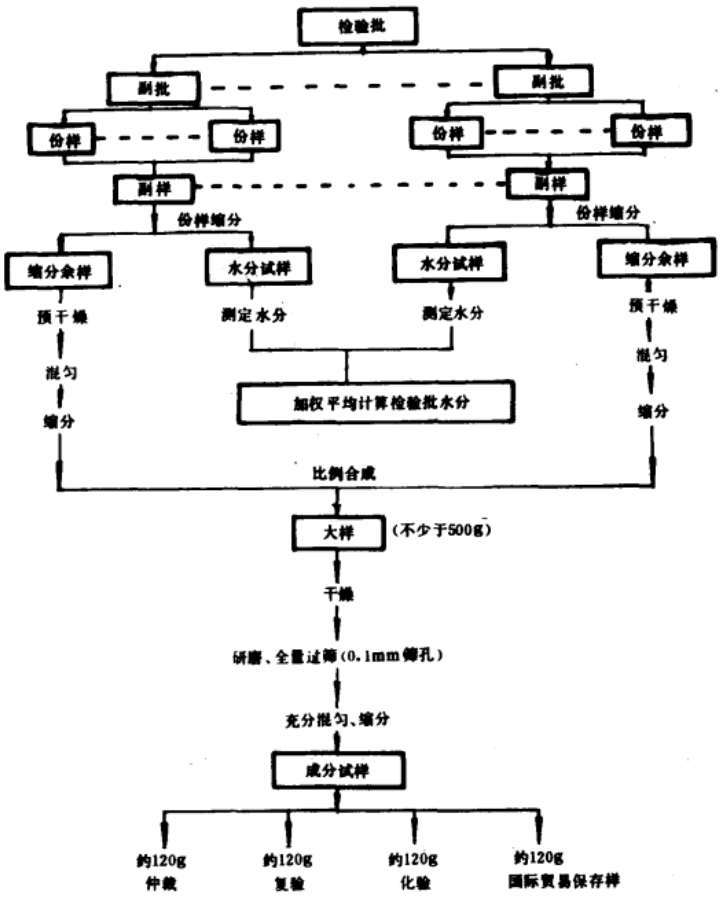


图 4　份样组合及制样程序图

6.4　缩分方法

6.4.1　份样缩分法

将样品置于平整、洁净的磨矿板上，平铺成厚度均匀的长方形平堆，将平堆划分成等分的网格。缩分大样不得少于 20 格，缩分副样不得少于 12 格，见图 5。根据平堆的厚度从表 3 中选择合适的份样铲和挡板，从每一网格的任意部位垂直插入，铲取等量的一铲集合为缩分试样。

注：如果缩分后的试样质量小于所需质量，应增加每铲的质量或网格数。

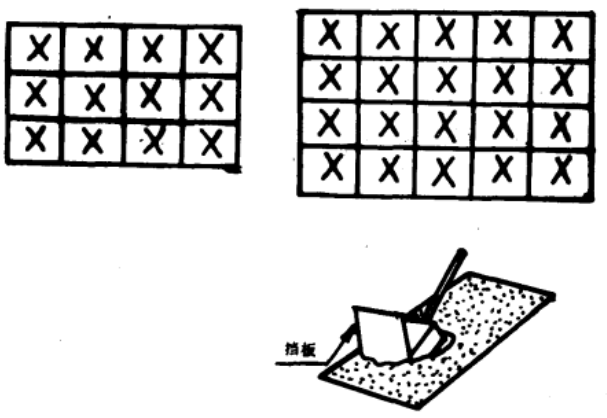


图 5

6.4.2 圆锥四分法

将试样置于平整、洁净的磨矿板上，堆成圆锥形，然后转堆。每铲沿圆锥顶尖均匀散落，注意勿使圆锥中心错位。如此反复，至少转堆三次，待试样充分混匀后，将锥顶压平，用十字分样板自上而下将试样分成四等份，任取对角两部分，其余弃之。重复上述操作数次，缩分至所需用量。

6.5 试样容器和标签

成分试样混匀缩分后装入试样袋中；水分试样装入带有密封盖的容器中，并附以标签注明：

a. 编号；

b. 精矿品名、产地；

c. 车号或船号；

d. 取样、制样人员；

e. 取样日期；

f. 分析项目。

7 水分测定

7.1 设备

7.1.1 天平，精度为 0.000 5g。

7.1.2 恒温干燥箱。

7.1.3 搪瓷干燥盘，要求表面光洁、耐热、耐蚀。

7.2 测定要求

7.2.1 水分试样量不少于 500g，或不少于 1 000g 两档。

7.2.2 测定硫化铅精矿水分时，应严格控制干燥温度，以防其氧化分解。

7.2.3 测定硫化铅精矿水分时，避免将试样置于空气中冷却后称量，以防吸湿。

7.3 测定步骤

将水分试样平铺于已知质量(m_1)的干燥盘内，使其厚度不超过 20mm，立即称量(m_2)，放入 105±5℃的恒温干燥箱内、干燥一定时间后，取出趁热立即称量或在干燥器中冷却至室温后称量。重复上述操作步骤，直至最后两次称量之差不大于试样初始质量的 0.05%。记录最后一次质量(m_3)。热称量时，应用适当的隔热材料隔离称量盘，以免对天平产生影响。

7.4 计算

7.4.1 按公式(4)计算试样的水分含量 W_i。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

$$W_i(\%)=\frac{m_2-m_3}{m_2-m_1}\times 100 \quad \cdots\cdots (4)$$

式中：m_1——干燥盘质量，g；

m_2——干燥盘加湿样质量，g；

m_3——干燥盘加干样质量，g。

7.4.2 检验批的水分含量按公式(5)计算。

$$W(\%)=\frac{\sum_{i=1}^{K} m_i W_i}{\sum_{i=1}^{K} m_i}\times 100 \quad \cdots\cdots (5)$$

式中：K——副样数；

W_i——第 i 个副样的水分含量，%；

m_i——第 i 个副批的质量，t。

注：以上计算数值修约到小数点后第二位。

附加说明：

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由株洲冶炼厂负责起草。

本标准主要起草人施惠婧、常光美、刘钟志、周桂荣。

中华人民共和国国家标准

散装浮选铜精矿取样、制样方法

GB 14263—93

Methods for sampling and sample preperation of flotation copper conentrates in bulk

1 主题内容与适用范围

本标准规定了散装浮选铜精矿的取样、制样和水分测定的程序及方法。

本标准适用于散装浮选铜精矿的化学成分及水分测定用试样的采取、制备和水分测定。

2 引用标准

GB 14260 散装重有色金属浮选精矿取样、制样通则。

3 术语定义

同 GB 14260 中的规定。

4 一般规定

4.1 本标准规定不同检验批量的取样、制样及测定的总精度(β_{spm})和取样精密度(β_s)如表 1。

表 1 不同检验批铜精矿应取最少份样数及精密度

品质波动类型 / 份样数 / 检验批量，t	小	中	大	取样精密度 β_s%	总精密度 β_{SPM}%
	$\sigma_w<0.5$	$0.5\leqslant\sigma_w<0.8$	$\sigma_w\geqslant0.8$		
$N\leqslant60$	10	12	20	±0.58	±0.60
$60<N\leqslant120$	15	20	30	±0.49	±0.52
$120<N\leqslant240$	20	30	40	±0.41	±0.44
$240<N\leqslant480$	30	60	80	±0.35	±0.38
$480<N\leqslant600$	40	80	100	±0.33	±0.37

注：如品质波动过大，达不到规定精密度时，可按公式 $n=\left(\frac{2\sigma_w}{\beta_s}\right)^2$ 计算份样数。

4.2 本标准所列取样及缩分方法中的第一种方法为无系统误差法。

4.3 本标准规定以铜的百分含量作为铜精矿的品质特性。

4.4 严格按本标准规定的方法进行取样和制样，并根据需要进行精密度校核试验。

4.5 如遇条件限制，可采用本标准以外的取样方法。但必须进行校核试验，确认其无系统误差，方可采用。

国家技术监督局 1993-03-12 批准　　1993-12-01 实施

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

4.6 成分试样应妥善保存三个月，以备核查。

4.7 取样、制样所用设备、工具和盛样容器必须保持清洁、干燥、耐用。盛样容器应有较好的密封性，以防试样变质。

4.8 评定品质波动试验方法、精密度校核试验方法及取样系统误差校核试验方法分别按 GB 14260 中附录 A、附录 B、附录 C 进行。

4.9 整个取样、制样过程应遵守有关的安全操作规程。

5 取样

5.1 取样工具

5.1.1 取样钎，其规格尺寸见图 1。

5.1.2 取样铲，其规格尺寸见图 2 及表 2。

5.1.3 钢锤。

5.1.4 钢锹。

5.1.5 带盖盛样桶或塑料盛样袋。

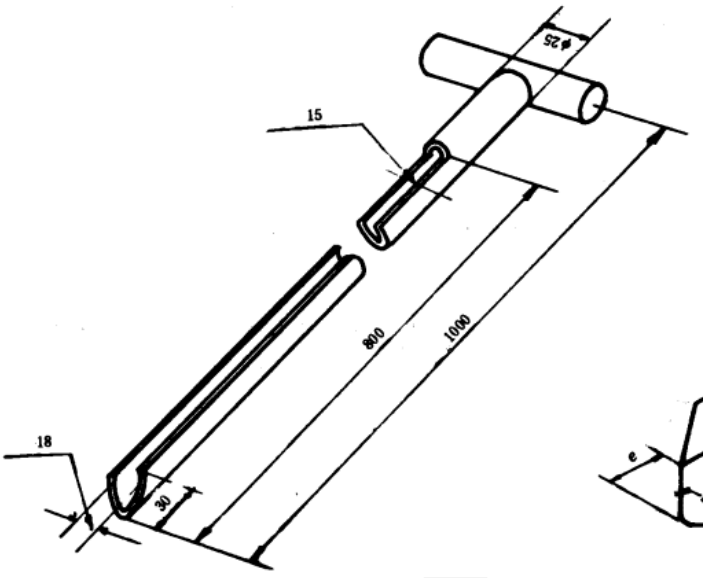


图 1 取样钎

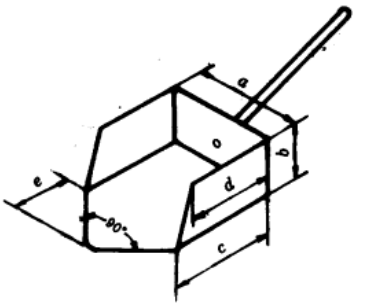


图 2 取样铲

表 2 取样铲规格

编号	取样铲尺寸，mm					容量，mL	取样量，g
	a	*b*	*c*	*d*	*e*		
20	80	45	80	70	35	～270	～700
15	70	40	70	60	30	～180	～450
10	60	35	60	50	25	～120	～300

5.2 取样程序

5.2.1 验明检验批或副批的质量。

5.2.2 确定取样方法、工具及份样量。

5.2.3 根据检验批量大小、品质波动类型及取样精密度的要求确定应取的最少份样数和取样间隔。

5.2.4 确定份样的组合方式，按需要组成大样或副样，见图3、图4。

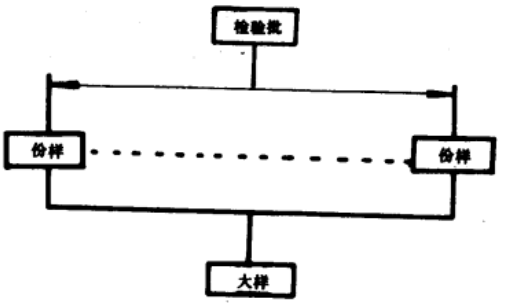


图3 由一个检验批的全部份样组成大样

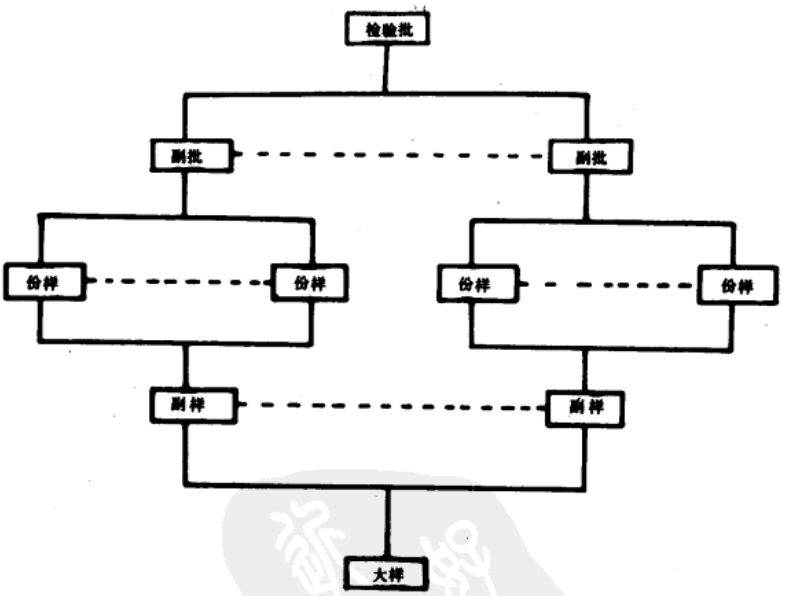


图4 由各个副批的全部份样组成副样，全部副样合并组成大样

注：图4中大样应按各副批的质量比合成。

5.3 份样数

不同检验批量应取最少份样数应不少于表1的规定。

5.3.1 当铜精矿的品质波动类型不明时，应按品质波动“大”的类型来选取份样数。但应尽早进行品质波动试验以确定其类型。

5.4 份样量

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

5.4.1 用取样铲取样，应根据所需用量，选用适当容量的取样铲。如遇结块，需砸碎后取样。20号铲份样量大致700g；15号铲份样量大致450g；10号铲份样量大致300g。

5.4.2 用取样钎取样时，份样量大致为400g。

5.4.3 所取份样量应基本一致，其质量变异系数不大于20%。

5.5 取样方法

5.5.1 系统取样法

在一批散装浮选铜精矿装卸等移动过程中，按一定质量(或时间)间隔采取份样。取样间隔可根据铜精矿检验批量和应取最少份样数按公式(1)计算，如遇小数则取整数部分。

$$T \leqslant \frac{N_1}{n} \text{或} T \leqslant \frac{60N_1}{G \cdot n} \quad \cdots\cdots (1)$$

式中：T——取样质量间隔，t；

N_1——检验批质量，t；

n——表1规定的份样数；

G——每小时装卸量，t/h。

取第一个份样时，可在第一间隔内随机采取，但不可在第一间隔的起点开始，以后按计算的间隔采取份样。取完规定的份样后，如装卸过程尚在进行，不得中断取样，必须继续采取份样，直至整批精矿移动完毕为止。

如在输送带上或落口处取样，需截取精矿流的全截面。如用抓斗等工具装卸，应在装卸或堆垛过程中新露精矿面上采取份样，也可在抓斗中采样。取样点应均匀分布在整批精矿的各个部位。

5.5.2 分层取样法

将正在装卸的精矿分成数层(至少三层)，在各层的新露面上均匀布点采取份样。每层应取最少份样数按公式(2)计算，如遇小数则进为整数。

$$n_l \geqslant n \frac{N_l}{N_1} \quad \cdots\cdots (2)$$

式中：n_l——每层应取的份样数；

n——表1中规定的份样数；

N_l——每层的质量，t；

N_1——检验批的质量，t；

5.5.3 货车取样法

当一批铜精矿用货车交货时，应在每辆货车上均匀布点，用取样钎从上垂直插入底部，旋转后采取有代表性的份样。避免只从表层或某一局部采样。

如检验批由多辆货车交货时，每辆货车应取的最少份样数按公式(3)计算，如遇小数则进为整数。

$$n_2 \geqslant \frac{n}{M} \quad \cdots\cdots (3)$$

式中：n_2——每辆货车应取的最少份样数；

n——表1中规定的最少份样数；

M——检验批的总车数。

注：货车装载质量不同时，份样数的分配与装载质量成正比。

5.6 水分试样应在计量时采取，并置于干燥、洁净密闭的容器中，以防止水分发生变化。

6 制样

6.1 制样设备及工具。

6.1.1 制样研磨机或制样粉碎机。

6.1.2 恒温干燥箱。

6.1.3 份样铲(见图 5 及表 3)。

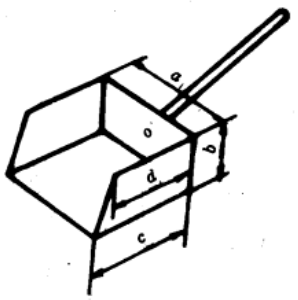


图 5 份样铲示意图

表 3 份样铲规格和尺寸

编号	份样铲尺寸,mm				料层厚度,mm	容量,mL
	a	*b*	*c*	*d*		
5.0P	50	30	50	40	20～30	约 70
2.8P	40	25	40	30	15～25	约 35
1.0P	30	20	30	25	10～20	约 16

6.1.4 磨矿板、磨矿锤及胶皮。

6.1.5 缩分板及十字分样板。

6.1.6 标准筛。

6.1.7 毛刷、样刀。

6.1.8 盛样容器及成分试样袋。

6.2 制样要求

6.2.1 在制样过程中,应防止试样的任何变化和污染。

6.2.2 制备水分试样时,应保证试样中的水分不发生任何变化。

6.2.3 当试样过湿发粘难于制备成分试样时,可在不高于 105℃的干燥箱中或空气中进行预干燥至制样不发生困难为止。

6.2.4 制样设备和工具必须保持清洁干净,制样后,设备中不能残留试样。

6.2.5 试样应充分混匀,以减少缩分误差。

6.2.6 严格按照本标准的规定制样,并根据需要按 GB 14260 附录 B 进行精密度校核试验。

6.2.7 对于易氧化的硫化铜精矿,研磨时应避免过热而引起成分的变化。

6.3 制样程序

6.3.1 选择每一阶段的缩分方法。但水分试样的制备应采用份样缩分法。

6.3.2 确定试样是兼用或重用。如果试样不易氧化,而烘干后的水分测定试样又具有充分的代表性,可重用于制备成分试样。

6.3.3 按图 6、图 7、图 8 中任一方式制样、当大样由全部份样组成时,按各图中副样流程制样。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

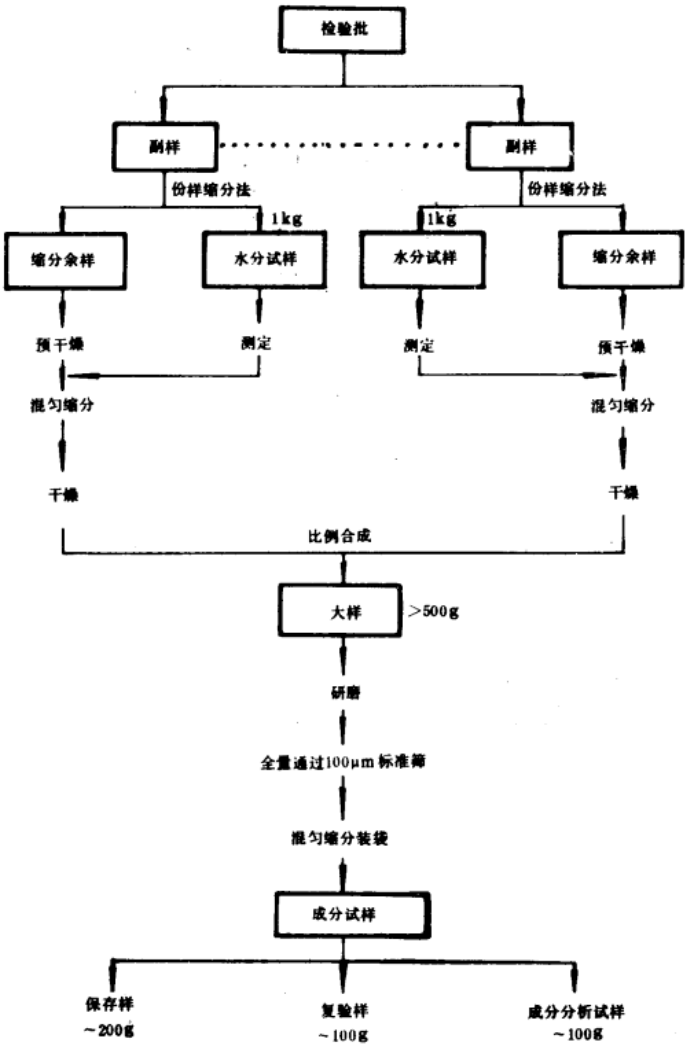


图 6 制样流程图示例

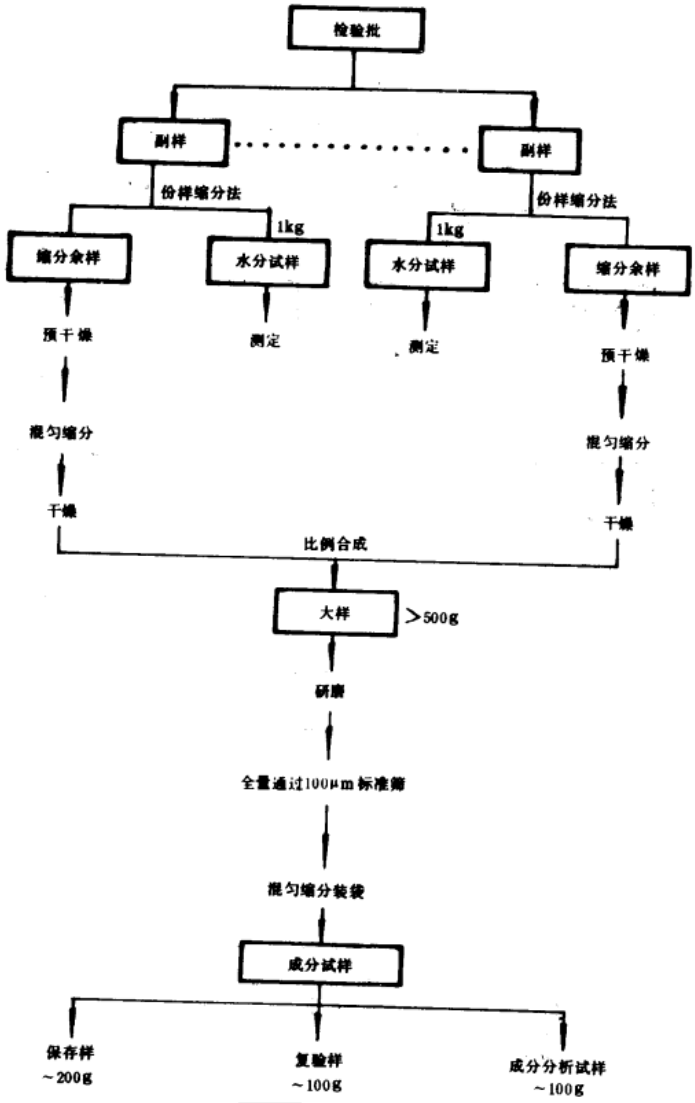

检验批
副样
副样
份样缩分法
份样缩分法
1kg
1kg
缩分余样
水分试样
水分试样
缩分余样
预干燥
测定
测定
预干燥
混匀缩分
混匀缩分
干燥
干燥
比例合成
大样
>500g
研磨
全量通过100μm标准筛
混匀缩分装袋
成分试样
保存样
~200g
复验样
~100g
成分分析试样
~100g

图 7　试样兼用示例

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

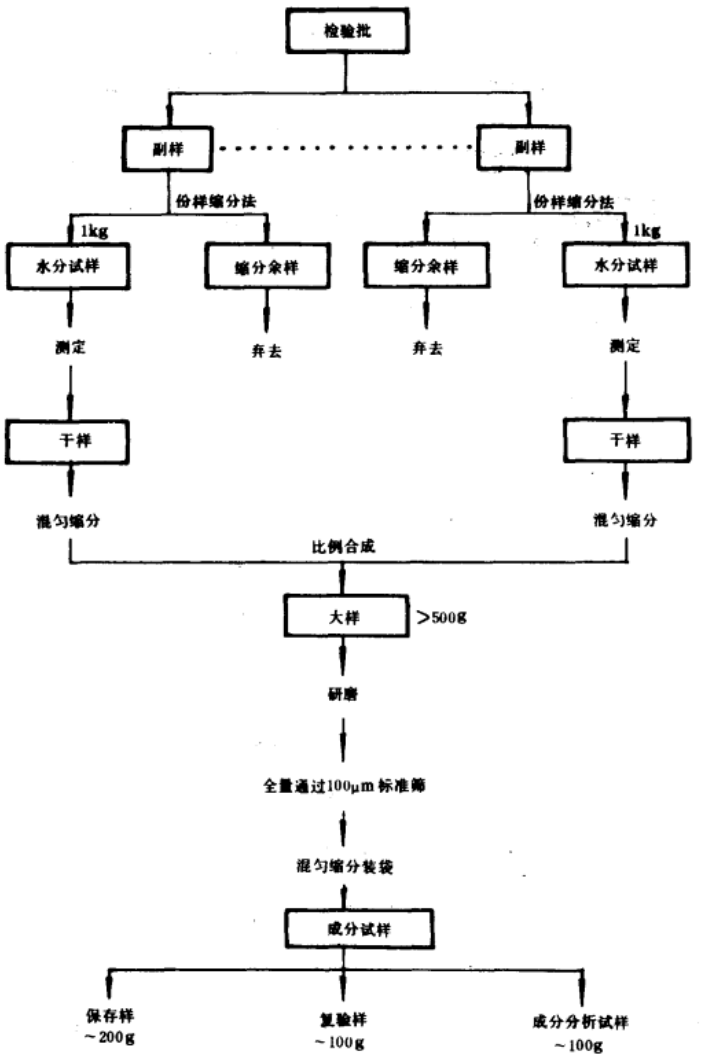


图 8　试样重用示例

6.4　缩分方法

6.4.1　份样缩分法

将试样置于平整、洁净、无锈的磨矿板或胶皮上，铺成厚度均匀的长方形平堆。将平堆划成等分的网格。缩分大样不得少于 20 格，缩分副样不得少于 12 格(见图 9)。根据平堆厚度从表 3 中选用合适的份样铲及挡板，从每一网格的任意部位垂直插入，铲取等量的一铲集合为缩分试样。

注：如果缩分后的试样质量小于所需用量，应增加每铲的质量或网格数。

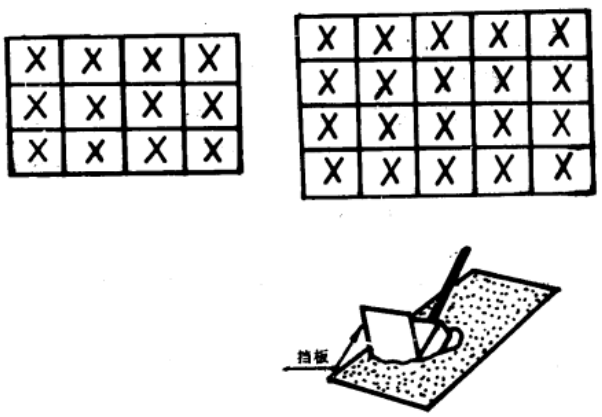


图 9

6.4.2 圆锥四分法

将试样置于洁净、平整、无锈的缩分板或胶皮上，堆成圆锥形，然后转堆。每铲沿圆锥顶均匀撒落，注意勿使圆锥中心错位。如此反复，至少转堆三次，待试样充分混匀后将锥顶压平，用十字分样板自上而下将试样分成四等分，任取对角两份，其余弃去。重复上述操作数次，缩分至所需用量。

6.5 试样容器和标签

成分试样混匀缩分后装入试样袋中；水分试样装入带密封盖的容器中，并附以标签注明：

a. 编号；

b. 精矿品名、产地；

c. 车号或船号；

d. 取样、制样人员；

e. 取样日期；

f. 分析项目。

7 水分测定

7.1 设备

7.1.1 天平，精度为 0.000 5g。

7.1.2 搪瓷或不锈钢干燥盘，要求表面光洁、耐热、耐蚀。

7.2 测定要求

7.2.1 水分试样量不少于 1 000g。

7.2.2 当用大样制备水分试样时，制备两个平行试样。

7.3 测定步骤

将水分试样平铺于已知质量(m_1)的干燥盘内，使其厚度不超过 30mm，立即称量(m_2)，放入 105±5℃的恒温干燥箱内。干燥一定时间后取出，趁热立即称量或在干燥箱中冷却至室温后称量。重复上述操作步骤，直至最后两次称量之差不大于试样初始质量的 0.05%。记录最后一次质量(m_3)。热称量时，应用适当的隔热材料隔离称量盘，以免对天平产生影响。

7.4 计算

7.4.1 按公式(4)计算试样的水分含量(W_i)。

$$W_i(\%)=\frac{m_2-m_3}{m_2-m_1}\times 100 \quad \cdots\cdots (4)$$

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

式中：m_1——干燥盘质量，g；

m_2——干燥盘加湿样质量，g；

m_3——干燥盘加干样质量，g。

7.4.2 当由大样制备水分试样测定水分时，检验批的水分含量 $\overline{W}$(%)按公式(5)计算。

$$\overline{W}(\%)=\frac{W_1+W_2}{2}\times 100 \quad \cdots\cdots (5)$$

式中：W_1、W_2——分别为两个试样的水分含量。

注：W_1、W_2 的允许差应不大于 0.2%。

7.4.3 当由多个副样制备水分试样测定水分时，检验批的水分含量按公式(6)计算。

$$W(\%)=\frac{\sum_{i=1}^{K} m_i \cdot W_i}{\sum_{i=1}^{K} m_i}\times 100 \quad \cdots\cdots (6)$$

式中：K——副批数

W_i——第 i 个副批的水分含量，%；

m_i——第 i 个副批的质量，t。

注：以上计算数值修约到小数点后第二位。

附加说明：

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由大冶有色金属公司负责起草。

本标准主要起草人张恒祥、向启发、刘健白、张静芝。

（五）大气和水

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

中华人民共和国国家标准

水质　采样方案设计技术规定

GB 12997—91

Water quality—Technical regulation on the design of sampling programmes

本标准是水质采样标准第一部分。

本标准等同采用 ISO 5667/1《水质——采样——第 1 部分：采样方案设计指导》。

1　主题内容与适用范围

本标准规定了水（包括底部沉积物和污泥）的质量控制、质量表征、污染物鉴别采样方案的原则。

第一篇　采样目标的确定

2　引言

本篇强调在进行水、底部沉积物和污泥采样方案设计时必须考虑的比较重要的因素。采样和检验的主要目的是测定其有关的物理、化学、生物和放射性参数。

在表征水体、底部沉积物和污泥的质量时，不可能检验其整体，必须采集样品，并且要采取一切措施，预防样品在采集和分析的间隔内发生变化。当采集含悬浮固体或者含难混溶的有机液体的多相样品时，还会遇到特殊的问题。

确定采样地点、采样时机、采样频率、采样持续时间、样品处理和分析的要求时主要取决于采样目标。所以在设计采样方案之前，要首先确定采样目标。在设计采样方案时还要对详尽程度、适宜的精密度、以及表达形式和提供结果的方式也要给予考虑，比如浓度或负荷、最大值和最小值、算术平均值、中位数等。此外，还要编制有意义参数的目录和确定相应的分析方法。它们将对采样和输送样品时的保护进行指导。在保证获得所需资料的前题下，要注重效率。

采样目标可区分为以下三种（详见第 14 章）：

a.　质量控制检测

需要进行短期过程的校正时由管理部门决定。

b.　质量特性检测

用于表明质量，多数情况作为研究项目的组成部分，以达到长期质量控制目的或指出发展趋势。

c.　污染源的鉴别

采样方案的目标可由质量特性检测变为质量控制检测，比如，当硝酸盐浓度接近限值时需要提高采样频率，这样就可由较长时期的质量表征变为短期的质量控制方案。

3　要求

要求可分为以下两类：

3.1　一般要求

在选定的测点（例如水体的表面或里层）确定特定参数的浓度水平的数量级（或负荷）或直观表达底

国家环境保护局 1991-01-25 批准　　1992-03-01 实施

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

部沉积物的特性。

3.2 特定要求

详细地确定整个或部分水体中所研究的物理或化学参数的浓度水平或者负荷分布及有意义的生物种类。通常把这些参数变化的研究与时间、流量、工厂工艺、气候条件因素等结合考虑。

还可以细分为以下更具体的采样情况：

a. 测定水对某种用途的使用性。如检验井水能否用作冷却、锅炉给水、工艺用水或者饮用水。

b. 研究排放污染物(包括偶然泄露)对所承受水体的影响。排放污染物除了增加污染负荷外，还导致其他反应，如化学沉淀或产生气体等。

c. 评价水、污水、工业废水处理厂的性能和管理。比如，评价进入废水处理厂负荷的波动和长期的变化；测定处理过程各阶段的处理效率，提供净化后水的质量数据，控制使用净水剂的浓度；控制那些可能损害企业构筑物或设备的物质等。

d. 研究河口淡水径流和海水对河口环境的影响，提供混合类型及因潮汐和淡水流动的变化引起咸淡分层情况的资料。

e. 测定工业生产过程中产品的损失。这些资料对评定全厂物料衡算、测量废水排放量都是需要的。

f. 测定锅炉水、蒸汽冷凝水和其他回水的质量。对这些水是否能用于预定目的可行性做出评价。

g. 调节工业冷却水系统的运行操作，使水得到最佳利用，与此同时，尽量减少锅垢，把腐蚀降低到最低限度。

h. 研究大气污染物对雨水质量的影响。它为研究空气质量提供有价值的资料。它还可以指出有些问题是否会发生。如暴露的电触点是否会出问题。

i. 评价地面物质输入对水质的影响。这些影响或来自天然的存在中的物质，或来自化肥、农药，或农业化学品的污染，或两者兼而有之。

j. 评价底部沉积物的积集和释放对水体中或底部沉积物中水生生物的影响。

k. 研究导流、河流调节，不同河流间河水的相互转移对天然水道的影响。比如，在河水调节期间各种不同质量水体的比例在不断发生变化，导致河水质量波动。

l. 评价水质在配水系统中发生的变化。引起这些变化的因素很多，比如：污染、从新水源引水、生物的生长、水垢的沉积或金属的溶解。

在某些情况下环境状况是相当稳定的。可从简单的采样方案中获得需要的数据，然而大多数监测点的质量特性在不断地发生变化。因此，要想得到理想的评价需要进行连续采样。虽然，连续采样不仅代价太高，而且在许多情况下也不现实。一些特殊情况的采样方案详见第4章。

4 与可变性有关的特殊考虑

4.1 当待测水质项目的浓度出现大幅度、急剧的变化时所要求的采样方案是复杂的。这些变化可由温度的极端变化、流态、污水厂运行状况所引起。除非有特殊需要，应避免在系统的边界或靠近边界部位采样。

4.2 评价一个大的集水面积是很复杂的，即使浓度变化缓慢，而且变化不大显著时，也是这样。

4.3 消除或减少由采样过程本身造成待测水质项目浓度的变化，要求在采样至分析期间把变化降低到最低限度。

4.4 如果待测水质项目在采样和检验期间稳定，能很好地反映整个周期内平均组成的最好指标。但是混合样对确定瞬时峰值的情况价值不大。

第二篇　采样点的选择

5　引言

本篇论述采样实践中所遇到的各种情况和它们对选择采样点所产生的影响，鉴于安全防护的重要性和普遍性，在各种情况下都要重视安全。本篇予以专门论述。

6　一般的安全预防措施

6.1　在水体和底部沉积物中进行采样时，会遇到各种危害人体安全和健康的情况。为了保护人体不受伤害，要采取措施避免吸入有毒气体，防止通过口腔和皮肤吸收有毒物质。

负责设计采样方案和负责实施采样操作的人员，必须考虑相应的安全要求。在采样过程中采样人员要了解应采取的必要的防护措施。

6.2　为了保证工作人员、仪器的安全，必须考虑气象条件。在大面积水体上采样时，要使用救生圈和救生绳。在冰层覆盖的水体采样之前，要仔细检查薄冰层的位置和范围。当采用水下整装呼吸装置或其他潜水器具时，则应经常检查和维护这些器具的可靠性。

6.3　采样船要坚固，在各种水域中采样时都要防止商船和捕捞船支靠近。例如：要正确使用信号旗，以表明正在进行的工作性质。

6.4　尽可能避免从不安全的河岸等危险地点采样，如果不能避免，要采取相应的安全措施，并注意不要单人行动。

6.5　要选择任何气候条件下都能方便地进行频繁采样的地点，在某些情况下必须考虑到可能的自然危害，如有毒的枝叶、兽类和爬行动物。

6.6　安装在河岸上的仪器和其他设备，为了防止洪水淹没或破坏行为，需要采取适当的防护措施。

6.7　为了防止一些偶然情况的出现，如：一些工业废水可能具有腐蚀性，或者含有有毒或易燃物质，污水中也可能含有危害的气体、微生物、病害或动物，如变形虫或蠕虫。在采样期间，必须采取一些特殊的防护措施。

6.8　当采样人员进入有毒气体环境中时，要使用气体防毒面具、呼吸、苏醒器具和其他安全设备。此外，在进入封闭空间之前，要测量氧气的浓度和可能存在的有毒蒸汽和毒气。

6.9　在采集蒸汽和热排放物时，需特别谨慎。应使用认可的技术。

6.10　处理放射性样品要特别小心，必须采用专门的技术。

6.11　在水中或者靠近水使用电动采样设备时有触电的危险。因此，在安排工业步骤、采样点的选定、设备的维护保养时，防止这种危险的发生。

7　采样的专门注意事项

7.1　采样方案的设计

根据不同的采样目的，采样网络可以是单点也可扩展到整个流域。一个干流网络应包括潮区界以内的各采样点，较大支流的汇入口和主要污水或者工业废水的排放口。

在设计高质量的采样网络时，通常要做好主要水文站的流量测量(见第四篇)。

7.2　采样点的定位

只有固定采样点位才能对不同时间所采集的样品进行对比。

大多数河流的采样点可参照河岸地貌特点标定。

确定非封闭海湾以及海岸边的采样点时寻找容易识别的固定目标作参照。在船上采样，使用仪器为采样点定位。可以使用地图或其他一些标准图表定位。

7.3　水流的特征

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

从充分混合的湍流中取样最为理想。只要有可能就要把层流诱发成湍流。但是诱发的湍流会引起某些检测项目浓度的变化，采集测定溶解气体，易挥发物质的样品时，不能把层流诱发成湍流。

7.4 水流的特征随时间变化

水流可从层流变成湍流，反之亦然。可能出现从本水系的其他部分流来的逆流水能给采样点带来污染。

7.5 流体的组分随时间变化

流体的组分是变化的，随时可能出现不连续的“团状”物，如可溶性污染物、固体物、挥发性物质，或者漂浮的油层膜。

7.6 从管道中采样

用适当大小的管子(如：抽取多相液体时，管的最小公称内径为 25 mm)从管道中抽取样品。液体在管中的线速度要大，足够保证液体呈湍流的特征，避免液体在管内水平方向流动。

7.7 液体的性质

液体可能具有腐蚀性和磨蚀性，因此要考虑使用耐腐蚀和耐磨材料。对于长期采样，可寻找一种容易替换，对样品无显著污染的配件，以代替昂贵的耐化学腐蚀的仪器设备。

7.8 采样系统内出现的温度变化

采样系统内长期或者短期内的温度变化可能引起样品性质的变化，这种变化可能影响到采样设备的使用。

7.9 测定悬浮固体物的采样

悬浮物可以分散在遍及液体深度的任一部位。如果可能，可借湍流条件使固-液混合均匀。从理论上讲，线速度应足以引起湍流。采样应该在等动力下进行。如果做不到，可在流体的整个断面上取一系列样品。应注意到，在采样期间，悬浮固体物的粒径分布在整个采样过程中可能发生变化。

7.10 测定挥发性物质的采样

采样泵的吸入高度要小，管网系统要严密。把最先抽出的样品放掉一部分，以保证所采集的样品具有代表性。

7.11 不同密度的混合水

在层流中，水因密度不同而产生分层，比如：在冷水层上面产生一个温水层，盐水上面有淡水层。

7.12 有害液体

必须注意有毒液体、有毒烟雾的出现，以及可能发生爆炸气体的积集。

7.13 气象环境的影响

有时气象环境的变化给水质带来明显的差异。要注意这些变化，并在整理检测结果时予以修正。

8 天然水的各种采样情况

8.1 降水

为化学分析而收集降水样品时，所选采样点应位于避免外界物质污染的地方。比如，应避开烟尘、化肥、农药等污染。采样仪器最好放在草坪上。

如果样品被冻或者含有雪或雹之类，最好用电加热器为采样漏斗加热保温。如果现场无法进行加热保温，则可将全套设备移到高于 0 ℃的低温环境解冻。

8.2 河口、沿海岸水体、海洋

8.2.1 范围和深度

要明确被测水面的边界范围和考虑与邻近水面的相互关系。选择采样点采样部位时应考虑到潮汐的流向以及风、海水密度、海底粗糙度、离海岸线的距离对潮汐流向的影响。要考虑航行对水体流向和水质产生的影响。此外，还要研究局部排放对采样所产生的影响。

8.2.2 船只的使用

在适宜的气候条件下，在整个检测期间，应保证采样船能到达所要求的采样位置。

8.2.3 冰覆盖层

在冻层下面和 4 ℃水体顶部形成 0～3 ℃的冷水层(约 5 mm)。由于温度梯度明显，生物群体也可能分层。

8.3 河流和溪流

8.3.1 混合

如果在采样点存在着明显的束流或者分层，为了确定束流或者分层的性质和范围，需要进行横向和纵向系列采样。

8.3.2 选点

要选择能提供有代表性样品的点。采样点应选在水质发生明显变化或者河流有重要用途的地点，例如，采样点设在汇流口、主要排放或吸水处。在溢流堰或只产生局部影响的小排出口通常不布点。

测点最好选在可得到流量数据的地点。水质监测设备可安装在河流水文站。

在汇合点从支流中采样时要特别小心，要避免混入来自主河道的水。当监测排出液对水体产生影响时，就要在排放点的上、下游同时采样。要认真研究排放水和承纳水的混合情况及混合对下游所带来的影响，在下游采样要延伸适当距离，以便评价排放对水体的影响。

8.3.3 潮汐河段

涨潮和落潮时采样点的布设不同。

8.4 运河

通常，对河流的研究大体上适用于运河，但要特别注意下述因素。

8.4.1 流量

水流的方向是可变的。流速可能发生明显的变化。流量的变化取决于航运的频繁情况(船闸起闭次数)和气象条件的变化等，前者的影响大于后者。

8.4.2 分层和束流

静止状态时，运河中的分层和束流比河流明显。而当船只驶过的短时间内，水质，特别是悬浮固体的浓度发生明显的变化。

8.5 水库和湖泊

除了入口外，还要在所有有用的泄水点和泄水深度采样。水体有热分层，其不同深度可能存在明显的质量差异。生态研究需要更详细的采样方案，而且还需要流量和气象资料。

8.6 地下水体

8.6.1 被抽出的地下水

尽管从个别采样点所采样品不能代表整个含水层的质量，但在评价水能否适用于某种用途时，样品只能来自个别采样点。

8.6.2 含水层水

为了评价蓄水层的水质采样时，只要有可能，要在采样前把取样井或钻孔中的存水抽出。井和钻孔中的水也会分层，为了评价分层情况需要采取附加样品，并要记下地下采样深度。

井和钻孔的套衬材料易腐蚀，采样之前要进行彻底抽吸，清除系统中积集的腐蚀产物。

在含水层的各个预定深度采集代表性样品时，对监测井的每一层深度或者那些分散井眼的每一层深度，应使用采样管采样。

8.7 河流、河口、海洋、湖泊和水库的底部沉积物

所制定的采样方案应考虑到沉积物组分纵、横方向的变化，必须取得有关底部沉积物的深度和不同深度上沉积物组成的数据。

采水样时的许多重要因素，如船只的使用，也适用于底部沉积物的采样。

底层通常是不均匀的。为了提供有代表性的评价参数，应保证采集足够数量的样品。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

8.8 饮水

8.8.1 供水

在供水中检测消毒剂的残余量时，采样点应选择在全部反应完成之后和消毒剂的残余量未发生任何损耗之前。比如，二氧化硫与过量的氯反应后监测余氯。

在供水中，为了常规生物检验需要采样，并遵从适当的预防措施。

通常，从与泵体连接的水龙头上采样。水龙头不应有附件，并能用火焰消毒。采样管的材质可根据试验要求进行选择。如：铜管因导致水中铜离子的增加因而降低了细菌计数。为了保证样品直接进入容器，容器应放在水龙头的下面对准龙头，但不能与之接触。

8.8.2 配水池

应在尽可能靠近配水池的水龙头下采样。许多配水池的进水和出水使用同一个管道。因此，只有当配水池管处于出水时才能采样。

8.8.3 配水系统

从自来水用户所使用的水龙头上采样是最好的办法。采样前应移去龙头上的防溅湿装置，采样时不能使用带有混合式的龙头。在干线和支线管道采样可利用消防栓和冲洗处。此外，为细菌学检验采集样品时要特别小心。

8.8.4 饮水处理过程中所产生的污泥

大多数饮水处理厂所生成的污泥为氢氧化铝或氢氧化铁，但也有一些处理厂产生石灰软化泥或者生物污泥。这些样品可在凝聚槽混凝沉淀池内的不同深度采取，也可在浓缩池内采取。因样品的特殊性在取出后几分钟内就会发生明显变化，因此采样后要尽量少搅动，尽快检验。

8.9 浴场

从天然浴场采样，按照水库和湖泊采样方法进行。使用循环水系统的游泳池，应该从进口、出口和水体中分别采样。

9 工业用水采样

9.1 上水

上水包括饮用水、河水、井水。由于水源不同，水质随时发生变化，但在给定的时间内，通常它们的组成是均质的。这些水通过一个普通的管道系统进入工厂，不存在特殊的采样情况。

当同时存在非饮用工业供水系统时，要用适当的标志加以区分，以避免搞错采样点。为了检查水是否可以饮用，要准备一些采样设备。

如果需要各水体混合物的质量数据，采样之前必须保证水体充分混合。

9.2 锅炉系统的水

9.2.1 处理厂的水

在处理厂的设计阶段，应仔细考虑采样点的方位、各处理阶段过滤池的进口和出口的采样设备。当存在悬浮固体时，取样之前应将采样管彻底清洗。

当测定水中溶解气体(如氧和二氧化碳)采样时，为了避免逸失必须使用特殊的采样技术。如果使用除气塔脱除二氧化碳，那么在随后的样品处理中就要避免二氧化碳的逸失或补充。采样管应完全浸没于水中，避免吸进气体。

9.2.2 锅炉给水和锅炉火

在蒸汽冷凝循环系统的许多采样点上采集的水样只含有痕量待测物质。因此，要特别小心，避免从采样到分析过程中样品受到污染。

通常的采样系统用不锈钢制成，采样系统要有完善的结构，能经受住所承受的运转压力。如果用长采样管采集高温高压锅炉给水，为了安全，最好在靠近采样点的地方冷却采样管中的样品。

当用物理和化学方法除气时，通常需设两个采样点，一个在加化学药品之前，检验物理方法除气效

率，在第二个点检验总的除气效率。

所设计的锅炉采样点要保证能采到锅炉水的代表性样品。对于某些分析，如痕量金属，它们可能部分或全部的以颗粒形式存在，在这种情况下应该使用等动力采样探头。

9.2.3 蒸汽冷凝水

在工业上控制蒸汽的质量非常重要。通常需要从蒸汽冷凝液的回路上，过热蒸汽或者加压湿蒸汽中采样。所使用的采样探头，附有不锈钢冷却器。要注意防止采样和分析期间样品受到污染。

9.2.4 冷却水

主要有三类冷却系统：

a. 敞开式蒸发冷却系统；

b. 直流式(单程式)冷却系统；

c. 闭路循环冷却系统。

在敞开式蒸发系统中，进水和循环水通常都要采样，通常在进水口设一个采样点就够了。但是就冷却系统本身而言，为了获得所需要的数据资料，则必须同时在几个点上采样。使用生物杀虫剂处理时，则直接在冷却塔的水池中采样。从理论上讲最好的采样系统是等动力系统。

直流式冷却系统的采样点设在进水口和出水口处，闭路系统的采样点设在低处。

10 工业废水

10.1 采样点

工业废水的采样必须考虑废水的性质和每个采样点所处的位置。

通常，用管道或者明沟把工业废水排放到远而偏僻、人们很难达到的地方。但在厂区内，排放点容易接近，有时必须采用专门采样工具通过很深的人孔采样。为了安全起见，最好把人孔设计成无需人进入的采样点。

从工厂排出的废水中可能含有生活污水，采样时应予以考虑所选采样点要避开这类污水。

如果废水被排放到氧化塘或贮水池，那么情况就类似于湖泊采样。

10.2 废水的性质

在一些工业废水中(个别工厂不经稀释就直接排放)某些组分的浓度很难确定，需要专门研究。例如，含石油或润滑油、高悬浮固体含量、强酸废水、易燃液体或气体的废水。

当各种不同行业的废水排入同一公共管道时，为了采到符合要求的样品，要进行充分的混合。

10.3 工业用水和废水处理的污泥

处理工业用水所产生的化学污泥的范围很广，有些污泥含有毒金属，或放射性物质。废水处理厂产生的生物污泥的采样详见(11.1.2)。采集这类样品时，要采取相应的安全措施。

11 污水和污水厂出水

进入污水厂的污水，处理过程各阶段的水以及处理后的出水都需要采样。

11.1 采样点的选择

11.1.1 液体

污水的组成随时间发生明显的变化，因此在一个过程的每个阶段选择采样点时，尤其是在原水中采样时需要特别认真。污水可能蓄存在横截面很大的涵洞中，其组成可随深度和沿涵洞直径发生很大变化。不同来源的污水可能混合不均，而且在低流速下污水中的悬浮物可能沉降。为了确认这些变化，在选择采样点之前要实施一个预采样方案，由预采样获得的资料来决定常规采样点的位置。在许多情况下在不同采样点需要采 2 个或 3 个常规样品，混合这些样品得到一个综合样。

当表面有漂浮物质时，如石油或者润滑油，不能按常规办法采样，而要从表层下面采样。

原污水常常需要过筛并将大的颗粒粉碎之后才能采样，以避免样品中出现大的颗粒。不过，在使用

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

自动采样器的地方，采样部位可选在预处理的上流断面，为防止堵塞自动采样器。在采样器的入口安装滤网和小破碎机。

在处理厂选择原污水的采样部位时，必须把工厂内部的回流液考虑在内。最好采集两个样品，一个样品包括所有液体，代表工厂的总负荷，另一个样品不包括回流液，用于衡量外源的负荷。如果实际上采集不到所述样品，可以用分别采样的办法计算出污水的组成。

11.1.2 污泥

需要在沉淀池、消化池、氧化塘或者干燥床采集污泥样品。

由于原污泥和消化污泥均匀性差及存在有大颗粒物，所以采样时相当困难。

用导管采样时，为了减少堵塞的可能性，采样管的内径不应小于 50 mm。取样时间间隔要短。当从池、氧化塘或者干燥床采样时，要从各种深度和位置采集大量样品。难于接近的采样点采用专门设备。

对于以上各种情况，适宜用统计学方法确定采样频率。

12 暴雨污水和地面径流

出现暴雨污水和地面径流排放时，接纳水道的流量很大，有效稀释相当大，暴雨污水的溢流可以控制。由于种种原因，地表径流可能被污染，甚至当水道内水流很大的情况下，溢流对水道内的水质也构成严重威胁。

由于暴雨污水和地面径流的排放具有间歇性质，在排放期内质量变化非常明显。因此给采样带来一些特殊的问题。由于对污水管道或者不渗水表面的冲刷，最初排放出来的污水水质是很坏的。在这种情况下，最好使用自动采样装置。自动采样装置有许多优点，它定时采样，按规定的流量起动，能够采到有代表性的样品。在许多情况下，希望按流量的比例采样。通常暴雨污水中的固体物未达到浸渍化和沉降，性质非常不均匀，给采集有代表性的样品带来困难，同时也增加了阻塞设备的可能性。在选择采样技术和采样设备时对这一点要认真考虑。

必须收集整个调查期间的有关降水量和必要的气温资料。

第三篇 采样频率和采样时间

13 引言

通常需要水质可能发生变化全过程的资料，为此要不时的采样，使所采样品足以反映水质及其变化，但也要考虑到代价要小。相反，按主观想象确定采样频率或者仅从分析和采样的工作量考虑，会导致盲目采样或过于频繁的采样。

14 采样方案的类型

采样方案有质量控制、质量表征和污染源鉴别三种类型，用于质量控制的检测可用于质量表征，反之亦然。

14.1 质量控制方案

质量控制通常就是对一个或几个规定范围的环境要素的浓度进行检查。检查结果决定是否要即时采取措施。所确定的采样频率要比连续测量之间出现的超过控制限的显著偏离允许几率要大。确定采样频率的两个基本因素是：

a. 在预期条件下，偏离的大小和持续的时间；

b. 在预期条件下，出现偏离的概率。

通常，对这些因素只能给出近似的定义，但是合理的估价将能获得一个工作值，用以推算采样频率。

14.2 质量表征方案

这些方案是针对评价一个和比较多的统计参数。这些参数表明在某一期间内的浓度及其变化。例

如：平均值或者中值表示结果的总趋势，标准偏差表示变率。这些结果可以做为调查研究的一部分或者表征那些不需要控制，仅有长期控制意义的水质项目。

14.3 污染源调查方案

编制这些方案是为了测定不知来源的污染排放物的特征。通常，是对本底或污染物性质的了解，是编制方案的基础。污染出现的周期与采样频率要一致。

污染源调查采样方案不同于质量控制、质量表征的采样方案，它的采样频率比污染物出现的频率要高的多。

15 统计研究

15.1 采样方案的确认

在任何采样方案中，只有在做好认真的准备工作之后，才能正确地确定采样时间和频率。为了提供统计技术需要的数据，在准备工作中要提高采样频率。如果水质容易发生变化，无论是随机的还是有规律的变化，所得到的值对于统计参数值，如平均值、标准偏差、最大值等仅为真实参数的估计值，两者之间有差异。在纯随机变化情况，估计值和真值的差值可用统计学算出。差值随样品个数的增加而降低。在采样频率确定后，数据要定期检查，以便根据需要进行改变。

在以下 15.2 至 15.5 各条中的论述是把一个统计方法应用于一个统计参数、平均值的例子，并假定正态分布是适用的。

15.2 置信区间

实际上，n 个结果的平均值的置信区间 L 限定了一个范围，位于这个范围的真实平均值可在给定的置信水平上。

15.3 置信水平

置信水平是在计算出来的置信区间 L 范围内，含有真实平均值的概率。由一个样品的 n 次结果计算出来的、浓度的均值为 $\bar{X}$ 的置信区间，意味着该区包含真实平均值 $\bar{X}$ 的机会是 100 次中有 95 次。在能有效采取大量系列样品情况下，该区包含 $\bar{X}$ 的频率接近 95%。

15.4 置信区间的测定和样本数

对随机取样，样本数为 n，真实平均值 $\bar{X}$ 和标准偏差的估计值分别是算术平均 $\bar{X}$ 和 S，可按式(1)计算：

$$S=\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n}(X_i-\bar{X})^2}{n-1}}$$

$$=\sqrt{\frac{1}{n-1}\left[\sum_{i=1}^{n}X_i^2-\frac{1}{n}\left(\sum_{i=1}^{n}X_i\right)^2\right]} \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中：X_i ——某一单值。

当 n 足够大时(见 15.1 条)，S 的 δ 的数值差很小，并且由样本数 n 计算得到的 $\bar{X}$ 的置信区间是 $\bar{X}\pm K/n$。其中 K 值由下表给出，K 值取决于所采纳的置信水平。

置信水平，%	99	98	95	90	80	68	50
K	2.58	2.33	1.96	1.64	1.28	1.00	0.67

在选定的置信水平，为给定的置信区间 L 测定均值 $\bar{X}$，需要样品的数量为$(2K\delta/L)^2$。只有当 δ 已知时，此式才能成立。尽管 S 基于相当大的样品数，对 K 值不会有什么差别，但又采用估计值 S 时，需要较

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

多的样品数。

15.5 水质的随机变化和系统变化

随机变化通常既有正态分布又有对数正态分布，而系统变化可能是趋向性变化，也可能是周期性变化或者两者变化的复合，在同一个水体中不同的环境要素的变化性质是不同的。

如果随机变化占优势，尽管采样次数对质控目标可能是重要的，但对于统计学通常是不重要的。如果出现周期性变化，无论对整个检测周期，还是对要测的最大或最小浓度值，采样次数都是重要的。在整个趋向期间，采样次数应以大致相同的间距分开。对于上述每种情况所需样品的数量主要从统计学上考虑。如果不存在系统变化，或者与随机波动比较时又很小，那么需要采集的样品数量要足够大，才能满足给定条件下环境要素均值的允许误差。

比如，如果应用正态分布，根据上述内容，在选定的置信水平下 n 个结果均值的置信区间由式(2)给出：

$$L = \frac{2K\delta}{\sqrt{n}} \qquad \cdots\cdots(2)$$

式中：δ ——频率分布的标准偏差。

如果要求的置信区间是均值的 10%，所要求的置信水平是 95%，均值的标准偏差是 20%，那么：

$$10 = \frac{2 \times 1.96 \times 20}{\sqrt{n}}$$

于是：$\sqrt{n} = 7.84$

因此：$n \approx 61$

这表明，如测定周期为 1 个月，每天采两个样品，如果周期为 1 年，每星期采 1～2 个样品。

16 异常的变化

在出现异常情况时，如制造厂的开工，河水的洪峰过程，或者各种藻类疯长时期，必须提高采样频率。在预测长期变化趋向时，只有增加采样频率时，才可运用这些采样结果。

17 采样的持续时间和混合样品

在一个周期内，如果仅仅平均质量有意义，只要待测项目是稳定的，那么延长样品的收集时间是有利的，并且采样周期最好与研究的周期相同。这个原则类似于制备混合样品的原则。这两种方法减少了分析工作量，但却损失了对质量变化的了解。

第四篇 水流的测量及其在水质方面的应用

18 引言

18.1 总则

对污水和废水处理的控制及其用数学模型管理天然水体提高了流量测量的重要性。如：不进行流量测量就不能评价污染负荷。本篇提出了在确定采样方案时，必须考虑的流量因素。然而，流量的测量通常不由水质检验专家进行，所以本篇不涉及测量的具体细节。

流量测量包括三个方面：

a. 流向；

b. 流速；

c. 流量。

18.2 流向

大多数内陆水系，水流是不稳的，但流向是明显的，航道和排泄渠道水流的流向是随时间而变化的。掌握含水层中地下水径流的流向，对于评价含水层被污染的程度以及选择采样的位置都是很重要的。

在废水处理过程中，处理池中水流动的模式影响到池中物质的混合和悬浮物质的沉降，要考虑到水流模式以确保所采集的样品具有代表性。

在河口和沿海水体中，经常需要测量水流方向并把它看作采样方案的主要部分。水流的方向和速度受潮流的影响，非常易变。而潮流又受到气象条件及其他因素的影响。

18.3 流速

流速是很重要的，可用以：

a. 计算流量；

b. 计算平均速度和迁移时间。就水质而言，迁移时间是指某一水团通过一定距离所需要的时间；

c. 评价湍流影响及由流速导致的水体混合。

18.4 流量

流量指单位时间内流过某一点的流体的体积。有关流量的平均值和极限值的资料对废水、污水和水处理工厂的设计、运转以及为保护天然水系制定合理的质量极限是不可缺少的。

19 水质控制中流量测量的必要性

19.1 处理厂的负荷

评价工厂的处理负荷需要流量数据。流量数据可以在进入污水工程系统的排放点以及在污水厂内部测量得到。如果污水的数量或质量随时间变化，那么要确切估量工厂负荷，需要对排放量进行连续流量记录。至于混合样品，根据采样时间记录到的流量将样品按比例混合制成。公共下水道中废水的收费与排放污染物的质量和数量成比例。

19.2 稀释效应

要控制向公共污水管道排放有毒有害的物质，以免工作人员和污水管线及工艺过程受到危害，与此同时要充分利用提供的稀释条件。

在考虑排放对天然水道和水质限值可能产生的影响时，必须计算稀释能力。在上述情况下，以及当系统中的其他污水所产生的稀释很小时，有关排放的数据非常有价值。

19.3 污染物通量的计算

通量的计算广泛地应用于确定允许排放量和评价河流宽窄对水质的影响。通量的计算是模拟整个河流和河口地区质量的基础。计算的依据是具有代表性的排放资料或者平均流量排放资料，而动态模拟技术需要连续流量数据的流量频率的测算。

19.4 污染物质的迁移和转化的速度

如果污染物的排放浓度随时间而变化，那么只有了解污染物从排放点迁移的速度才能正确估计污染物的扩散和降解情况。因此，在确定一河流或河口地区的采样方案时，要力图在沿河道流动的同一水体中采样。当污染物偶然泄漏进入水体时，了解污染物到达下游所需的时间对估价污染影响是极其重要的。

19.5 与流量相关的待测物

发现某些水质待测物的浓度，如暂时硬度和氯化物，在某些情况下，通常在一定限度范围内与流速有关。如果掌握了流速和浓度的相关性，仅仅测量流速就能评价水中待测物。但要经常核查这种相关性是否发生变化。

19.6 地下水

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

在评价地下水源受污染的情况和转化的程度时，要求掌握地下水流动的方向和速度的有关资料。在评价地下污染时可以利用这些资料，从而避免了昂贵的地下水采样。

20 水流测量方法

20.1 测量可以是间断式的，如在河口用浮筒测量在河流中使用直读式流量计；或者采用连续式的，如大多数排放流量计。

20.2 测流向和流速可以使用：

a. 浮标；

b. 浮筒和其他漂移物；

c. 化学示踪剂(包括染料)；

d. 微生物示踪剂；

e. 放射性示踪剂。

20.3 流速的测量还可采用：

a. 直读式和自动记录式流量计；

b. 流速仪；

c. 超声波技术；

d. 电磁技术；

e. 气动技术。

20.4 测定流量时可采用：

20.4.1 流速的测量可按 20.2 条或 20.3 条所述，在一已知横截面积的明渠中进行。

20.4.2 直接机械方式。例如采用翻斗或标准水表。

20.4.3 在水流中的某一构筑物上，进行水位的测量，如在水道堰上测定水位。采用的方法有：

a. 用规准尺进行目测；

b. 利用浮标、电阻变化、压力差、照相或声变方法进行自动测定。

20.4.4 下列方法适用封闭管道测量：

a. 通过文氏管颈部产生压力差；

b. 通过孔板产生压力差；

c. 扬水率乘以扬水时间；

d. 电磁、超声波及其他技术。

20.4.5 稀释测量。用于天然水系流量的现场测量。

附加说明：

本标准由国家环保局标准处提出。

本标准由中国环境监测总站负责起草。

本标准委托中国环境监测总站解释。

起草人刘振庄。

中华人民共和国国家标准

水质　采样技术指导

GB 12998—91

Water quality—Guidance on sampling techniques

本标准是水质采样标准的第二部分。

本标准参照采用国际标准 ISO 5667-2：1982《水质——采样——第 2 部分：采样技术指导》。

1　主题内容与适用范围

本标准是采样技术的基本原则指导，不包括详细的采样步骤。

本标准适用于开阔河流、封闭管道、开阔水体、底部沉积物及地下水采样。

本标准是为质量保证控制、水质特征分析、底部沉积物及污泥在内的采样技术指导，是为水污染鉴别得到可靠的数据而设计的。

2　水样类型

2.1　概述

为了说明水质，要在规定的时间、地点或特定的时间间隔内测定水的一些参数。如无机物、溶解的矿物质或化学药品、溶解气体、溶解有机物、悬浮物以及底部沉积物的浓度。

某些参数，例如溶解气体的浓度，应尽可能在现场测定以便取得准确的结果。

由于化学和生物样品的采集、处理步骤和设备均不相同，样品应分别采集。

采样技术要随具体情况而定，分类在第 3 章中叙述。

2.2　瞬间水样

从水体中不连续地随机（就时间和地点而言）采集的样品称之瞬间水样。

瞬间水样无论是在水面、规定深度或底层，通常均可手工采集，也可以用自动化方法采集。

在一般情况下，所采集样品只代表采样当时和采样点的水质，而自动采样是相当于在预定选择时间或流量间隔为基础的一系列这种瞬间样品。

下列情况适于瞬间采样：

a.　流量不固定、所测参数不恒定时（如采用混合样，会因个别样品之间的相互反应而掩盖了它们之间的差别）；

b.　不连续流动的水流，如分批排放的水；

c.　水或废水特性相对稳定时；

d.　需要考察可能存在的污染物，或要确定污染物出现的时间；

e.　需要污染物最高值、最低值或变化的数据时；

f.　需要根据较短一段时间内的数据确定水质的变化规律时；

g.　需要测定参数的空间变化时，例如某一参数在水流或开阔水域的不同断面和（或）深度的变化情况；

h.　在制定较大范围的采样方案前；

i.　测定某些参数，例如溶解气体、余氯、可溶性硫化物、微生物、油脂、有机物和 pH 时。

国家环境保护局 1991-01-25 批准　　1992-03-01 实施

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

2.3 在固定时间间隔下采集周期样品(取决于时间)

通过定时装置在规定的时间间隔下自动开始和停止采集样品。通常在固定的期间内抽取样品,将一定体积的样品注入各容器中。

手工采集样品时,按上述要求采集周期样品。

2.4 在固定排放量间隔下采集周期样品(取决于体积)

当水质参数发生变化时,采样方式不受排放流速的影响,此种样品归于流量比例样品。例如,液体流量的单位体积(例如:10 000L),所取样品量是固定的,与时间无关。

2.5 在固定流速下采集连续样品(取决于时间或时间平均值)

在固定流速下采集的连续样品,可测得采样期间存在的全部组分,但不能提供采样期间各参数浓度的变化。

2.6 在可变流速下采集的连续样品(取决于流量或与流量成比例)

采集流量比例样品代表水的整体质量。即便流量和组分都在变化,而流量比例样品同样可以揭示利用瞬间样品所观察不到的这些变化。因此,对于流速和待测污染物浓度都有明显变化的流动水,采集流量比例样品是一种精确的采样方法。

2.7 混合水样

在同一采样点上以流量、时间、体积或是以流量为基础,按照已知比例(间歇的或连续的)混合在一起的样品,此样品称之混合水样。

混合水样可自动或手工采集。

混合水样是混合几个单独样品,可减少分析样品,节约时间,降低消耗。

混合样品提供组分的平均值,因此在样品混合之前,应验证这些样品参数的数据,以确保混合后样品数据的准确性。样品在混合其中待测成分或性质发生明显变化时,则不能采用混合水样,要采取单样储存方式。

下列情况适于混合水样:

a. 需测定平均浓度时;

b. 计算单位时间的质量负荷;

c. 为估价特殊的、变化的或不规则的排放和生产运转的影响。

2.8 综合水样

为了某种目的,把从不同采样点同时采得的瞬间水样混合为一个样品(时间应尽可能接近,以便得到所需要的数据),这种混合样品称作综合水样。

下列情况适于综合水样:

a. 为了评价出平均组分或总的负荷,如一条江河或河川上,水的成分沿着江河的宽度和深度而变化时,采用能代表整个横断面上各点和它们的相对流量成比例的混合样品;

b. 几条废水渠道分别进入综合处理厂时。

因为几股废水相互反应,可能对可处理性及其成分产生明显的作用。对其相互作用的数学预测可能不正确或不可能时,综合水样能提供更加有用的资料。

天然和人工湖泊或江河常显示出空间分布的变化,在多数情况下,总值或平均值的变化都不特别明显,而局部的变化显得更为重要。在这种情况下检验单样比检验综合水样更为有效。

3 采样类型

3.1 开阔河流的采样

监测开阔河流水质采样时,应包括下列几个基本点:

a. 用水地点的采样;

b. 污水流入河流后,应在充分混合的地点以及流入前的地点采样;

c. 支流合流后，对充分混合的地点及混合前的主流与支流地点的采样；

d. 主流分流后地点的采样；

e. 根据其他需要设定的采样地点。

各采样点原则上规定横过河流不同地点的不同深度采集定点样品。

采样时，一般选择采样前连续晴天，水质较稳定的日子(特殊需要除外)。

采样时间是在考虑人们的活动、工厂企业的工作时间及污染物质流到的时间的基础上确定的。另外，在潮汐区，应考虑潮的情况，确定把水质最坏的时刻包括在采样时间内。

3.2 封闭管道的采样

在封闭管道中采样，也会遇到与开阔河流采样中所出现的类似问题。采样器探头或采样管应妥善地放在进水的下游，采样管不能靠近管壁。湍流部位，例如在“T”形管、弯头、阀门的后部，可充分混合，一般作为最佳采样点，但是对于等动力采样(即等速采样)除外。

3.3 开阔水体的采样

开阔水体，由于地点不同和温度的分层现象可引起水质很大的差异。

在调查水质状况时，应考虑到成层期与循环期的水质明显不同。了解循环期水质，可采集表层水样；了解成层期水质，应按深度分层采样。

在调查水域污染状况时，需进行综合分析判断，抓住基本点(如废水流入前、流入后充分混合的地点，用水地点，流出地点等有些可参照开阔河流的采样情况，但不能等同而论)，以取得代表性水样。

采样时，一般选择采样前连续晴天，水质稳定的日子(特殊需要除外)。

3.4 底部沉积物采样

沉积物可用抓斗、采泥器或钻探装置采集。

典型的沉积过程一般会出现分层或者组分的很大差别。此外，河床高低不平以及河流的局部运动都会引起各沉积层厚度的很大变化。

采泥地点除在主要污染源附近、河口部位外，应选择由于地形及潮汐原因造成堆积以及底泥恶化的地点。另外也可选择在沉积层较薄的地点。

在底泥堆积分布状况未知的情况下，采泥地点要均衡地设置。在河口部分，由于沉积物堆积分布容易变化，必须适当增设采样点。采泥方法，原则在同一地方稍微变更位置进行采集。

混合样品可由采泥器或者抓斗采集。需要了解分层作用时，可采用钻探装置。

在采集沉积物时，不管是岩芯还是规定深度沉积物的代表性混合样品，必须知道样品的性质，以便正确地解释这些分析或检验。此外，如对底部沉积物的变化程度及其性质难予预测或根本不可能知道时，应适当增设采样点。

采集单独样品，不仅能得到沉积物变化情况，还可以绘制组分分布图，因此，单独样品比混合样品的数据更有用。

第5章提供的样品容器也适用于沉积物样品的存放，一般均使用广口容器。由于这种样品含有大量的水分，因此要特别注意容器的密封。

3.5 地下水的采样

地下水可分为上层滞水、潜水和承压水。

上层滞水的水质与地表水的水质基本相同。

潜水含水层通过包气带直接与大气圈、水圈相通，因此其具有季节性变化的特点。

承压水地质条件不同于潜水。其受水文、气象因素直接影响小，含水层的厚度不受季节变化的支配，水质不易受人为活动污染。采集样品时，一般应考虑的一些因素：

a. 地下水流动缓慢，水质参数的变化率小；

b. 地表以下温度变化小，因而当样品取出地表时，其温度发生显著的变化，这种变化能改变化学反应速度，倒转土壤中阴阳离子的交换方向，改变微生物生长速度；

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

c. 由于吸收二氧化碳和随着碱性的变化，导致 pH 值改变，某些化合物也会发生氧化作用；

d. 某些溶解于水的气体如硫化氢，当将样品取出地表时，极易挥发；

e. 有机样品可能会受到某些因素的影响，如采样器材料的吸收、污染和挥发性物质的逸失；

f. 土壤和地下水可能受到严重的污染，以至影响到采样工作人员的健康和安全。

从一个监测井采得的水样只能代表一个含水层的水平向或垂直向的局部情况，而不能像对地表水那样可以在水系的任何一点采样。因为那样做很困难，又要耗费大量资金。

如果采样目的只是为了确定某特定水源中有没有污染物，那么只需从自来水管中采集水样。当采样的目的是要确定某种有机污染物或一些污染物的水平及垂直分布，并做出相应的评价，那么需要组织相当的人力物力进行研究。

对于区域性的或大面积的监测，可利用已有的井、泉或者就是河流的支流，但是，它们要符合监测要求，如果时间很紧迫，则只有选择有代表性的一些采样点。但是，如果污染源很小，如填埋废渣、咸水湖，或者是污染物浓度很低，比如含有机物，那就极有必要设立专门的监测井。这些增设的井的数目和位置取决于监测的目的，含水层的特点，以及污染物在含水层内的迁移情况。

如果潜在的污染源在地下水位以上，则需要在包气带采样，以得到对地下水威胁的真实情况。除了氯化物、硝酸盐和硫酸盐，大多数污染物都能吸附在包气带的物质上，并在适当的条件下迁移。因此很有可能采集到已存在污染源很多年的地下水样，而且观察不到新的污染，这就会给人以安全的错觉，而实际上污染物正一直以极慢的速度通过包气带向地下水迁移。另外还应了解水文方面的地质数据和地质状况及地下水的本底情况。

另外采集水样还应考虑到：靠近井壁的水的组成几乎不能代表该采样区的全部地下水水质，因为靠近井的地方可能有钻井污染，以及某些重要的环境条件，如氧化还原电位，在近井处与地下水承载物质的周围有很大的不同。所以，采样前需抽取适量水。

3.6 降水的采样

准确地采集降水样品是十分困难的，在降水前，必须盖好采样器，只在降水真实出现之后才打开。每次降水取全过程水样（降水开始到结束）。采集样品时，应避开污染源，四周应无遮挡雨、雪的高大树木或建筑物以便取得准确的结果。

4 采样设备

4.1 供测定物理或化学性质的采样设备

4.1.1 瞬间非自动采样设备

4.1.1.1 概述

瞬间样品一般采集表层样品时，用吊桶或广口瓶沉入水中，待注满水后，再提出水面。

对于分层水选定深度的定点采样建议按 4.1.1.3 条中叙述的方法。如果只需要了解水体其一垂直断面的平均水质，可按 4.1.1.2 条中叙述的综合深度法采样。

4.1.1.2 综合深度采样设备

综合深度法采样需要一套用以夹住瓶子并使之沉入水中的机械装置。配有重物的采样瓶以均匀的速度沉入水中，同时通过注入孔使整个垂直断面的各层水样进入采样瓶。

为了在所有深度均能采得等分的水样，采样瓶沉降或提升的速度应随深度的不同作出相应的变化，或者采样瓶具备可调节的注孔，用以保持在水压变化的情况下，注水流量恒定。

无上述采样设备时，可采用排空式采样器，分别采集每层深度的样品，然后混合。

排空式采样器是一种手动、简便易行的采样器。此采样器是两端开口，侧面带刻度、温度计的玻璃或塑料的圆筒式，下侧端接有一胶管，底部加重物的一种装置。顶端与底端各有同向向上开启的两个半圆盖子，当采样器沉入水中时，两端各自的两个半圆盖子随之向上开启，水不停留在采样器中，到达预定深度上提，两端半圆盖子随之盖住，即取到所需深度的样品。（上述排空式采样器只是其中一种，其他只要

能达到同等效果的采样器，均可使用。）

4.1.1.3 选定深度定点采样设备

将配有重物的采样瓶口塞住，沉入水中，当采样瓶沉到选定深度时，打开瓶塞，瓶内充满水样后又塞上。对于特殊要求的样品（例如溶解氧）此法不适用。

对于特殊要求的样品，可采用颠倒式采水器，排空式采水器等。

采集分层水的样品，也可采用 4.1.1.2 条中所述排空式采水器，取得垂直断面的样品。

4.1.1.4 采集沉积物的抓斗式采泥器

用自身重量或杠杆作用设计的深入泥层的抓斗式采泥器，其设计的特点不一，包括弹簧制动、重力或齿板锁合方法，这些要随深入泥层的状况而不同，以及随所取样品的规模和面积而异。因此，所取样品的性质受下列因素的影响：

a. 贯穿泥层的深度；

b. 齿板锁合的角度；

c. 锁合效率（避免物体障碍的能力）；

d. 引起扰动和造成样品的流失或者在泥水界面上洗掉样品组分或生物体；

e. 在急流中样品的稳定性。

在选定采泥器时，对生境、水流情况、采样面积以及可使用的船只设备均应考虑。

4.1.1.5 抓斗式挖斗

抓斗式挖斗与地面挖斗设备很相似。它们是通过一个吊杆操作将其沉降到选定的采样点上，采集较大量的混合样品，所采集到的样品比使用采泥器更能准确地代表所选定的采样地点的情况。

4.1.1.6 岩芯采样器

岩芯采样器可采集沉积物垂直剖面样品。采集到的岩芯样品不具有机械强度，从采样器上取下样品时应小心保持泥样纵向的完整性，以便得到各层样品。

4.1.2 自动采样设备

4.1.2.1 非比例自动采样器

a. 非比例等时不连续自动采样器

按设定采样时间间隔与储样顺序，自动将定量的水样从指定采样点分别采集到采样器的各储样容器中。

b. 非比例等时连续自动采样器

按设定采样时间间隔与储样顺序，自动将定量的水样从指定采样点分别连续采集到采样器的各储样容器中。

c. 非比例连续自动采样器

自动将定量的水样从指定采样点连续采集到采样器的储样容器中。

d. 非比例等时混合自动采样器

按设定采样时间间隔，自动将定量的水样从指定采样点采集到采样器的混合储样容器中。

e. 非比例等时顺序混合自动采样器

按设定采样时间间隔与储样顺序，并按设定的样品个数，自动将定量的水样从指定采样点分别采集到采样器的各混合储样容器中。

此种采样器应具有在单个储样容器中收集 2～10 次混合样的功能。

4.1.2.2 比例自动采样器

a. 比例等时混合自动采样器

按设定采样时间间隔，自动将污水流量成比例的定量水样从指定采样点采集到采样器中的混合样品容器中。

b. 比例不等时混合自动采样器

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

每排放一设定体积污水，自动将定量水样从指定采样点采集到采样器中的混合样品容器中。

c. 比例等时连续自动采样器

按设定采样时间间隔，与污水排放流量成一定比例，连续将水样从指定采样点分别采集到采样器中的各储样容器中。

d. 比例等时不连续自动采样器

按设定采样时间间隔与储样顺序，自动将与污水流量成比例的定量水样从指定采样点分别采集到采样器中的各储样容器中。

e. 比例等时顺序混合自动采样器

按设定采样时间间隔与储样顺序，并按设定的样品个数，自动将与污水流量成比例的定量水样从指定采样点分别采集到采样器中的各混合样品容器中。

4.2 采集生物特性样品的设备

4.2.1 概述

有些生物测定如同理化分析的采样情况一样，可在现场完成。但是绝大多数样品须送回实验室检验。一些采样设备可以人工进行(通过潜水员)或自动化的遥测观察，以及采集某些生物种类或生物群体。

本节中叙述的采样范围主要涉及常规使用的简单设备。

采集生物样品的容器，最理想的是广口瓶。广口瓶的瓶口直径最好是接近广口瓶体直径，瓶的材质为塑料或玻璃的。

4.2.2 浮游生物

4.2.2.1 浮游植物

采样技术和设备类似于检测水中化学品采集的瞬间和定点样品中叙述的那些内容。在大多数湖泊调查中，使用容积为 1～3L 的瓶子或塑料桶，用 4.1.1.3 条中的采样装置采集。定量检测浮游植物，不宜使用网具采集。

4.2.2.2 浮游动物

采集浮游动物需要大量样品(多达 10L)。采集浮游动物样品时，使用缆绳操纵水样(见 4.1.1.3)外，还可以用计量浮游生物的尼龙网，所使用网格的规格取决于检验的浮游动物种类。

4.2.3 底栖生物

4.2.3.1 水生附着生物

对于定量地采集水生附着生物，用标准显微镜载玻片(直径为 25mm×75mm)最适宜。为适宜两种不同的水栖处境，载玻片要求两种形式的底座支架。

在小而浅的河流中，或者湖泊沿岸地区，水质比较清澈，载玻片装在架子上或安置在固定于底部的柜架上。在大的河流或湖泊中部水质比较混浊，载玻片可固定在聚丙烯塑料制成的柜架上，该架子的上端处连接聚苯乙烯泡沫块，使其能漂浮于水中。

载玻片在水中暴露一定的时间。(视水质情况自定时间，一般在水中暴露二周左右。)

注：载玻片在水中暴露的时间不是固定的，应视附着情况而定。如水质比较混浊，暴露时间相同，附着的生物过多，影响镜检。

4.2.3.2 大型水生植物

对于定性采样，采样设备根据具体情况，随水的深度而变，在浅水中，可用园林耙具，对较深的水，可使用采泥器，目前在潜水探查中已开始使用配套的水下呼吸器(简称 SCUBA)。

定量采样，除确定采样地区已定，或大型水生植物已测定过，或者在其他方面已评价过，可采用类似上述的技术。

4.2.3.3 大型无脊椎动物

当前使用的采样设备，还不能提供所有生境类型的定量数据。通常局限于某一指定的水域内采样。

在某些情况下，要求化验人员主要依靠定性采样，分析这些样品需要大量的重复样品和时间。

在进行底栖生物的对照调查中，必须认真地记录不同采样点之间自然生境差别的影响。然而，由于采样技术和适用的设备都很不相同，因此对调查的生境类型相对地不做限制。使用何种形式采样器取决于很多参数——水的深度、流量、底质的理化性质等等。

采集大型无脊椎动物使用的设备为：

a. 抓斗和采泥器；

b. 手柄网；

c. 圆筒和箱式采样器；

d. 钻探设备(供沉积物采样)；

e. 气动抽水器；

f. 人工基质；

g. 径流网(drift nets)。

4.2.4 鱼

捕集鱼类采用活动的或不活动的两种方法。活动的采样方法包括使用拉网、拖网、电子捕鱼法、化学药品以及鱼钩和钩绳。不活动的采样方法包括陷捕法(如刺网、细网)和诱捕法(如拦网、陷井网等)。鱼类的迁移性和鱼类的“迅速补充”(即鱼群的高速增长)使用的采样设备对鱼类的定性和定量检验产生了一定局限性。

4.3 采集微生物的设备

灭菌玻璃瓶或塑料瓶适用采集大多数样品。在湖泊、水库的水面以下较深的地点采样时，可使用深水采样装置(4.1.1.3 条中)。

所有使用的仪器包括泵及其配套设备，必须完全不受污染，并且设备本身也不可引入新的微生物。采样设备与容器不能用水样冲洗。

4.4 采集放射性特性样品的设备

对采集水和废水化学组分的采样技术和设备一般适用于放射性测定。

一般物理、化学分析用的硬质玻璃和聚乙烯塑料瓶适用于放射性核素分析。但要针对检验核素存在的形态选取合适的取样容器(例如测量总 α、总 β 放射性可用聚乙烯瓶，测定氚，只能使用玻璃容器)。取样之前，应将样品瓶洗净凉干。

采集水样时，则尽量防止放射性核素吸附在容器表面而损失(例如用待测核素的稳定同位素浸泡一天以上)。

5 样品容器和辅助设备

下列提供的资料有助于一般采样过程中采样容器的选择。

5.1 材料

为评价水质，需对水中化学组分(待测物)进行分析，其浓度范围从痕量以下、微量至大量。另外，组分之间的相互作用、光分解等，应缩短存放时间及对光、热暴露的限制等。还应考虑生物活性。最常遇到的是清洗容器不当，及容器自身材料对样品的污染和容器壁上的吸附作用。

在选择采集和存放样品的容器时，还包括一些其他因素，比如对温度急剧变化、抗破裂性、密封性能、重复打开的情形、体积、形状、质量供应状况、价格、清洗和重复使用的可行性等。

大多数含无机物的样品，多采用由聚乙烯、氟塑料和碳酸脂制成的容器。常用的高密度聚乙烯，适合于水中二氧化硅钠、总碱度、氯化物、比电导率、pH 和硬度的分析。对光敏物质可使用棕色玻璃瓶。不锈钢可用于高温或高压的样品，或用于微量有机物的样品。

一般玻璃瓶用于有机物和生物品种。塑料容器适用于放射性核素和含属于玻璃主要成分的元素水样。采样设备经常用氯丁橡胶垫圈和油质润滑的阀门，这些材料均不适合于采集有机物和微生物样品。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

因此，除了上述要求的物理特性外，选择采集和存放样品的容器，尤其是分析微量组分，应该遵循下述准则：

a. 制造容器的材料应对水样的污染降至最小，例如玻璃（尤其是软玻璃）溶出无机组分和从塑料及合成橡胶溶出有机化合物及金属（增塑的乙烯瓶盖衬垫、氯丁橡胶盖）；

b. 清洗和处理容器壁的性能，以便减少微量组分，例如重金属或放射性核素对容器表面的污染；

c. 制造容器的材料在化学和生物方面具有惰性，使样品组分与容器之间的反应减到最低程度；

d. 因待测物吸附在样品容器上也会引起误差。尤其是测痕量金属，其他待测物（如洗涤剂、农药、磷酸盐）也可引起误差。

5.2 自动采样线及储样容器

采样线，指以自动采样方式从采样点将样品抽吸到储样容器所经过的管线。样品在采样线内停留的时间，应视样品在容器内存放的时间。其采样线的材质及储样容器的材料可按5.1条材料所述准则进行选择。

5.3 样品容器的种类

5.3.1 概述

测定天然水的理化参数，使用聚乙烯和硼硅玻璃进行常规采样。此外，最好使用化学惰性材料，对于常规使用太昂贵。常用的有多种类型的细口、广口和带有螺旋帽的瓶子，也可配软木塞（外裹化学惰性金属箔片）、胶塞（对有机物和微生物的研究不理想）和磨口玻璃塞（碱性溶液易粘住塞子）。这些瓶子易于得到，价廉。如果样品装在箱子中送往实验室分析，则箱盖必须设计成可以防止瓶塞松动，防止样品溢漏或污染。

5.3.2 特殊样品的容器

除了上面提到需要考虑的事项外，一些光敏物质，包括藻类，为防止光的照射，多采用不透明材料或有色玻璃容器，而且在整个存放期间，它们应放置在避光的地方。在采集和分析的样品中含溶解的气体，通过曝气会改变样品的组分。细口生化需氧量（BOD）瓶有椎形磨口玻璃塞，能使空气的吸收减小到最低程度。在运送过程中要求特别的密封措施。

5.3.3 微量有机污染物样品容器

一般情况下，使用的样品瓶为玻璃瓶。所有塑料容器干扰高灵敏度的分析，对这类分析应采用玻璃或聚四氟乙烯瓶。

5.3.4 检验微生物样品的容器

用于微生物样品容器的基本要求是能够经受高温灭菌。如果是冷冻灭菌，瓶子和衬垫的材料也应该符合本准则。在灭菌和样品存放期间，该材料不应该产生和释放出抑制微生物生存能力或促进繁殖的化学品。样品在运回实验室到打开前，应保持密封，并包装好，以防污染。

5.4 样品的运送

空样品容器运送到采样地点，装好样品后运回实验室分析，都要非常小心。包装箱可用多种材料——譬如泡沫塑料、波纹纸板等，以使运送过程中样品的损耗减少到最低限度。包装箱的盖子，一般都衬有隔离材料，用以对瓶塞施加轻微的压力。气温较高时，防止生物样品发生变化，应对样品冷藏防腐或用冰块保存。

5.5 质量控制

为防止样品被污染，每个实验室之间应该像一般质量保证计划那样，实施一种行之有效的容器质量控制程序。随机选择清洗干净的瓶子，注入高纯水进行分析，以保证样品瓶不残留杂质。至于采样和存放程序中的质量保证也应该同采样后加入同分析样品相同试剂的步骤进行分析。

6 标志和记录

6.1 概述

样品注入样品瓶后，按照国家标准《水质采样　样品的保存和管理技术规定》中规定执行。

现场记录在水质调查方案中非常有用，但是它们很容易被误放或丢失，绝对不要依赖它们来代替详细的资料。而详细资料应从采样点直到结束分析制表的过程中伴随着样品。

所需要的最低限度的资料取决于数据的最终用途。

6.2　地面水

至少应该提供下列资料：

a. 测定项目；
b. 水体名称；
c. 地点的位置；
d. 采样点；
e. 采样方法；
f. 水位或水流量；
g. 气象条件；
h. 气温、水温；
i. 预处理的方法；
j. 样品的表观（悬浮物质、沉降物质、颜色等）；
k. 有无臭气；
l. 采样年、月、日，采样时间；
m. 采样人姓名。

6.3　地下水

至少应提供下列资料：

a. 测定项目；
b. 地点位置；
c. 采样深度；
d. 井的直径；
e. 预处理方法；
f. 采样方法；
g. 含水层的结构；
h. 水位；
i. 水源的产水量；
j. 水的主要用途；
k. 气象条件；
l. 采样时的外观；
m. 水温；
n. 采样年、月、日，采样时间；
o. 采样人姓名。

6.4　补充资料

是否保存或加入稳定剂应加以记录。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

附 录 A
自动采样设备的所需性能
（参考件）

下列各项作为设计、选择自动采样设备或采样部件的指导。使用者在制定一种特定的采样技术要求时，应着重考虑那些性能。

A1 严格的结构和最少数目的功能组件（特别是电子部分）。

A2 暴露或浸入水中零件应降到最小的数目。

A3 抗腐蚀性。

A4 在设计中相对地简单，而且易于维护和操作。

A5 自动采样供应线上的容器的清洗是否能达到要求（指容器材料）。容器在自动采样供应线上的接受能力。

A6 被固体物堵塞的可能性。

A7 输出体积的准确性。

A8 与手动取得的样品相比，分析数据可提供良好的相关性。

A9 样品容器易于拆卸，清洗和重新装配。

A10 携带式采样器，应全部封闭的、轻量的、易于获得的和能抵抗恶劣的气候，而且能够在广范围环境条件下操作。

A11 能够进行流量比例样品或时间混合样品的采样。

A12 可以调节吸入液体的流速，需要时，还应防止物相分离。

A13 吸入管的最小内径应为 12mm，并装有流线型过滤网，可防止堵塞和固体物蓄积。

A14 分配重复的等分试样到各瓶子中的能力。

A15 对于现场采样——交流、直流电源运转的性能，直流功率要能维持 120h 的运转，以便提供 1h 的样品量。如要求具有防爆性，必须使用气动送样和控制元件。

A16 对于温度和时间敏感的样品，提供在环境气温高达 40℃的情况下，可使样品在 24h 期间保持在 4～6℃存放的条件。

A17 当分别采集样品时，间歇样品的最小体积为 0.5L。

附加说明：

本标准由国家环境保护局标准处提出。

本标准由中国环境监测总站负责起草。

本标准委托中国环境监测总站负责解释。

本标准主要起草人何金娣。

中华人民共和国国家标准

水质采样　样品的保存和管理技术规定

GB 12999—91

Water quality sampling—Technical regulation of the preservation and handling of samples

本标准是水质采样标准第三部分。

本标准参照采用 ISO 5667-3：1985《水质——采样——样品保存和管理技术指导》。

1　主题内容与适用范围

本标准适用于天然水、生活污水及工业废水等，当所采集的水样（瞬时样或混合样）不能立即在现场分析，必须送往实验室测试时，本标准所提供的样品保存技术与管理程序是适用的。

2　样品保存

各种水质的水样，从采集到分析这段时间里，由于物理的、化学的、生物的作用会发生不同程度的变化，这些变化使得进行分析时的样品已不再是采样时的样品，为了使这种变化降低到最小的程度，必须在采样时对样品加以保护。

2.1　水样变化的原因

2.1.1　生物作用：细菌、藻类及其他生物体的新陈代谢会消耗水样中的某些组分，产生一些新的组分，改变一些组分的性质，生物作用会对样品中待测的一些项目如溶解氧、二氧化碳、含氮化合物、磷及硅等的含量及浓度产生影响。

2.1.2　化学作用：水样各组分间可能发生化学反应，从而改变了某些组分的含量与性质。例如溶解氧或空气中的氧能使二价铁、硫化物等氧化；聚合物可能解聚；单体化合物也有可能聚合。

2.1.3　物理作用：光照、温度、静置或振动，敞露或密封等保存条件及容器材质都会影响水样的性质。如温度升高或强振动会使得一些物质如氧、氰化物及汞等挥发；长期静置会使 $Al(OH)_3$，$CaCO_3$ 及 $Mg_3(PO_4)_2$ 等沉淀。某些容器的内壁能不可逆地吸附或吸收一些有机物或金属化合物等。

水样在贮存期内发生变化的程度主要取决于水的类型及水样的化学性质和生物学性质。也取决于保存条件、容器材质、运输及气候变化等因素。

必须强调的是这些变化往往是非常快。常在很短的时间里样品就明显地发生了变化，因此必须在一切情况下采取必要的保护措施，并尽快地进行分析。

保护措施在降低变化的程度或减缓变化的速度方面是有作用的，但到目前为止所有的保护措施还不能完全抑制这些变化，而且对于不同类型的水，产生的保护效果也不同，饮用水很易贮存，因其对生物或化学的作用很不敏感，一般的保护措施对地面水和地下水可有效的贮存，但对废水就不同了。采自不同地点或废水性质不同其保存的效果也就不同，如采自城市污水和污水处理厂的水其保存效果不同，采自生化处理厂的废水及未经处理的污水其保存效果也不同。

由于样品中成分性质不同，有的分析项目要求单独取样，有的分析项目要求在现场分析，有些项目的样品能保存较长时间。

由于采样地点和样品成分的不同，迄今为止还没有找到适用于一切场合和情况的绝对准则。

国家环境保护局 1991-01-25 批准　　1992-03-01 实施

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

在各种情况下，存储方法应与使用的分析技术相匹配，本标准规定了最通用的适用技术。

2.2 盛装水样容器的选择及清洗

盛装水样容器材质的选择及清洗是样品保存的首要问题。

2.2.1 对容器的要求

选择容器的材质必须注意以下几点：

2.2.1.1 容器不能引起新的沾污。一般的玻璃在贮存水样时可溶出钠、钙、镁、硅、硼等元素，在测定这些项目时应避免使用玻璃容器，以防止新的污染。

2.2.1.2 容器器壁不应吸收或吸附某些待测组分。一般的玻璃容器吸附金属，聚乙烯等塑料吸附有机物质，磷酸盐和油类，在选择容器材质时应予以考虑。

2.2.1.3 容器不应与某些待测组分发生反应。如测氟时，水样不能贮于玻璃瓶中，因为玻璃与氟化物发生反应。

2.2.1.4 深色玻璃能降低光敏作用。

2.2.2 容器的清洗规则

根据水样测定项目的要求来确定清洗容器的方法。

2.2.2.1 用于进行一般化学分析的样品

分析地面水或废水中微量化学组分时，通常要使用彻底清洗过的新容器，以减少再次污染的可能性。清洗的一般程序是，用水和洗涤剂洗，再用铬酸-硫酸洗液，然后用自来水蒸馏水冲洗干净即可，所用的洗涤剂类型和选用的容器材质要随待测组分来确定。测磷酸盐则不能使用含磷洗涤剂；测硫酸盐或铬则不能用铬酸-硫酸洗液。测重金属的玻璃容器及聚乙烯容器通常用盐酸或硝酸(c=1mol/L)洗净并浸泡一至两天然后用蒸馏水或去离子水冲洗。

2.2.2.2 用于测定农药、除草剂等的样品

一般使用棕色玻璃瓶。因除聚四氟乙烯(PTFT)外的塑料容器会对分析产生明显的干扰，按一般规则清洗(即用水及洗涤剂——铬酸-硫酸洗液——蒸馏水)后，在烘箱内 180℃下 4h 烘干。冷却后再用纯化过的己烷或石油醚冲洗数次。

2.2.2.3 用于微生物分析的样品

容器及塞子、盖子应经灭菌温度并且在此温度下不释放或产生出任何能抑制生物活性、灭活或促进生物生长的化学物质。

玻璃容器，按一般清洗原则洗涤用硝酸浸泡再用蒸馏水冲洗以除去重金属或铬酸盐残留物。

在灭菌前可在容器里加入硫代硫酸钠($Na_2S_2O_3$)以除去余氯对细菌的抑制作用。(以每 125mL 容器加入 0.1mL 的 10%$Na_2S_2O_3$ 计量。)

2.3 水样的过滤和离心分离

在采样时或采样后不久，用滤纸滤膜或砂芯漏斗，玻璃纤维等来过滤样品或将样品离心分离都可以除去其中的悬浮物，沉淀、藻类及其他微生物。

在分析时，过滤的目的主要是区分过滤态和不可过滤态，在滤器的选择上要注意可能的吸附损失，如测有机项目时一般选用砂芯漏斗和玻璃纤维过滤，而在测定无机项目时则常用 0.45μm 的滤膜过滤。

2.4 水样的保存措施

2.4.1 将水样充满容器至溢流并密封

为避免样品在运输途中的振荡，以及空气中的氧气、二氧化碳对容器内样品组分和待测项目的干扰，为对酸碱度、BOD、DO 等产生影响，应使水样充满容器至溢流并密封保存。但对准备冷冻保存的样品不能充满容器，否则水冻冰之后，因体积膨胀致使容器破裂。

2.4.2 冷藏

水样冷藏时的温度应低于采样时水样的温度，水样采集后立即放在冰箱或冰-水浴中，置暗处保存，一般于 2～5℃冷藏，冷藏并不适用长期保存，对废水的保存时间则更短。

2.4.3 冷冻(−20℃)

一般能延长贮存期,但需要掌握熔融和冻结的技术,以使样品在融解时能迅速地、均匀地恢复其原始状态。水样结冰时,体积膨胀,一般都选用塑料容器。

2.4.4 加入保护剂(固定剂或保存剂)

投加一些化学试剂可固定水样中某些待测组分,保护剂应事先加入空瓶中,有些亦可在采样后立即加入水样中。

经常使用的保护剂有各种酸、碱及生物抑制剂,加入量因需要而异。

所加入的保护剂不能干扰待测成分的测定,如有疑义应先做必要的实验。

所加入的保护剂,因其体积影响待测组分的初始浓度,在计算结果时应予以考虑,但如果加入足够浓的保护剂,因加入体积很小而可以忽略其稀释影响。

所加入的保护剂有可能改变水中组分的化学或物理性质,因此选用保护剂时一定要考虑到对测定项目的影响。如因酸化会引起胶体组分和悬浮在颗粒物上固态的溶解,如待测项目是溶解态物质,则必须在过滤后酸化保存。

对于测定某些项目所加的固定剂必须要做空白试验,如测微量元素时就必须确定固定剂可引入的待测元素的量。(如酸类会引入不可忽视量的砷、铅、汞。)

必须注意:某些保护剂是有毒有害的,如氯化汞($HgCl_2$)、三氯甲烷及酸等,在使用及保管时一定要重视安全防护。

2.5 常用样品保存技术

表1列出的是有关水样保存技术的要求,样品的保存时间,容器材质的选择以及保存措施的应用都要取决于样品中的组分及样品的性质,而现实中的水样又是千差万别的,因此表1中所列的要求不可能是绝对的准则。因此每个分析工作者都应结合具体工作验证这些要求是否适用,在制定分析方法标准时也应明确指出样品采集和保存的方法。

此外,如果要采用的分析方法和使用的保护剂及容器材质间有不相容的情况,则常需从同一水体中取数个样品,按几种保存措施分别进行分析以求出最适宜的保护方法和容器。

表1 常用样品保存技术

(本表内容只是保存样品的一般要求。由于天然水和废水的性质复杂,在分析之前,需要验证一下按下述方法处理过的每种类型样品的稳定性)

	1 待测项目	2 容器类别	3 保存方法	4 分析地点	5 可保存时间	6 建　　议
A物理、化学及生化分析	pH	P或G		现　场		现场直接测试
	酸度及碱度	P或G	在2～5℃暗处冷藏	实验室	24h	水样充满容器
	溴	G		实验室	6h	最好在现场进行测试
	电导	P或G	冷藏于2～5℃	实验室	24h	最好在现场进行测试
	色度	P或G	在2～5℃暗处冷藏	现场、实验室	24h	
	悬浮物及沉积物	P或G		实验室	24h	单独定容采样
	浊度	P或G		实验室	尽快	最好在现场测试
	臭氧			现场		

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

续表 1

	1 待测项目	2 容器类别	3 保存方法	4 分析地点	5 可保存时间	6 建　　议
A 物理、化学及生化分析	余氯	P 或 G		现场		最好在现场分析，如果做不到，在现场用过量 NaOH 固定。保存不应超过 6h
	二氧化碳	P 或 G		见酸碱度		
	溶解氧	(溶解氧瓶)	现场固定氧并存放在暗处	现场、实验室	几小时	碘量法加 1mL1mol/L 高锰酸钾和 2mL1mol/L 碱性碘化钾
	油脂、油类、碳氢化合物、石油及衍生物	用分析时使用的溶剂冲洗容器	现场萃取 冷冻至－20℃	实验室 实验室	24h 数月	建议于采样后立即加入在分析方法中所用的萃取剂，或进行现场萃取
	离子型表面活性剂	G	在 2～5℃下冷藏 硫酸酸化 pH<2	实验室 实验室	尽快 48h	
	非离子型表面活性剂	G	加入 40%(V/V)的甲醛，使样品成为含 1%(V/V)的甲醛溶液，在 2～5℃下冷藏，并使水样充满容器	实验室	1 月	
	砷		加 H_2SO_4 使 pH<2 加碱调节 pH=12	实验室 实验室	数月	不能使用硝酸酸化生活污水及工业废水应使用这种方法
	硫化物		每 100mL 加 2mL 2mol/L 醋酸锌并加入 2mL 2mol/L 的 NaOH 并冷藏	实验室	24h	必须现场固定
	总氰	P	用 NaOH 调节至 pH>12	实验室	24h	

续表 1

	1 待测项目	2 容器类别	3 保存方法	4 分析地点	5 可保存时间	6 建　　议
A 物理、化学及生化分析	COD	G	在 2～5℃暗处冷藏 用 H_2SO_4 酸化至 pH<2 －20℃冷冻(一般不使用)	实验室 实验室 实验室	尽快 1 周 1 月	如果 COD 是因为存在有机物引起的，则必须加以酸化 COD 值低时，最好用玻璃瓶保存
	BOD	G	在 2～5℃暗处冷藏 －20℃冷冻(一般不使用)	实验室 实验室	尽快 1 月	BOD 值低时，最好用玻璃容器
	基耶达氮 氨　　氮	P 或 G P 或 G	用硫酸 H_2SO_4 酸化至 pH<2 并在 2～5℃冷藏	实验室	尽快	为了阻止硝化细菌的新陈代谢，应考虑加入杀菌剂如丙烯基硫脲或氯化汞或三氯甲烷等
	硝酸盐氮	P 或 G	酸化至 pH<2 并在 2～5℃冷藏	实验室	24h	有些废水样品不能保存，需要现场分析
	亚硝酸盐氮	P 或 G	在 2～5℃下冷藏	实验室	尽快	
	有机碳	G	用 H_2SO_4 酸化至 pH<2 并在 2～5℃冷藏	实验室 实验室	24h 1 周	应该尽快测试，有些情况下，可以应用干冻法(－20℃) 建议于采样后立即加入在分析方法中所用的萃取剂，或在现场进行萃取
	有机氯农药	G	在 2～5℃冷藏			
	有机磷农药		在 2～5℃冷藏	实验室	24h	建议于采样后立即加入分析方法中所用萃取剂，或在场进行萃取
	“游离”氰化物	P	保存方法取决于分析方法	实验室	24h	
	酚	BG	用 $CuSO_4$ 抑制生化用并用 H_2PO_4 酸化或用 NaOH 调节至 pH>12	实验室	24h	保存方法取决于所用的分析方法

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

续表 1

	1 待测项目	2 容器类别	3 保存方法	4 分析地点	5 可保存时间	6 建　　议
A 物理、化学及生化分析	叶绿素	P 或 G	2～5℃下冷藏 过滤后冷冻滤渣	实验室 实验室	24h 1 月	
	肼	G	用 HCl 调至 1mol/L（每升样品 100mL）并于暗处贮存	实验室	24h	
	洗涤剂	见表面活性剂				
	汞	P、BG		实验室	2 周	保存方法取决于分析方法
	铝	P	在现场过滤并用	实验室	1 月	滤渣用于测定不可过滤态
	可过滤铝		硝酸酸化滤液至 pH＜2（如测定时用原子吸收法则不能用 H_2SO_4 酸化）			
	附着在悬浮物上的铝		现场过滤	实验室	1 月	
	总铝		酸化至 pH＜2	实验室	1 月	取均匀样品消解后测定 酸化时不能使用 H_2SO_4
	钡	P 或 G	见铝			
	镉	P 或 BG	见铝			
	铜		见铝			
	总铁	P 或 BG	见铝			
	铅	P 或 BG	见铝			酸化时不能使用 H_2SO_4
	锰	P 或 BG	见铝			
	镍	P 或 BG	见铝			
	银	P 或 BG	见铝			
	锡	P 或 BG	见铝			
	铀	P 或 BG	见铝			
	锌	P 或 BG	见铝			
	总铬	P 或 G	酸化使 pH＜2	实验室	尽快	不得使用磨口及内壁已磨毛的容器，以避免对铬的吸附
	六价铬	P 或 G	用氢氧化钠调节使 pH7～9			

续表 1

	1 待测项目	2 容器类别	3 保存方法	4 分析地点	5 可保存时间	6 建　　议
A 物理、化学及生化分析	钴 钙	P 或 BG P 或 BG	见铝 — 过滤后将滤液酸化至 pH＜2	实验室 实验室	24h 数月	酸化时不要用 H_2SO_4，酸化的样品可同时用于测钙和其他金属
	总硬度		见钙			
	镁	P 或 BG	见钙			
	锂	P	酸化至 pH＜2	实验室		
	钾	P	见锂			
	钠	P	见锂			
	溴化物及含溴化合物	P 或 G	于 2～5℃冷藏	实验室	尽快	样品应避光保存
	氯化物	P 或 G	—	实验室	数月	
	氟化物	P	—	实验室	若样品是中性的可保存数月	
	碘化物	非光化玻璃	于 2～5℃冷藏 加碱调整 pH＝8	实验室	24h 1 个月	样品应避免日光直射
	正磷酸盐	BG	于 2～5℃冷藏	实验室	24h	样品应立即过滤并应尽快分析溶解的磷酸盐
	总磷	BG	— 用 H_2SO_4 酸化至 pH＜2	实验室 实验室	24h 数月	
	硒	G 或 BG	用 NaOH 调节 pH＞1.1			
	硅酸盐		过滤并用 H_2SO_4 酸化至 pH＜2 于 2～5℃冷藏	实验室	24h	
	总硅	P	—	实验室	数月	
	硫酸盐	P 或 G	于 2～5℃下冷藏	实验室	一周	
	亚硫酸盐	P 或 G	在现场按每 100mL 水样加 1mL25%（m/m）的 EDTA 溶液	实验室	1 周	
	硼及硼酸盐	P	—	实验室	数月	

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

续表 1

1 待测项目		2 容器类别	3 保存方法	4 分析地点	5 可保存时间	6 建　　议
B 微生物分析	细菌总计数 大肠菌总数 粪便大肠菌 粪便链球菌 沙门氏菌 志贺氏菌等	灭菌容器 G	2～5℃冷藏	实验室	尽快(地表水、污水及饮用水)	取氯化或溴化过的水样时，所用的样品瓶清毒之前，按每125mL加入0.1mL 10%(*m/m*)的硫代硫酸钠 $Na_2S_2O_3$ 以消除氯或溴对细菌的抑制作用。 对重金属含量高于0.01mg/L的水样，应在容器消毒之前，按每125mL容积加入0.3mL的15%(*m/m*)EDTA
C 生物学分析 本表所列的生物分析项目，不可能包括所有的生物分析项目，仅仅是研究工作所常涉及的动、植物种群	鉴定和计数 (1)底栖类无脊椎动物——大样品	P或G	加入70%(*V/V*)乙醇 加入40%(*V/V*)的中性甲醛(用硼酸钠调节)使水样成为含2～5%(*V/V*)的溶液	实验室 实验室	1年 1年	样品中的水应先倒出以达到最大的防腐剂的浓度
	小样品(如参考样品)		转入防腐溶液，含70%(*V/V*)乙醇、40%(*V/V*)甲醛和甘油，其三者比例为100+2+1	实验室		当心甲醛蒸气！工作范围内不应大量存放
	(2)水中周丛生物	G	1份体积样品加入100份芦格氏溶液。芦格氏溶液，每升用150g碘化钾，100g碘，18mL乙酸 $\rho=1.04g/L$，配成水样，应存放于冷暗处	实验室	1年	
	(3)浮游植物 浮游动物	G	见“水中周丛生物” 加40%(*V/V*)甲醛，使成4%(*V/V*)的福尔马林或加芦格氏溶液	实验室 实验室	1年 1年	若发生脱色则应加更多的芦格氏溶液

续表 1

1 待测项目		2 容器类别	3 保存方法	4 分析地点	5 可保存时间	6 建　　议
C 生物学分析 本表所列的生物分析项目，不可能包括所有的生物分析项目，仅仅是研究工作所常涉及的动、植物种群	湿重和干重 (1)底栖大型无脊椎动物 (2)大型植物 (3)浮游植物 (4)浮游动物 (5)鱼		于 2～5℃冷藏	现场或实验室 现场	24h	不要冷冻到－20℃，尽快进行分析，不得超过 24h
	灰分重量 (1)底栖大型无脊椎动物 (2)大型植物 (3)悬垂植物 (4)浮游植物	P 或 G	过滤后冷藏于 2～5℃ －20℃保存 －20℃保存 －20℃保存 过滤并冷藏－20℃保存	实验室	6 个月	
	热值测定 (1)底栖大型无脊椎动物 (2)浮游植物 (3)浮游动物	P 或 G	过滤后冷藏至 2～5℃，保存于干燥器皿中	实验室	24h	尽快分析，不得超过 24h
	毒性试验	P 或 G	2～5℃冷藏 冻结至－20℃	实验室 实验室	36h 36h	保存期随所用分析方法不同
D 放射学分析		P 或 G	有关放射性分析用的样品保存方法所进行的许多研究都表明不可能找到适用于一切情况的保存办法。必须依据分析的类型〔测量总放射性(α、β、γ 辐射)或是测量一个或多个放射性核素的放射性〕。保存这类样品主要的问题在于容器的壁及样品中的悬浮物质的吸附现象以及放射性核素的保存期。因此选择容器很重要，必要时应进行解吸附处理。通常采用的保存方法既可单独使用亦可结合起来使用。如用 HNO_3 酸化样品至 pH＜2，或冷冻至－20℃，或加入稳定剂	实验室	依赖于放射性核素的半衰期	

注：① P—聚乙烯；G—玻璃；BG—硼硅玻璃。

② 有“—”者表示不采取任何保存措施。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

3 水样的管理

样品是从各种水体及各类型水中取得的实物证据和资料，水样妥善而严格的管理是获得可靠监测数据的必要手段，本标准规定了水样管理方法和程序。

3.1 水样的标签设计

水样采集后，往往根据不同的分析要求，分装成数份，并分别加入保存剂。对每一份样品都应附一张完整的水样标签。水样标签的设计可以根据实际情况，一般包括：采样目的，课题代号，监测点数目、位置，监测日期，时间，采样人员等。标签应用不退色的墨水填写，并牢固地贴于盛装水样的容器外壁上。

对需要现场测试的项目，如 pH 值、电导、温度、流量等应按表 2 进行记录，并妥善保管现场记录(见表 2)。

表 2 采样现场数据记录

采样人员_____

现场数据记录 _____

_____

_____

采样地点	样品编号	采样日期	时间，h		pH	温度	其他参量		
			采样开始	采样结束					

3.2 水样的运送

装有水样的容器必须加以妥善的保护和密封，并装在包装箱内固定，以防在运输途中破损，包括材料和运输水样的条件都应严格要求。除了防震、避免日光照射和低温运输外，还要防止新的污染物进入容器和沾污瓶口使水样变质。

在水样转运过程中，每个水样都要附有一张管理程序登记卡(见表 3)。在转交水样时，转交人和接收人都必须清点和检查水样并在登记卡上签字，注明日期和时间。

管理程序登记卡是水样在运输过程中的文件，必须妥为保管，防止差错和备查。尤其是通过第三者把水样从采样地点转移到实验室分析人员手中时，这张管理程序登记卡就显得更为重要了(见表 3)。

表 3 管理程序记录卡片

课题编号			课题名称			样品容器编号	备注					
采样人员(签字)												
采样点编号	日期	时刻	混合样	定时样	采样点位置							

转交人签字：	日期 时刻	接收人签字：	转交人签字：	日期 时刻	接收人签字：	
转交人签字：	日期 时刻	接收人签字：	转交人签字：	日期 时刻	接收人签字：	
转交人签字：	日期 时刻	接收人签字：	转交人签字：	备注		

3.3 实验室对水样的接收

水样送至实验室时，首先要核对水样，验明标签，确切无误时签字验收。

如果不能立即进行分析时，则应尽快采取保存措施，并防止水样被污染。

附加说明：

本标准由国家环境保护局标准处提出。

本标准由中国环境监测总站负责起草。

本标准主要起草人陈娴文。

本标准由国家环境保护局负责解释。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

中华人民共和国国家标准

大气降水样品的采集与保存

GB 13580.2—92

Collection and preservation of the wet precipitation sample

1 主题内容与适用范围

1.1 本标准规定了大气降水采样布点的原则和要求，并规定了降水样品的采集方法和样品的保存方法及保存的有效期。

1.2 本标准适用于大气降水样品的采样及保存。

2 布点和采样

2.1 布点基本原则

2.1.1 采样点数目，根据研究的目的和需要来确定。一般常规监测，人口在五十万以上的城市布三个点，人口在五十万以下的城市布设二个点，采样点的布设在兼顾城区、农村和清洁对照点。要尽可能照顾到气象地形、地貌。

2.1.2 采样点位应尽可能的远离局部污染源，四周无遮挡雨、雪的高大树木或建筑物。

2.2 采样容器及清洗

2.2.1 采样器：采集大气降水可用降水自动采样器采样，或用聚乙烯塑料小桶（上口直径 40 cm，高 20 cm）采样。采集雪水可用聚乙烯塑料容器，上口直径 60 cm 以上。

2.2.2 采样器具在第一次使用前，用 10%（V/V）盐酸（或硝酸）浸泡一昼夜，用自来水洗至中性，再用去离子水冲洗多次。然后加少量去离子水振摇，用离子色谱法检查水中的 Cl^- 若和去离子水相同，即为合格。晾干，加盖保存在清洁的橱柜内。

2.2.3 采样器每次使用后，先用去离子水冲洗干净，晾干，然后加盖保存。

2.3 采样

2.3.1 采样器放置的相对高度应在 1.2 m 以上。

2.3.2 每次降雨（雪）开始，立即将备用的采样器放置在预定采样点的支架上，打开盖子开始采样，并记录开始采样时间。不得在降水前打开盖子采样，以防干沉降的影响。

2.3.3 取每次降水的全过程样（降水开始至结束）。若一天中有几次降水过程，可合并为一个样品测定。若遇连续几天降雨，可收集上午 8.00 至次日上午 8.00 的降水，即 24 h 降水样品作为一个样品进行测定。

2.3.4 采集的样品应移入洁净干燥的聚乙烯塑料瓶中，密封保存。在样品瓶上贴上标签、编号，同时记录采样地点、日期、起止时间、降水量。

3 样品的预处理

3.1 过滤与过滤装置

3.1.1 选用孔径为 0.45 μm 的有机微孔滤膜作过滤介质。该滤膜的孔径均匀，孔隙率高，过滤速度快，

国家环境保护局 1992-06-20 批准　　1993-03-01 实施

是一种惰性材料。很少有吸附现象发生，可避免与样品中的化学成分发生吸附和离子交换作用，造成待测成分的损失和沾污，能满足过滤样品的要求。

3.1.2 过滤装置见图1。

注：此装置可在玻璃商店购置。

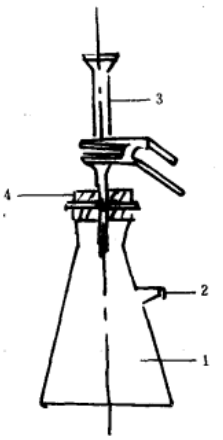


图1 过滤装置

1—抽滤瓶；2—接抽气泵；3—带砂芯的玻璃过滤器；
4—胶塞；5—0.45 μm 滤膜

3.2 滤膜清洗

滤膜在加工过程中可能会沾污少量的 F^-、Cl^-、NO_2^-、NO_3^-、SO_4^{2-}、K^+、Na^+、Ca^{2+}、Mg^{2+} 等离子。因此，使用前将滤膜放入去离子水中浸泡 24 h。并用去离子水洗涤数次后，再用过滤操作。

3.3 用于测电导率和 pH 值的降水样品的处理

将采集的降水样品装入干燥清洁的白色聚乙烯塑料瓶中，不须过滤。在测定时，要先测电导率，再测 pH 值〔注意：过滤器在第一次使用前，用 10%（V/V）盐酸浸泡一昼夜，用自来水洗至中性，再用去离子水清洗，用离子色谱法检查水中的 Cl^- 和去离子水相同，即合格。以后每次使用前均用去离子水洗涤〕。

3.4 样品的保存

样品采集后，尽快用过滤装置除去降水样品中的颗粒物，将滤液装入干燥清洁的白色塑料瓶中，不加添加剂，密封后放在冰箱中保存。以减缓由于物理作用（如挥发作用和吸收大气中的 SO_2、酸碱气体等）、化学作用（SO_2 氧化成 SO_4^{2-}、NO_2 氧化成 NO_3^-）和生物作用（如某些微生物是以 NH_4^+、NO_3^- 作为养料的），导致样品中待测成分的改变。降水中各成分的保存容器和贮存方式及保存时间见表1。

表1 降水样品的保存

待测项目	贮存容器	贮存方式	保存时间
电导率	聚乙烯瓶	冰箱(3～5℃)	24 h
pH 值	聚乙烯瓶	冰箱(3～5℃)	24 h
NO_2^-	聚乙烯瓶	冰箱(3～5℃)	24 h
NO_3^-	聚乙烯瓶	冰箱(3～5℃)	24 h
NH_4^+	聚乙烯瓶	冰箱(3～5℃)	24 h

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

续表 1

待测项目	贮存容器	贮存方式	保存时间
F^-	聚乙烯瓶	冰箱(3～5℃)	一个月
Cl^-	聚乙烯瓶	冰箱(3～5℃)	一个月
SO_4^{2-}	聚乙烯瓶	冰箱(3～5℃)	一个月
K^+	聚乙烯瓶	冰箱(3～5℃)	一个月
Na^+	聚乙烯瓶	冰箱(3～5℃)	一个月
Ca^{2+}	聚乙烯瓶	冰箱(3～5℃)	一个月
Mg^{2+}	聚乙烯瓶	冰箱(3～5℃)	一个月

附加说明：

本标准由国家环境保护局提出。

本标准由中国环境监测总站负责归口和解释。

本标准由中国环境监测总站负责起草。

本标准主要起草人吴国平、魏复盛。

中华人民共和国国家标准

水质　湖泊和水库采样技术指导

GB/T 14581—93

Water quality—Guidance on sampling techniques from lakes, natural and man-made

本标准为水质采样标准第四部分。

本标准参照采用国际标准 ISO 5667—4:1987《水质　采样第四部分:湖泊和水库采样指导》。

1　主题内容与适用范围

本标准规定了湖泊和水库采样方案设计、采样技术、样品保存和处理的详细原则。

本标准不包括微生物检验的采样。

本标准适用于湖泊和水库。其主要目的有以下三种:

1.1　水质特性检测

水体长期的质量检测。用于调查研究湖库水质状况及发展趋势。

1.2　水质控制检测

在水体中一个或几个指定的采样点进行长期水质检测。

1.3　特殊情况的检测

当有生物种类或种群发生障碍、死亡或其他异常现象(水华、颜色等)出现时对污染的鉴定和测定。

2　引用标准

GB 6816　水质　词汇　第一部分和第二部分

GB 12997　水质　采样方案设计技术规定

GB 12998　水质　采样技术指导

GB 12999　水质采样　样品的保存和管理技术规定

3　定义

3.1　定点水样

就时间和地点而言,从水体中不连续地随机采集的样品。

3.2　深度样品组

从水体的特定地点的不同深度采集的一组样品。

3.3　平面样品组

从水体特定深度的不同地点采集的一组样品。

3.4　综合样品

3.4.1　深度综合样

从水体的特定地点,在同一垂直线上,从表层到沉积层之间,或其他规定深度之间,连续或不连续地采集两个或更多的样品,经混合后所得的样品。

3.4.2　平面综合样

国家环境保护局 1993-08-14 批准　　1994-04-01 实施

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

从水体特定深度的不同地点采集的一组水样，经混合后的样品。

4 采样设备

4.1 材质

采样容器的材质(如不锈钢或塑料)应尽可能不与水发生作用。制造容器的材料在化学和生物方面应具有惰性，使样品组分与容器之间的反应减到最低程度。光可能影响水样中的生物体，并因此产生不希望的化学反应，选材时要予以考虑。

4.2 设备类型

4.2.1 敞开式采样器和表层采样器

敞开式采样器为开口容器，用于采集表层水和靠近表层的水。当有飘浮物质时，不可能采集到有代表性和再现性好的样品。

4.2.2 闭管式采样器

闭管式采样器为装有可遥控操作或自动开合的阀门或闸门的空心体，能够在到达预定水深处迅速关闭，用于采集定点水样或一组样品，或深度综合样品。采样器应装有排气装置，以采集到不与管内积存空气(或气体)混合的水样。在靠近底部采样时，注意不要搅动水和沉积物的界面。有些采样器带有机械或遥控脱扣装置，当接触到沉积物时自动关闭。这种采样器特别适合采集靠近沉积物界面的水样。

4.2.3 抽水装置

抽水装置主要有手摇式和电动式两种。使用时用电缆绳将它们放至所要求的深度或者固定在采样位置。

用抽水泵和用闭管式采样器采集生物样时，其结果可能出现差异。泵的类型、泵速、抽水压力、管内的水流速度都会影响样品的采集。不同生物种类也可能对不同类型泵的采样有不同的反应。

5 采样步骤

5.1 采样位置

采样点位布设的选择，应在较大的采样范围进行详尽的预调查，在获得足够信息的基础上，应用统计技术合理地确定。

采样点位的布设应充分考虑如下因素：

a. 湖泊水体的水动力条件；

b. 湖库面积、湖盆形态；

c. 补给条件、出水及取水；

d. 排污设施的位置和规模；

e. 污染物在水体中的循环及迁移转化；

f. 湖泊和水库的区别。

如果需要评价湖(库)流影响，必须采用专门的测量方案。

5.1.1 采样点位的水平分布

5.1.1.1 水质特性的采样点

许多湖泊、水库具有复杂的岸线，或由几个不同的水面组成，由于形态的不规则可能出现水质特性在水平方向上的明显差异。为了评价水质的不均匀性，需要布设若干个采样点，并对其进行初步调查。所搜集到的数据可以使所需要的采样点有效地确定下来。湖库的水质特性在水平方向未呈现明显差异时，允许只在水的最深位置以上布设一个采样点。采样点的标志要明显，采样标志可采用浮标法、六分仪法、岸标法或无线电导航定位等来确定。

5.1.1.2 水质控制的采样点

采样点应设在靠近用水的取水口及主要水源的入口。

5.1.1.3 特殊情况的采样点

在观察到出现异常现象的地点，通常要进行一次或几次采样。采样地点应在报告中清楚地表明，如有可能可采用图示方法。

5.1.2 采样点的垂直分布

由于分层现象，湖泊和水库的水质沿水深方向可能出现很大的不均匀性，其原因来自水面（透光带内光合作用和水温的变化引起的水质变化）和沉积物（沉积层中物质的溶解）的影响。此外，悬浮物的沉降也可能造成水质垂直方向的不均匀性。在斜温层也常常观察到水质有很大差异。基于上述情况，在非均匀水体采样时，要把采样点深度间的距离尽可能缩短。采样层次的合理布设决定于所需要的资料和局部环境。初步调查可使用探测器（如测量温度、溶解氧、pH 值、电导、浊度和叶绿素的荧光）。探测器可提供连续的或短间隔的检测。错开采样深度可显示出全部垂直的不均匀性。采样方案一旦确定，就要严格地执行。采样过程中如果变动了方案，所测得的数据就缺乏可比性。当湖、库沿水深方向水质变化很大时，可使用一组采样器同时进行采样。

5.2 采样频率和采样时间的选择

湖泊和水库的水质有季节性的变化，采样频率取决于水质变化的状况及特性。

通常，对于长期水质特性检测，可根据研究目的与要求取合理的监测频率，采定点水样的间隔时间一个月是允许的；对于水质控制检测，采样时间间隔可以缩短到一周，如果水质变化明显，则每天都需要采样，甚至连续采样。

此外，对于在一天内的某一时刻经常发生明显变化的水质，而变化趋势的检测又很重要时，采样应在每天的同一时刻进行，以减少时间因素对水质检测带来的影响。如果日内变化具有特殊意义，建议每隔 2～3 h 采一次样。

5.3 采样方法的选择

采样方法的选择取决于采样方案所规定的目的。特殊情况的采样，或以水质控制为目的的采样在大多数情况下采集定点水样。如监测水质特性，可使用一组定点水样，也可以用综合样。单独分析一组定点水样费用太高，为了降低分析费用，常常把定点水样混合后分析。综合样只能表示平均值，不能显示极端情况下的状况和质量的变化范围。比较合理的办法是在短的时间间隔内取综合样与较长的时间间隔内取一组定点水样，将两种采样方法结合起来。

5.4 样品的运输、固定和保存

因气体交换、化学反应和生物代谢，水质变化很快，因此，送往实验室的样品容器要密封、防震、避免日光照射、过热的影响。当样品不能很快地进行分析时，样品需要固定、妥善保存。短期贮存时，可以于 2～5℃冷藏，较长时间的贮存应将样品冷冻至－20℃。样品冷冻过程中，部分组分可能浓缩到最后冰冻的样品的中心部分，所以在使用冷冻样品时，要将样品全部融化。也可以采用加化学药品的方法保存。但应注意，所选择的保存方法不能干扰以后的样品检验，或影响检测结果。

在现场测定记录中要记录所有样品的处理及保存步骤，测量并记录现场温度。一些物理参数如 pH 值应现场测定，或者尽快测定。

6 安全保护

为了保证工作人员、仪器的安全，必须考虑气象条件；在大面积水体上采样时，所用船只要坚固，要使用救生圈和救生绳；在冰层覆盖的水体采样之前，要仔细检查薄冰层的位置和范围；要选择任何气候条件下都能方便地进行频繁采样的地点，尽可能避免从不安全的湖岸等危险地点采样。

7 样品的识别和记录

应记述每一个采样点的情况。在进行长期采样过程中，条件不变时，就不必每次采样都重复说明，仅叙述现场进行的检测和容易变化的条件，如气候条件和观察到的异常情况。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

因某种特殊原因采样时，应给出详细资料，包括采样原因及所采取的保存方法。报告中应包括一个示意图。报告示例见附录 A。

附 录 A
湖泊和水库采样报告
（补充件）

日期：_____年_____月_____日

湖库名称：_____ 采样点位置：_____

采样原因：_____

采样点的特征：_____

_____

采样时间：开始_____ 结束_____

采样方法：_____

深度样品组：数量_____其深度各为_____ m

深度综合样：在_____ m 和_____ m 之间采样

采样点观察：

有、无冰层_____冰厚_____

水颜色 _____臭味_____

浊度 _____

水生植物_____

飘浮物_____

地区天气情况：

气 温_____

风 力_____

风 向_____

云量(%)_____

备注：_____

记录人_____

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

附 录 B
现场测定记录
（补充件）

采样点	采样时间	水温	pH	DO	透明度

样品的处理及保存情况：

测定人_____记录人_____

附加说明：

本标准由国家环境保护局科技标准司提出。

本标准由中国环境监测总站负责起草。

本标准主要起草人刘振庄、陈佩璇。

本标准委托中国环境监测总站负责解释。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

前　言

为执行国家和地方大气污染物排放标准，规范固定污染源有组织排放的监测，特别是样品采集方法，制定本标准。

本标准规定的颗粒物的测定内容包括了采样、测定及计算，固定污染源监测一般应照此执行，除非有关排放标准或分析方法标准另有规定，如火电厂在其排放标准，铬(硫)酸雾、铅(或其他金属)及其化合物等在其分析方法标准另有规定，也应遵守。气态污染物排放监测复杂，本标准规定的采样内容应理解为一般性要求，采样时还应遵守有关排放标准和气态污染物分析方法标准的具体规定。

固定污染源竣工验收监测和日常监督性监测的工况及频次要求，本标准并不特别涉及，监测时还需引用有关排放标准、监测规范及国家环境保护局关于建设项目竣工验收监测的规定。

由于锅炉排放监测工况要求，不是在其排放标准中规定的，而是在其烟尘测试方法中规定的，因此，即使批准发布了本标准，仍将GB 5468—91《锅炉烟尘测试方法》予以保留。但不应理解为本标准与它有任何矛盾。实施监测时除执行规定外，不详之处仍可引用本标准。除此之外，GB 9078—88《工业炉窑烟尘测试方法》已被本标准所包涵。

自本标准实施之日起，GB 9078—88《工业炉窑烟尘测试方法》即行废止。

本标准委托中国环境监测总站解释。

本标准由国家环境保护局科技标准司提出。

本标准由中国预防医学科学院环境卫生与卫生工程研究所负责起草。

本标准主要起草人：刘光铨、常德华、周扬胜、周光发、刘江。

中华人民共和国国家标准

固定污染源排气中颗粒物测定与气态污染物采样方法

GB/T 16157—1996

Determination of particulates and sampling methods of gaseous pollutants emitted from exhaust gas of stationary source

1 主题内容和适用范围

1.1 本标准规定了在烟道、烟囱及排气筒(以下简称烟道)等固定污染源排气中颗料物的测定方法和气态污染物的采样方法。

1.2 本标准适用于各种锅炉、工业炉窑、及其他固定污染源排气中颗粒物的测定和气态污染物的采样。

2 定义

2.1 颗粒物

颗粒物是指燃料和其他物质在燃烧、合成、分解以及各种物料在机械处理中所产生的悬浮于排放气体中的固体和液体颗粒状物质。

2.2 气态污染物

气态污染物是指以气体状态分散在排放气体中的各种污染物。

2.3 标准状态下的干排气

标准状态下的干排气是指在温度为273K,压力为101 300Pa条件下不含水分的排气。

3 测定与计算内容

3.1 排气参数(温度、压力、水分含量、成分)的测定。

3.2 排气密度和气体分子量的计算。

3.3 排气流速和流量的测定。

3.4 排气中颗粒物的测定和排放浓度、排放率的计算。

3.5 排气中气态污染物的采样和排放浓度、排放率的计算。

4 采样的基本要求

4.1 采样工况

应在生产设备处于正常运行状态下进行,或根据有关污染物排放标准的要求,在所规定的工况条件下测定。

4.2 采样位置和采样点

4.2.1 采样位置

4.2.1.1 采样位置应优先选择在垂直管段。应避开烟道弯头和断面急剧变化的部位。采样位置应设置在距弯头、阀门、变径管下游方向不小于6倍直径和距上述部件上游方向不小于3倍直径处。对矩形烟

国家环境保护局1996-03-06批准　　1996-03-06实施

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

道，其当量直径 $D=2AB/(A+B)$，式中 A、B 为边长。

4.2.1.2 对于气态污染物，由于混合比较均匀，其采样位置可不受上述规定限制，但应避开涡流区。如果同时测定排气流量，采样位置仍按 4.2.1.1 选取。

4.2.1.3 采样位置应避开对测试人员操作有危险的场所。

4.2.2 采样孔

4.2.2.1 在选定的测定位置上开设采样孔，采样孔内径应不小于 80mm，采样孔管长应不大于 50mm。不使用时应用盖板、管堵或管帽封闭(图 1、图 2、图 3)。当采样孔仅用于采集气态污染物时，其内径应不小于 40mm。

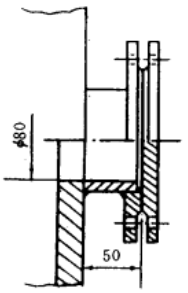


图 1 带有盖板的采样孔
(单位：mm)

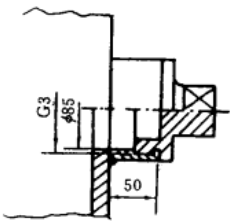


图 2 带有管堵的采样孔
(单位：mm)

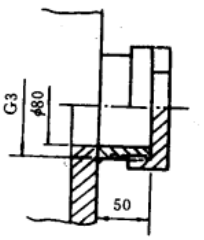


图 3 带有管帽的采样孔
(单位：mm)

4.2.2.2 对正压下输送高温或有毒气体的烟道应采用带有闸板阀的密封采样孔(图 4)。

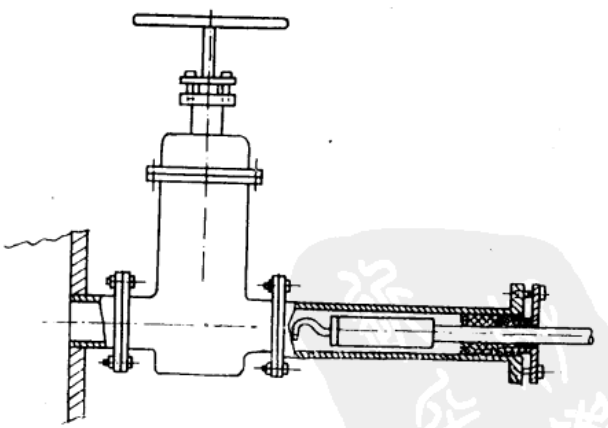


图 4 带有闸板阀的密封采样孔

4.2.2.3 对圆形烟道，采样孔应设在包括各测定点在内的互相垂直的直径线上(图 5)。对矩形或方形烟道，采样孔应设在包括各测定点在内的延长线上(图 6、图 7)。

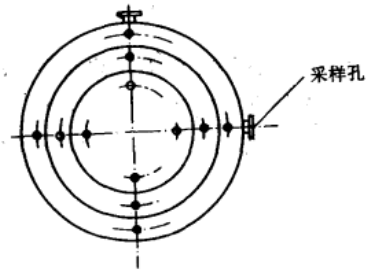


图 5　圆形断面的测定点

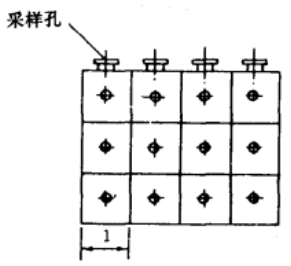


图 6　长方形断面的测定点

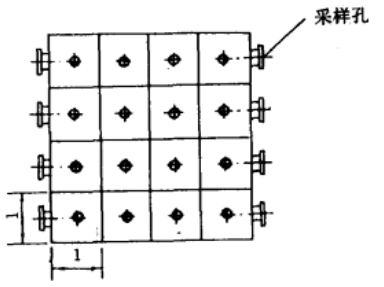


图 7　正方形断面的测定点

4.2.3　采样平台

采样平台为检测人员采样设置，应有足够的工作面积使工作人员安全、方便地操作。平台面积应不小于 1.5m²，并设有 1.1m 高的护栏，采样孔距平台面约为 1.2～1.3m。

4.2.4　采样点位置和数目

4.2.4.1　圆形烟道

a)　将烟道分成适当数量的等面积同心环，各测点选在各环等面积中心线与呈垂直相交的两条直径线的交点上，其中一条直径线应在预期浓度变化最大的平面内，如当测点在弯头后，该直径线应位于弯头所在的平面 A-A 内(图 8)。

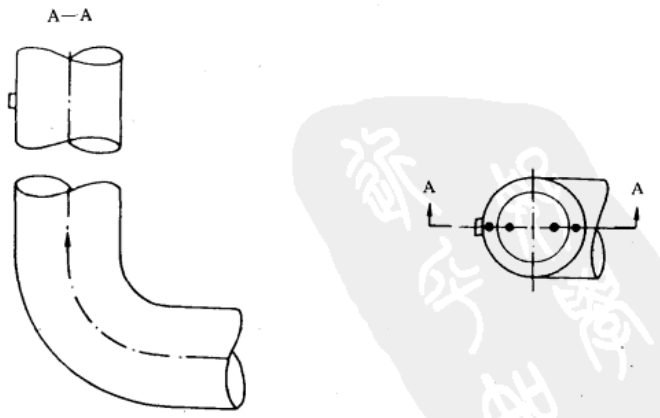


图 8　圆形烟道弯头后的测点

b)　对符合 4.2.1.1 要求的烟道。可只选预期浓度变化最大的一条直径线上的测点。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

c） 对直径小于 0.3m、流速分布比较均匀、对称并符合 4.2.1.1 要求的小烟道，可取烟道中心作为测点。

d） 不同直径的圆形烟道的等面积环数、测量直径数及测点数见表 1，原则上测点不超过 20 个。

表 1 圆形烟道分环及测点数的确定

烟道直径，m	等面积环数	测量直径数	测点数
<0.3			1
0.3～0.6	1～2	1～2	2～8
0.6～1.0	2～3	1～2	4～12
1.0～2.0	3～4	1～2	6～16
2.0～4.0	4～5	1～2	8～20
>4.0	5	1～2	10～20

e） 测点距烟道内壁的距离见图 9，按表 2 确定。当测点距烟道内壁的距离小于 25mm 时，取 25mm。

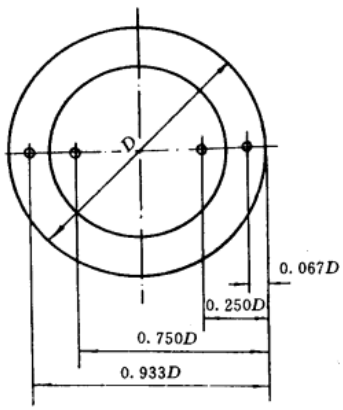


图 9 采样点距烟道内壁距离

表 2 测点距烟道内壁距离（以烟道直径 D 计）

测点号	环数				
	1	2	3	4	5
1	0.146	0.067	0.044	0.033	0.026
2	0.854	0.250	0.146	0.105	0.082
3		0.750	0.296	0.194	0.146
4		0.933	0.704	0.323	0.226
5			0.854	0.677	0.342
6			0.956	0.806	0.658
7				0.895	0.774
8				0.967	0.854
9					0.918
10					0.974

4.2.4.2 矩形或方形烟道

a） 将烟道断面分成适当数量的等面积小块，各块中心即为测点。小块的数量按表 3 的规定选取。原则上测点不超过 20 个。

表 3 矩(方)形烟道的分块和测点数

烟道断面积(m^2)	等面积小块长边长度(m)	测点总数
<0.1	<0.32	1
0.1～0.5	<0.35	1～4
0.5～1.0	<0.50	4～6
1.0～4.0	<0.67	6～9
4.0～9.0	<0.75	9～16
>9.0	≤1.0	≤20

b) 烟道断面面积小于 0.1m^2,流速分布比较均匀、对称并符合 4.2.1.1 要求的,可取断面中心作为测点。

4.2.4.3 当烟道布置不能满足 4.2.1.1 要求时,应增加采样线和测点。

5 排气参数的测定

5.1 排气温度的测定

5.1.1 测量位置和测点

按 4.2.1 和 4.2.4 确定,一般情况下可在靠近烟道中心的一点测定。

5.1.2 仪器

a) 热电偶或电阻温度计:其示值误差应不大于±3℃。

b) 水银玻璃温度计:精确度应不低于 2.5%,最小分度值应不大于 2℃。

5.1.3 测定步骤

a) 将温度测量元件插入烟道中测点处,封闭测孔,待温度稳定后读数。

b) 使用玻璃温度计时,不能抽出烟道外读数。

5.2 排气中水分含量的测定

排气中水分含量应根据不同的测量对象选用冷凝法、干湿球法或重量法中的一种方法测定。

5.2.1 采样位置及测点

按 4.2.1 和 4.2.4 确定,在靠近烟道中心的一个测点上采样。

5.2.2 冷凝法

5.2.2.1 原理

由烟道中抽取一定体积的排气使之通过冷凝器,根据冷凝出来的水量,加上从冷凝器排出的饱和气体含有的水蒸汽量,计算排气中的水分含量。

5.2.2.2 测定装置及仪器

测量排气中水分含量的采样系统如图 10 所示,它由烟尘采样管、冷凝器、干燥器、温度计、真空压力表、转子流量计和抽气泵等部件组成。

a) 烟尘采样管:用不锈钢制成,内装滤筒,用以除去排气中的颗粒物,详见 8.3.3.1。

b) 冷凝器:由不锈钢制作。用于分离、贮存在采样管、连接管和冷凝器中冷凝下来的水。冷凝器总体积应不小于 5L,冷凝管(φ10mm×1mm)有效长度应不小于 1 500mm,贮存冷凝水容器的有效容积应不小于 100mL,排放冷凝水的开关应严密不漏气。

c) 温度计:精确度应不低于 2.5%,最小分度值应不大于 2℃。

d) 干燥器:用有机玻璃制作,内装硅胶,其容积应不小于 0.8L,用于干燥进入流量计的湿烟气。

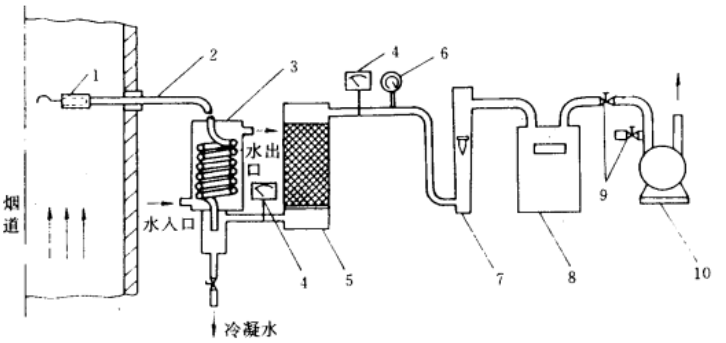
e) 真空压力表:精确度应不低于 4%,用于测定流量计前气体压力。

f) 转子流量计:精确度应不低于 2.5%。

g) 抽气泵:当流量为 40L/min 时,其抽气能力应能克服烟道及采样系统阻力。当流量计量装置放在抽气泵出口端时,抽气泵应不漏气。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

h) 量筒：10mL。



1—滤筒；2—采样管；3—冷凝器；4—温度计；5—干燥器；
6—真空压力表；7—转子流量计；8—累积流量计；9—调节阀；10—抽气泵

图 10 冷凝法测定排气水分含量装置

5.2.2.3 测定步骤

a) 将冷凝器装满冰水，或在冷凝器进、出水管上接冷却水。

b) 将仪器按图 10 所示连接。

c) 检查系统是否漏气，如发现漏气、应分段检查、堵漏，直到满足检漏要求。

流量计量装置放在抽气泵前的，其检漏方法有两种。

方法一：在系统的抽气泵前串一满量程为 1L/min 的小量程转子流量计。检漏时，将装好滤筒的采样管进口（不包括采样嘴）堵严，打开抽气泵，调节泵进口处的调节阀，使系统中的压力表负压指示为 6.7kPa，此时，小量程流量计的流量如不大于 0.6L/min，则视为不漏气。

方法二：检漏时，堵严采样管滤筒夹处进口，打开抽气泵，调节泵进口的调节阀，使系统中的真空压力表负压指示为 6.7kPa，关闭连接抽气泵的橡皮管，在 0.5min 内如真空压力表的指示值下降不超过 0.2kPa，则视为不漏气。

在仪器携往现场前，已按上述方法进行过检漏的，现场检漏仅对采样管后的连接橡皮管到抽气泵段进行检漏。

流量计量装置放在抽气泵后的检漏方法：在流量计量装置出口接一三通管，其一端接 U 型压力计，另一端接橡皮管。检漏时，切断抽气泵的进口通路，由三通的橡皮管端压入空气，使 U 型压力计水柱压差上升到 2kPa，堵住橡皮管进口；如 U 型压力计的液面差在 1min 内不变，则视为不漏气。抽气泵前管段仍按前面的方法检漏。

d) 打开采样孔，清除孔中的积灰。将装有滤筒的采样管插入烟道近中心位置，封闭采样孔。

e) 开动抽气泵，以 25L/min 左右的流量抽气，同时记录采样开始时间。

f) 抽取的排气量应使冷凝器中的冷凝水量在 10mL 以上。采样时每隔数分钟记录冷凝器出口的气体温度 t_v，转子流量计读数 Q'_r，流量计前的气体温度 t_r，压力 P_r 以及采样时间 t。如系统装有累积流量计，应记录开始采样及终止采样时的累积流量。

g) 采样结束，将采样管出口向下倾斜，取出采样管，将凝结在采样管和连接管内的水倾入冷凝器中。用量筒测量冷凝水量。

5.2.2.4 计算

$$X_{sw}=\frac{461.8(273+t_r)G_w+P_vV_a}{461.8(273+t_r)G_w+(B_a+P_r)V_a}\times 100 \quad \cdots\cdots (1)$$

式中：X_{sw}——排气中的水分含量体积百分数，%；

B_a——大气压力，Pa；

G_w——冷凝器中的冷凝水量，g；

P_r——流量计前气体压力，Pa；

P_v——冷凝器出口饱和水蒸气压力（可根据冷凝器出口气体温度 t_v 从空气饱和时水蒸气压力表中查得），Pa；

Q'_r——转子流量计读数，L/min；

t——采样时间，min；

t_r——流量计前气体温度，℃；

V_n——测量状态下抽取烟气的体积（$V_n \approx Q'_r \times t$），L。

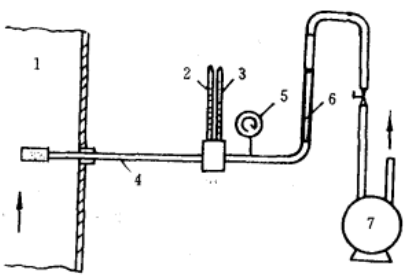
5.2.3 干湿球法

5.2.3.1 原理

使气体在一定的速度下流经干、湿球温度计。根据干、湿球温度计的读数和测点处排气的压力，计算出排气的水分含量。

5.2.3.2 测量装置及仪器

干湿球法采样装置见图 11。



1—烟道；2—干球温度计；3—湿球温度计；
4—保温采样管；5—真空压力表；6—转子流量计；7—抽气泵

图 11 干湿球法测定排气水分含量装置

a) 采样管：见 9.3.1。

b) 干湿球温度计：精确度应不低于 1.5%，最小分度值应不大于 1℃。

c) 真空压力表、转子流量计、抽气泵等的技术要求同 5.2.2.2e～g。

5.2.3.3 测定步骤

a) 检查湿球温度计的湿球表面纱布是否包好，然后将水注入盛水容器中。

b) 打开采样孔，清除孔中的积灰。将采样管插入烟道中心位置，封闭采样孔。

c) 当排气温度较低或水分含量较高时，采样管应保温或加热数分钟后，再开动抽气泵。以 15L/min 流量抽气。

d) 当干、湿球温度计温度稳定后，记录干球和湿球温度。

e) 记录真空压力表的压力。

5.2.3.4 计算

排气中水分含量按式(2)计算：

$$X_{sw}=\frac{P_{bv}-0.00067(t_c-t_b)(B_a+P_b)}{B_a+P_s}\times 100 \quad \cdots\cdots (2)$$

式中：X_{sw}——排气中水分含量体积百分数，%；

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

P_{bv}——温度为 t_b 时饱和水蒸气压力(根据 t_b 值,由空气饱和时水蒸气压力表中查得),Pa;

t_b——湿球温度,℃;

t_c——干球温度,℃;

P_b——通过湿球温度计表面的气体压力,Pa;

B_a——大气压力,Pa;

P_s——测点处排气静压,Pa。

5.2.4 重量法

5.2.4.1 原理

由烟道中抽取一定体积的排气,使之通过装有吸湿剂的吸湿管,排气中的水分被吸湿剂吸收,吸湿管的增重即为已知体积排气中含有的水分量。

5.2.4.2 采样装置及仪器

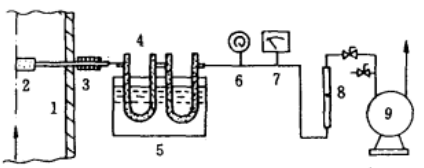
重量法测量排气中水分含量的装置见图 12。

a) 头部带有颗粒物过滤器的加热或保温的气体采样管:详见 9.3.1。

b) U 型吸湿管(图 13)或雪菲尔德吸湿管(图 14):内装氯化钙或硅胶等吸湿剂。

c) 真空压力表:精确度应不低于 4%。

d) 温度计:精确度应不低于 2.5%,最小分度值应不大于 2℃。



1—烟道;2—过滤器;3—加热器;4—吸湿管;5—冷却水槽;
6—真空压力表;7—温度计;8—转子流量计;9—抽气泵

图 12 重量法测定排气水分含量装置

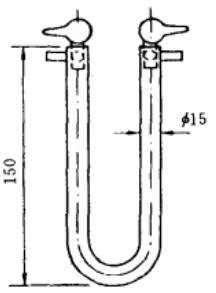


图 13 U 形吸湿管

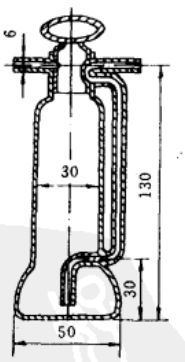


图 14 雪菲尔德吸湿管

e) 转子流量计:精确度应不低于 2.5%。测量范围 0~1.5L/min。

f) 抽气泵:流量为 2L/min 时,抽气能力应能克服烟道及采样系统阻力。当流量计量装置放在抽气泵出口端时,抽气泵应不漏气。

g) 天平:感量应不大于 1mg。

5.2.4.3 准备工作

将粒状吸湿剂装入 U 型吸湿管或雪菲尔德吸湿管内,并在吸湿管进、出口两端充填少量玻璃棉,关

闭吸湿管阀门，擦去表面的附着物后，用天平称重。

5.2.4.4 采样步骤

a) 将仪器按图 12 连接。

b) 检查系统是否漏气，检查漏气的方法是将吸湿管前的连接橡皮管堵死，开动抽气泵，至压力表指示的负压达到 13kPa 时，封闭连接抽气泵的橡皮管，如真空压力表的示值在 1min 内下降不超过 0.15kPa，则视为系统不漏气。

c) 将装有滤料的采样管由采样孔插入烟道中心后，封闭采样孔，对采样管进行预热。

d) 打开吸湿管阀门，以 1L/min 流量抽气，同时记下采样开始时间。采样时间视排气的水分含量大小而定，采集的水分量应不小于 10mg。

e) 记下流量计前气体的温度、压力和流量计读数。

f) 采样结束，关闭抽气泵，记下采样终止时间，关闭吸湿管阀门，取下吸湿管。

g) 擦去吸湿管表面的附着物后，用天平称重。

5.2.4.5 计算

排气中水分含量按式(3)计算：

$$X_{sw}=\frac{1.24G_m}{V_d\left(\frac{273}{273+t_r}\times\frac{B_a+P_r}{101300}\right)+1.24G_m}\times 100 \quad \cdots\cdots (3)$$

式中：X_{sw}——排气中水分含量的体积百分数，%；

G_m——吸湿管吸收的水分重量，g；

V_d——测量状况下抽取的干气体体积($V_d\approx(Q'_r\times t)$)，L；

Q'_r——转子流量计读数，L/min；

t——采样时间，min；

t_r——流量计前气体温度，℃；

P_r——流量计前气体压力，Pa；

B_a——大气压力，Pa。

1.24——在标准状态下，1g 水蒸气所占有的体积，L。

5.3 排气中 CO，CO_2，O_2 等气体成分的测定

采用奥氏气体分析仪或等效的仪器法测定。

5.3.1 采样位置及测点

按 4.2.1 和 4.2.4 确定。可在烟道近中心处一点上采样。

5.3.2 奥氏气体分析仪法

5.3.2.1 原理

用不同的吸收液分别对排气的各成分逐一进行吸收，根据吸收前、后排气体积的变化，计算出该成分在排气中所占的体积百分数。

5.3.2.2 采样装置及仪器

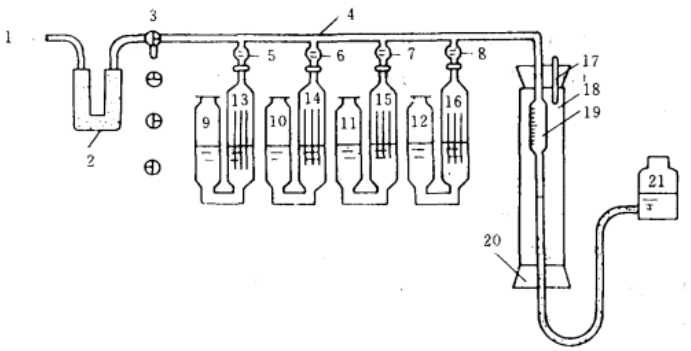
a) 带有滤尘头的内径 φ6mm 的聚四氟乙烯或不锈钢采样管。

b) 二连球或便携式抽气泵。

c) 球胆或铝箔袋。

d) 奥氏气体分析仪(图 15)。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载



1—进气管；2—干燥器；3—三通旋塞；4—梳形管；5、6、7、8—旋塞；
9、10、11、12—缓冲瓶；13、14、15、16—吸收瓶；17—温度计；18—水套管；
19—量气管；20—胶塞；21—水准瓶

图 15 奥氏气体分析仪

5.3.2.3 试剂

a) 各种化学试剂：分析纯。

b) 氢氧化钾溶液：将 75.0g 氢氧化钾溶于 150.0mL 的蒸馏水中，将上述溶液装入吸收瓶 16 中。

c) 焦性没食子酸碱溶液：称取 20.0g 焦性没食子酸溶于 40.0mL 蒸馏水中，55.0g 氢氧化钾溶于 110.0mL 水中。将两种溶液装入吸收瓶 15 内混合。为了使溶液与空气完全隔绝，防止氧化，可在缓冲瓶 11 内，加入少量液体石腊。

d) 铜氨络离子溶液：称取 250.0g 氯化铵，溶于 750.0mL 水中，过滤于装有铜丝或铜粒的 1000mL 细口瓶中，再加 200.0g 氯化亚铜，将瓶口封严，放数日至溶液褪色。使用时量取上述溶液 105.0mL 和 45.0mL 浓氨水，混匀，装入吸收瓶 14 中。

e) 封闭液：含 5%硫酸的氯化钠饱和溶液约 500mL，加 1mL 甲基橙指示液，取 150.0mL 装入吸收瓶 13。其余的溶液装入水准瓶 21 内。

5.3.2.4 采样步骤

a) 将采样管、二连球（或便携式抽气泵）与球胆（或铝箔袋）连好。

b) 将采样管插入到烟道近中心处，封闭采样孔。

c) 用二连球或抽气泵将烟气抽入球胆或铝箔袋中，用烟气反复冲洗排空 3 次，最后采集约 500mL 烟气样品，待分析。

5.3.2.5 分析步骤

a) 检查奥氏气体分析仪的严密性

(a)将吸收液液面提升到旋塞 5、6、7、8 的下标线处，关闭旋塞。各吸收瓶中的吸收液液面应不下降。

(b)打开三通旋塞 3，提高水准瓶，使量气管液面位于 50mL 刻度处，关闭三通旋塞 3，再降低水准瓶，量气管中液位经 2～3min 不发生变化。

b) 取气样

(a)将盛有排气样的球胆或铝箔袋连接奥氏气体分析器进气管 1，将三通旋塞 3 联通大气，抬高水准瓶，使量气管液面至 100mL 处，然后将旋塞 3 联通烟气样品，降低水准瓶，使量气管液面降至零处，再将旋塞 3 联通大气，提高水准瓶，排出气体，反复 2～3 次，以冲洗整个系统，排除系统中残余空气。

(b) 将旋塞 3 联通气样，取烟气样品 100mL，取样时使量气管中液面降到“0”刻度稍下，并保持水准瓶液面与量气管液面在同一水平面上，关闭旋塞 3，待气样冷却 2min 左右后，提高水准瓶，使量气管内凹液面对准“0”刻度线。

c) 分析

分析的顺序是 CO_2，O_2，CO。

(a) 稍提高水准瓶，再打开旋塞 8 将气样送入吸收瓶，往复抽送烟气样品 4～5 次后，将吸收瓶 16 的吸收液液面恢复至原位标线，关闭旋塞 8，对齐量气管和水准瓶液面，读数。为了检查是否吸收完全，打开旋塞 8，重复上述操作，往复抽送气样 2～3 次，关闭旋塞 8，读数。两次读数相等，表示吸收完全，记下量气管体积。该体积为 CO_2 被吸收后气体的体积 a。

(b) 用吸收瓶 15、14、13 分别吸收气体中的氧、一氧化碳和吸收过程中放出的氮气。操作方法同(a)，读数分别为 b 和 c。

(c) 分析完毕，将水准瓶抬高，打开旋塞 3 排出仪器中的烟气，关闭旋塞 3 后再降低水准瓶，以免吸入空气。

5.3.2.6 计算

排气各成分的体积百分含量计算如下：

二氧化碳：$X_{CO_2}=(100-a)\%$

氧：$X_{O_2}=(a-b)\%$

一氧化碳：$X_{CO}=(b-c)\%$

氮：$X_{N_2}=c\%$

式中：a、b、c 分别为 CO_2、O_2、CO 被吸收液吸收后烟气体积的剩余量(mL)；“100”是所取的烟气体积(mL)。

5.4 排气压力的测定

排气的压力一般是指其静压 P_s，测定排气静压的仪器及方法见 7.5.2。

6 排气密度和气体分子量的计算

6.1 排气密度的计算

6.1.1 排气密度和其分子量、气温、压力的关系由下式计算：

$$\rho_s=\frac{M_s(B_a+P_s)}{8312(273+t_s)} \quad \cdots\cdots (4)$$

式中：ρ_s——排气的密度，kg/m^3；

M_s——排气气体的分子量，kg/kmol；

B_a——大气压力，Pa；

P_s——排气的静压，Pa；

t_s——排气的温度，℃。

$$8312=\frac{22.4\times 101300}{273},\ J/K。$$

6.1.2 标准状态下湿排气的密度按下式计算：

$$\rho_n=\frac{M_s}{22.4}=\frac{1}{22.4}[(M_{O_2}X_{O_2}+M_{CO}X_{CO}+M_{CO_2}X_{CO_2}+M_{N_2}X_{N_2}](1-X_{sw})+M_{H_2O}X_{sw}] \quad \cdots\cdots (5)$$

式中：ρ_n——标准状态下湿排气的密度，kg/m^3；

M_s——湿排气气体的分子量，kg/kmol；

M_{O_2}、M_{CO}、M_{CO_2}、M_{N_2}、M_{H_2O}——排气中氧、一氧化碳、二氧化碳、氮气和水的分子量，kg/kmol；

X_{O_2}、X_{CO}、X_{CO_2}、X_{N_2}——干排气中氧、一氧化碳、二氧化碳、氮气的体积百分数，%；

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

X_{sw}——排气中水分含量的体积百分数，%。

6.1.3 测量状态下烟道内湿排气的密度按式(6)计算：

$$\rho_s=\rho_n\frac{273}{273+t_s}\times\frac{B_a+P_s}{101300} \quad \cdots\cdots (6)$$

式中：ρ_s——测量状态下烟道内湿排气的密度，kg/m^3；

P_s——排气的静压，Pa。

6.2 排气气体分子量的计算

6.2.1 排气气体分子量的计算

已知各成分气体的体积百分数 X_i 和其分子量 M_i，排气气体的分子量按式(7)计算：

$$M_s=\Sigma X_iM_i \quad \cdots\cdots (7)$$

式中：M_s——排气气体的分子量，kg/kmol；

X_i——某一成分气体的体积百分数，%；

M_i——某一成分气体的分子量，kg/kmol。

6.2.2 干排气气体分子量的计算

干排气气体的分子量 M_{sd} 按式(8)计算：

$$M_{sd}=X_{O_2}M_{O_2}+X_{CO}M_{CO}+X_{CO_2}M_{CO_2}+X_{N_2}M_{N_2} \quad \cdots\cdots (8)$$

6.2.3 湿排气气体分子量的计算

湿排气气体分子量 M_s 按式(9)计算：

$$M_s=(X_{O_2}M_{O_2}+X_{CO}M_{CO}+X_{CO_2}M_{CO_2}+X_{N_2}M_{N_2})(1-X_{sw})+X_{sw}M_{H_2O} \quad \cdots\cdots (9)$$

7 排气流速、流量的测定

7.1 测量位置及测点

按照 4.2.1 和 4.2.4 的要求选定。

7.2 原理

排气的流速与其动压平方根成正比，根据测得某测点处的动压、静压以及温度等参数，由式(10)计算出排气流速。

7.3 测量装置及仪器

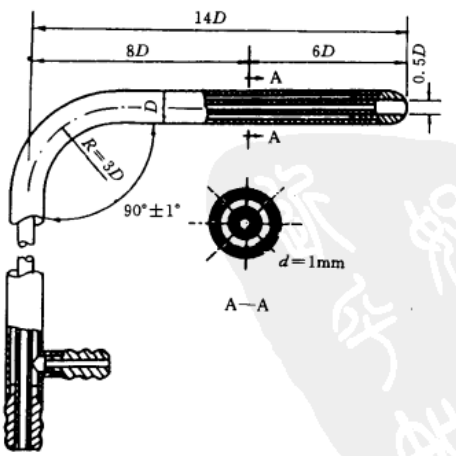


图 16 标准型皮托管

a) 标准型皮托管：标准型皮托管的构造如图 16 所示。它是一个弯成 90°的双层同心圆管，前端呈半

圆形，正前方有一开孔，与内管相通，用来测定全压。在距前端 6 倍直径处外管壁上开有一圈孔径为 1mm 的小孔，通至后端的侧出口，用于测定排气静压。

按照上述尺寸制作的皮托管其修正系数为 0.99±0.01，如果未经标定，使用时可取修正系数 K_p 为 0.99。

标准型皮托管的测孔很小，当烟道内颗粒物浓度大时，易被堵塞。它适用于测量较清洁的排气。

b) S 型皮托管：S 型皮托管的结构见图 17。它是由两根相同的金属管并联组成。测量端有方向相反的两个开口，测定时，面向气流的开口测得的压力为全压，背向气流的开口测得的压力小于静压。按照图 17 设计要求制作的 S 型皮托管，其修正系数 K_p 为 0.84±0.01。制作尺寸与上述要求有差别的 S 型皮托管的修正系数需进行校正。其正、反方向的修正系数相差应不大于 0.01。S 型皮托管的测压孔开口较大，不易被颗粒物堵塞，且便于在厚壁烟道中使用。

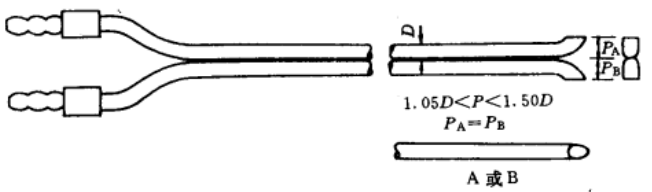


图 17　S 型皮托管

c) 斜管微压计：斜管微压计用于测定排气的动压，其精确度应不低于 2%，最小分度值应不大于 2Pa。

d) U 型压力计：U 型压力计用于测定排气的全压和静压，其最小分度值应不大于 10Pa。

e) 大气压力计：最小分度值应不大于 0.1kPa。

7.4　准备工作

7.4.1　将微压计调整至水平位置。

7.4.2　检查微压计液柱中有无气泡。

7.4.3　检查微压计是否漏气。向微压计的正压端（或负压端）入口吹气（或吸气），迅速封闭该入口，如微压计的液柱位置不变，则表明该通路不漏气。

7.4.4　检查皮托管是否漏气。用橡皮管将全压管的出口与微压计的正压端连接，静压管的出口与微压计的负压端连接。由全压管测孔吹气后，迅速堵严该测孔，如微压计的液柱位置不变，则表明全压管不漏气；此时再将静压测孔用橡皮管或胶布密封，然后打开全压测孔，此时微压计液柱将跌落至某一位置，如液面不继续跌落，则表明静压管不漏气。

7.5　测量步骤

7.5.1　测量气流的动压（图 18）

a) 将微压计的液面调整到零点。

b) 在皮托管上标出各测点应插入采样孔的位置。

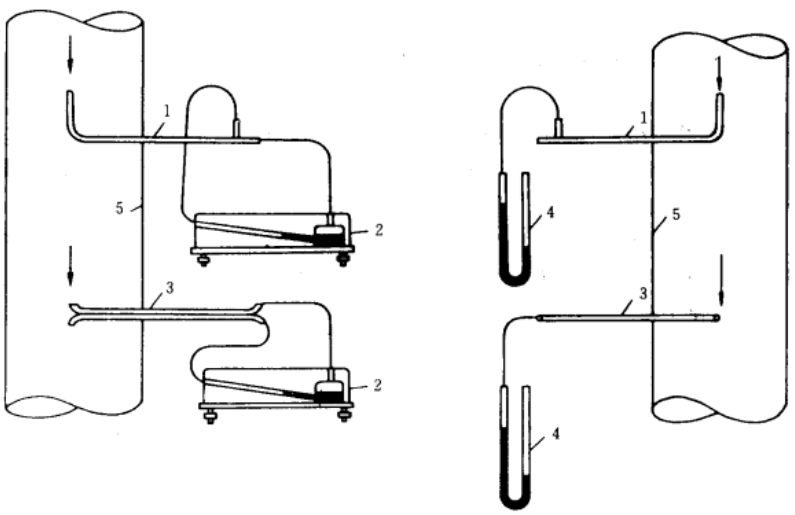
c) 将皮托管插入采样孔。使用 S 型皮托管时，应使开孔平面垂直于测量断面插入。如断面上无涡流，微压计读数应在零点左右。使用标准皮托管时，在插入烟道前，切断皮托管和微压计的通路，以避免微压计中的酒精被吸入到连接管中，使压力测量产生错误。

d) 在各测点上，使皮托管的全压测孔正对着气流方向，其偏差不得超过 10°，测出各点的动压，分别记录在表中。重复测定一次，取平均值。

e) 测定完毕后，检查微压计的液面是否回到原点。

7.5.2　测量排气的静压（图 18）

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载



1—标准皮托管；2—斜管微压计；3—S 型皮托管；4—U 型压力计；5—烟道

图 18　动压及静压的测定装置

a）将皮托管插入烟道近中心处的一个测点。

b）使用 S 型皮托管测量时只用其一路测压管。其出口端用胶管与 U 型压力计一端相连，将 S 型皮托管插入到烟道近中心处，使其测量端开口平面平行于气流方向，所测得的压力即为静压。

c）使用标准型皮托管时，用胶管将其静压管出口端与 U 型压力计一端相连，将皮托管伸入到烟道近中心处，使其全压测孔正对气流方向，所测得的压力即为静压。

7.5.3　测量排气的温度

7.5.4　测量大气压力

a）使用大气压力计直接测出。

b）也可以根据当地气象站给出的数值，加或减因测点与气象站标高不同所需的修正值。即标高每增加 10m，大气压力约减小 110Pa。

7.6　排气流速和流量的计算

7.6.1　排气流速的计算

7.6.1.1　测点气流速度 V_s 按式(10)计算

$$V_s=K_p\sqrt{\frac{2P_d}{\rho_s}}=128.9K_p\sqrt{\frac{(273+t_s)P_d}{M_s(B_a+P_s)}} \quad \cdots\cdots (10)$$

当干排气成分与空气近似，排气露点温度在 35～55℃之间、排气的绝对压力在 97～103kPa 之间时，V_s 可按式(11)计算：

$$V_s=0.076K_p\sqrt{273+t_s}\cdot\sqrt{P_d} \quad \cdots\cdots (11)$$

对于接近常温、常压条件下($t=20$℃，$B_a+P_s=101300$Pa)，通风管道的空气流速 V_a 按式(12)计算：

$$V_a=1.29K_p\sqrt{P_d} \quad \cdots\cdots (12)$$

式中：V_s——湿排气的气体流速，m/s；

V_a——常温常压下通风管道的空气流速，m/s；

B_a——大气压力，Pa；

K_p——皮托管修正系数；

P_d——排气动压，Pa；

P_s——排气静压，Pa；

ρ_s——湿排气的密度，kg/m³；

M_s——湿排气的分子量，kg/kmol；

t_s——排气温度，℃。

7.6.1.2 平均流速的计算

烟道某一断面的平均流速 $\bar{V}_s$ 可根据断面上各测点测出的流速 V_{si}，由式(13)计算：

$$\bar{V}_s=\frac{\sum_{i=1}^{n}V_{si}}{n}=128.9K_p\sqrt{\frac{273+t_s}{M_s(B_a+P_s)}}\cdot\frac{\sum_{i=1}^{n}\sqrt{P_{di}}}{n} \quad \cdots\cdots (13)$$

式中：P_{di}——某一测点的动压，Pa；

n——测点的数目。

当干排气成分与空气相近，排气露点温度为 35～55℃之间，排气绝对压力在 97～103kPa 之间时，某一断面的平均气流速度 $\bar{V}_s$ 按式(14)计算：

$$\bar{V}_s=0.076K_p\sqrt{273+t_s}\cdot\frac{\sum_{i=1}^{n}\sqrt{P_{di}}}{n} \quad \cdots\cdots (14)$$

对于接近常温、常压条件下($t=20℃$，$B_a+P_s=101300Pa$)，通风管道中某一断面的平均空气流速 $\bar{V}_a$ 按式(15)计算：

$$\bar{V}_a=1.29K_p\frac{\sum_{i=1}^{n}\sqrt{P_{di}}}{n} \quad \cdots\cdots (15)$$

7.6.2 排气流量的计算

7.6.2.1 工况下的湿排气流量 Q_s 按式(16)计算：

$$Q_s=3600\cdot F\cdot\bar{V}_s \quad \cdots\cdots (16)$$

式中：Q_s——工况下湿排气流量，m³/h；

F——测定断面面积，m²；

$\bar{V}_s$——测定断面的湿排气平均流速，m/s。

7.6.2.2 标准状态下干排气流量 Q_{sn} 按式(17)计算：

$$Q_{sn}=Q_s\cdot\frac{B_a+P_s}{101300}\cdot\frac{273}{273+t_s}(1-X_{sw}) \quad \cdots\cdots (17)$$

式中：Q_{sn}——标准状态下干排气流量，m³/h；

B_a——大气压力，Pa；

P_s——排气静压，Pa；

t_s——排气温度，℃；

X_{sw}——排气中水分含量体积百分数，%。

7.6.2.3 常温常压条件下，通风管道中的空气流量按式(18)计算：

$$Q_a=3600\cdot F\cdot\bar{V}_a \quad \cdots\cdots (18)$$

式中：Q_a——通风管道中的空气流量，m³/h。

8 排气中颗粒物的测定

8.1 采样位置和采样点，按 4.2.1 和 4.2.4 确定。

8.2 测定方法概要

8.2.1 颗粒物等速采样方法原理

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

将烟尘采样管由采样孔插入烟道中，使采样嘴置于测点上，正对气流，按颗粒物等速采样原理，即采样嘴的吸气速度与测点处气流速度相等（其相对误差应在10%以内），抽取一定量的含尘气体。根据采样管滤筒上所捕集到的颗粒物量和同时抽取的气体量，计算出排气中颗粒物浓度。

维持颗粒物等速采样的方法有普通型采样管法（即预测流速法）、皮托管平行测速采样法、动压平衡型采样管法和静压平衡型采样管法等四种。可根据不同测量对象状况，选用其中的一种方法。

8.2.2 移动采样

用一个滤筒在已确定的采样点上移动采样，各点采样时间相等，求出采样断面的平均浓度。

8.2.3 定点采样

每个测点上采一个样，求出采样断面的平均浓度，并可了解烟道断面上颗粒物浓度变化状况。

8.2.4 间断采样

对有周期性变化的排放源，根据工况变化及其延续时间，分段采样，然后求出其时间加权平均浓度。

8.3 普通型采样管法（预测流速法）

8.3.1 原理

采样前预先测出各采样点处的排气温度、压力、水分含量和气流速度等参数，结合所选用的采样嘴直径，计算出等速采样条件下各采样点所需的采样流量，然后按该流量在各测点采样。

8.3.2 等速采样的流量按式(19)计算：

$$Q_r'=0.00047d^2\cdot V_s\left(\frac{B_a+P_s}{273+t_s}\right)\left[\frac{M_{sd}(273+t_r)}{B_a+P_r}\right]^{1/2}(1-X_{sw}) \quad \cdots\cdots\cdots\cdots (19)$$

式中：Q_r'——等速采样流量的转子流量计读数，L/min；

d——采样嘴直径，mm；

V_s——测点气体流速，m/s；

B_a——大气压力，Pa；

P_s——排气静压，Pa；

P_r——转子流量计前气体压力，Pa；

t_s——排气温度，℃；

t_r——转子流量计前气体温度，℃；

M_{sd}——干排气的分子量，kg/kmol；

X_{sw}——排气中的水分含量体积百分数，%。

当干排气成分和空气近似时，等速采样流量 Q_r' 按式(20)计算：

$$Q_r'=0.0025d^2\cdot V_s\left(\frac{B_a+P_s}{273+t_s}\right)\left[\frac{273+t_r}{B_a+P_r}\right]^{1/2}(1-X_{sw}) \cdots\cdots\cdots\cdots (20)$$

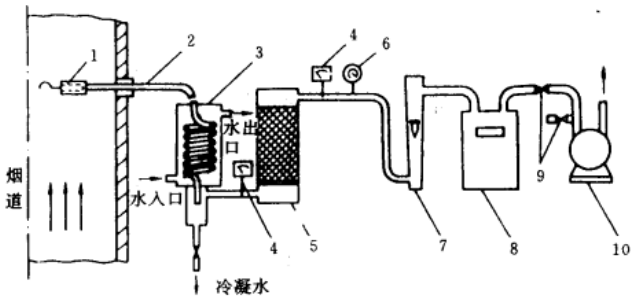
普通型采样管法，适用于工况比较稳定的污染源采样。尤其是在烟道气流速度低、高温、高湿、高粉尘浓度的情况下，均有较好的适应性。并可配用惯性尘粒分级仪测量颗粒物的粒径分级组成。

8.3.3 采样装置和仪器

普通型采样管采样装置见图19，它由普通型采样管、颗粒物捕集器、冷凝器、干燥器、流量计量和控制装置、抽气泵等几部分组成。当排气中含有二氧化硫等腐蚀性气体时，在采样管出口还应设置腐蚀性气体的净化装置（如双氧水洗涤瓶等）。

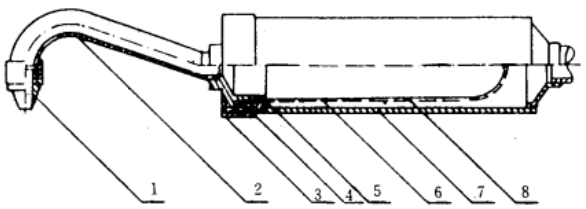
8.3.3.1 采样管。采样管有玻璃纤维滤筒采样管和刚玉滤筒采样管两种。

a）玻璃纤维滤筒采样管。由采样嘴、前弯管、滤筒夹、滤筒、采样管主体等部分组成（图20）。滤筒由滤筒夹顶部装入，靠入口处两个锥度相同的圆锥环夹紧固定。在滤筒外部有一个与滤筒外形一样而尺寸稍大的多孔不锈钢托，用以承托滤筒，以防采样时滤筒破裂。采样管各部件均用不锈钢制作及焊接。



1—滤筒；2—采样管；3—冷凝器；4—温度计；5—干燥器；6—真空压力表；
7—转子流量计；8—累积流量计；9—调节阀；10—抽气泵

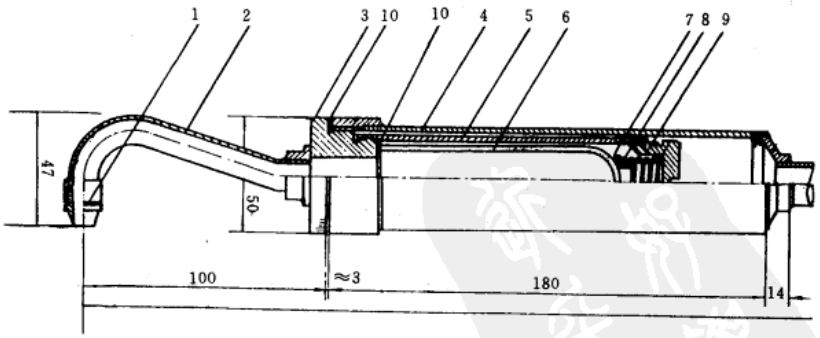
图 19　普通型采样管法颗粒物采样装置



1—采样嘴；2—前弯管；3—滤筒夹压盖；4—滤筒夹；5—滤筒夹；
6—不锈钢托；7—采样管主体；8—滤筒

图 20　玻璃纤维滤筒采样管

b) 刚玉滤筒采样管。由采样嘴、前弯管、滤筒夹、刚玉滤筒、滤筒托、耐高温弹簧、石棉垫圈、采样管主体等部分组成(图 21)。刚玉滤筒由滤筒夹后部放入，藉滤筒托、耐高温弹簧和滤筒夹可调后体压紧在滤筒夹前体上。滤筒进口与滤筒夹前体和滤筒夹与采样管接口处用石棉或石墨垫圈密封。采样管各部件均用不锈钢制作和焊接。



1—采样嘴；2—前弯管；3—滤筒夹前体；4—采样管主体；5—滤筒夹中体；
6—刚玉滤筒；7—滤筒托；8—耐高温弹簧；9—滤筒夹后体；10—石棉垫圈

图 21　刚玉滤筒采样管

8.3.3.2　采样嘴。采样嘴入口角度应不大于 45°，与前弯管连接的一端的内径 d_1 应与连接管内径相同，不得有急剧的断面变化和弯曲(图 22)。入口边缘厚度应不大于0.2mm，入口直径 d 偏差应不大于

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

±0.1mm，其最小直径应不小于5mm。

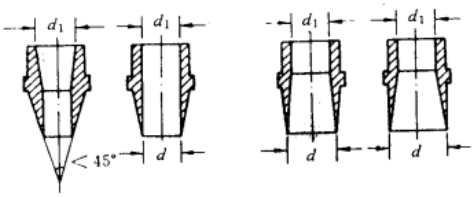


图22 采样嘴

8.3.3.3 滤筒

a）玻璃纤维滤筒。由玻璃纤维制成，有直径32 mm和25 mm两种。对0.5μm的粒子捕集效率应不低于99.9%。失重应不大于2 mg，适用温度为500℃以下。

b）刚玉滤筒。由刚玉砂等烧结而成。规格为φ28 mm(外径)×100 mm，壁厚1.5±0.3 mm。对0.5μm的粒子捕集效率应不低于99%。失重应不大于2 mg，适用温度为1000℃以下。空白滤筒阻力，当流量为20 L/min时，应不大于4 kPa。

8.3.3.4 流量计量箱。包括冷凝水收集器、干燥器、温度计、真空压力表、转子流量计，和根据需要加装的累积流量计等。

a）冷凝水收集器。用于分离、贮存在采样管、连接管中冷凝下来的水。冷凝水收集器容积应不小于100 mL，放水开关关闭时应不漏气。出口处应装有温度计，用于测定排气的露点温度。

b）干燥器。容积应不小于0.8L，高度不小于150 mm，内装硅胶。气体出口应有过滤装置，装料口处应有密封圈。用于干燥进入流量计前的湿排气。

c）温度计。精确度应不低于2.5%，温度范围－10～60℃，最小分度值应不大于2℃。分别用于测量气体的露点和进入流量计的气体温度。

d）真空压力表。精确度应不低于4%，最小分度值应不大于0.5kPa。用于测量进入流量计的气体压力。

e）转子流量计。精确度应不低于2.5%，最小分度值应不大于1L/min。用于控制和测量采样时的瞬时流量。

f）累积流量计。精确度应不低于2.5%，用于测量采样时段的累积流量。

8.3.3.5 冷凝器。其技术要求见5.2.2.2之b。

8.3.3.6 抽气泵。当流量为40L/min时，其抽气能力应能克服烟道及采样系统阻力。如流量计量装置放在抽气泵出口，抽气泵应不漏气。

8.3.3.7 天平。感量0.1mg。

8.3.3.8 秒表。

8.3.4 采样准备

a）滤筒处理和称重。用铅笔将滤筒编号，在105～110℃烘箱中烘烤1h，取出放入干燥器中冷却至室温，用感量0.1mg天平称量，两次重量之差应不超过0.5 mg。当滤筒在400℃以上高温排气中使用时，为了减少滤筒本身减重，应预先在400℃高温箱中烘烤1h，然后放入干燥器中冷却至室温，称量至恒重，放入专用的容器中保存。

b）检查所有的测试仪器功能是否正常，干燥器中的硅胶是否失效。

c）检查系统是否漏气，如发现漏气，应再分段检查，堵漏，直到合格。检查漏气的方法同5.2.2.3的c。

8.3.5 采样步骤

a）记下滤筒编号，将滤筒装入采样管，用滤筒压盖或滤筒托，将滤筒进口压紧。

b）对采样系统进行检漏，方法同5.2.2.3的c。

c) 根据烟道断面大小，确定采样点数和位置，然后将各采样点的位置用胶布在皮托管和采样管上作出记号。

d) 打开烟道的采样孔，清除孔中的积灰。

e) 按顺序测定排气温度、水分含量、静压和各采样点的气体动压。如干排气成分与空气的成分有较大差异时，还应测定排气的成分。进行各项测定时，应将采样孔封闭。

f) 根据测得的排气温度、水分含量、静压和各采样点的流速，结合选用的采样嘴直径，按式(19)或(20)算出各采样点的等速采样流量。

g) 装上所选定的采样嘴，开动抽气泵调整流量至第一个采样点所需的等速采样流量，关闭抽气泵。记下累积流量计初读数 V_1。

h) 将采样管插入烟道中第一采样点处，将采样孔封闭，使采样嘴对准气流方向(其与气流方向偏差不得大于 10°)，然后开动抽气泵，并迅速调整流量到第一个采样点的采样流量。

i) 采样期间，由于颗粒物在滤筒上逐渐聚集，阻力会逐渐增加，需随时调节控制阀以保持等速采样流量，并记下流量计前的温度、压力和该点的采样延续时间。

j) 一点采样后，立即将采样管按顺序移到第二个采样点，同时调节流量至第二个采样点所需的等速采样流量。依次类推，顺序在各点采样。每点采样时间视颗粒物浓度而定，原则上每点采样时间应不少于 3min。各点采样时间应相等。

k) 采样结束后，关闭抽气泵，小心地从烟道取出采样管，注意不要倒置。记录累积流量计终读数 V_2。如采样管倒置采样，采样结束时，应及时记下采样时间及累积流量计终读数 V_2，并迅速从烟道中取出采样管，正置后，再关闭抽气泵。

l) 用镊子将滤筒取出，轻轻敲打前弯管，并用细毛刷将附着在前弯管内的尘粒刷到滤筒中，将滤筒用纸包好，放入专用盒中保存。

m) 每次采样，至少采取三个样品，取其平均值。

n) 采样后应再测量一次采样点的流速，与采样前的流速相比，如相差大于 20%，样品作废，重新取样。

8.3.6 样品分析

采样后的滤筒放入 105℃烘箱中烤 1h，取出置于干燥器中，冷却至室温，用感量 0.1 mg 天平称量至恒重。采样前后滤筒重量之差，即为采取的颗粒物量。

8.4 皮托管平行测速采样法

8.4.1 原理

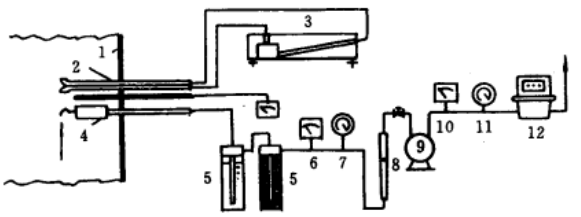
此法与普通型采样管法基本相同，将普通采样管、S 型皮托管和热电偶温度计固定在一起，采样时将三个测头一起插入烟道中同一测点，根据预先测得的排气静压，水分含量和当时测得的测点动压、温度等参数，结合选用的采样嘴直径，由编有程序的计算器及时算出等速采样流量(等速采样流量的计算与预测流速法相同)。调节采样流量至所要求的转子流量计读数进行采样。采样流量与计算的等速采样流量之差应在 10%以内。此法的特点是当工况发生变化时，可根据所测得的流速等参数值，及时调节采样流量，保证颗粒物的等速采样条件。

8.4.2 采样装置和仪器

皮托管平行测速采样装置由组合采样管、除硫干燥器、流量计量箱、抽气泵等部分组成，其系统见图 23。

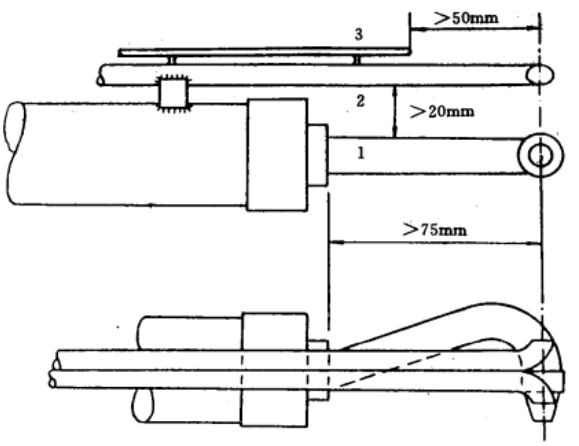
8.4.2.1 组合采样管。由普通型采样管和与之平行放置的 S 型皮托管、热电偶温度计固定在一起组成，三者之间的相对位置见图 24。普通型采样管、S 型皮托管、热电偶温度计的技术要求见 8.3.3.1～8.3.3.3和 7.3b 及 5.1.2。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载



1—烟道；2—皮托管；3—斜管微压计；4—采样管；5—除硫干燥器；6—温度计；7—真空压力表；8—转子流量计；9—真空泵；10—温度计；11—压力表；12—累积流量计

图 23 皮托管平行测速法固体颗粒物采样装置



1—采样管；2—S 型皮托管；3—热电偶温度计

图 24 组合采样管相对位置要求

8.4.2.2 除硫干燥器。由气体洗涤瓶(内装 3%双氧水约 600～800mL)和干燥器串联组成。

8.4.2.3 流量计量箱。由温度计、真空压力表、转子流量计和累积流量计等组成。其技术要求同普通型采样管法的 8.3.3.4。

8.4.2.4 抽气泵、天平。技术要求同普通型采样管法的 8.3.3.6～8.3.3.7。

8.4.3 采样准备。采样准备与普通型采样管法相同。

8.4.4 采样步骤

a) 根据烟道尺寸确定采样点的数目和位置，将各采样点的位置在采样管上作出标记。

b) 记下滤筒的编号，将已称重的滤筒装入采样管内，并装上所选定的采样嘴。

c) 打开烟道的采样孔，清除孔中的积灰。

d) 测量排气中水分含量。

e) 测量排气的静压。将组合采样管小心地插入烟道近中心处，使 S 型皮托管的测压孔平面平行于气流，将其一侧出口用橡皮管与 U 形压力计相连，测出排气的静压。

f) 测量排气的动压。将 S 型皮托管的两个测压出口用橡皮管与斜管微压计连接(连接时应将橡皮管气路切断)，将测压孔准确地置于第一采样点上。旋转 90°使其全压测孔正对着气流方向(偏差应小于 10°)，测出排气的动压。

g) 将组合采样管旋转 90°，读出热电偶温度计指示的排气温度。

h）将所测得的排气的水分含量 X_{sw}，静压 P_s，动压 P_d、温度 t_s 和采样嘴直径 d 输入到按式(19)或(20)编成程序的计算器中，计算出第一点采样的流量计读数 Q'_{r1}。

i）记下累积流量计初读数 V_1。

j）将组合采样管旋转 90°，使采样嘴及 S 型皮托管全压测孔正对着气流。开动抽气泵，记录采样开始时间，迅速调节采样流量到第一测点所需的等速采样流量值 Q'_{r1}，进行采样。采样流量与计算的等速采样流量之差应在 10%以内。

k）采样期间当动压、温度等有较大变化时，需随时将有关参数输入计算器，重新计算等速采样流量，并调节流量计至所需的等速采样流量。另外，由于颗粒物在滤筒内壁逐渐聚集，使其阻力增加，也需及时调节控制阀以保持等速采样流量。记录排气的温度，动压，流量计前的气体温度，压力及该点的采样延续时间。

l）一点采样后，立即将采样管移至第二采样点。根据在第二点所测得的动压 P_d、排气温度 t_s，计算出第二采样点的等速采样流量 Q'_{r2}，迅速调整采样流量到 Q'_{r2}，继续进行采样。依次类推，顺序在各点采样。

m）采样完毕后，关闭抽气泵。从烟道中小心地取出采样管。记录累积流量计的终读数 V_2。

n）采样前的检漏、其他操作与普通型采样管法相同。

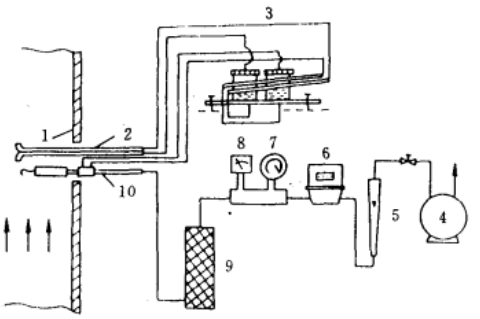
8.5 动压平衡型等速采样管法

8.5.1 原理

利用装置在采样管中的孔板在采样抽气时产生的压差和与采样管平行放置的皮托管所测出的气体动压相等来实现等速采样。此法的特点是，当工况发生变化时，它通过双联斜管微压计的指示，可及时调整采样流量，保证等速采样的条件。

8.5.2 采样装置和仪器

采样装置由动压平衡型组合采样管、双联斜管微压计、流量计量箱和抽气泵等部分组成(图 25)。



1—烟道；2—皮托管；3—双联斜管微压计；4—抽气泵；5—转子流量计；
6—累积流量计；7—真空压力表；8—温度计；9—干燥器；10—采样管

图 25 动压平衡法固体颗粒物采样装置

a）动压平衡型组合采样管系由滤筒采样管和与之平行放置的 S 型皮托管构成。采样管的滤筒夹后装有孔板，用于控制等速采样流量。S 型皮托管用于测量排气流速。二者间的相对位置应满足图 24 的要求。标定时孔板上游应维持 3kPa 的真空度，孔板的系数和 S 型皮托管的系数相差应不超过 2%。

b）双联斜管微压计，用于测定 S 型皮托管的动压和孔板的压差。斜管微压计应符合 7.3c 的规定，二微压计之间的误差应不大于 5Pa。

c）流量计量箱。除增加一累积流量计外，其他与普通型采样管法相同，应符合 8.3.3.4 条的规定。

d）累积流量计。其精确度应不低于 2.5%。

e）抽气泵、天平的技术要求见 8.3.3.6～8.3.3.7。

8.5.3 采样步骤

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

a) 将仪器放在平整的地方，调整双联斜管微压计至水平位置和液柱至零点，按图 25 连接仪器各部件，连接时要注意微压计正负方向，并保持管路畅通，以免一端压力过大，将微压计溶液抽出。

b) 记下滤筒编号，将已称重的滤筒装入采样管内，使采样嘴对着气流方向插入管道，置于第一个采样点处，此时连接皮托管的微压计即指示采样点处气体动压。记下累积流量计的初读数 V_1。

c) 打开抽气泵，调节采样流量，使孔板的差压读数等于皮托管的气体动压读数，即达到了等速采样条件。采样过程中，要随时注意调节流量，使两微压计读数相等，以保持等速采样条件。

d) 采样的同时，记下测点气体的动压、流量计前气体的温度、压力和每一点的采样延续时间。

e) 一点采样后，将采样管移到下一个采样点处继续采样，操作同前。采样完毕，记下累积流量计的终读数 V_2。

f) 采样前采样系统的检漏，其他操作以及滤筒处理均与普通型采样管法相同。

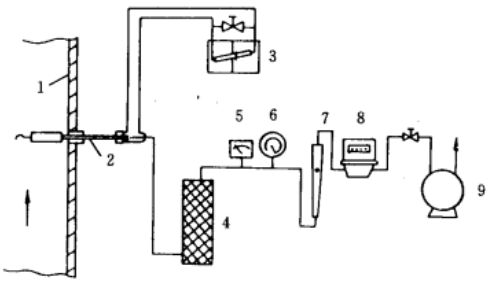
8.6 静压平衡型等速采样管法

8.6.1 原理

静压平衡型等速采样管法是利用在采样管入口配置的专门采样嘴，在嘴的内外壁上分别开有测量静压的条缝，调节采样流量使采样嘴内、外条缝处静压相等，达到等速采样条件。此法用于测量低含尘浓度的排放源，操作简单，方便。但在高含尘浓度及尘粒粘结性强的场合下，此法的应用受到限制。也不宜用于反推烟气流速和流量，以代替流速流量的测量。

8.6.2 采样装置和仪器

静压平衡等速采样装置主要由静压平衡采样管、压力偏差指示计、流量计量箱和抽气泵等部分组成。(图 26)。



1—烟道；2—采样管；3—压力偏差指示器；4—干燥器；5—温度计；
6—真空压力表；7—转子流量计；8—累积流量计；9—抽气泵

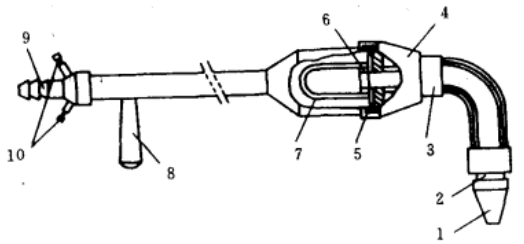
图 26 静压平衡法固体颗粒物采样装置

a) 静压平衡采样管。其结构见图 27。应在风洞中对不同直径的采样嘴在高、中、低不同流速下进行标定，至少各标定 3 点，其等速误差应不大于±5%。

b) 压力偏差指标计。它是一倾斜角较小的指零微压计，用以指示采样嘴内外条缝处的静压差。零点前后的最小分度值应不大于 2Pa。

c) 流量计量箱中的干燥器、温度计、真空压力表、转子流量计、累积流量计等的技术要求同 8.3.3.4。

d) 抽气泵、天平。其技术要求同 8.3.3.6～8.3.3.7。



1—采样嘴；2—内套管；3—取样座；4—紧固联接套；5—垫片；6—滤筒压环；
7—滤筒；8—手柄；9—采样管出口接头；10—静压管出口接头

图 27　静压平衡采样管结构

8.6.3　采样步骤

a）将仪器箱放在水平位置，调节压力偏差指示器的液面至零点位置，然后将采样管与静压管出口用橡皮管分别接到仪器的相应位置上。记下累积流量计的初读数。

b）将测点位置在采样管上作出标记，然后将已称重的滤筒放在滤筒夹内，记下滤筒编号，放滤筒时要注意滤筒托座顶面和密封垫片是否干净，紧固联接套是否压紧，防止管内外静压串通和漏气。

c）将采样管插入烟道的第一测点，对准气流方向，封闭采样孔，打开抽气泵，同时调节流量，使管嘴内外静压平衡在压力偏差指示器的零点位置，即达到了等速采样条件。

d）采样系统的检漏同 5.2.2.3c，但检漏时应将采样嘴内静压测孔的连出管口封闭。静压管的检漏同 7.4.4。其他操作以及滤筒处理均与普通型采样管相同。

9　气态污染物采样方法

9.1　采样位置和采样点

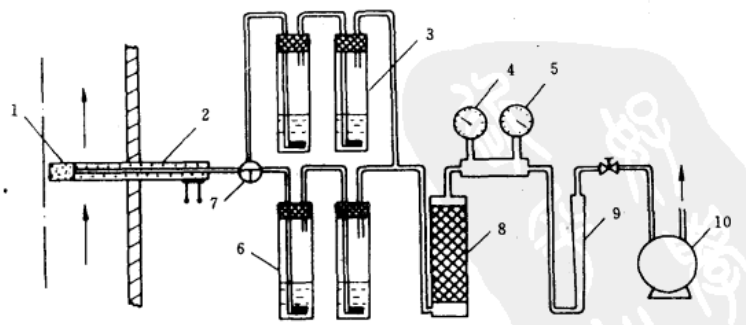
9.1.1　采样位置。原则上应符合 4.2.1 的规定。

9.1.2　采样点。由于气态污染物在采样断面内一般是混合均匀的，可取靠近烟道中心的一点作为采样点。

9.2　采样方法

根据测试分析方法不同，分化学法和仪器直接测试法。

9.2.1　化学法采样



1—烟道；2—加热采样管；3—旁路吸收瓶；4—温度计；5—真空压力表；
6—吸收瓶；7—三通阀；8—干燥器；9—流量计；10—抽气泵

图 28　烟气采样系统

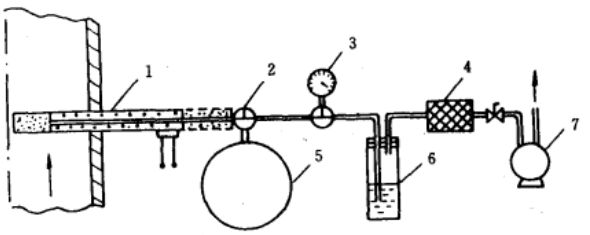
标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

9.2.1.1 原理。通过采样管将样品抽入到装有吸收液的吸收瓶或装有固体吸附剂的吸附管、真空瓶、注射器或气袋中，样品溶液或气态样品经化学分析或仪器分析得出污染物含量。

9.2.1.2 采样系统：

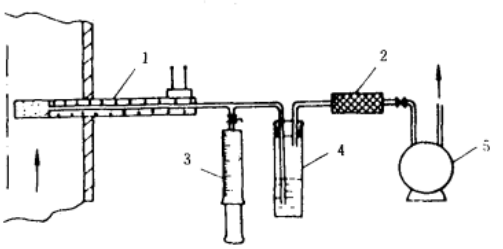
a) 吸收瓶或吸附管采样系统。由采样管、连接导管、吸收瓶或吸附管、流量计量箱和抽气泵等部分组成，见图 28，当流量计量箱放在抽气泵出口时，抽气泵应严密不漏气。

b) 真空瓶或注射器采样系统。由采样管、真空瓶或注射器、洗涤瓶、干燥器和抽气泵等组成，见图 29 和图 30。



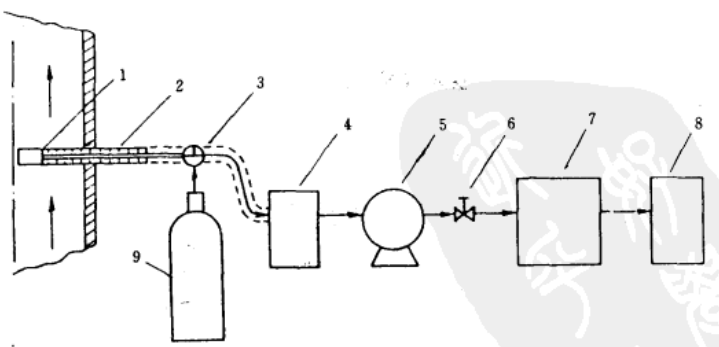
1—加热采样管；2—三通阀；3—真空压力表；4—过滤器；5—真空瓶；6—洗涤瓶；7—抽气泵

图 29 真空瓶采样系统



1—加热采样管；2—过滤器；3—注射器；4—洗涤瓶；5—抽气泵

图 30 注射器采样系统



1—滤料；2—加热采样管；3—三通阀；4—除湿器；5—抽气泵；6—调节阀；7—分析仪；8—记录器；9—标准气瓶

图 31 仪器测试法采样系统

9.2.1.3 包括有机物在内的某些污染物，在不同烟气温度下，或以颗粒物或以气态污染物形式存在。采样前应根据污染物状态，确定采样方法和采样装置。如系颗粒物则按颗粒物等速采样方法采样。

9.2.2 仪器直接测试法采样

9.2.2.1 原理。通过采样管和除湿器，用抽气泵将样气送入分析仪器中，直接指示被测气态污染物的含量。

9.2.2.2 采样系统。由采样管、除湿器、抽气泵、测试仪和校正用气瓶等部分组成，见图 31。

9.3 采样装置

9.3.1 采样管

根据被测污染物的特征，可以采用以下几种型式采样管。见图 32。

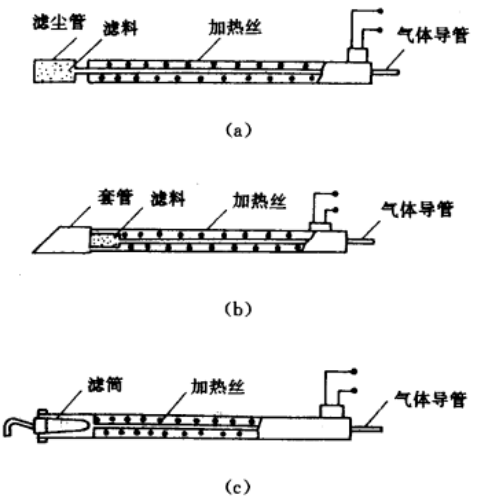


图 32 几种加热式采样管

a) a 型采样管。适用于不含水雾的气态污染物的采样。

b) b 型采样管。在气体入口处装有斜切口的套管，同时装滤料的过滤管也进行加热，套管的作用是防止排气中水滴进入采样管内，过滤管加热是防止近饱和状态的排气将滤料浸湿，影响采样的准确性。

c) c 型采样管。适用于既有颗粒物又有气态污染物的低湿烟气的采样，滤筒采集颗粒物，串连在系统中的吸收瓶则采集气态污染物。

9.3.1.1 材质应满足以下条件

a) 不吸收亦不与待测污染物起化学反应；

b) 不被排气中腐蚀成分腐蚀；

c) 能在排气温度和流速下保持足够的机械强度。

9.3.1.2 滤料

为了防止烟尘进入试样干扰测定，在采样管入口或出口处装入阻挡尘粒的滤料，滤料应选择不吸收亦不与待测污染物起化学反应的材料，并能耐受高温排气。不同污染物适用滤料见表 5。

9.3.1.3 尺寸

考虑到采气流量、机械强度和便于清洗，采样管内径应大于 6mm，长度应能插到所需的采样点处，一般不宜小于 800mm。

9.3.1.4 保温和加热

为了防止采集的气体中的水分在采样管内冷凝，避免待测污染物溶于水中产生误差，需将采样管加

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

热，几种污染物的加热温度见表4。加热可用电加热或蒸汽加热，使用电加热时，为安全起见，宜采用低压电源，并有良好的绝缘性能。保温材料可用石棉或矿渣棉。表5中列出了不同污染物适用的采样管材质。

表4 16种气态污染物所需加热的最低温度

气体种类	加热温度，℃	备注
二氧化硫	>120	考虑到温度对气体成分转化的影响，以及防止连接管的损坏，加热温度应不超过160℃
氮氧化物	>140	
硫化氢	>120	
氟化物	>120	
氯化氢	>120	
溴	>120	
酚	>120	
氨	>120	
光气	>120	
丙烯醛	>120	
氰化氢	>120	
硫醇	20～30	
氯	常温	
一氧化碳	常温	
二氧化碳	常温	
苯	常温	

表5 16种气态污染物使用的采样管、连接管和滤料的材质

气体名称	采样管和连接管	滤料
二氧化硫	1，2，3，4，5，6，7，8	9，10
氮氧化物	1，2，3，4，5，8	9
氟化物	1，5	10
氯	2，3，4，5，6	9，10
氯化氢	2，3，4，5，6，8	9，10
硫化氢	1，2，3，4，5，6，7，8	9，10
溴	2，3，5，8	9
酚	1，2，3，5，8	9
苯	2，3，5，8	9
二硫化碳	2，3，5，8	9
硫醇	1，2，3，5	9
氨	1，2，3，4，5，6	9，10
一氧化碳	1，2，3，4，5，8	9，10
丙烯醛	1，2，5，8	9
光气	1，2，3，5	9
氰化氢	1，2，3，4，5，6	9，10

注：1—不锈钢；2—硬质玻璃；3—石英；4—陶瓷；5—氟树脂或氟橡胶；6—氯乙烯树脂；7—聚氯橡胶；8—硅橡胶；9—无碱玻璃棉或硅酸铝纤维；10—金刚砂

9.3.2 连接管

应选择不吸收亦不和待测污染物起化学反应并便于连接与密封的材料。不同污染物适用的材质见

表 5。

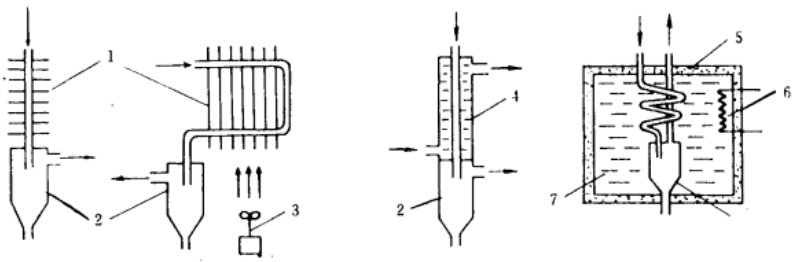
为了避免采样气体中水分在连接管中冷凝，从采样管到吸收瓶或从采样管到除湿器之间要进行保温，连接管线较长时要进行加热，连接管内径应大于 6mm，管长应尽可能短。

9.3.3 除湿和气液分离

在使用仪器直接监测污染物时，为防止采样气体中水分在连接管线和仪器中冷凝干扰测定，需要在采样管气体出口处进行除湿和气液分离。

9.3.3.1 样气除湿

a) 对含有少量水分不影响测试结果，只是为了避免连接管线和仪器内部管路和部件不产生冷凝水时，可根据条件利用自然空气冷却，强制空气冷却或水冷却装置，见图 33。



1—冷却片；2—气液分离器；3—冷却用风机；4—冷却水；
5—隔热材料；6—冷冻剂；7—不冻液

图 33 常用的几种除湿器

b) 对水分干扰测定的监测仪器，应采用冷冻液或其他型式冷却装置进行除湿，冷冻温度应使气样中水分不结冰。

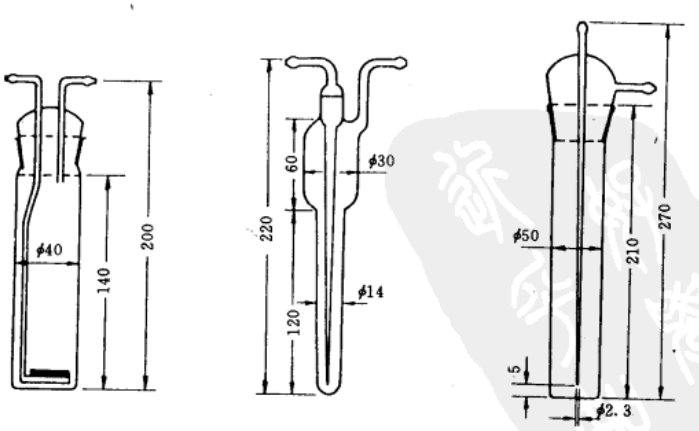
c) 也可使用干燥剂或其他方式除湿。

d) 除湿装置的设计、选定，应使除湿装置除湿后气体中污染物的损失不大于 5%。

e) 除湿时，如能使通过除湿器气样中的水气含量保持恒定，其对测量值的影响经测定得出后，可作为常数进行修正，以减少水气对测定值干扰所产生的误差。

9.3.4 吸收瓶

根据待测污染物不同可选用图 34 所列几种吸收瓶。



(a) 多孔玻板吸收瓶　(b) 大型气泡吸收瓶　(c) 冲击式吸收瓶

图 34 常用的几种吸收瓶

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

a) 多孔筛板吸收瓶。鼓泡要均匀，在流量为 0.5L/min 时，其阻力应在 5±0.7kPa。

b) 冲击瓶。应按图 34 尺寸加工。

c) 采用标准磨口，应严密不漏气。

d) 连接嘴应作成球形或锥形。

9.3.5 吸附管

a) 吸附剂，可根据被测污染物性质选用硅胶、活性炭、或高分子多孔微球等颗粒状吸附剂。

b) 吸附管内吸附剂填充要紧密，不得松动或有隙流，采样前后，吸附管两端要密封。

c) 吸附剂填充柱长度，应根据被测污染物浓度，采样时间确定。

9.3.6 流量计量装置

用于控制和计量采样流量，主要部件应包括：

a) 干燥器。为了保护流量计和抽气泵，并使气体干燥。干燥器容积应不少于 200mL，干燥剂可用变色硅胶或其他相应的干燥剂。

b) 温度计。测量通过转子流量计或累积流量计的气体温度，可用水银温度计或其他型式温度计，其精确度应不低于 2.5%，温度范围－10～60℃，最小分度值应不大于 2℃。

c) 真空压力表。测量通过转子流量计或累积流量计气体压力，其精确度应不低于 4%。

d) 转子流量计。控制和计量采气流量，当用多孔筛板吸收瓶时，流量范围为 0～1.5L/min，当用其他型式吸收瓶时，流量计流量范围要与吸收瓶最佳采样流量相匹配，精确度应不低于 2.5%。

e) 累积流量计。用以计量总的采气体积，精确度应不低于 2.5%。

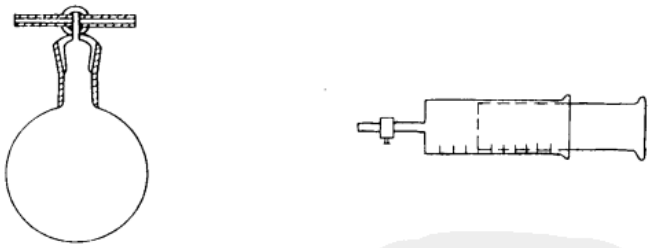
f) 流量调节装置。用针形阀或其他相应阀门调节采样流量，流量波动应保持在±10%以内。

9.3.7 抽气泵

采样动力，可用隔膜泵或旋片式抽气泵，抽气能力应能克服烟道及采样系统阻力。当流量计量装置放在抽气泵出口端时，抽气泵应不漏气。

9.3.8 采样用真空瓶

用硬质玻璃或不与待测物质起化学反应的金属材料制作，容积为 2L，结构见图 35。



(a) 真空瓶　　(b) 注射器

图 35 真空瓶和注射器

9.3.9 采样用注射器

用硬质玻璃制作，容积为 100 或 200mL，最小分度值 1mL，结构见图 35。

9.3.10 仪器法采样装置的其他部件

a) 滤膜。为了保护仪器和抽气泵不被污染，可在分析仪入口装置滤纸、微孔滤膜或玻璃纤维滤膜以去除气样中尘粒，所用滤料应不吸收亦不与待测污染物起化学反应。

b) 干燥剂和去除干扰物质。为防止水分或其他干扰成分对测定结果影响，所用干燥剂或去除干扰物质应不影响待测物质的测量精度。

c) 当抽气泵装在仪器入口一侧时，要使用无油、不漏气的隔膜泵，制作泵的材料应不吸收亦不与

待测物质起化学反应。

d） 校正用气体。采用已知浓度的标准气体，高浓度应在量程80%～95%，中浓度50%～60%，零气应小于0.25%。

e） 测量仪器性能，仪器的灵敏度，精确度等技术指标，应符合国家标准或经有关部门认可。

9.4 安装及采样

9.4.1 使用吸收瓶或吸附管采样系统时

9.4.1.1 采样管的准备与安装

a） 清洗采样管，使用前清洗采样管内部，干燥后再用。

b） 更换滤料，当充填无碱玻璃棉或其他滤料时，充填长度为20～40mm。

c） 采样管插入烟道近中心位置，进口与排气流动方向成直角，如用b型采样管，其斜切口应背向气流。

d） 采样管固定在采样孔上，应不漏气。

e） 在不采样时，采样孔要用管堵或法兰封闭。

9.4.1.2 吸收瓶或吸附管与采样管、流量计量箱的连接

a） 吸收瓶、吸收液与吸收瓶贮存，按实验室化学分析操作要求进行准备，并用记号笔记上顺序号。

b） 按图28所示用连接管将采样管、吸收瓶或吸附管、流量计量箱和抽气泵连接，连接管应尽可能短。

c） 采样管与吸收瓶和流量计量箱连接，应使用球形接头或锥形接头连接。

d） 准备一定量的吸收瓶，各装入规定量的吸收液，其中两个作为旁路吸收瓶使用。

e） 为防止吸收瓶磨口处漏气，可以用硅密封脂涂抹。

f） 吸收瓶和旁路吸收瓶在入口处，用玻璃三通阀连接。

g） 吸收瓶或吸附管应尽量靠近采样管出口处，当吸收液温度较高而对吸收效率有影响时，应将吸收瓶放入冷水槽内冷却。

h） 采样管出口至吸收瓶或吸附管之间连接管要用保温材料保温，当管线长时，须采取加热保温措施。

i） 当用活性炭、高分子多孔微球作吸附剂时，如烟气中水分含量体积百分数>3%，为了减少烟气中水分对吸附剂吸附性能的影响，应在吸附管前串一硅胶干燥管。硅胶吸附的被测污染物含量，应计入到样品中去。

9.4.1.3 漏气试验

a） 将各部件按图28连接。

b） 关上采样管出口三通阀，打开抽气泵抽气，使真空压力表负压上升到13kPa，并闭抽气泵一侧阀门，如压力计压力在1min内下降不超过0.15kPa，则视为系统不漏气。

c） 如发现漏气，要重新检查、安装，再次检漏，确认系统不漏气后方可采样。

9.4.1.4 采样操作

a） 预热采样管。打开采样管加热电源，将采样管加热到所需温度。

b） 置换吸收瓶前采样管路内的空气。正式采样前令排气通过旁路吸收瓶，采样5min，将吸收瓶前管路内的空气置换干净。

c） 采样。接通采样管路，调节采样流量至所需流量，采样期间应保持流量恒定，波动应不大于±10%。

d） 采样时间。视待测污染物浓度而定，但每个样品采样时间一般不少于10min。

e） 采样结束。切断采样管至吸收瓶之间气路，防止烟道负压将吸收液与空气抽入采样管。

f） 样品贮存。采集的样品应放在不与被测物产生化学反应的玻璃或其他容器内，容器要密封并注明样品号。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

9.4.1.5 采样时应详细记录采样时工况条件，环境条件和样品采集数据。

9.4.1.6 采样后应再次进行漏气检查，如发现漏气，应重新取样。

9.4.1.7 样品分析 在样品贮存过程中，如污染物浓度随时间衰减时，应在现场随时进行分析。

9.4.2 使用真空瓶或注射器采样时

9.4.2.1 真空瓶、注射器安装

a) 真空瓶与注射器在安装前要进行漏气检查。

① 真空瓶漏气检查，将真空瓶与真空压力表连接，抽气减压到绝对压力为 1.33kPa，放置 1h 后，如果瓶内绝对压力不超过 2.66kPa，则视为不漏气。

② 注射器漏气检查，用水将注射器活栓润湿后，吸入空气至刻度 1/4 处，用橡皮帽堵严进气孔，反复把活栓推进拉出几次，如活栓每次都回到原来的位置，可视为不漏气。

b) 在真空瓶内放入适量的吸收液，用真空泵将真空瓶减压，直至吸收液沸腾，关闭旋塞，采样前用真空压力计测量并记下真空瓶内绝对压力。

c) 取 100mL 的洗涤瓶，内装洗涤液，如待测气体系酸性，则装入 5mol/L 氢氧化钠溶液，如系碱性用 3mol/L 硫酸溶液洗涤气体。

d) 真空瓶或注射器与其他部件连接，使用球形或锥形接头连接。

e) 将真空瓶或注射器按图 29 和 30 所示连接，真空瓶与注射器要尽量靠近采样管。

f) 采样系统漏气检查，堵死采样管出口端连接管，打开抽气泵抽气，至真空压力表压力升到 13kPa 时，关上抽气泵一侧阀门，如压力表压力在 1min 内下降不超过 0.15kPa，则视为系统不漏气。

9.4.2.2 采样

a) 采样前，打开抽气泵以 1L/min 流量抽气约 5min，置换采样系统的空气。

b) 打开真空瓶旋塞，使气体进入真空瓶，然后关闭旋塞，将真空瓶取下。使用注射器采样时，打开注射器阀门，抽动活栓，将气样一次抽入预定刻度，关闭注射器进口阀门，取下注射器倒立存放。

c) 采样时记下采样的工况，环境温度和大气压力。

9.4.3 使用仪器连续采样时

9.4.3.1 准备和安装

a) 采样管的准备和安装同 9.4.1.1。

b) 校正气体阀，在采样管出口与除湿器前装置三通阀，与校正气体连接。

c) 除湿器准备和安装

① 根据所用仪器除湿要求将选用的除湿器连接到采样系统中，除湿器尽量靠近采样管出口。

② 冷却管必须垂直安装，当用冷却盘管时，盘管要有一定坡度，使冷凝水能迅速排出。

③ 为使冷凝水能迅速完全地从气样中分离出来，应在气液分离管下方安装带有水封的回水器，当用泵连续排除冷凝水时，也可以不使用水封回水器。

④ 气液分离管应装在低于所有连接管的位置和温度最低的部位。

d) 连接管准备与安装

① 连接管尺寸。一般应不小于 6mm，管线要尽可能短，当必须使用长管线时，应选用无接头长管，并注意防止样气中水分冷凝，必要时应对管线加热。

② 连接管与其他部件连接，应采用法兰或球形接头连接。

e) 干燥剂和去除干扰物质

① 为防止干燥剂和去除干扰物质的微粒进入监测仪器，应在干燥剂和去除干扰物质溶器的出口放置滤膜或相当的滤料。

② 使用干燥剂和去除干扰物质时，要掌握其有效时间，以便及时更换。

f) 监测仪器准备与安装

① 尽可能安装在采样地点，以减少管线长度对测试结果造成的滞后影响。

② 对于长时间连续监测，仪器应放置在空气清洁的室内或专用箱中，要便于检查和维修，当仪器放置在气温低于0℃的环境时，应有加热措施，防止出现冷凝水或结冰。

g） 系统漏气检查

① 采样系统连接后应进行漏气检查，方法同9.4.1.3。

② 对不适于较高减压或增压的监测仪器，使用下列方法进行检查：堵住进气口，打开抽气泵抽气，2min内流量示值降至0时，可视为不漏气。

9.4.3.2 采样

a） 按仪器要求的流量，调节采样流量。

b） 采样开始，由于需要置换管路中空气和用样气洗涤与饱和滤料，应过30～60min后再读数，测试仪如无数据自动记录和打印装置，应根据测定时间长短，定时记录测试结果。

c） 采样时，记下环境温度、大气压力和工况运行条件。

10 采样体积计算

10.1 使用转子流量计时的体积计算

10.1.1 当转子流量计前装有干燥器时，标准状态下干排气采气体积按(21)式计算：

$$V_{nd}=0.27Q'_r\sqrt{\frac{B_a+P_r}{M_{sd}(273+t_r)}}\cdot t \quad \cdots\cdots (21)$$

式中：V_{nd}——标准状态下干采气体积，L；

Q'_r——采样流量，L/min；

M_{sd}——干排气气体分子量，kg/kmol；

P_r——转子流量计前气体压力，Pa；

t_r——转子流量计前气体温度，℃；

t——采样时间，min。

10.1.2 当被测气体的干气体分子量近似于空气时，标准状态下干气体体积按(22)式计算

$$V_{nd}=0.05Q'_r\sqrt{\frac{B_a+P_r}{273+t_r}}\cdot t \quad \cdots\cdots (22)$$

10.2 使用干式累积流量计时的体积计算

使用干式累积流量计，流量计前装有干燥器，标准状态下干采气体积按(23)式计算

$$V_{nd}=K(V_2-V_1)\frac{273}{273+t_d}\cdot\frac{B_a+P_d}{101300} \quad \cdots\cdots (23)$$

式中：V_1，V_2——采样前后累积流量计的读数，L；

t_d——流量计前气体温度，℃；

P_d——流量计前气体压力，Pa；

K——流量计的修正系数。

10.3 使用注射器采样时的体积计算

使用注射器采样时，标准状态下干采气体积按(24)式计算：

$$V_{nd}=V_f\frac{273}{273+t_f}\cdot\frac{B_a-P_{fv}}{101300} \quad \cdots\cdots (24)$$

式中：V_f——室温下注射器采样体积，L；

t_f——室温，℃；

P_{fv}——在t_f时饱和水蒸气压力，Pa。

10.4 使用真空瓶采样时的体积计算

使用真空瓶采样时，标准状态下干采气体积按式(25)计算：

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

$$V_{nd}=(V_b-V_1)\frac{273}{101300}\left(\frac{P_f-P_{fv}}{273+t_f}-\frac{P_i-P_{iv}}{273+t_i}\right) \quad \cdots\cdots (25)$$

式中：V_b——真空瓶容积，L；

V_1——吸收液容积，L；

P_f——采样后放置至室温，真空瓶内压力，Pa；

t_f——测 P_f 时的室温，℃；

P_i——采样前真空瓶内压力，Pa；

t_i——测 P_i 时的室温，℃；

P_{fv}——在 t_f 时的饱和水蒸气压力，Pa；

P_{iv}——在 t_i 时和饱和水蒸气压力，Pa。

注：被吸收液吸收的样品，由于体积很小而忽略不计。

11 颗粒物或气态污染物浓度和排放率的计算

11.1 颗粒物或气态污染物浓度的计算。

11.1.1 颗粒物或气态污染物的浓度按式(26)计算：

$$C'_i=\frac{m}{V_{nd}}\times 10^6 \quad \cdots\cdots (26)$$

式中：C'_i——颗粒物或气态污染物浓度，mg/m³；

m——采样所得的颗粒物或气态污染物量，g；

V_{nd}——标准状态下干采样体积，L。

11.1.2 颗粒物或气态污染物的平均浓度按式(27)计算：

$$\overline{C'}=\frac{\sum_{i=1}^{n}C'_i}{n} \quad \cdots\cdots (27)$$

式中：$\overline{C'}$——颗粒物或气态污染物的平均浓度，mg/m³；

n——采集的样品数。

11.1.3 定点采样时，颗粒物或气态污染物的平均浓度按式(28)计算：

$$\overline{C'}=\frac{C'_1V_1F_1+C'_2V_2F_2\cdots\cdots+C'_nV_nF_n}{V_1F_1+V_2F_2\cdots+V_nF_n} \quad \cdots\cdots (28)$$

式中：$\overline{C'}$——颗粒物或气态污染物的平均浓度，mg/m³；

$C'_1,C'_2,\cdots C'_n$——各采样点颗粒物或气态污染物浓度，mg/m³；

$V_1,V_2\cdots V_n$——各采样点排气流速，m/s；

$F_1,F_2,\cdots F_n$——各采样点所代表的面积，m²。

11.1.4 周期性变化的生产设备，若需确定时间加权平均浓度，则按式(29)计算：

$$\overline{C'}=\frac{C'_1t_1+C'_2t_2\cdots+C'_nt_n}{t_1+t_2\cdots+t_n} \quad \cdots\cdots (29)$$

式中：$\overline{C'}$——时间加权平均浓度，mg/m³；

$C'_1,C'_2\cdots C'_n$——颗粒物或气态污染物在 $t_1,t_2\cdots t_n$ 时段内的浓度，mg/m³；

$t_1,t_2\cdots t_n$——颗粒物或气态污染物浓度为 $C'_1,C'_2\cdots C'_n$ 时的时间段，min。

11.2 颗粒物或气态污染物折算排放浓度的计算

11.2.1 颗粒物或气态污染物折算排放浓度按式(30)计算：

$$\overline{C}=\overline{C'}\cdot\frac{\alpha'}{\alpha} \quad \cdots\cdots (30)$$

式中：$\overline{C}$——折算成过量空气系数为 α 时的颗粒物或气态污染物排放浓度，mg/m³；

$\overline{C}'$——颗粒物或气态污染物实测浓度，mg/m³；

α'——在测点实测的过量空气系数；

α——有关排放标准中规定的过量空气系数。

11.3 过量空气系数的计算

$$\alpha=\frac{21}{21-X_{O_2}} \quad \cdots\cdots (31)$$

或

$$\alpha=\frac{21}{21-79\dfrac{X_{O_2}-0.5X_{CO}}{100-(X_{O_2}+X_{CO_2}+X_{CO})}} \quad \cdots\cdots (32)$$

式中：X_{O_2}、X_{CO_2}、X_{CO}——排气中氧、二氧化碳、一氧化碳的体积百分数。

11.4 颗粒物或气态污染物排放率的计算

颗粒物或气态污染物排放率按式(33)计算：

$$G=\overline{C}'\cdot Q_{sn}\times 10^{-6} \quad \cdots\cdots (33)$$

式中：G——颗粒物或气态污染物排放率，kg/h；

Q_{sn}——标准状态下干排气流量，m³/h，见 7.6.2.2 条的公式(17)。

12 仪器的校正

12.1 测定仪器应定期送有关计量检定单位检定。

12.2 为保证测量的准确，下列仪器至少每半年自行校正一次。

12.2.1 排气温度测量仪表

用标准水银温度计或用冰点和水的沸点校正。对测量温度超过 400℃的温度计，可用经过计量部门校准的热电偶温度计或电阻温度计校正。

12.2.2 S 型皮托管

如出厂时已经校正，使用时不需要再行校正。如使用中测量端损坏或变形，检修后，应送有关计量部门或其授权单位校正。

12.2.3 斜管微压计。用精确度为 0.2Pa 的补偿式微压计校正。

12.2.4 空盒大气压力计。用水银大气压力计校正。

12.2.5 真空压力表或压力计，用 U 型水银压力计或精确度不低于 0.5%真空压力表或压力计校正。

12.2.6 转子流量计

可用经计量部门检定，作为校准用的转子流量计，湿式气体流量计或皂膜流量计校正。最好在气温为 20℃左右的实验室内进行。校正点应不少于 5 个流量值。

12.2.6.1 用转子流量计校正

仪器的连接顺序如下：被校转子流量计，温度计，U 型压力计，校准流量计，流量控制阀，真空泵。

开动真空泵，运行 15min 后，使设备处于正常、稳定状态，然后进行校正。记下被校流量计、校准流量计的瞬时流量、相应的气温和压力，然后按式(34)和(35)计算出被校流量计和校准流量计在温度为 20℃，压力为 101 300Pa 条件下的换算流量 Q_{cs}和 Q'_{rs}，并求出 Q_{cs}于 Q'_{rs}的比值 K_{ri}。

$$Q_{cs}=0.054Q_c\sqrt{\frac{B_a+P_c}{273+t_c}} \quad \cdots\cdots (34)$$

$$Q'_{rs}=0.054Q'_r\sqrt{\frac{B_a}{273+t_r}} \quad \cdots\cdots (35)$$

$$K_{ri}=\frac{Q_{cs}}{Q'_{rs}} \quad \cdots\cdots (36)$$

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

式中：Q_c——校准流量计的流量读数，L/min；

Q'_r——被校流量计的流量读数，L/min；

Q_{cs}，Q'_{rs}——校准流量计和被校流量计换算成20℃，101 300Pa条件下的流量，L/min；

B_a——大气压力，Pa；

P_c——校准流量计前的压力，Pa；

t_c——校准流量计前的气温，℃；

t_r——校正室的气温，℃；

K_{ri}——转子流量计的校正系数。

以Q'_{rs}值为横坐标，K_{ri}为纵坐标，用最小二乘方法求出表明二者关系的回归直线。或按下面的简化的计算方法，求出K_{ri}的平均值$\overline{K}_r$。

$$\overline{K}_r=\frac{\sum_{i=1}^{n}K_{ri}}{n} \quad \cdots\cdots (37)$$

式中：$\overline{K}_r$——平均校正系数；

n——校正点数目。

12.2.6.2 用湿式流量计校正

被校转子流量计和湿式流量计均置于无油抽气泵的正压端，其连接顺序为：抽气泵（作鼓气用），温度计，U型压力计，转子流量计，湿式气体流量计。

湿式流量计的换算流量按式(38)计算：

$$Q_{ws}=\frac{K_w \cdot V_w}{t}\cdot\frac{293}{273+t_w}\cdot\frac{B_a+P_w-P_{wv}}{101300} \quad \cdots\cdots (38)$$

转子流量计的换算流量Q'_{rs}的计算方法见式(35)

转子流量计的校正系数按式(39)计算：

$$K_{ri}=\frac{Q_{ws}}{Q'_{rs}} \quad \cdots\cdots (39)$$

式中：Q_{ws}——湿式流量计换算成20℃，101300Pa条件下的流量，L/min；

V_w——湿式流量计在t期间的排气体积，L；

t——湿式流量计的计量时间，min；

B_a——大气压力，Pa；

P_w——湿式流量计压力表指示压力，Pa；

P_{wv}——温度为t_w时饱和水蒸气的压力，Pa；

t_w——湿式流量计指示的气温，℃；

K_w——湿式气体流量计的校正系数；

K_{ri}——转子流量计的校正系数。

12.2.6.3 用皂膜流量计校正

被校转子流量计和皂膜流量计均置于无油抽气泵的正压端，其连接顺序为：抽气泵（作鼓气用），温度计，U型压力计，转子流量计，皂膜流量计。

皂膜流量计的标态流量按式(40)计算

$$Q_{zs}=\frac{V_z}{t}\cdot\frac{293}{273+t_z}\cdot\frac{B_a-P_{zv}}{101300} \quad \cdots\cdots (40)$$

转子流量计的标态流量Q'_{rs}计算见式(35)

转子流量计的校正系数按式(41)计算：

$$K_{ri}=\frac{Q_{zs}}{Q'_{rs}} \quad \cdots\cdots (41)$$

式中：Q_{zs}——皂膜流量计换算成20℃，101300Pa条件下的流量，L/min；

V_z——皂膜流量计上、下两刻度间的体积，L；

t——皂膜由下刻度上升到上刻度间的时间，min；

t_z——校正室气温，℃；

P_{zv}——根据室温t_z查得饱和水蒸气压力，Pa；

12.2.7 干式累积流量计

用标定过的湿式气体流量计校准。干式累积流量计和湿式气体流量计均放在无油抽气泵（最好是隔膜泵）的正压端。其连接顺序为：抽气泵（作鼓气用），温度计，压力计，干式累积流量计，湿式气体流量计。

干式累积流量计的校正系数K_{di}和平均校正系数$\overline{K}_d$按式(42)和式(43)计算。

$$K_{di}=\frac{K_w \cdot V_w}{V_d}\cdot\frac{273+t_d}{273+t_w}\cdot\frac{(B_a+P_w-P_{wv})}{(B_a+P_d)} \quad \cdots\cdots (42)$$

$$\overline{K}_d=\frac{\sum_{i=1}^{n}K_{di}}{n} \quad \cdots\cdots (43)$$

式中：K_w——湿式气体流量计的校正系数；

V_w——湿式气体流量计的计量体积，L；

V_d——干式累计流量计的计量体积，L

B_a——大气压力，Pa；

P_d——干式累积流量计的压力，Pa；

P_w——湿式气体流量计的压力，Pa；

P_{wv}——温度为t_w时饱和水蒸气压力，Pa；

t_d——干式累积流量计前的气温，℃；

t_w——湿式气体流量计的气温，℃；

K_{di}——干式气体流量计的校正系数；

$\overline{K}_d$——干式气体流量计的平均校正系数；

n——校正点数。

12.2.8 采样管加热温度

将进入采样管的气体温度加热到经常要测的排气温度，以常用的采样流量抽气，在不同的温度调节下，用热电偶温度计或其他相当的温度计测量采样管出口气体温度，以校正采样管的加热温度，如采样管出口装有温度指示仪表，则不需要进行校正。

12.2.9 分析天平。用标准砝码校正。

12.2.10 采样嘴。用精度为0.05mm卡尺测量其内径，取三次测量的算术平均值。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

二、标准溶液的制备

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

ICS 71.040.40;71.040.30
G 60

中华人民共和国国家标准

GB/T 601—2002
代替 GB/T 601—1988

化学试剂
标准滴定溶液的制备

Chemical reagent—
Preparations of standard volumetric solutions

2002-10-15 发布　　2003-04-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局　发布

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

前　言

本标准代替 GB/T 601—1988《化学试剂　滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备》。

本标准与 GB/T 601—1988 相比主要变化如下：

——标准名称修改为“化学试剂　标准滴定溶液的制备”；

——增加了对滴定速度的规定(本版的 3.3)；

——调整了称量的精度(1988 年版的 4.1.2.1、4.2.2.1、4.3.2.1、4.6.2.1、4.9.2.1、4.12.2.1、4.14.2.1、4.15.2.1、4.20.2.1、4.21.2.1、4.22.2.1、4.23.2.1；本版的 3.4)；

——调整了标定的精密度的要求(1988 年版的 3.6；本版的 3.6)；

——取消了“比较”法(1988 年版的 3.6、3.7、4.1.3、4.2.3、4.3.3、4.6.3、4.9.3、4.12.3、4.14.3、4.20.3、4.21.3)；

——增加了“本标准中标准滴定溶液浓度平均值的扩展不确定度一般不应大于 0.2%，可根据需要报出，其计算参见附录 B。”(本版的 3.7、附录 B)；

——增加了用二级纯度标准物质或定值标准物质代替工作基准试剂进行标定或直接制备的规定(本版的 3.8)；

——增加了对贮存容器的要求(本版的 3.11)；

——调整了的工作基准试剂的摩尔质量的有效位数(1988 年版的 4.1.2.2、4.2.2.2、4.3.2.2、4.6.2.2、4.9.2.2、4.12.2.2、4.14.2.2、4.20.2.2、4.21.2.2、4.22.2.2、4.23.2.2；本版的 4.1.2、4.2.2、4.3.2、4.6.2、4.9.2.1、4.12.2、4.14.2、4.20.2.1、4.21.2、4.22.2、4.23.2)；

——重铬酸钾标准滴定溶液、碘酸钾标准滴定溶液和氯化钠标准滴定溶液的制备增加了方法二(用工作基准试剂直接配制)(本版的 4.5.2、4.10.2、4.19.2)；

——碘标准滴定溶液和硫氰酸钠标准滴定溶液的标定增加了方法二(本版的 4.9.2.2、4.20.2.2)；

——修改了硫代硫酸钠标准滴定溶液配制方法和溴标准滴定溶液的基本单元(1988 年版的 4.6.1、4.7；本版的 4.6.1、4.7)；

——修改了氯化锌标准滴定溶液、氯化镁标准滴定溶液和硫氰酸钠标准滴定溶液的标定方法(1988 年版的 4.16、4.17、4.20；本版的 4.16、4.17、4.20)；

——高氯酸标准滴定溶液的配制增加了方法二(本版的 4.23)；

——增加了“氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液”(本版的 4.24)；

——附录 A 中增加了碳酸钠标准滴定溶液和氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液的补正值(1988 年版的附录 A；本版的附录 A)。

本标准的附录 A 为规范性附录、附录 B 为资料性附录。

本标准由原国家石油和化学工业局提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会化学试剂分会归口。

本标准起草单位：北京化学试剂研究所、成都化学试剂厂。

本标准主要起草人：郝玉林、刘冬霓、王素芳、强京林、关瑞宝、陈俊儒、郭善培。

本标准于 1965 年首次发布，于 1977 年第一次修订，1988 年第二次修订。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

化 学 试 剂
标准滴定溶液的制备

1 范围

本标准规定了化学试剂标准滴定溶液的配制和标定方法。

本标准适用于制备准确浓度的标准滴定溶液，以供滴定法测定化学试剂的纯度及杂质含量，也可供其他行业选用。

2 规范性引用文件

下列标准中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。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)或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准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标准。

GB/T 603—2002 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 606—1988 化学试剂 水分测定通用方法(卡尔·费休法)(eqv ISO 6353-1:1982)

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3696:1987)

GB/T 9725—1988 化学试剂 电位滴定法通则(eqv ISO 6353-1:1982)

3 一般规定

3.1 本标准除另有规定外，所用试剂的纯度应在分析纯以上，所用制剂及制品，应按 GB/T 603—2002 的规定制备，实验用水应符合 GB/T 6682—1992 中三级水的规格。

3.2 本标准制备的标准滴定溶液的浓度，除高氯酸外，均指 20℃时的浓度。在标准滴定溶液标定、直接制备和使用时若温度有差异，应按附录 A 补正。标准滴定溶液标定、直接制备和使用时所用分析天平、砝码、滴定管、容量瓶、单标线吸管等均须定期校正。

3.3 在标定和使用标准滴定溶液时，滴定速度一般应保持在 6 mL/min～8 mL/min。

3.4 称量工作基准试剂的质量的数值小于等于 0.5 g 时，按精确至 0.01 mg 称量；数值大于 0.5 g 时，按精确至 0.1 mg 称量。

3.5 制备标准滴定溶液的浓度值应在规定浓度值的±5%范围以内。

3.6 标定标准滴定溶液的浓度时，须两人进行实验，分别各做四平行，每人四平行测定结果极差的相对值[1]不得大于重复性临界极差[$C_rR_{95}(4)$]的相对值[2]0.15%，两人共八平行测定结果极差的相对值不得大于重复性临界极差[$C_rR_{95}(8)$]的相对值 0.18%。取两人八平行测定结果的平均值为测定结果。在运算过程中保留五位有效数字，浓度值报出结果取四位有效数字。

3.7 本标准中标准滴定溶液浓度平均值的扩展不确定度一般不应大于 0.2%，可根据需要报出，其计算参见附录 B(资料性附录)。

3.8 本标准使用工作基准试剂标定标准滴定溶液的浓度。当对标准滴定溶液浓度值的准确度有更高

1) 极差的相对值是指测定结果的极差值与浓度平均值的比值，以“%”表示。

2) 重复性临界极差[$C_rR_{95}(n)$]的定义见 GB/T 11792—1989。重复性临界极差的相对值是指重复性临界极差与浓度平均值的比值，以“%”表示。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

要求时，可使用二级纯度标准物质或定值标准物质代替工作基准试剂进行标定或直接制备，并在计算标准滴定溶液浓度值时，将其质量分数代入计算式中。

3.9 标准滴定溶液的浓度小于等于 0.02 mol/L 时，应于临用前将浓度高的标准滴定溶液用煮沸并冷却的水稀释，必要时重新标定。

3.10 除另有规定外，标准滴定溶液在常温(15℃～25℃)下保存时间一般不超过两个月。当溶液出现浑浊、沉淀、颜色变化等现象时，应重新制备。

3.11 贮存标准滴定溶液的容器，其材料不应与溶液起理化作用，壁厚最薄处不小于 0.5 mm。

3.12 本标准中所用溶液以(%)表示的均为质量分数，只有乙醇(95%)中的(%)为体积分数。

4 标准滴定溶液的配制与标定

4.1 氢氧化钠标准滴定溶液

4.1.1 配制

称取 110 g 氢氧化钠，溶于 100 mL 无二氧化碳的水中，摇匀，注入聚乙烯容器中，密闭放置至溶液清亮。按表 1 的规定，用塑料管量取上层清液，用无二氧化碳的水稀释至 1 000mL，摇匀。

表 1

氢氧化钠标准滴定溶液的浓度[c(NaOH)]/(mol/L)	氢氧化钠溶液的体积 V/mL
1	54
0.5	27
0.1	5.4

4.1.2 标定

按表 2 的规定称取于 105℃～110℃电烘箱中干燥至恒重的工作基准试剂邻苯二甲酸氢钾，加无二氧化碳的水溶解，加 2 滴酚酞指示液(10 g/L)，用配制好的氢氧化钠溶液滴定至溶液呈粉红色，并保持 30 s。同时做空白试验。

表 2

氢氧化钠标准滴定溶液的浓度[c(NaOH)]/(mol/L)	工作基准试剂邻苯二甲酸氢钾的质量 m/g	无二氧化碳水的体积 V/mL
1	7.5	80
0.5	3.6	80
0.1	0.75	50

氢氧化钠标准滴定溶液的浓度[c(NaOH)]，数值以摩尔每升(mol/L)表示，按式(1)计算：

$$c(\mathrm{NaOH}) = \frac{m \times 1\,000}{(V_1 - V_2)M} \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中：

m——邻苯二甲酸氢钾的质量的准确数值，单位为克(g)；

V_1——氢氧化钠溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

V_2——空白试验氢氧化钠溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

M——邻苯二甲酸氢钾的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)[$M(KHC_8H_4O_4)=204.22$]。

4.2 盐酸标准滴定溶液

4.2.1 配制

按表 3 的规定量取盐酸，注入 1 000 mL 水中，摇匀。

表 3

盐酸标准滴定溶液的浓度[c(HCl)]/(mol/L)	盐酸的体积 V/mL
1	90
0.5	45
0.1	9

4.2.2 标定

按表 4 的规定称取于 270℃～300℃高温炉中灼烧至恒重的工作基准试剂无水碳酸钠，溶于 50 mL 水中，加 10 滴溴甲酚绿-甲基红指示液，用配制好的盐酸溶液滴定至溶液由绿色变为暗红色，煮沸 2 min，冷却后继续滴定至溶液再呈暗红色。同时做空白试验。

表 4

盐酸标准滴定溶液的浓度[c(HCl)]/(mol/L)	工作基准试剂无水碳酸钠的质量 m/g
1	1.9
0.5	0.95
0.1	0.2

盐酸标准滴定溶液的浓度[c(HCl)]，数值以摩尔每升(mol/L)表示，按式(2)计算：

$$c(\mathrm{HCl}) = \frac{m \times 1\,000}{(V_1 - V_2)M} \qquad \cdots\cdots(2)$$

式中：

m——无水碳酸钠的质量的准确数值，单位为克(g)；

V_1——盐酸溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

V_2——空白试验盐酸溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

M——无水碳酸钠的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\frac{1}{2}Na_2CO_3)=52.994$]。

4.3 硫酸标准滴定溶液

4.3.1 配制

按表 5 的规定量取硫酸，缓缓注入 1 000 mL 水中，冷却，摇匀。

表 5

硫酸标准滴定溶液的浓度[$c(\frac{1}{2}H_2SO_4)$]/(mol/L)	硫酸的体积 V/mL
1	30
0.5	15
0.1	3

4.3.2 标定

按表 6 的规定称取于 270℃～300℃高温炉中灼烧至恒重的工作基准试剂无水碳酸钠，溶于 50 mL 水中，加 10 滴溴甲酚绿-甲基红指示液，用配制好的硫酸溶液滴定至溶液由绿色变为暗红色，煮沸 2 min，冷却后继续滴定至溶液再呈暗红色。同时做空白试验。

表 6

硫酸标准滴定溶液的浓度[$c(\frac{1}{2}H_2SO_4)$]/(mol/L)	工作基准试剂无水碳酸钠的质量 m/g
1	1.9
0.5	0.95
0.1	0.2

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

硫酸标准滴定溶液的浓度[$c(\frac{1}{2}H_2SO_4)$]，数值以摩尔每升(mol/L)表示，按式(3)计算：

$$c(\frac{1}{2}H_2SO_4)=\frac{m\times 1\,000}{(V_1-V_2)M} \qquad \cdots\cdots(3)$$

式中：

m——无水碳酸钠的质量的准确数值，单位为克(g)；

V_1——硫酸溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

V_2——空白试验硫酸溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

M——无水碳酸钠的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\frac{1}{2}Na_2CO_3)=52.994$]。

4.4 碳酸钠标准滴定溶液

4.4.1 配制

按表7的规定称取无水碳酸钠，溶于1 000 mL水中，摇匀。

表7

碳酸钠标准滴定溶液的浓度[$c(\frac{1}{2}Na_2CO_3)$]/(mol/L)	无水碳酸钠的质量 m/g
1	53
0.1	5.3

4.4.2 标定

量取35.00 mL～40.00 mL配制好的碳酸钠溶液，加表8规定体积的水，加10滴溴甲酚绿-甲基红指示液，用表8规定的相应浓度的盐酸标准滴定溶液滴定至溶液由绿色变为暗红色，煮沸2 min，冷却后继续滴定至溶液再呈暗红色。

表8

碳酸钠标准滴定溶液的浓度[$c(\frac{1}{2}Na_2CO_3)$]/(mol/L)	加入水的体积 V/mL	盐酸标准滴定溶液的浓度[c(HCl)]/(mol/L)
1	50	1
0.1	20	0.1

碳酸钠标准滴定溶液的浓度[$c(\frac{1}{2}Na_2CO_3)$]，数值以摩尔每升(mol/L)表示，按式(4)计算：

$$c(\frac{1}{2}Na_2CO_3)=\frac{V_1c_1}{V} \qquad \cdots\cdots(4)$$

式中：

V_1——盐酸标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

c_1——盐酸标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

V——碳酸钠溶液的体积的准确数值，单位为毫升(mL)。

4.5 重铬酸钾标准滴定溶液

$c(\frac{1}{6}K_2Cr_2O_7)=0.1$ mol/L

4.5.1 方法一

4.5.1.1 配制

称取5 g重铬酸钾，溶于1 000 mL水中，摇匀。

4.5.1.2 标定

量取35.00 mL～40.00 mL配制好的重铬酸钾溶液，置于碘量瓶中，加2 g碘化钾及20 mL硫酸溶

液(20%)，摇匀，于暗处放置 10 min。加 150 mL 水(15℃～20℃)，用硫代硫酸钠标准滴定溶液[$c(Na_2S_2O_3)=0.1$ mol/L]滴定，近终点时加 2 mL 淀粉指示液(10 g/L)，继续滴定至溶液由蓝色变为亮绿色。同时做空白试验。

重铬酸钾标准滴定溶液的浓度[$c(\frac{1}{6}K_2Cr_2O_7)$]，数值以摩尔每升(mol/L)表示，按式(5)计算：

$$c(\frac{1}{6}K_2Cr_2O_7)=\frac{(V_1-V_2)c_1}{V} \qquad \cdots\cdots(5)$$

式中：

V_1——硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

V_2——空白试验硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

c_1——硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

V——重铬酸钾溶液的体积的准确数值，单位为毫升(mL)。

4.5.2 方法二

称取 4.90 g±0.20 g 已在 120℃±2℃的电烘箱中干燥至恒重的工作基准试剂重铬酸钾，溶于水，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度。

重铬酸钾标准滴定溶液的浓度[$c(\frac{1}{6}K_2Cr_2O_7)$]，数值以摩尔每升(mol/L)表示，按式(6)计算：

$$c(\frac{1}{6}K_2Cr_2O_7)=\frac{m\times 1\,000}{VM} \qquad \cdots\cdots(6)$$

式中：

m——重铬酸钾的质量的准确数值，单位为克(g)；

V——重铬酸钾溶液的体积的准确数值，单位为毫升(mL)；

M——重铬酸钾的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\frac{1}{6}K_2Cr_2O_7)=49.031$]。

4.6 硫代硫酸钠标准滴定溶液

$c(Na_2S_2O_3)=0.1$ mol/L

4.6.1 配制

称取 26 g 硫代硫酸钠($Na_2S_2O_3\cdot 5H_2O$)(或 16 g 无水硫代硫酸钠)，加 0.2 g 无水碳酸钠，溶于 1 000 mL水中，缓缓煮沸 10 min，冷却。放置两周后过滤。

4.6.2 标定

称取 0.18 g 于 120℃±2℃干燥至恒重的工作基准试剂重铬酸钾，置于碘量瓶中，溶于 25 mL 水，加 2 g 碘化钾及 20 mL 硫酸溶液(20%)，摇匀，于暗处放置 10 min。加 150 mL 水(15℃～20℃)，用配制好的硫代硫酸钠溶液滴定，近终点时加 2 mL 淀粉指示液(10 g/L)，继续滴定至溶液由蓝色变为亮绿色。同时做空白试验。

硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度[$c(Na_2S_2O_3)$]，数值以摩尔每升(mol/L)表示，按式(7)计算：

$$c(Na_2S_2O_3)=\frac{m\times 1\,000}{(V_1-V_2)M} \qquad \cdots\cdots(7)$$

式中：

m——重铬酸钾的质量的准确数值，单位为克(g)；

V_1——硫代硫酸钠溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

V_2——空白试验硫代硫酸钠溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

M——重铬酸钾的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\frac{1}{6}K_2Cr_2O_7)=49.031$]。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

4.7 溴标准滴定溶液

$c(\frac{1}{2}Br_2)=0.1$ mol/L

4.7.1 配制

称取 3 g 溴酸钾及 25 g 溴化钾，溶于 1 000 mL 水中，摇匀。

4.7.2 标定

量取 35.00 mL～40.00 mL 配制好的溴溶液，置于碘量瓶中，加 2 g 碘化钾及 5 mL 盐酸溶液(20%)，摇匀，于暗处放置 5 min。加 150 mL 水(15℃～20℃)，用硫代硫酸钠标准滴定溶液[$c(Na_2S_2O_3)=0.1$ mol/L]滴定，近终点时加 2 mL 淀粉指示液(10 g/L)，继续滴定至溶液蓝色消失。同时做空白试验。

溴标准滴定溶液的浓度[$c(\frac{1}{2}Br_2)$]，数值以摩尔每升(mol/L)表示，按式(8)计算：

$$c(\frac{1}{2}Br_2)=\frac{(V_1-V_2)c_1}{V} \qquad \cdots\cdots(8)$$

式中：

V_1——硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

V_2——空白试验硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

c_1——硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

V——溴溶液的体积的准确数值，单位为毫升(mL)。

4.8 溴酸钾标准滴定溶液

$c(\frac{1}{6}KBrO_3)=0.1$ mol/L

4.8.1 配制

称取 3 g 溴酸钾，溶于 1 000 mL 水中，摇匀。

4.8.2 标定

量取 35.00 mL～40.00 mL 配制好的溴酸钾溶液，置于碘量瓶中，加 2 g 碘化钾及 5 mL 盐酸溶液(20%)，摇匀，于暗处放置 5 min。加 150 mL 水(15℃～20℃)，用硫代硫酸钠标准滴定溶液[$c(Na_2S_2O_3)=0.1$ mol/L]滴定，近终点时加 2 mL 淀粉指示液(10 g/L)，继续滴定至溶液蓝色消失。同时做空白试验。

溴酸钾标准滴定溶液的浓度[$c(\frac{1}{6}KBrO_3)$]，数值以摩尔每升(mol/L)表示，按式(9)计算：

$$c(\frac{1}{6}KBrO_3)=\frac{(V_1-V_2)c_1}{V} \qquad \cdots\cdots(9)$$

式中：

V_1——硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

V_2——空白试验硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

c_1——硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

V——溴酸钾溶液的体积的准确数值，单位为毫升(mL)。

4.9 碘标准滴定溶液

$c(\frac{1}{2}I_2)=0.1$ mol/L

4.9.1 配制

称取 13 g 碘及 35 g 碘化钾，溶于 100 mL 水中，稀释至 1 000 mL，摇匀，贮存于棕色瓶中。

4.9.2 标定

4.9.2.1 方法一

称取 0.18 g 预先在硫酸干燥器中干燥至恒重的工作基准试剂三氧化二砷，置于碘量瓶中，加 6 mL 氢氧化钠标准滴定溶液[c(NaOH)=1 mol/L]溶解，加 50 mL 水，加 2 滴酚酞指示液(10 g/L)，用硫酸标准滴定溶液[$c(\frac{1}{2}H_2SO_4)=1$ mol/L]滴定至溶液无色，加 3 g 碳酸氢钠及 2 mL 淀粉指示液(10 g/L)，用配制好的碘溶液滴定至溶液呈浅蓝色。同时做空白试验。

碘标准滴定溶液的浓度[$c(\frac{1}{2}I_2)$]，数值以摩尔每升(mol/L)表示，按式(10)计算：

$$c(\frac{1}{2}I_2)=\frac{m\times 1\,000}{(V_1-V_2)M} \qquad \cdots\cdots(10)$$

式中：

m——三氧化二砷的质量的准确数值，单位为克(g)；

V_1——碘溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

V_2——空白试验碘溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

M——三氧化二砷的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\frac{1}{4}As_2O_3)=49.460$]。

4.9.2.2 方法二

量取 35.00 mL～40.00 mL 配制好的碘溶液，置于碘量瓶中，加 150 mL 水(15℃～20℃)，用硫代硫酸钠标准滴定溶液[$c(Na_2S_2O_3)=0.1$ mol/L]滴定，近终点时加 2 mL 淀粉指示液(10 g/L)，继续滴定至溶液蓝色消失。

同时做水所消耗碘的空白试验：取 250 mL 水(15℃～20℃)，加 0.05 mL～0.20 mL 配制好的碘溶液及 2mL 淀粉指示液(10 g/L)，用硫代硫酸钠标准滴定溶液[$c(Na_2S_2O_3)=0.1$ mol/L]滴定至溶液蓝色消失。

碘标准滴定溶液的浓度[$c(\frac{1}{2}I_2)$]，数值以摩尔每升(mol/L)表示，按式(11)计算：

$$c(\frac{1}{2}I_2)=\frac{(V_1-V_2)c_1}{V_3-V_4} \qquad \cdots\cdots(11)$$

式中：

V_1——硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

V_2——空白试验硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

c_1——硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

V_3——碘溶液的体积的准确数值，单位为毫升(mL)；

V_4——空白试验中加入的碘溶液的体积的准确数值，单位为毫升(mL)。

4.10 碘酸钾标准滴定溶液

4.10.1 方法一

4.10.1.1 配制

称取表 9 规定量的碘酸钾，溶于 1 000 mL 水中，摇匀。

表 9

碘酸钾标准滴定溶液[$c(\frac{1}{6}KIO_3)$]/(mol/L)	碘酸钾的质量 m/g
0.3	11
0.1	3.6

4.10.1.2 标定

按表 10 的规定，取配制好的碘酸钾溶液、水及碘化钾，置于碘量瓶中，加 5 mL 盐酸溶液(20%)，摇匀，于暗处放置 5 min。加 150 mL 水(15℃～20℃)，用硫代硫酸钠标准滴定溶液

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

[$c(Na_2S_2O_3)$=0.1 mol/L]滴定，近终点时加 2 mL 淀粉指示液(10 g/L)，继续滴定至溶液蓝色消失。同时做空白试验。

表 10

碘酸钾标准滴定溶液[$c(\frac{1}{6}KIO_3)$]/(mol/L)	碘酸钾溶液的体积 V/mL	水的体积 V/mL	碘化钾的质量 m/g
0.3	11.00～13.00	20	3
0.1	35.00～40.00	0	2

碘酸钾标准滴定溶液的浓度[$c(\frac{1}{6}KIO_3)$]，数值以摩尔每升(mol/L)表示，按式(12)计算：

$$c(\frac{1}{6}KIO_3)=\frac{(V_1-V_2)c_1}{V} \qquad \cdots\cdots(12)$$

式中：

V_1——硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

V_2——空白试验硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

c_1——硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

V——碘酸钾溶液的体积的准确数值，单位为毫升(mL)。

4.10.2 方法二

称取表 11 规定量的已在 180℃±2℃的电烘箱中干燥至恒重的工作基准试剂碘酸钾，溶于水，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度。

表 11

碘酸钾标准滴定溶液的浓度[$c(\frac{1}{6}KIO_3)$]/(mol/L)	工作基准试剂碘酸钾的质量 m/g
0.3	10.70±0.50
0.1	3.57±0.15

碘酸钾标准滴定溶液的浓度[$c(\frac{1}{6}KIO_3)$]，数值以摩尔每升(mol/L)表示，按式(13)计算：

$$c(\frac{1}{6}KIO_3)=\frac{m\times 1\,000}{VM} \qquad \cdots\cdots(13)$$

式中：

m——碘酸钾的质量的准确数值，单位为克(g)；

V——碘酸钾溶液的体积的准确数值，单位为毫升(mL)；

M——碘酸钾的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\frac{1}{6}KIO_3)$=35.667]。

4.11 草酸标准滴定溶液

$c(\frac{1}{2}H_2C_2O_4)$=0.1 mol/L

4.11.1 配制

称取 6.4 g 草酸($H_2C_2O_4\cdot 2H_2O$)，溶于 1 000 mL 水中，摇匀。

4.11.2 标定

量取 35.00 mL～40.00 mL 配制好的草酸溶液，加 100 mL 硫酸溶液(8+92)，用高锰酸钾标准滴定溶液[$c(\frac{1}{5}KMnO_4)$=0.1 mol/L]滴定，近终点时加热至约 65℃，继续滴定至溶液呈粉红色，并保持 30 s。同时做空白试验。

草酸标准滴定溶液的浓度[$c(\frac{1}{2}H_2C_2O_4)$]，数值以摩尔每升(mol/L)表示，按式(14)计算：

$$c(\frac{1}{2}H_2C_2O_4)=\frac{(V_1-V_2)c_1}{V} \quad \cdots\cdots(14)$$

式中：

V_1——高锰酸钾标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

V_2——空白试验高锰酸钾标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

c_1——高锰酸钾标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

V——草酸溶液的体积的准确数值，单位为毫升(mL)。

4.12 高锰酸钾标准滴定溶液

$c(\frac{1}{5}KMnO_4)=0.1$ mol/L

4.12.1 配制

称取 3.3 g 高锰酸钾，溶于 1 050 mL 水中，缓缓煮沸 15 min，冷却，于暗处放置两周，用已处理过的 4 号玻璃滤埚过滤。贮存于棕色瓶中。

玻璃滤埚的处理是指玻璃滤埚在同样浓度的高锰酸钾溶液中缓缓煮沸 5 min。

4.12.2 标定

称取 0.25 g 于 105℃～110℃电烘箱中干燥至恒重的工作基准试剂草酸钠，溶于 100 mL 硫酸溶液(8+92)中，用配制好的高锰酸钾溶液滴定，近终点时加热至约 65℃，继续滴定至溶液呈粉红色，并保持 30 s。同时做空白试验。

高锰酸钾标准滴定溶液的浓度$[c(\frac{1}{5}KMnO_4)]$，数值以摩尔每升(mol/L)表示，按式(15)计算：

$$c(\frac{1}{5}KMnO_4)=\frac{m\times 1\,000}{(V_1-V_2)M} \quad \cdots\cdots(15)$$

式中：

m——草酸钠的质量的准确数值，单位为克(g)；

V_1——高锰酸钾溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

V_2——空白试验高锰酸钾溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

M——草酸钠的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)$[M(\frac{1}{2}Na_2C_2O_4)=66.999]$。

4.13 硫酸亚铁铵标准滴定溶液

$c[(NH_4)_2Fe(SO_4)_2]=0.1$ mol/L

4.13.1 配制

称取 40 g 硫酸亚铁铵$[(NH_4)_2Fe(SO_4)_2\cdot 6H_2O]$，溶于 300 mL 硫酸溶液(20%)中，加 700 mL 水，摇匀。

4.13.2 标定

量取 35.00 mL～40.00 mL 配制好的硫酸亚铁铵溶液，加 25 mL 无氧的水，用高锰酸钾标准滴定溶液$[c(\frac{1}{5}KMnO_4)=0.1$ mol/L$]$滴定至溶液呈粉红色，并保持 30 s。临用前标定。

硫酸亚铁铵标准滴定溶液的浓度$\{c[(NH_4)_2Fe(SO_4)_2]\}$，数值以摩尔每升(mol/L)表示，按式(16)计算：

$$c[(NH_4)_2Fe(SO_4)_2]=\frac{V_1c_1}{V} \quad \cdots\cdots(16)$$

式中：

V_1——高锰酸钾标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

c_1——高锰酸钾标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

V——硫酸亚铁铵溶液的体积的准确数值，单位为毫升(mL)。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

4.14 硫酸铈(或硫酸铈铵)标准滴定溶液

$c[Ce(SO_4)_2]=0.1$ mol/L、$c[2(NH_4)_2SO_4 \cdot Ce(SO_4)_2]=0.1$ mol/L

4.14.1 配制

称取 40 g 硫酸铈[$Ce(SO_4)_2 \cdot 4H_2O$]{或 67 g 硫酸铈铵[$2(NH_4)_2SO_4 \cdot Ce(SO_4)_2 \cdot 4H_2O$]},加 30 mL 水及 28 mL 硫酸,再加 300 mL 水,加热溶解,再加 650 mL 水,摇匀。

4.14.2 标定

称取 0.25 g 于 105℃～110℃电烘箱中干燥至恒重的工作基准试剂草酸钠,溶于 75 mL 水中,加 4 mL硫酸溶液(20%)及 10 mL 盐酸,加热至 65℃～70℃,用配制好的硫酸铈(或硫酸铈铵)溶液滴定至溶液呈浅黄色。加入 0.10 mL 1,10-菲啰啉-亚铁指示液使溶液变为桔红色,继续滴定至溶液呈浅蓝色。同时做空白试验。

硫酸铈(或硫酸铈铵)标准滴定溶液的浓度(c),数值以摩尔每升(mol/L)表示,按式(17)计算:

$$c=\frac{m\times 1\,000}{(V_1-V_2)M} \qquad \cdots\cdots(17)$$

式中:

m——草酸钠的质量的准确数值,单位为克(g);

V_1——硫酸铈(或硫酸铈铵)溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2——空白试验硫酸铈(或硫酸铈铵)溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

M——草酸钠的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\frac{1}{2}Na_2C_2O_4)=66.999$]。

4.15 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液

4.15.1 配制

按表 12 的规定量称取乙二胺四乙酸二钠,加 1 000 mL 水,加热溶解,冷却,摇匀。

表 12

乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的浓度[c(EDTA)]/(mol/L)	乙二胺四乙酸二钠的质量 m/g
0.1	40
0.05	20
0.02	8

4.15.2 标定

4.15.2.1 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液[c(EDTA)=0.1 mol/L]、[c(EDTA)=0.05 mol/L]

按表 13 的规定量称取于 800℃±50℃的高温炉中灼烧至恒重的工作基准试剂氧化锌,用少量水湿润,加 2 mL 盐酸溶液(20%)溶解,加 100 mL 水,用氨水溶液(10%)调节溶液 pH 至 7～8,加 10 mL 氨-氯化铵缓冲溶液甲(pH≈10)及 5 滴铬黑 T 指示液(5 g/L),用配制好的乙二胺四乙酸二钠溶液滴定至溶液由紫色变为纯蓝色。同时做空白试验。

表 13

乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的浓度[c(EDTA)]/(mol/L)	工作基准试剂氧化锌的质量 m/g
0.1	0.3
0.05	0.15

乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的浓度[c(EDTA)],数值以摩尔每升(mol/L)表示,按式(18)计算:

$$c(EDTA)=\frac{m\times 1\,000}{(V_1-V_2)M} \qquad \cdots\cdots(18)$$

式中：

m——氧化锌的质量的准确数值，单位为克(g)；

V_1——乙二胺四乙酸二钠溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

V_2——空白试验乙二胺四乙酸二钠溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

M——氧化锌的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)[M(ZnO)=81.39]。

4.15.2.2 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液[c(EDTA)=0.02 mol/L]

称取0.42 g于800℃±50℃的高温炉中灼烧至恒重的工作基准试剂氧化锌，用少量水湿润，加3 mL盐酸溶液(20%)溶解，移入250 mL容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。取35.00 mL～40.00 mL，加70 mL水，用氨水溶液(10%)调节溶液pH至7～8，加10 mL氨-氯化铵缓冲溶液甲(pH≈10)及5滴铬黑T指示液(5 g/L)，用配制好的乙二胺四乙酸二钠溶液滴定至溶液由紫色变为纯蓝色。同时做空白试验。

乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的浓度[c(EDTA)]，数值以摩尔每升(mol/L)表示，按式(19)计算：

$$c(\mathrm{EDTA}) = \frac{m \times \frac{V_1}{250} \times 1\,000}{(V_2 - V_3)M} \qquad \cdots\cdots(19)$$

式中：

m——氧化锌的质量的准确数值，单位为克(g)；

V_1——氧化锌溶液的体积的准确数值，单位为毫升(mL)；

V_2——乙二胺四乙酸二钠溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

V_3——空白试验乙二胺四乙酸二钠溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

M——氧化锌的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)[M(ZnO)=81.39]。

4.16 氯化锌标准滴定溶液

$c(\mathrm{ZnCl_2})$=0.1 mol/L

4.16.1 配制

称取14 g氯化锌，溶于1 000 mL盐酸溶液(1+2 000)中，摇匀。

4.16.2 标定

称取1.4 g经硝酸镁饱和溶液恒湿器中放置7 d后的工作基准试剂乙二胺四乙酸二钠，溶于100 mL热水中，加10 mL氨-氯化铵缓冲溶液甲(pH≈10)，用配制好的氯化锌溶液滴定，近终点时加5滴铬黑T指示液(5 g/L)，继续滴定至溶液由蓝色变为紫红色。同时做空白试验。

氯化锌标准滴定溶液的浓度[$c(\mathrm{ZnCl_2})$]，数值以摩尔每升(mol/L)表示，按式(20)计算：

$$c(\mathrm{ZnCl_2}) = \frac{m \times 1\,000}{(V_1 - V_2)M} \qquad \cdots\cdots(20)$$

式中：

m——乙二胺四乙酸二钠的质量的准确数值，单位为克(g)；

V_1——氯化锌溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

V_2——空白试验氯化锌溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

M——乙二胺四乙酸二钠的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)[M(EDTA)=372.24]。

4.17 氯化镁(或硫酸镁)标准滴定溶液

$c(\mathrm{MgCl_2})$=0.1 mol/L、$c(\mathrm{MgSO_4})$=0.1 mol/L

4.17.1 配制

称取21 g氯化镁($MgCl_2 \cdot 6H_2O$)[或25 g硫酸镁($MgSO_4 \cdot 7H_2O$)]，溶于1 000 mL盐酸溶液(1+2 000)中，放置1个月后，用3号玻璃滤埚过滤。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

4.17.2 标定

称取1.4 g经硝酸镁饱和溶液恒湿器中放置7 d后的工作基准试剂乙二胺四乙酸二钠，溶于1 00 mL热水中，加10 mL氨-氯化铵缓冲溶液甲(pH≈10)，用配制好的氯化镁(或硫酸镁)溶液滴定，近终点时加5滴铬黑T指示液(5 g/L)，继续滴定至溶液由蓝色变为紫红色。同时做空白试验。

氯化镁(或硫酸镁)标准滴定溶液的浓度(c)，数值以摩尔每升(mol/L)表示，按式(21)计算：

$$c = \frac{m \times 1\,000}{(V_1 - V_2)M} \qquad \cdots\cdots(21)$$

式中：

m——乙二胺四乙酸二钠的质量的准确数值，单位为克(g)；

V_1——氯化镁(或硫酸镁)溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

V_2——空白试验氯化镁(或硫酸镁)溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

M——乙二胺四乙酸二钠的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)[M(EDTA)=372.24]。

4.18 硝酸铅标准滴定溶液

$c[Pb(NO_3)_2]$=0.05 mol/L

4.18.1 配制

称取17 g硝酸铅，溶于1 000 mL硝酸溶液(1+2 000)中，摇匀。

4.18.2 标定

量取35.00 mL～40.00 mL配制好的硝酸铅溶液，加3 mL乙酸(冰醋酸)及5 g六次甲基四胺，加70 mL水及2滴二甲酚橙指示液(2 g/L)，用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液[c(EDTA)=0.05 mol/L]滴定至溶液呈亮黄色。

硝酸铅标准滴定溶液的浓度{$c[Pb(NO_3)_2]$}，数值以摩尔每升(mol/L)表示，按式(22)计算：

$$c[Pb(NO_3)_2] = \frac{V_1 c_1}{V} \qquad \cdots\cdots(22)$$

式中：

V_1——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

c_1——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

V——硝酸铅溶液的体积的准确数值，单位为毫升(mL)。

4.19 氯化钠标准滴定溶液

c(NaCl)=0.1 mol/L

4.19.1 方法一

4.19.1.1 配制

称取5.9 g氯化钠，溶于1 000 mL水中，摇匀。

4.19.1.2 标定

按GB/T 9725—1988的规定测定。其中：量取35.00 mL～40.00 mL配制好的氯化钠溶液，加40 mL水、10 mL淀粉溶液(10 g/L)，以216型银电极作指示电极，217型双盐桥饱和甘汞电极作参比电极，用硝酸银标准滴定溶液[$c(AgNO_3)$=0.1 mol/L]滴定，并按GB/T 9725—1988中6.2.2条的规定计算V_0。

氯化钠标准滴定溶液的浓度[c(NaCl)]，数值以摩尔每升(mol/L)表示，按式(23)计算：

$$c(NaCl) = \frac{V_0 c_1}{V} \qquad \cdots\cdots(23)$$

式中：

V_0——硝酸银标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

c_1——硝酸银标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

V——氯化钠溶液的体积的准确数值，单位为毫升(mL)。

4.19.2 方法二

称取 5.84 g±0.30 g 已在 550℃±50℃的高温炉中灼烧至恒重的工作基准试剂氯化钠，溶于水，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度。

氯化钠标准滴定溶液的浓度[c(NaCl)]，数值以摩尔每升(mol/L)表示，按式(24)计算：

$$c(\mathrm{NaCl}) = \frac{m \times 1\,000}{VM} \qquad \cdots\cdots(24)$$

式中：

m——氯化钠的质量的准确数值，单位为克(g)；

V——氯化钠溶液的体积的准确数值，单位为毫升(mL)；

M——氯化钠的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)[M(NaCl)=58.442]。

4.20 硫氰酸钠(或硫氰酸钾或硫氰酸铵)标准滴定溶液

c(NaSCN)=0.1 mol/L、c(KSCN)=0.1 mol/L、c(NH_4SCN)=0.1 mol/L

4.20.1 配制

称取 8.2 g 硫氰酸钠(或 9.7 g 硫氰酸钾或 7.9 g 硫氰酸铵)，溶于 1 000 mL 水中，摇匀。

4.20.2 标定

4.20.2.1 方法一

按 GB/T 9725—1988 的规定测定。其中：称取 0.6 g 于硫酸干燥器中干燥至恒重的工作基准试剂硝酸银，溶于 90 mL 水中，加 10 mL 淀粉溶液(10 g/L)及 10 mL 硝酸溶液(25%)，以 216 型银电极作指示电极，217 型双盐桥饱和甘汞电极作参比电极，用配制好的硫氰酸钠(或硫氰酸钾或硫氰酸铵)溶液滴定，并按 GB/T 9725—1988 中 6.2.2 条的规定计算 V_0。

硫氰酸钠(或硫氰酸钾或硫氰酸铵)标准滴定溶液的浓度(c)，数值以摩尔每升(mol/L)表示，按式(25)计算：

$$c = \frac{m \times 1\,000}{V_0 M} \qquad \cdots\cdots(25)$$

式中：

m——硝酸银的质量的准确数值，单位为克(g)；

V_0——硫氰酸钠(或硫氰酸钾或硫氰酸铵)溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

M——硝酸银的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)[M($AgNO_3$)=169.87]。

4.20.2.2 方法二

按 GB/T 9725—1988 的规定测定。其中：量取 35.00 mL～40.00 mL 硝酸银标准滴定溶液[c($AgNO_3$)=0.1 mol/L]，加 60 mL 水、10 mL 淀粉溶液(10 g/L)及 10 mL 硝酸溶液(25%)，以 216 型银电极作指示电极，217 型双盐桥饱和甘汞电极作参比电极，用配制好的硫氰酸钠(或硫氰酸钾或硫氰酸铵)溶液滴定，并按 GB/T 9725—1988 中 6.2.2 条的规定计算 V_0。

硫氰酸钠(或硫氰酸钾或硫氰酸铵)标准滴定溶液的浓度(c)，数值以摩尔每升(mol/L)表示，按式(26)计算：

$$c = \frac{Vc_1}{V_0} \qquad \cdots\cdots(26)$$

式中：

V——硝酸银标准滴定溶液的体积的准确数值，单位为毫升(mL)；

c_1——硝酸银标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

V_0——硫氰酸钠(或硫氰酸钾或硫氰酸铵)溶液的体积的准确数值，单位为毫升(mL)。

4.21 硝酸银标准滴定溶液

c($AgNO_3$)=0.1 mol/L

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

4.21.1 配制

称取 17.5 g 硝酸银，溶于 1 000 mL 水中，摇匀。溶液贮存于棕色瓶中。

4.21.2 标定

按 GB/T 9725—1988 的规定测定。其中：称取 0.22 g 于 500℃～600℃的高温炉中灼烧至恒重的工作基准试剂氯化钠，溶于 70 mL 水中，加 10 mL 淀粉溶液(10 g/L)，以 216 型银电极作指示电极，217 型双盐桥饱和甘汞电极作参比电极，用配制好的硝酸银溶液滴定。按 GB/T 9725—1988 中 6.2.2 条的规定计算 V_0。

硝酸银标准滴定溶液的浓度[$c(AgNO_3)$]，数值以摩尔每升(mol/L)表示，按式(27)计算：

$$c(AgNO_3)=\frac{m\times 1\,000}{V_0 M} \qquad \cdots\cdots(27)$$

式中：

m——氯化钠的质量的准确数值，单位为克(g)；

V_0——硝酸银溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

M——氯化钠的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)[$M(NaCl)=58.442$]。

4.22 亚硝酸钠标准滴定溶液

4.22.1 配制

按表 14 的规定量称取亚硝酸钠、氢氧化钠及无水碳酸钠，溶于 1 000 mL 水中，摇匀。

表 14

亚硝酸钠标准滴定溶液的浓度[$c(NaNO_2)$]/(mol/L)	亚硝酸钠的质量 m/g	氢氧化钠的质量 m/g	无水碳酸钠的质量 m/g
0.5	36	0.5	1
0.1	7.2	0.1	0.2

4.22.2 标定

按表 15 的规定称取于 120℃±2℃的电烘箱中干燥至恒重的工作基准试剂无水对氨基苯磺酸，加氨水溶解，加 200 mL 水及 20 mL 盐酸，按永停滴定法安装好电极和测量仪表(见图 1)。将装有配制好的相应浓度的亚硝酸钠溶液的滴管下口插入溶液内约 10 mm 处，在搅拌下于 15℃～20℃进行滴定，近终点时，将滴管的尖端提出液面，用少量水淋洗尖端，洗液并入溶液中，继续慢慢滴定，并观察检流计读数和指针偏转情况，直至加入滴定液搅拌后电流突增，并不再回复时为滴定终点。临用前标定。

表 15

亚硝酸钠标准滴定溶液的浓度[$c(NaNO_2)$]/(mol/L)	工作基准试剂无水对氨基苯磺酸的质量 m/g	氨水的体积 V/mL
0.5	3	3
0.1	0.6	2

亚硝酸钠标准滴定溶液的浓度[$c(NaNO_2)$]，数值以摩尔每升(mol/L)表示，按式(28)计算：

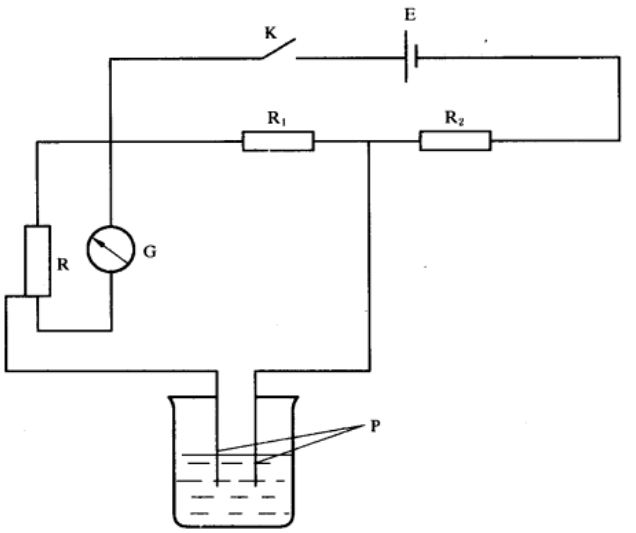
$$c(NaNO_2)=\frac{m\times 1\,000}{VM} \qquad \cdots\cdots(28)$$

式中：

m——无水对氨基苯磺酸的质量的准确数值，单位为克(g)；

V——亚硝酸钠溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

M——无水对氨基苯磺酸的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)｛$M[C_6H_4(NH_2)(SO_3H)]=173.19$｝。



R——电阻(其阻值与检流计临界阻尼电阻值近似)；

R_1——电阻(60Ω～70Ω,或用可变电阻,使加于二电极上的电压约为 50 mV)；

R_2——电阻(2 000Ω)；

E——干电池(1.5 V)；

K——开关；

G——检流计(灵敏度为 10^{-9} A/格)；

P——铂电极。

图 1 测量仪表安装示意图

4.23 高氯酸标准滴定溶液

$c(HClO_4)=0.1$ mol/L

4.23.1 配制

4.23.1.1 方法一

量取 8.7 mL 高氯酸,在搅拌下注入 500 mL 乙酸(冰醋酸)中,混匀。滴加 20 mL 乙酸酐,搅拌至溶液均匀。冷却后用乙酸(冰醋酸)稀释至 1 000 mL。

4.23.1.2 方法二[3)]

量取 8.7 mL 高氯酸,在搅拌下注入 950 mL 乙酸(冰醋酸)中,混匀。取 10 mL,按 GB/T 606—1988 的规定测定水的质量分数,每次 5 mL,用吡啶做溶剂。以两平行测定结果的平均值(X_1)计算高氯酸溶液中乙酸酐的加入量。滴加计算量的乙酸酐,搅拌均匀。冷却后用乙酸(冰醋酸)稀释至 1 000 mL,摇匀。

高氯酸溶液中乙酸酐的加入量(V),数值以毫升(mL)表示,按式(29)计算:

$$V = 5\ 320 \times w_1 - 2.8 \qquad \cdots\cdots(29)$$

式中:

w_1——未加乙酸酐的高氯酸溶液中的水的质量分数,数值以%表示。

4.23.2 标定

称取 0.75 g 于 105℃～110℃的电烘箱中干燥至恒重的工作基准试剂邻苯二甲酸氢钾,置于干燥的锥形瓶中,加入 50 mL 乙酸(冰醋酸),温热溶解。加 3 滴结晶紫指示液(5 g/L),用配制好的高氯酸溶

3) 本方法控制高氯酸标准滴定溶液中的水的质量分数约为 0.05%。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

液滴定至溶液由紫色变为蓝色(微带紫色)。临用前标定。

标定温度下高氯酸标准滴定溶液的浓度[$c(HClO_4)$],数值以摩尔每升(mol/L)表示,按式(30)计算:

$$c(HClO_4)=\frac{m\times 1\,000}{VM} \qquad \cdots\cdots(30)$$

式中:

m——邻苯二甲酸氢钾的质量的准确数值,单位为克(g);

V——高氯酸溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

M——邻苯二甲酸氢钾的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(KHC_8H_4O_4)=204.22$]。

4.23.3 修正方法

使用高氯酸标准滴定溶液时的温度应与标定时的温度相同;若温度不相同,应将高氯酸标准滴定溶液的浓度修正到使用温度下的浓度的数值。

高氯酸标准滴定溶液修正后的浓度[$c_1(HClO_4)$],数值以摩尔每升(mol/L)表示,按式(31)计算:

$$c_1(HClO_4)=\frac{c}{1+0.001\,1(t_1-t)} \qquad \cdots\cdots(31)$$

式中:

c——标定温度下高氯酸标准滴定溶液的浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

t_1——使用时高氯酸标准滴定溶液的温度的数值,单位为摄氏度(℃);

t——标定高氯酸标准滴定溶液的温度的数值,单位为摄氏度(℃);

0.001 1——高氯酸标准滴定溶液每改变1℃时的体积膨胀系数。

4.24 氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液

$c(KOH)=0.1$ mol/L

4.24.1 配制

称取8 g氢氧化钾,置于聚乙烯容器中,加少量水(约5 mL)溶解,用乙醇(95%)稀释至1 000 mL,密闭放置24 h。用塑料管虹吸上层清液至另一聚乙烯容器中。

4.24.2 标定

称取0.75 g于105℃～110℃电烘箱中干燥至恒重的工作基准试剂邻苯二甲酸氢钾,溶于50 mL无二氧化碳的水中,加2滴酚酞指示液(10 g/L),用配制好的氢氧化钾-乙醇溶液滴定至溶液呈粉红色,同时做空白试验。临用前标定。

氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液的浓度[$c(KOH)$],数值以摩尔每升(mol/L)表示,按式(32)计算:

$$c(KOH)=\frac{m\times 1\,000}{(V_1-V_2)M} \qquad \cdots\cdots(32)$$

式中:

m——邻苯二甲酸氢钾的质量的准确数值,单位为克(g);

V_1——氢氧化钾-乙醇溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2——空白试验氢氧化钾-乙醇溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

M——邻苯二甲酸氢钾的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(KHC_8H_4O_4)=204.22$]。

附 录 A
(规范性附录)
不同温度下标准滴定溶液的体积的补正值

不同温度下标准滴定溶液的体积的补正值,按表 A.1 计算。

表 A.1

单位为毫升每升(mL/L)

温度/℃	水及 0.05 mol/L 以下的各种水溶液	0.1 mol/L 及 0.2 mol/L 各种水溶液	盐酸溶液 $c(HCl)=0.5$ mol/L	盐酸溶液 $c(HCl)=1$ mol/L	硫酸溶液 $c(\frac{1}{2}H_2SO_4)=0.5$ mol/L、氢氧化钠溶液 $c(NaOH)=0.5$ mol/L	硫酸溶液 $c(\frac{1}{2}H_2SO_4)=1$ mol/L、氢氧化钠溶液 $c(NaOH)=1$ mol/L	碳酸钠溶液 $c(\frac{1}{2}Na_2CO_3)=1$ mol/L	氢氧化钾-乙醇溶液 $c(KOH)=0.1$ mol/L
5	+1.38	+1.7	+1.9	+2.3	+2.4	+3.6	+3.3	
6	+1.38	+1.7	+1.9	+2.2	+2.3	+3.4	+3.2	
7	+1.36	+1.6	+1.8	+2.2	+2.2	+3.2	+3.0	
8	+1.33	+1.6	+1.8	+2.1	+2.2	+3.0	+2.8	
9	+1.29	+1.5	+1.7	+2.0	+2.1	+2.7	+2.6	
10	+1.23	+1.5	+1.6	+1.9	+2.0	+2.5	+2.4	+10.8
11	+1.17	+1.4	+1.5	+1.8	+1.8	+2.3	+2.2	+9.6
12	+1.10	+1.3	+1.4	+1.6	+1.7	+2.0	+2.0	+8.5
13	+0.99	+1.1	+1.2	+1.4	+1.5	+1.8	+1.8	+7.4
14	+0.88	+1.0	+1.1	+1.2	+1.3	+1.6	+1.5	+6.5
15	+0.77	+0.9	+0.9	+1.0	+1.1	+1.3	+1.3	+5.2
16	+0.64	+0.7	+0.8	+0.8	+0.9	+1.1	+1.1	+4.2
17	+0.50	+0.6	+0.6	+0.6	+0.7	+0.8	+0.8	+3.1
18	+0.34	+0.4	+0.4	+0.4	+0.5	+0.6	+0.6	+2.1
19	+0.18	+0.2	+0.2	+0.2	+0.2	+0.3	+0.3	+1.0
20	0.00	0.00	0.00	0.0	0.00	0.00	0.0	0.0
21	−0.18	−0.2	−0.2	−0.2	−0.2	−0.3	−0.3	−1.1
22	−0.38	−0.4	−0.4	−0.5	−0.5	−0.6	−0.6	−2.2
23	−0.58	−0.6	−0.7	−0.7	−0.8	−0.9	−0.9	−3.3
24	−0.80	−0.9	−0.9	−1.0	−1.0	−1.2	−1.2	−4.2
25	−1.03	−1.1	−1.1	−1.2	−1.3	−1.5	−1.5	−5.3
26	−1.26	−1.4	−1.4	−1.4	−1.5	−1.8	−1.8	−6.4
27	−1.51	−1.7	−1.7	−1.7	−1.8	−2.1	−2.1	−7.5
28	−1.76	−2.0	−2.0	−2.0	−2.1	−2.4	−2.4	−8.5
29	−2.01	−2.3	−2.3	−2.3	−2.4	−2.8	−2.8	−9.6
30	−2.30	−2.5	−2.5	−2.6	−2.8	−3.2	−3.1	−10.6
31	−2.58	−2.7	−2.7	−2.9	−3.1	−3.5		−11.6
32	−2.86	−3.0	−3.0	−3.2	−3.4	−3.9		−12.6
33	−3.04	−3.2	−3.3	−3.5	−3.7	−4.2		−13.7
34	−3.47	−3.7	−3.6	−3.8	−4.1	−4.6		−14.8
35	−3.78	−4.0	−4.0	−4.1	−4.4	−5.0		−16.0
36	−4.10	−4.3	−4.3	−4.4	−4.7	−5.3		−17.0

注 1:本表数值是以 20℃为标准温度以实测法测出。

注 2:表中带有“+”、“−”号的数值是以 20℃为分界。室温低于 20℃的补正值为“+”,高于 20℃的补正值均为“−”。

注 3:本表的用法:如 1 L 硫酸溶液[$c(\frac{1}{2}H_2SO_4)=1$ mol/L]由 25℃换算为 20℃时,其体积补正值为−1.5 mL,故 40.00 mL 换算为 20℃时的体积为:

$$V_{20}=40.00-\frac{1.5}{1\,000}\times 40.00=39.94(mL)$$

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

附 录 B
（资料性附录）
标准滴定溶液浓度平均值不确定度的计算

首次制备标准滴定溶液时应进行不确定度的计算，日常制备不必每次计算，但当条件（如人员、计量器具、环境等）改变时，应重新进行不确定度的计算。

B.1 标准滴定溶液的标定方法

本标准中标准滴定溶液浓度的标定方法大体上有四种方式：第一种是用工作基准试剂标定标准滴定溶液的浓度；第二种是用标准滴定溶液标定标准滴定溶液的浓度；第三种是将工作基准试剂溶解、定容、量取后标定标准滴定溶液的浓度；第四种是用工作基准试剂直接制备的标准滴定溶液。因此，不确定度的计算也分为四种。

B.1.1 第一种方式

包括：氢氧化钠、盐酸、硫酸、硫代硫酸钠、碘、高锰酸钾、硫酸铈、乙二胺四乙酸二钠[c(EDTA)=0.1 mol/L、0.05 mol/L]、高氯酸、硫氰酸钠、硝酸银、亚硝酸钠、氯化锌、氯化镁、氢氧化钾-乙醇共15种标准滴定溶液。

本标准规定使用工作基准试剂（其质量分数按100%计）标定标准滴定溶液的浓度。当对标准滴定溶液浓度值的准确度有更高要求时，可用二级纯度标准物质或定值标准物质代替工作基准试剂进行标定，并在计算标准滴定溶液浓度时，将其纯度值的质量分数代入计算式中，因此计算标准滴定溶液的浓度值（c），数值以摩尔每升（mol/L）表示，按式（B.1）计算：

$$c = \frac{mw \times 1\,000}{(V_1 - V_2)M} \qquad \cdots\cdots (B.1)$$

式中：

m——工作基准试剂的质量的准确数值，单位为克（g）；

w——工作基准试剂的质量分数的数值，%；

V_1——被标定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

V_2——空白试验被标定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

M——工作基准试剂的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）。

B.1.2 第二种方式

包括：碳酸钠、重铬酸钾、溴、溴酸钾、碘酸钾、草酸、硫酸亚铁铵、硝酸铅、氯化钠共9种标准滴定溶液。

计算标准滴定溶液的浓度值（c），数值以摩尔每升（mol/L）表示，按式（B.2）计算：

$$c = \frac{(V_1 - V_2)c_1}{V} \qquad \cdots\cdots (B.2)$$

式中：

V_1——标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

V_2——空白试验标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

c_1——标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

V——被标定标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）。

B.1.3 第三种方式

包括：乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液[c(EDTA)=0.02 mol/L]。

计算标准滴定溶液的浓度值（c），数值以摩尔每升（mol/L）表示，按式（B.3）计算：

$$c = \frac{\left(\frac{m}{V_3}\right)V_4 w \times 1\,000}{(V_1 - V_2)M} \qquad \text{(B.3)}$$

式中：

m——工作基准试剂的质量的准确数值，单位为克(g)；

V_3——工作基准试剂溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

V_4——量取工作基准试剂溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

w——工作基准试剂的质量分数的数值，%；

V_1——被标定溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

V_2——空白试验被标定溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

M——工作基准试剂的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)。

B.1.4 第四种方式

包括：重铬酸钾、碘酸钾、氯化钠共3种标准滴定溶液。

计算标准滴定溶液的浓度值(c)，数值以摩尔每升(mol/L)表示，按式(B.4)计算：

$$c = \frac{mw \times 1\,000}{VM} \qquad \text{(B.4)}$$

式中：

m——工作基准试剂的质量的准确数值，单位为克(g)；

w——工作基准试剂的质量分数的数值，%；

V——标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

M——工作基准试剂的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)。

B.2 扩展不确定度的计算

B.2.1 标准滴定溶液浓度平均值的扩展不确定度[$U(\bar{c})$]，按式(B.5)计算：

$$U(\bar{c}) = ku_c(\bar{c}) \qquad \text{(B.5)}$$

式中：

k——包含因子(一般情况下，$k=2$)；

$u_c(\bar{c})$——标准滴定溶液浓度平均值的合成标准不确定度，单位为摩尔每升(mol/L)。

式(B.5)中：

$$u_c(\bar{c}) = \sqrt{[u_A(\bar{c})]^2 + [u_{cB}(\bar{c})]^2} \qquad \text{(B.6)}$$

式中：

$u_A(\bar{c})$——标准滴定溶液浓度平均值的A类标准不确定度分量，单位为摩尔每升(mol/L)；

$u_{cB}(\bar{c})$——标准滴定溶液浓度平均值的B类合成标准不确定度分量，单位为摩尔每升(mol/L)。

B.3 用工作基准试剂标定标准滴定溶液浓度平均值不确定度的计算

B.3.1 标准滴定溶液浓度平均值的A类标准不确定度的计算

标准滴定溶液浓度平均值的A类标准不确定度有两种计算方法。

B.3.1.1 标准滴定溶液浓度平均值的A类相对标准不确定度分量[$u_{Arel}(\bar{c})$]估算，按式(B.7)计算：

$$u_{Arel}(\bar{c}) = \frac{\sigma(c)}{\sqrt{8} \times \bar{c}} \qquad \text{(B.7)}$$

式中：

$\sigma(c)$——标准滴定溶液浓度值的总体标准差，单位为摩尔每升(mol/L)；

$\bar{c}$——两人八平行测定的标准滴定溶液浓度平均值，单位为摩尔每升(mol/L)。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

式(B.7)中：

$$\sigma(c)=\frac{[C_rR_{95}(8)]}{f(n)} \qquad \cdots\cdots(B.8)$$

式中：

$[C_rR_{95}(8)]$——两人八平行测定的重复性临界极差，单位为摩尔每升(mol/L)；

$f(n)$——临界极差系数(由 GB/T 11792—1989 中表 1 查得)。

B.3.1.2 标准滴定溶液浓度平均值的 A 类相对标准不确定度分量的计算

用贝塞尔法计算两人八平行测定的实验标准差后，标准滴定溶液浓度平均值的 A 类相对标准不确定度分量$[u_{Arel}(\bar{c})]$，按式(B.9)计算：

$$u_{Arel}(\bar{c})=\frac{s(c)}{\sqrt{8}\times\bar{c}} \qquad \cdots\cdots(B.9)$$

式中：

$s(c)$——两人八平行测定结果的实验标准差，单位为摩尔每升(mol/L)；

$\bar{c}$——两人八平行测定的标准滴定溶液浓度平均值，单位为摩尔每升(mol/L)。

B.3.2 标准滴定溶液浓度平均值的 B 类相对合成标准不确定度分量的计算

以用电子天平称量为例进行不确定度的计算。

根据式(B.1)，标准滴定溶液浓度平均值的 B 类相对合成标准不确定度分量$[u_{cBrel}(\bar{c})]$，按式(B.10)计算：

$$u_{cBrel}(\bar{c})=\sqrt{u_{rel}^2(m)+u_{rel}^2(w)+u_{rel}^2(V_1-V_2)+u_{rel}^2(M)+u_{rel}^2(r)} \qquad \cdots\cdots(B.10)$$

式中：

$u_{rel}(m)$——工作基准试剂质量的数值的相对标准不确定度分量；

$u_{rel}(w)$——工作基准试剂的质量分数的数值的相对标准不确定度分量；

$u_{rel}(V_1-V_2)$——被标定溶液体积的数值的相对标准不确定度分量；

$u_{rel}(M)$——工作基准试剂摩尔质量的数值的相对标准不确定度分量；

$u_{rel}(r)$——被标定溶液浓度的数值修约的相对标准不确定度分量。

B.3.2.1 工作基准试剂质量的数值的相对标准不确定度分量$[u_{rel}(m)]$，按式(B.11)计算：

$$u_{rel}(m)=\frac{u(m)}{m} \qquad \cdots\cdots(B.11)$$

式中：

$u(m)$——工作基准试剂质量的数值的标准不确定度分量，单位为克(g)；

m——工作基准试剂质量的数值，单位为克(g)。

式(B.11)中：

$$u(m)=\sqrt{2\times\left(\frac{a}{k}\right)^2}\text{(按均匀分布，}k=\sqrt{3}\text{)} \qquad \cdots\cdots(B.12)$$

式中：

a——电子天平的最大允许误差，单位为克(g)。

B.3.2.2 工作基准试剂的质量分数的数值的相对标准不确定度分量$[u_{rel}(w)]$，按式(B.13)计算：

$$u_{rel}(w)=\frac{\sqrt{u^2(w)+u^2(w_r)}}{w} \qquad \cdots\cdots(B.13)$$

式中：

$u(w)$——工作基准试剂的质量分数的数值的标准不确定度分量，%；

$u(w_r)$——工作基准试剂的质量分数的数值范围的标准不确定度分量(标准物质不包含此项)，%；

w——工作基准试剂的质量分数的数值，%。

式(B.13)中：

$$u(w)=\frac{U}{k} \qquad \cdots\cdots(B.14)$$

式中：

U——工作基准试剂的质量分数的数值的扩展不确定度(总不确定度)，%；

k——包含因子(一般情况下，$k=2$)。

式(B.13)中：

$$u(w_r)=\frac{a}{k}(\text{按均匀分布},k=\sqrt{3}) \qquad \cdots\cdots(B.15)$$

式中：

a——工作基准试剂的质量分数的数值范围的半宽，%；

B.3.2.3 被标定溶液体积的数值的相对标准不确定度分量

被标定溶液体积的相对标准不确定度分量[$u_{rel}(V_1-V_2)$]，应按式(B.16)计算：

$$u_{rel}(V_1-V_2)=\frac{\sqrt{u^2(V_1)+u^2(V_2)}}{V_1-V_2} \qquad \cdots\cdots(B.16)$$

式中：

$u(V_1)$——被标定溶液体积的数值的标准不确定度分量，单位为毫升(mL)；

$u(V_2)$——空白试验被标定溶液体积的数值的标准不确定度分量，单位为毫升(mL)；

V_1-V_2——被标定溶液实际消耗的体积的数值，单位为毫升(mL)。

经必要的省略，被标定溶液体积的数值的相对标准不确定度分量[$u_{rel}(V_1-V_2)$]，按式(B.17)计算：

$$u_{rel}(V_1-V_2)=\frac{\sqrt{u_1^2(V)+u_2^2(V)+u_3^2(V)+u_4^2(V)}}{V_1-V_2} \qquad \cdots\cdots(B.17)$$

式中：

$u_1(V)$——称量水校正滴定管体积时引入的标准不确定度分量，单位为毫升(mL)；

$u_2(V)$——由内插法确定被标定溶液体积校正值时引入的标准不确定度分量，单位为毫升(mL)；

$u_3(V)$——被标定溶液体积校正值修约误差引入的标准不确定度分量，单位为毫升(mL)；

$u_4(V)$——温度补正值的修约误差引入的标准不确定度分量，单位为毫升(mL)；

V_1——被标定溶液体积的数值，单位为毫升(mL)；

V_2——空白试验被标定溶液体积的数值，单位为毫升(mL)。

B.3.2.3.1 称量水校正滴定管体积时引入的标准不确定度分量[$u_1(V)$]

JJG 196—1990 规定：量器在标准温度 20℃时的实际体积的数值(V_{20})，单位为毫升(mL)，按式(B.18)计算：

$$V_{20}=V_0+\frac{m_0-m}{\rho_w} \qquad \cdots\cdots(B.18)$$

式中：

V_0——量器标称体积的数值，单位为毫升(mL)；

m_0—— 称得纯水的质量的数值，单位为克(g)；

m——衡量法用表中查得纯水质量的数值，单位为克(g)；

ρ_w——纯水在 t℃时密度的数值 ，单位为克每毫升(g/mL)。

则被标定溶液体积校正值应为：

$$V=\frac{m_0-m}{\rho_w} \qquad \cdots\cdots(B.19)$$

故称量水校正滴定管体积时引入的相对标准不确定度分量 $u_{1rel}(V)$，按(B.20)计算：

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

$$u_{1\mathrm{rel}}(V)=\sqrt{[u_{\mathrm{rel}}(m_0-m)]^2+[u_{\mathrm{rel}}(\rho_w)]^2} \quad \cdots\cdots(\mathrm{B.20})$$

式中：

$u_{\mathrm{rel}}(m_0-m)$——称量纯水的质量的数值与衡量法用表中查得纯水质量的数值的差值的相对标准不确定度分量；

$u_{\mathrm{rel}}(\rho_w)$——纯水密度值引入的相对标准不确定度分量。

其中：m 是 JJG 196—1990《国家计量检定规程常用玻璃量器》中提供的一定容量、温度、空气密度、玻璃体积膨胀系数下纯水的质量，故视其为真值，其标准不确定度分量为零，但存在纯水质量的数值修约引入的标准不确定度分量。

式(B.20)中：

$$u_{\mathrm{rel}}(m_0-m)=\frac{\sqrt{u^2(m_0)+u^2(m)}}{m_0-m} \quad \cdots\cdots(\mathrm{B.21})$$

式中：

$u(m_0)$——称量纯水质量的数值的标准不确定度分量，单位为克(g)；

$u(m)$——衡量法用表中查得纯水质量的数值的标准不确定度分量，单位为克(g)；

m_0——称量纯水的质量的数值，单位为克(g)；

m——衡量法用表中查得纯水质量的数值，单位为克(g)。

式(B.21)中：

$$u(m_0)=\sqrt{2\times\left(\frac{a}{k}\right)^2}\text{(按均匀分布，}k=\sqrt{3}\text{)} \quad \cdots\cdots(\mathrm{B.22})$$

式中：

a——电子天平的最大允许误差，单位为克(g)。

式(B.21)中：

$$u(m)=\frac{a}{k}\text{(按均匀分布，}k=\sqrt{3}\text{)} \quad \cdots\cdots(\mathrm{B.23})$$

式中：

a——衡量法用表中查得纯水质量值修约误差区间的半宽，单位为克(g)。

式(B.20)中：

$$u_{\mathrm{rel}}(\rho_w)=\frac{u(\rho_w)}{\rho_w} \quad \cdots\cdots(\mathrm{B.24})$$

式中：

$u(\rho_w)$——纯水密度值引入的标准不确定度分量，单位为克每毫升(g/mL)；

ρ_w——纯水在 t℃时的密度的数值 ，单位为克每毫升(g/mL)。

式(B.24)中：

$$u(\rho_w)=\frac{a}{k}\text{(按均匀分布，}k=\sqrt{3}\text{)} \quad \cdots\cdots(\mathrm{B.25})$$

式中：

a——纯水密度值修约误差区间的半宽，单位为克每毫升(g/mL)。

将 $u_{\mathrm{rel}}(m_0-m)$、$u_{\mathrm{rel}}(\rho_w)$代入式(B20)中，即得 $u_{1\mathrm{rel}}(V)$。则称量水校正滴定管体积值时引入的标准不确定度分量 $u_1(V)$，按式(B.26)计算：

$$u_1(V)=\frac{m_0-m}{\rho_w}\times u_{1\mathrm{rel}}(V) \quad \cdots\cdots(\mathrm{B.26})$$

B.3.2.3.2 由内插法确定被标定溶液体积校正值时引入的标准不确定度分量[$u_2(V)$]，数值以毫升(mL)表示，按式(B.27)计算：

$$u_2(V) = \frac{a}{k}(\text{按三角分布}, k = \sqrt{6}) \qquad \cdots\cdots(\text{B. 27})$$

式中：

a——大于被标定溶液体积的数值与小于被标定溶液体积的数值两校正点校正值差值的一半，单位为毫升(mL)。

B. 3. 2. 3. 3 被标定溶液体积校正值修约误差引入的标准不确定度分量[$u_3(V)$]，数值以毫升(mL)表示，按式(B. 28)计算：

$$u_3(V) = \frac{a}{k}(\text{按均匀分布}, k = \sqrt{3}) \qquad \cdots\cdots(\text{B. 28})$$

式中：

a——滴定管校正值的修约误差区间的半宽，单位为毫升(mL)。

B. 3. 2. 3. 4 温度补正值的修约误差引入的标准不确定度分量[$u_4(V)$]，数值以毫升(mL)表示，按式(B. 29)计算：

$$u_4(V) = \frac{aV_1}{k \times 1\,000}(\text{按均匀分布}, k = \sqrt{3}) \qquad \cdots\cdots(\text{B. 29})$$

式中：

a——温度补正值的修约误差区间的半宽，单位为毫升每升(mL/L)；

V_1——被标定溶液体积的数值，单位为毫升(mL)。

将上述 $u_1(V)$、$u_2(V)$、$u_3(V)$、$u_4(V)$代入式(B. 17)，即得到被标定溶液体积的数值的相对标准不确定度分量。

B. 3. 2. 4 工作基准试剂摩尔质量的数值的相对标准不确定度分量[$u_{rel}(M)$]，按式(B. 30)计算：

$$u_{rel}(M) = \frac{u(M)}{M} \qquad \cdots\cdots(\text{B. 30})$$

式中：

$u(M)$——工作基准试剂摩尔质量的数值的标准不确定度分量，单位为克每摩尔(g/mol)；

M——工作基准试剂的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)。

式(B. 30)中：

$$u(M) = \sqrt{u^2(M_1) + u^2(M_2)} \qquad \cdots\cdots(\text{B. 31})$$

式中：

$u(M_1)$——工作基准试剂分子中各元素的相对原子质量的数值的标准不确定度引入的标准不确定度分量，单位为克每摩尔(g/mol)；

$u(M_2)$——工作基准试剂摩尔质量的数值的修约误差引入的标准不确定度分量，单位为克每摩尔(g/mol)。

式(B. 31)中：

$$u(M_1) = \sqrt{\sum_{i=1}^{n} q_i u^2(A_i)} \qquad \cdots\cdots(\text{B. 32})$$

式中：

q_i——工作基准试剂分子中某元素 A_i 的个数；

$u(A_i)$——工作基准试剂分子中某元素相对原子质量的数值的标准不确定度，单位为克每摩尔(g/mol)；

n——工作基准试剂分子中元素的个数。

式(B. 31)中：

$$u(M_2) = \frac{a}{k}(\text{按均匀分布}, k = \sqrt{3}) \qquad \cdots\cdots(\text{B. 33})$$

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

式中：

a——工作基准试剂摩尔质量的数值的修约误差区间的半宽，单位为克每摩尔(g/mol)。

B.3.2.5 两人八平行测定的标准滴定溶液浓度平均值的修约误差引入的相对标准不确定度分量[$u_{rel}(r)$]，按式(B.34)计算：

$$u_{rel}(r)=\frac{a/k}{\bar{c}}(\text{按均匀分布},k=\sqrt{3}) \qquad \cdots\cdots(\text{B.34})$$

式中：

a——两人八平行测定的标准滴定溶液浓度平均值的修约误差区间的半宽，单位为摩尔每升(mol/L)；

$\bar{c}$——两人八平行测定的标准滴定溶液浓度平均值，单位为摩尔每升(mol/L)。

B.3.2.6 将 $u_{rel}(m)$、$u_{rel}(p)$、$u_{rel}(V_1-V_2)$、$u_{rel}(M)$、$u_{rel}(r)$代入式(B10)得到标准滴定溶液浓度平均值的B类合成相对标准不确定度分量[$u_{cBrel}(c)$]。

B.3.3 标准滴定溶液浓度平均值的扩展不确定度的计算

将B.3.1条、B.3.2条分别求得的标准滴定溶液浓度平均值的A类和B类相对标准不确定度分量 $u_{Arel}(\bar{c})$和 $u_{cBrel}(\bar{c})$乘以浓度平均值 $\bar{c}$ 以后，分别得到A类和B类标准不确定度分量 $u_A(\bar{c})$和 $u_{cB}(\bar{c})$，再代入式(B6)得到标准滴定溶液浓度平均值的合成标准不确定度[$u_c(\bar{c})$]，将[$u_c(\bar{c})$]代入式(B5)，即可求得标准滴定溶液浓度平均值的扩展不确定度。

B.4 标准滴定溶液浓度平均值的扩展不确定度的表示(依据JJF 1059—1999)

示例：

标准滴定溶液浓度平均值的合成标准不确定度 $u_c(\bar{c})=5.6\times10^{-5}$ mol/L，取包含因子 $k=2$，标准滴定溶液浓度平均值($\bar{c}=0.1$ mol/L)的扩展不确定度 $U=2\times5.6\times10^{-5}$ mol/L=0.000 112 mol/L。

以浓度值的形式表示为：

a) $\bar{c}=0.100\ 0$ mol/L，$U=0.000\ 2$ mol/L；$k=2$。

b) $\bar{c}=(0.100\ 0\pm0.000\ 2)$mol/L；$k=2$。

以浓度值的相对形式表示为：

a) $\bar{c}=0.100\ 0(1\pm2\times10^{-3})$mol/L；$U=2\times10^{-4}$；$k=2$。

b) $\bar{c}=0.100\ 0$ mol/L；$U=2\times10^{-4}$；$k=2$。

以上四种表示方法任选其一。

B.5 其他三种方式的不确定度的计算

参考第一种方式的标准滴定溶液浓度平均值不确定度的计算，可进行第二种方式、第三种方式、第四种方式标准滴定溶液浓度平均值的不确定度的计算。

B.6 说明

B.6.1 在标准滴定溶液浓度平均值的不确定度的计算中，未包括终点误差引入的相对标准不确定度分量。使用者可按分析化学原理，计算终点误差引入的相对标准不确定度分量。

B.6.2 在本附录中列出的不确定度分量，有些可以忽略不计，但应验算后确定。

参 考 文 献

[1] 国家计量技术规范 JJF 1059—1999 测量不确定度评定与表示

[2] 国家质量技术监督局计量司组编．测量不确定度评定与表示指南．第一版．中国计量出版社，2000 年

[3] 国家计量检定规程 JJG 196—1990 常用玻璃量器

[4] GB/T 11792—1989 测试方法的精密度在重复性或再现性条件下所得测试结果可接受性的检查和最终测试结果的确定

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

ICS 71.040.40;71.040.30
G 60

中华人民共和国国家标准

GB/T 602—2002
代替 GB/T 602—1988

化学试剂
杂质测定用标准溶液的制备

Chemical reagent—
Preparations of standard solutions for impurity

(ISO 6353-1:1982,Reagents for chemical analysis—
Part 1:General test methods,NEQ)

2002-10-15 发布　　2003-04-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局　发布

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

前　言

本标准与 ISO 6353-1—1982《化学分析试剂　第一部分：通用试验方法》的一致性程度为非等效。

本标准代替 GB/T 602—1988《化学试剂　杂质测定用标准溶液的制备》。

本标准与 GB/T 602—1988 相比主要变化如下：

——修改了英文名称；

——调整了实验用水规格(1988 年版的 3.1；本版的 3.1)；

——修改了缩二脲、钛、钴、碲标准溶液的制备方法(1988 年版的 4.11、4.51、4.57、4.75；本版表 1 中序号：11、51、57、75)；

——增加了氨基三乙酸、硝基苯两项标准溶液(本版表 1 中序号：84、85)；

——取消了附录 A 中的“甲醛含量测定”和“过氧化氢含量测定”两项(1988 年版的附录 A 中 A2、A4)。

本标准的附录 A 为规范性附录。

本标准由原国家石油和化学工业局提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会化学试剂分会归口。

本标准起草单位：北京化学试剂研究所、上海试剂二厂。

本标准主要起草人：关瑞宝、刘冬霓、强京林、郝玉林、王素芳。

本标准于 1965 年首次发布，1977 年第一次修订、1988 年第二次修订。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

化学试剂
杂质测定用标准溶液的制备

1 范围

本标准规定了化学试剂杂质测定用标准溶液的制备方法。

本标准适用于制备单位容积内含有准确数量物质(元素、离子或分子)的溶液,适用于化学试剂中杂质的测定,也可供其他行业选用。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。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)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准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标准。

GB/T 601—2002 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 603—2002 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 685—1993 化学试剂 甲醛溶液(neq ISO 6353-3:1987)

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3696:1987)

GB/T 6684—2002 化学试剂 30%过氧化氢

3 一般规定

3.1 本标准除另有规定外,所用试剂的纯度应在分析纯以上,所用标准滴定溶液、制剂及制品,应按GB/T 601—2002、GB/T 603—2002 的规定制备,实验用水应符合 GB/T 6682—1992 中三级水规格。

3.2 杂质测定用标准溶液的量取

3.2.1 杂质测定用标准溶液,应使用分度吸管量取。每次量取时,以不超过所量取杂质测定用标准溶液体积的三倍量选用分度吸管。

3.2.2 杂质测定用标准溶液的量取体积应在 0.05 mL～2.00 mL 之间。当量取体积少于 0.05 mL 时,应将杂质测定用标准溶液按比例稀释,稀释的比例,以稀释后的溶液在应用时的量取体积不小于 0.05 mL 为准;当量取体积大于 2.00 mL 时,应在原杂质测定用标准溶液制备方法的基础上,按比例增加所用试剂和制剂的加入量,增加比例以制备后溶液在应用时的量取体积不大于 2.00 mL 为准。

3.3 除另有规定外,杂质测定用标准溶液,在常温(15℃～25℃)下,保存期一般为二个月,当出现浑浊、沉淀或颜色有变化等现象时,应重新制备。

3.4 本标准中所用溶液以(%)表示的均为质量分数,只有乙醇(95%)中的(%)为体积分数。

4 制备方法

杂质测定用标准溶液的制备方法,见表 1。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

表 1 杂质测定用标准溶液的制备方法

序号	名称	浓度/(mg/mL)	制备方法
1	乙酸酐[$(CH_3CO)_2O$]	1	称取 0.100 g 乙酸酐，置于 100 mL 容量瓶中，用无乙酸酐的乙酸(冰醋酸)溶解，用无乙酸酐的乙酸(冰醋酸)稀释至刻度。临用前制备。 无乙酸酐的乙酸(冰醋酸)的制备：将乙酸(冰醋酸)回流 30 min后，蒸馏制得。
2	乙酸盐(CH_3COO)	10	称取 23.050 g 乙酸钠($CH_3COONa \cdot 3H_2O$)，溶于水，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度。
3	乙醛(CH_3CHO)	1	称取 m g 乙醛(40%)，精确至 0.001 g，置于 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度。临用前制备。 乙醛(40%)的称取质量 m，数值以克(g)表示，按式(1)计算： $$m = \frac{1.000}{w} \quad \cdots\cdots(1)$$ 式中： w——乙醛(40%)的实测质量分数的数值，以“%”表示。 制备前应按本标准附录 A 中 A1 规定的方法测定乙醛(40%)的质量分数。
4	水杨酸(HOC_6H_4COOH)	0.1	称取 0.100 g 水杨酸，加少量水和 1 mL 乙酸(冰醋酸)溶解，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度。
5	丙酮(CH_3COCH_3)	1	称取 1.000 g 丙酮，溶于水，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度。临用前制备。
6	甲醇(CH_3OH)	1	称取 1.000 g 甲醇，溶于水，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度。临用前制备。
7	甲醛(HCHO)	1	称取 m g 甲醛溶液，精确至 0.001 g，置于 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度。临用前制备。 甲醛溶液的称取质量 m，数值以克(g)表示，按式(2)计算： $$m = \frac{1.000}{w} \quad \cdots\cdots(2)$$ 式中： w——甲醛溶液的实测质量分数的数值，以%表示。 制备前应按 GB/T 685—1993 的规定测定甲醛溶液的质量分数。
8	草酸盐(C_2O_4)	0.1	称取 0.143 g 草酸($H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$)，溶于水，移入 1 000 mL容量瓶中，稀释至刻度。临用前制备。
9	苯酚(C_6H_5OH)	1	称取 1.000 g 苯酚，溶于水，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度。临用前制备。

表 1(续)

序号	名称	浓度/(mg/mL)	制 备 方 法
10	葡萄糖($C_6H_{12}O_6 \cdot H_2O$)	1	称取 1.000 g 葡萄糖($C_6H_{12}O_6 \cdot H_2O$),溶于水,移入 1 000 mL容量瓶中,稀释至刻度。
11	缩二脲($NH_2CONHCONH_2$)	1	称取 1.000 g 缩二脲,溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。临用前制备。
12	羰基化合物(CO)	1	称取 10.43 g 丙酮(相当于 5.000 g CO),置于含有 50 mL 无羰基的甲醇的 100 mL 容量瓶中,用无羰基的甲醇稀释至刻度,充分混匀。量取 20.00 mL 此溶液,置于 1 000 mL 容量瓶中,用无羰基的甲醇稀释至刻度。临用前制备。
13	糠醛($C_5H_4O_2$)	1	称取 1.000 g 新蒸馏的糠醛,置于 1 000 mL 容量瓶中,溶于水,稀释至刻度。临用前制备。
14	二氧化硅(SiO_2)	1	称取 1.000 g 二氧化硅,置于铂坩埚中,加 3.3 g 无水碳酸钠,混匀。于 1 000℃加热至完全熔融,冷却,溶于水,移入 1 000 mL容量瓶中,稀释至刻度。贮存于聚乙烯瓶中。
15	二氧化碳(CO_2)	0.1	称取 0.240 g 于 270℃～300℃灼烧至恒重的无水碳酸钠,溶于无二氧化碳的水,移入 1 000 mL 容量瓶中,用无二氧化碳的水稀释至刻度。
16	二硫化碳(CS_2)	1	称取 0.500 g 二硫化碳,溶于四氯化碳,移入 500 mL 容量瓶中,用四氯化碳稀释至刻度。临用前制备。
17	六氰合铁(Ⅱ)酸盐[$Fe(CN)_6$]	0.1	称取 0.199 g 六氰合铁(Ⅱ)酸钾{$K_4[Fe(CN)_6] \cdot 3H_2O$},溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。临用前制备。
18	六氟合硅酸盐(SiF_6)	0.1	称取 mg 六氟合硅酸,精确至 0.001 g,溶于水,移入 1 000 mL容量瓶中,稀释至刻度。贮存于聚乙烯瓶中。 六氟合硅酸的称取质量 m,数值以克(g)表示,按式(3)计算: $$m = \frac{1.014\,1 \times 0.100}{w} \quad \cdots\cdots(3)$$ 式中: w——六氟合硅酸的实测质量分数,以%表示。 制备前按本标准附录 A 中 A.2 规定的方法测定六氟合硅酸的质量分数。
19	亚硝酸盐(NO_2)	0.1	称取 0.150 g 亚硝酸钠,溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。临用前制备。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

表 1(续)

序号	名称	浓度/(mg/mL)	制 备 方 法
20	过氧化氢(H_2O_2)	1	称取 m g 30%过氧化氢,精确至 0.001 g,置于 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。临用前制备。 30%过氧化氢的称取质量 m,数值以克(g)表示,按式(4)计算: $$m = \frac{1.000}{w} \quad \cdots\cdots\cdots\cdots (4)$$ 式中: w——30%过氧化氢的实测质量分数,以%表示。 制备前按 GB/T 6684—2002 的规定测定 30%过氧化氢的质量分数。
21	氟化物(F)	0.1	称取 0.221 g 氟化钠,溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。贮存于聚乙烯瓶中。
22	硅酸盐(SiO_3)	1	称取 0.790 g 二氧化硅,置于铂坩埚中,加 2.6 g 无水碳酸钠,混匀。于 1 000℃加热至完全熔融,冷却,溶于水,移入 1 000 mL容量瓶中,稀释至刻度。贮存于聚乙烯瓶中。
23	铬酸盐(CrO_4)	0.1	称取 0.167 g 于 105℃～110℃干燥 1 h 的铬酸钾,溶于含有一滴氢氧化钠溶液(100 g/L)的少量水中,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。
24	铵(NH_4)	0.1	称取 0.297 g 于 105℃～110℃干燥至恒重的氯化铵,溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。
25	硫化物(S)	0.1	称取 0.749 g 硫化钠($Na_2S \cdot 9H_2O$),溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。临用前制备。
26	硫代硫酸盐(S_2O_3)	0.1	称取 0.221 g 硫代硫酸钠($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$),溶于新煮沸并冷却的水,移入 1 000 mL 容量瓶中,用同样的水稀释至刻度。
27	硫氰酸盐(SCN)	0.1	称取 0.131 g 硫氰酸铵,溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。
28	硫酸盐(SO_4)	0.1	方法 1:称取 0.148 g 于 105℃～110℃干燥至恒重的无水硫酸钠,溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。 方法 2:称取 0.181 g 硫酸钾,溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。
29	硝酸盐(NO_3)	0.1	方法 1:称取 0.163 g 于 120℃～130℃干燥至恒重的硝酸钾,溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。 方法 2:称取 0.137 g 硝酸钠,溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。

表 1(续)

序号	名称	浓度/(mg/mL)	制 备 方 法
30	氯化物(Cl)	0.1	称取 0.165 g 于 500℃～600℃灼烧至恒重的氯化钠,溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。
31	氯酸盐(ClO_3)	0.1	称取 0.147 g 氯酸钾,溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。
32	碘化物(I)	0.1	称取 0.131 g 碘化钾,溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。贮存于棕色瓶中。
33	碘酸盐(IO_3)	0.1	称取 0.122 g 碘酸钾,溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。贮存于棕色瓶中。
34	溴化物(Br)	0.1	称取 0.149 g 溴化钾,溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。贮存于棕色瓶中。
35	溴酸盐(BrO_3)	0.1	称取 0.131 g 溴酸钾,溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。贮存于棕色瓶中。
36	碳酸盐(CO_3)	0.1	称取 0.177 g 于 270℃～300℃灼烧至恒重的无水碳酸钠,溶于无二氧化碳的水中,移入 1 000 mL 容量瓶中,用无二氧化碳的水稀释至刻度。
37	磷酸盐(PO_4)	0.1	称取 0.143 g 磷酸二氢钾,溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。
38	铍(Be)	1	称取 1.966 g 硫酸铍($BeSO_4 \cdot 4H_2O$),溶于水,加 1 mL 硫酸,移入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度。
39	硼(B)	0.1	称取 0.572 g 硼酸,加 100 mL 水,温热溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。
40	碳(C)	1	称取 8.826 g 于 270℃～300℃灼烧至恒重的无水碳酸钠,溶于无二氧化碳的水中,移入 1 000 mL 容量瓶中,用无二氧化碳的水稀释至刻度。
41	氮(N)	0.1	方法 1:称取 0.382 g 于 100℃～105℃干燥至恒重的氯化铵,溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。 方法 2:称取 0.607 g 硝酸钠,溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。
42	钠(Na)	0.1	称取 0.254 g 于 500℃～600℃灼烧至恒重的氯化钠,溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。贮存于聚乙烯瓶中。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

表 1(续)

序号	名称	浓度/(mg/mL)	制备方法
43	镁(Mg)	0.1	方法 1:称取 0.166 g 于 800℃±50℃灼烧至恒重的氧化镁,溶于 2.5 mL 盐酸及少量水中,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。 方法 2:称取 1.014 g 硫酸镁($MgSO_4 \cdot 7H_2O$),溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。
44	铝(Al)	0.1	称取 1.759 g 硫酸铝钾[$KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$],溶于水,加 10 mL 硫酸溶液(25%),移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。
45	硅(Si)	0.1	称取 0.214 g 二氧化硅,置于铂坩埚中,加 1 g 无水碳酸钠,混匀。于 1 000℃加热至完全熔融,冷却,溶于水,移入 1 000 mL容量瓶中,稀释至刻度。贮存于聚乙烯瓶中。
46	磷(P)	0.1	称取 0.439 g 磷酸二氢钾,溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。
47	硫(S)	0.1	称取 0.544 g 硫酸钾,溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。
48	氯(Cl)	0.1	称取约 4 g 氯胺 T($C_7H_7ClNNaO_2S \cdot 3H_2O$),溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度(溶液Ⅰ)。量取 V mL 溶液Ⅰ,精确至 0.01 mL,置于 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。临用前制备。 溶液Ⅰ的量取体积 V,数值以毫升(mL)表示,按式(5)计算: $$V = \frac{0.100}{\rho} \quad \cdots\cdots\cdots\cdots(5)$$ 式中: ρ——溶液Ⅰ含有氯的浓度的数值,单位为克每毫升(g/mL)。 制备前应按附录 A 中 A3 规定的方法测定溶液Ⅰ中氯的浓度(ρ)。
49	钾(K)	0.1	方法 1:称取 0.191 g 于 500℃～600℃灼烧至恒重的氯化钾,溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。 方法 2:称取 0.259 g 于 120℃～130℃干燥至恒重的硝酸钾,溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。
50	钙(Ca)	0.1	方法 1:称取 0.250 g 于 105℃～110℃干燥至恒重的碳酸钙,溶于 10 mL 盐酸溶液(10%),移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。 方法 2:称取 0.367 g 氯化钙($CaCl_2 \cdot 2H_2O$),溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。
51	钛(Ti)	1	称取 0.167 g 二氧化钛,加 5 g 硫酸铵,加 10 mL 硫酸,加热溶解,冷却,移入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度。

表 1(续)

序号	名称	浓度/(mg/mL)	制 备 方 法
52	钒(V)	1	称取 0.230 g 偏钒酸铵，溶于水(必要时温热溶解)，移入 100 mL 容量瓶中，稀释至刻度。
53	铬(Cr)	0.1	方法 1：称取 0.373 g 于 105℃～110℃干燥 1 h 的铬酸钾，溶于含有一滴氢氧化钠溶液(100 g/L)的少量水中，移入 1 000 mL容量瓶中，稀释至刻度。 方法 2：称取 0.283 g 重铬酸钾，溶于水，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度。
54	锰(Mn)	0.1	方法 1：称取 0.275 g 于 400℃～500℃灼烧至恒重的无水硫酸锰，溶于水，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度。 方法 2：称取 0.308 g 硫酸锰($MnSO_4 \cdot H_2O$)，溶于水，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度。
55	铁(Fe)	0.1	称取 0.864 g 硫酸铁铵[$NH_4Fe(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$]，溶于水，加 10 mL 硫酸溶液(25%)，移入1 000 mL容量瓶中，稀释至刻度。
56	亚铁[Fe(Ⅱ)]	0.1	称取 0.702 g 硫酸亚铁铵[$(NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$]，溶于含有 0.5 mL 硫酸的水中，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度。临用前制备。
57	钴(Co)	1	称取 2.630 g 无水硫酸钴[用硫酸钴($CoSO_4 \cdot 7H_2O$)于 500℃～550℃灼烧至恒重]，加 150 mL 水，加热至溶解，冷却，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度。
58	镍(Ni)	0.1	方法 1：称取 0.673 g 硫酸镍铵[$NiSO_4 \cdot (NH_4)_2SO_4 \cdot 6H_2O$]，溶于水，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度。 方法 2：称取 0.448 g 硫酸镍($NiSO_4 \cdot 6H_2O$)，溶于水，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度。
59	铜(Cu)	0.1	称取 0.393 g 硫酸铜($CuSO_4 \cdot 5H_2O$)，溶于水，移入 1 000 mL容量瓶中，稀释至刻度。
60	锌(Zn)	0.1	方法 1：称取 0.125 g 氧化锌，溶于 100 mL 水及 1 mL 硫酸中，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度。 方法 2：称取 0.440 g 硫酸锌($ZnSO_4 \cdot 7H_2O$)，溶于水，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度。
61	镓(Ga)	1	称取 0.134 g 三氧化二镓，溶于 5 mL 硫酸，小心地用水稀释，冷却，移入 100 mL 容量瓶中，稀释至刻度。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

表 1(续)

序号	名称	浓度/(mg/mL)	制备方法
62	锗(Ge)	0.1	称取 0.100 g 锗，加热溶于 3 mL～5 mL 30%过氧化氢中，逐滴加入氨水至白色沉淀溶解，用硫酸溶液(20%)中和并过量 0.5 mL，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度。
63	砷(As)	0.1	称取 0.132 g 于硫酸干燥器中干燥至恒重的三氧化二砷，温热溶于 1.2 mL 氢氧化钠溶液(100 g/L)，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度。
64	硒(Se)	0.1	称取 0.141 g 二氧化硒，溶于水，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度。
65	锶(Sr)	0.1	称取 0.304 g 氯化锶($SrCl_2 \cdot 6H_2O$)，溶于水，移入 1 000 mL容量瓶中，稀释至刻度。
66	锆(Zr)	0.1	称取 0.353 g 氧氯化锆($ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$)，加 30 mL～40 mL盐酸溶液(10%)溶解，移入 1 000 mL 容量瓶中，用盐酸溶液(10%)稀释至刻度。
67	铌(Nb)	0.1	称取 0.143 g 经乳钵研细的五氧化二铌和 4 g 粉末状的焦硫酸钾，二者分层放入石英坩埚中，于 600℃加热熔融，冷却，加 20 mL 酒石酸溶液(150 g/L)，加热溶解，冷却，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度。
68	钼(Mo)	0.1	称取 0.184 g 钼酸铵[$(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$]，溶于水，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度。
69	钯(Pd)	1	称取 1.666 g 于 105℃～110℃干燥 1 h 的氯化钯，加30 mL 盐酸溶液(20%)溶解，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度。
70	银(Ag)	0.1	称取 0.158 g 硝酸银，溶于水，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度。贮存于棕色瓶中。
71	镉(Cd)	0.1	称取 0.203 g 氯化镉($CdCl_2 \cdot \frac{5}{2}H_2O$)，溶于水，移入 1 000 mL容量瓶中，稀释至刻度。
72	铟(In)	1	称取 0.100 g 铟，加 15 mL 盐酸溶液(20%)，加热溶解，冷却，移入 100 mL 容量瓶中，稀释至刻度。
73	锡(Sn)	0.1	称取 0.100 g 锡，溶于盐酸溶液(20%)，移入 100 mL 容量瓶中，用盐酸溶液(20%)稀释至刻度。 量取 10.00 mL 上述溶液，注入 100 mL 容量瓶中，加 15 mL盐酸溶液(20%)，稀释至刻度。临用前制备。
74	锑(Sb)	0.1	称取 0.274 g 酒石酸锑钾($C_4H_4KO_7Sb \cdot \frac{1}{2}H_2O$)，溶于盐酸溶液(10%)，移入 1 000 mL 容量瓶中，用盐酸溶液(10%)稀释至刻度。

表 1(续)

序号	名称	浓度/(mg/mL)	制 备 方 法
75	碲(Te)	1	称取 1.000 g 碲，加 20 mL～30 mL 盐酸及数滴硝酸，温热溶解，移入 1 000 mL 容量瓶中，用盐酸溶液(10%)稀释至刻度。
76	钡(Ba)	0.1	称取 0.178 g 氯化钡($BaCl_2 \cdot 2H_2O$)，溶于水，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度。
77	钨(W)	1	称取 1.262 g 于 105℃～110℃干燥 1 h 的三氧化钨(可用钨酸铵在 400℃～500℃灼烧 20 min 分解后生成的三氧化钨制备)，加 30 mL～40 mL 氢氧化钠溶液(200 g/L)，加热溶解，冷却，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度。
78	铂(Pt)	1	称取 0.249 g 氯铂酸钾，溶于水，移入 100 mL 容量瓶中，稀释至刻度。
79	金(Au)	1	称取 0.100 g 金，加 10 mL 盐酸、5 mL 硝酸溶解，在水浴上蒸发近干，溶于水，移入 100 mL 容量瓶中，稀释至刻度。
80	汞(Hg)	0.1	方法 1：称取 0.135 g 氯化汞，溶于水，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度。 方法 2：称取 0.162 g 硝酸汞，用 10 mL 硝酸溶液(1+9)溶解，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度。
81	铊(Tl)	0.1	称取 0.118 g 氯化亚铊，溶于 5 mL 硫酸中，小心地用水稀释，冷却，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度。
82	铅(Pb)	0.1	称取 0.160 g 硝酸铅，用 10 mL 硝酸溶液(1+9)溶解，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度。
83	铋(Bi)	0.1	方法 1：称取 0.232 g 硝酸铋[$Bi(NO_3)_3 \cdot 5H_2O$]，用10 mL 硝酸溶液(25%)溶解，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度。 方法 2：称取 0.100 g 铋，溶于 6 mL 硝酸中，煮沸除去氮的氧化物气体，冷却，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度。
84	氨基三乙酸[$N(COOH)_3$]	1	称取 1.000 g 氨基三乙酸，加 50 mL 水，在摇动下滴加氢氧化钠溶液(200 g/L)至氨基三乙酸完全溶解，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度。
85	硝基苯($C_6H_5NO_2$)	1	称取 1.000 g 硝基苯，置于 1 000 mL 容量瓶中，用甲醇稀释至刻度。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

附 录 A
（规范性附录）
乙醛(40%)、六氟合硅酸的质量分数及溶液Ⅰ(氯)浓度的测定

A.1 乙醛(40%)质量分数的测定

将50.00 mL氯化羟胺(盐酸羟胺)溶液(140 g/L)注入具塞锥形瓶中，称量，加入1.5 mL乙醛(40%)，放置30 min，再称量，两次称量均精确至0.000 1 g，加30 mL水，加10滴溴酚蓝指示液(0.4 g/L)，用氢氧化钠标准滴定溶液[c(NaOH)=1 mol/L]滴定。同时做空白试验。

乙醛(40%)的质量分数w，数值以%表示，按式(A.1)计算：

$$w=\frac{(V_1-V_2)cM}{m\times 1\,000}\times 100 \qquad \cdots\cdots(A.1)$$

式中：

V_1——氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

V_2——空白试验氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

c——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

M——乙醛的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)[$M(CH_3CHO)=44.05$]；

m——称取乙醛(40%)质量的准确数值，单位为克(g)。

A.2 六氟合硅酸质量分数的测定

称取3 g六氟合硅酸，精确至0.000 1 g。置于聚乙烯杯中，加100 mL水，10 mL饱和氯化钾溶液及3滴酚酞指示液(10 g/L)，冷却至0℃，用氢氧化钠标准滴定溶液[c(NaOH)=1 mol/L]滴定至溶液呈粉红色，保持15 s(V_1)。加热至约80℃，继续用氢氧化钠标准滴定溶液[c(NaOH)=1 mol/L]滴定至溶液呈稳定的粉红色(V_2)。

六氟合硅酸的质量分数w，数值以%表示，按式(A.2)计算：

$$w=\frac{(V_2-V_1)cM}{m\times 1\,000}\times 100 \qquad \cdots\cdots(A.2)$$

式中：

V_2——滴定至第二终点时氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

V_1——滴定至第一终点时氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

c——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

M——六氟合硅酸的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)[$M(1/4H_2SiF_6)=36.02$]；

m——称取六氟合硅酸质量的准确数值，单位为克(g)。

A.3 溶液Ⅰ(氯)浓度的测定

量取5.00 mL溶液Ⅰ(见表1中48)，注入碘量瓶中，加100 mL水，2 g碘化钾及5 mL盐酸溶液(10%)，在暗处放置10 min，用硫代硫酸钠标准滴定溶液[$c(Na_2S_2O_3)=0.1$ mol/L]滴定，近终点时，加2 mL淀粉指示液(10 g/L)，继续滴定至溶液蓝色消失。

溶液Ⅰ(氯)的浓度ρ，数值以克每毫升(g/mL)表示，按式(A.3)计算：

$$\rho=\frac{VcM}{5\times 1\,000} \qquad \cdots\cdots(A.3)$$

式中：

V——硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

c——硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

M——氯的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)[M(Cl)=35.45]。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

ICS 71.040.40;71.040.30
G 60

中华人民共和国国家标准

GB/T 603—2002
代替 GB/T 603—1988

化学试剂
试验方法中所用制剂及制品的制备

Chemical reagent—
Preparations of reagent solutions for use in test methods

(ISO 6353-1:1982,Reagents for chemical analysis—
Part 1:General test methods,NEQ)

2002-10-15 发布　　2003-04-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局　发布

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

前　言

本标准与 ISO 6353-1:1982《化学试剂　第一部分:通用试验方法》的一致性程度为非等效。

本标准代替 GB/T 603—1988《化学试剂　试验方法中所用制剂及制品的制备》。

本标准与 GB/T 603—1988 相比主要变化如下:

——取消了一般规定中"V_1+V_2"符号及解释(1988 年版的 3.4);

——取消了对于"浓度以量纲上不同的单位质量和体积表示"的规定(1988 年版的 3.5);

——取消了关于标准中"除另有说明外,标准中的溶液均指水溶液,稀释是指用水稀释"的规定(1988 年版的 3.7);

——取消了"中性丙三醇"(1988 年版的 4.1.8);

——"双甲酮溶液"名称改为"双甲酮(醛试剂)溶液"(1988 年版的 4.3.12;本版的 4.1.2.12);

——增加了"乙酸溶液(质量分数为 6%)、硫酸溶液(质量分数为 35%)、溴甲酚紫指示液、二甲基黄-亚甲基蓝混合指示液、乙酸铅试纸的制备方法"(本版的 4.1.2.2.2、4.1.2.38.4、4.1.4.32、4.1.4.33、4.2.2)。

本标准给出了汉语拼音索引。

本标准由原国家石油和化学工业局提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会化学试剂分会归口。

本标准起草单位:北京化学试剂研究所、上海试剂一厂。

本标准主要起草人:关瑞宝、刘冬霓、强京林、郝玉林、王素芳。

本标准于 1965 年首次发布,1977 年第一次修订、1988 年第二次修订。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

化 学 试 剂
试验方法中所用制剂及制品的制备

1 范围

本标准规定了化学试剂试验方法中所用制剂及制品的制备方法。

本标准适用于化学试剂分析中所需制剂及制品的制备，也可供其他行业选用。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。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)或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准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标准。

GB/T 601—2002 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 602—2002 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3696:1987)

GB/T 9733—1988 化学试剂 羰基化合物测定通用方法(eqv ISO 6353-1:1982)

3 一般规定

3.1 本标准除另有规定外，所用试剂的纯度应在分析纯以上，所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液，应按GB/T 601—2002、GB/T 602—2002的规定制备，实验用水应符合GB/T 6682—1992中三级水的规格。

3.2 当溶液出现浑浊、沉淀或颜色变化等现象时，应重新制备。

3.3 本标准中所用溶液以(%)表示的均指质量分数；只有“乙醇(95%)”中的(%)为体积分数。

4 制备方法

4.1 制剂

4.1.1 一般制剂

4.1.1.1 无二氧化碳的水

将水注入烧瓶中，煮沸10 min，立即用装有钠石灰管的胶塞塞紧，冷却。

4.1.1.2 无氧的水

将水注入烧瓶中，煮沸1 h后立即用装有玻璃导管的胶塞塞紧，导管与盛有焦性没食子酸碱性溶液(100 g/L)的洗瓶连接，冷却。

4.1.1.3 无氨的水

取2份强碱性阴离子交换树脂及1份强酸性阳离子交换树脂，依次填充于长500 mm、内径30 mm的交换柱中，将水以3 mL/min～5 mL/min的流速通过交换柱。

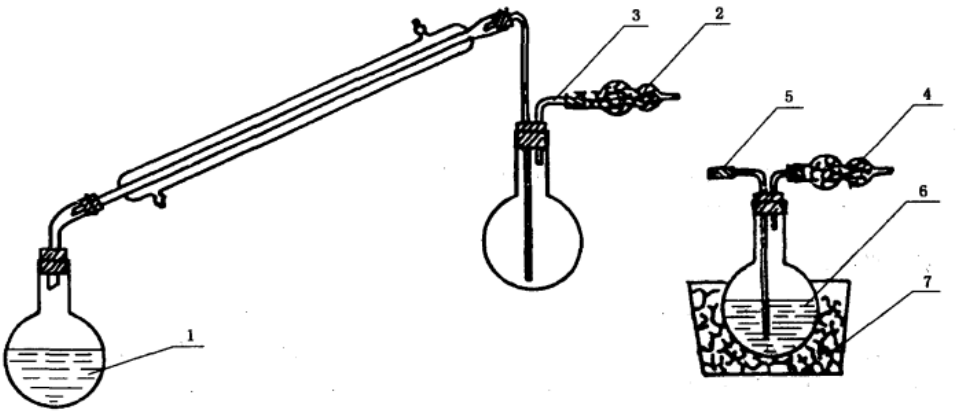
4.1.1.4 无氨的氢氧化钠溶液

将所需浓度的氢氧化钠溶液注入烧瓶中，煮沸30 min，用装有硫酸溶液(20%)的双球管的胶塞塞紧冷却，用无氨的水稀释至原体积。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

4.1.1.5 无碳酸盐的氨水

量取 500 mL 氨水，注入 1 000 mL 圆底烧瓶中，加入预先消化 10 g 生石灰所得的石灰浆，混匀，将烧瓶与冷凝器连接(如图 1)，放置 18 h～20 h，将氨气出口 3 用橡皮管与另一装有约 200 mL 无二氧化碳的水的烧瓶进口 5 连接，外部用水冷却。将氨水和石灰浆的混合液用水浴加热，将氨蒸出直至制得的氨水密度达 0.9 g/mL 左右。



1——氨水及石灰；
2——钠石灰；
3——氨气出口；
4——钠石灰；
5——烧瓶进口；
6——无二氧化碳水；
7——冰。

图 1 无碳酸盐氨水的制备装置示意图

4.1.1.6 无羰基的甲醇

量取 2 000 mL 甲醇，加 10 g 2,4-二硝基苯肼和 0.5 mL 盐酸，在水浴上回流 2 h，加热蒸馏，弃去最初的 50 mL 蒸馏液，收集馏出液贮存于棕色瓶中。

按以上方法制备的无羰基的甲醇，应符合下述要求：按 GB/T 9733—1988 的规定测定，羰基含量不得大于 0.001%。

4.1.1.7 无醛的乙醇

量取 2 000 mL 乙醇(95%)，加 10 g 2,4-二硝基苯肼及 0.5 mL 盐酸，在水浴上回流 2 h，加热蒸馏，弃去最初的 50 mL 蒸馏液，收集馏出液。贮存于棕色瓶中。

按以上方法制备的无醛的乙醇，应符合下述要求：取 5 mL 按上法制备的无醛的乙醇，加 5 mL 水，冷却至 20℃，加 2 mL 碱性品红-亚硫酸溶液，放置 10 min，应无明显红色。

4.1.1.8 饱和二氧化硫溶液

将二氧化硫气体在常温(15℃～25℃)下通入水中，至饱和为止。临用前制备。

4.1.1.9 饱和硫化氢水

将硫化氢气体通入无二氧化碳的水中，至饱和为止。

4.1.1.10 无钙及镁的氯化钠

将优级纯氯化钠的饱和溶液与同体积乙醇(无水乙醇)混合，不断搅拌至不再出结晶，抽滤，于 105℃～110℃干燥后备用。

4.1.2 试液

4.1.2.1 乙二胺四乙酸二钠镁溶液[c(EDTA-Mg)=0.01 mol/L]

称取 0.43 g 乙二胺四乙酸二钠镁,溶于水,稀释至 100 mL。

4.1.2.2 乙酸溶液

4.1.2.2.1 乙酸溶液(5%)

量取 48 mL 乙酸(冰醋酸),稀释至 1 000 mL。

4.1.2.2.2 乙酸溶液(6%)

量取 58 mL 乙酸(冰醋酸),稀释至 1 000 mL。

4.1.2.2.3 乙酸溶液(30%)

量取 298 mL 乙酸(冰醋酸),稀释至 1 000 mL。

4.1.2.3 乙二醛缩双邻氨基酚乙醇溶液(2 g/L)

称取 0.2 g 乙二醛缩双邻氨基酚(钙试剂),溶于乙醇(95%),用乙醇(95%)稀释至 100 mL。

4.1.2.4 乙酸铅(碱溶液)

称取 5 g 乙酸铅[$Pb(CH_3COO)_2 \cdot 3H_2O$]和 15 g 氢氧化钠,溶于 80 mL 水中,稀释至 100 mL。

4.1.2.5 二乙基二硫代氨基甲酸钠溶液(1 g/L)

称取 0.1 g 二乙基二硫代氨基甲酸钠(铜试剂),溶于水,稀释至 100 mL。使用期为一个月。

4.1.2.6 二乙基二硫代氨基甲酸银-三乙基胺三氯甲烷溶液

称取 0.25 g 二乙基二硫代氨基甲酸银,用少量三氯甲烷溶解,加入 1.8 g 三乙基胺,用三氯甲烷稀释至 100 mL。静置过夜,过滤,贮存于棕色瓶中。避光保存,使用期为一周。

4.1.2.7 二甲基乙二醛肟氢氧化钠溶液(10 g/L)

称取 1 g 二甲基乙二醛肟(镍试剂),溶于氢氧化钠溶液(50 g/L),用氢氧化钠溶液(50 g/L)稀释至 100 mL。

4.1.2.8 4,7-二苯基-1,10-菲啰啉溶液{c[$(C_6H_5)_2C_{12}H_6N_2$]=0.001 mol/L}

称取 0.332 4 g 4,7-二苯基-1,10-菲啰啉,溶于乙醇(95%)中,用乙醇(95%)稀释至 1 000 mL。

4.1.2.9 2,4-二硝基苯肼溶液(1 g/L)

称取 0.1 g 2,4-二硝基苯肼,溶于 50 mL 无羰基的甲醇和 4 mL 盐酸,稀释至 100 mL。使用期为两周。

4.1.2.10 马钱子碱溶液(50 g/L)

称取 5 g 马钱子碱,溶于乙酸(冰醋酸),用乙酸(冰醋酸)稀释至 100 mL。

4.1.2.11 孔雀石绿溶液(2 g/L)

称取 0.2 g 孔雀石绿,溶于水,稀释至 100 mL。

4.1.2.12 双甲酮(醛试剂)溶液(50 g/L)

称取 5 g 双甲酮(醛试剂),溶于乙醇(95%),用乙醇(95%)稀释至 100 mL。

4.1.2.13 双硫腙三氯甲烷(或四氯化碳)溶液(0.01 g/L)

称取 0.010 g 双硫腙,溶于三氯甲烷(或四氯化碳),用三氯甲烷(或四氯化碳)稀释至 1 000 mL。使用期为两周。

4.1.2.14 达旦黄溶液(0.5 g/L)

称取 0.05 g 达旦黄,溶于水,稀释至 100 mL。

4.1.2.15 纳氏试剂

称取 50 g 红色碘化汞和 40 g 碘化钾,溶于 200 mL 水中,将此溶液倾入 700 mL 氢氧化钠溶液(210 g/L)中,稀释至 1 000 mL,静置,取上层清液使用。

按以上方法制备的纳氏试剂,应符合下述要求:取含 0.005 mg 氮(N)的杂质测定用标准溶液,稀释至 100 mL,加 2 mL 纳氏试剂,所呈黄色应深于空白。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

4.1.2.16 玫红三羧酸铵溶液(0.5 g/L)

称取 0.25 g 玫红三羧酸铵(铝试剂)和 5 g 阿拉伯胶,加 250 mL 水,温热溶解,加 87 g 乙酸铵,溶解后,加 145 mL 盐酸溶液(15%),稀释至 500 mL。必要时过滤,使用期为一个月。

4.1.2.17 苯基邻氨基苯甲酸-乙醇溶液(1 g/L)

称取 0.1 g 苯基邻氨基苯甲酸,溶于乙醇(95%),用乙醇(95%)稀释至 100 mL。

4.1.2.18 苯甲酰苯基羟胺溶液(20 g/L)

称取 2 g 苯甲酰苯基羟胺(钽试剂),溶于乙醇(95%),用乙醇(95%)稀释至 100 mL。

4.1.2.19 苯基荧光酮溶液(0.1 g/L)

称取 0.01 g 苯基荧光酮(苯芴酮),加适量乙醇(95%),温热溶解,加 1 mL 盐酸溶液(20%),用乙醇(95%)稀释至 100 mL。

4.1.2.20 氢氧化钾-乙醇溶液

称取 30 g 氢氧化钾,溶于 30 mL 水中,用无醛的乙醇稀释至 1 000 mL。放置 24 h,取上层清液使用。

4.1.2.21 氢氧化钾-甲醇溶液

取 15 mL 氢氧化钾溶液(330 g/L),加 50 mL 无羰基的甲醇,混匀。使用期为两周。

4.1.2.22 费林溶液

溶液 Ⅰ:称取 34.7 g 硫酸铜($CuSO_4 \cdot 5H_2O$),溶于水,稀释至 500 mL。

溶液 Ⅱ:称取 173 g 酒石酸钾钠($C_4H_4KNaO_6 \cdot 4H_2O$)和 50 g 氢氧化钠,溶于水,稀释至 500 mL。

使用时将溶液 Ⅰ 与溶液 Ⅱ 按同体积混合。

4.1.2.23 氨水溶液

4.1.2.23.1 氨水溶液(2.5%)

量取 103 mL 氨水,稀释至 1 000 mL。

4.1.2.23.2 氨水溶液(10%)

量取 400 mL 氨水,稀释至 1 000 mL。

4.1.2.24 盐酸溶液

4.1.2.24.1 盐酸溶液(5%)

量取 117 mL 盐酸,稀释至 1 000 mL。

4.1.2.24.2 盐酸溶液(10%)

量取 240 mL 盐酸,稀释至 1 000 mL。

4.1.2.24.3 盐酸溶液(15%)

量取 370 mL 盐酸,稀释至 1 000 mL。

4.1.2.24.4 盐酸溶液(20%)

量取 504 mL 盐酸,稀释至 1 000 mL。

4.1.2.25 盐酸苯肼溶液(10 g/L)

称取 1 g 盐酸苯肼,溶于水,稀释至 100 mL。临用前制备。

4.1.2.26 铁-亚铁混合液

称取 10 g 硫酸亚铁铵[$(NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$]和 1 g 硫酸铁(Ⅲ)铵[$NH_4Fe(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$],溶于水,加 5 mL 硫酸溶液(20%),稀释至 100 mL。

4.1.2.27 淀粉-碘化锌溶液

溶液 Ⅰ:称取 2 g 可溶性淀粉与 20 mL 水混合,注入 200 mL 沸水中,加 10 g 氯化锌,溶解。

溶液 Ⅱ:称取 0.5 g 金属锌粉和 1 g 碘,加 10 mL 水,搅拌至黄色消失,过滤。将滤液煮沸,冷却。

将溶液 Ⅱ 注入冷却后的溶液 Ⅰ 中,混匀,稀释至 500 mL。贮存于棕色瓶中,使用期为一周。

按以上方法制备的淀粉-碘化锌溶液,应符合下述要求:量取 1 mL 淀粉-碘化锌溶液,加 50 mL 水、

3 mL 硫酸溶液(1+5),混匀,溶液不得呈现蓝色。溶液中加 1 滴碘酸钾标准滴定溶液[$c(\frac{1}{6}KIO_3)$=0.01 mol/L],混匀,应立即产生蓝色。

4.1.2.28 混合碱

取 200 mL 氢氧化钠溶液(100 g/L),加 100 mL 无水碳酸钠溶液(100 g/L),混匀。

4.1.2.29 1,10-菲啰啉溶液

4.1.2.29.1 1,10-菲啰啉溶液(2 g/L)

称取 0.20 g 1,10-菲啰啉($C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$)[或 0.24 g 1,10-菲啰啉盐酸盐($C_{12}H_8N_2 \cdot HCl \cdot H_2O$)],加少量水振摇至溶解(必要时加热),稀释至 100 mL。

4.1.2.29.2 1,10-菲啰啉溶液(5 g/L)

称取 0.5 g 1,10-菲啰啉($C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$)[或 0.6 g 1,10-菲啰啉盐酸盐($C_{12}H_8N_2 \cdot HCl \cdot H_2O$)],溶于乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH≈3)中,用乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH≈3)稀释至 100 mL。

4.1.2.30 铬天青 S 混合液

溶液 I:称取 0.5 g 十六烷基三甲基溴化铵,溶于水,稀释至 100 mL。

溶液 II:称取 0.04 g 铬天青 S,加 5 mL 乙醇(95%)溶解,稀释至 100 mL。

取 10 mL 溶液 I 及 50 mL 溶液 II,稀释至 100 mL。

4.1.2.31 铬酸溶液(100 g/L)

称取 100 g 三氧化铬,溶于硫酸溶液(35%)中,用硫酸溶液(35%)稀释至 1 000 mL。

4.1.2.32 偏钒酸铵溶液(2.5 g/L)

称取 2.5 g 偏钒酸铵,溶于 500 mL 沸水中,加 20 mL 硝酸,冷却,稀释至 1 000 mL。贮存于聚乙烯瓶中。

4.1.2.33 氯化亚锡溶液

4.1.2.33.1 氯化亚锡盐酸溶液

称取 0.4 g 氯化亚锡($SnCl_2 \cdot 2H_2O$),置于干燥的烧杯中,加 50 mL 盐酸溶解,稀释至 100 mL。

4.1.2.33.2 氯化亚锡溶液(5 g/L)

称取 0.5 g 氯化亚锡($SnCl_2 \cdot 2H_2O$),置于干燥的烧杯中,加 1 mL 盐酸溶解(必要时加热),稀释至 100 mL。

4.1.2.33.3 氯化亚锡-抗坏血酸溶液

称取 0.5 g 氯化亚锡($SnCl_2 \cdot 2H_2O$),置于干燥的烧杯中,加 8 mL 盐酸溶解,稀释至 50 mL,加 0.7 g抗坏血酸,摇匀。临用前制备。

4.1.2.33.4 氯化亚锡盐酸溶液(20 g/L)

称取 2 g 氯化亚锡($SnCl_2 \cdot 2H_2O$),置于干燥的烧杯中,用少量盐酸溶解(必要时加热),用盐酸稀释至 100 mL。

4.1.2.33.5 氯化亚锡溶液(400 g/L)

称取 40 g 氯化亚锡($SnCl_2 \cdot 2H_2O$),置于干燥的烧杯中,加 40 mL 盐酸溶解,稀释至 100 mL。

4.1.2.34 三氯化铁溶液(100 g/L)

称取 10 g 三氯化铁($FeCl_3 \cdot 6H_2O$),溶于盐酸溶液(1+9)中,用盐酸溶液(1+9)稀释至 100 mL。

4.1.2.35 硝酸溶液

4.1.2.35.1 硝酸溶液(13%)

量取 150 mL 硝酸,稀释至 1 000 mL。

4.1.2.35.2 硝酸溶液(20%)

量取 240 mL 硝酸,稀释至 1 000 mL。

4.1.2.35.3 硝酸溶液(25%)

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

量取 308 mL 硝酸，稀释至 1 000 mL。

4.1.2.36 硝酸银溶液(17 g/L)

称取 1.7 g 硝酸银，溶于水，稀释至 100 mL。贮存于棕色瓶中。

4.1.2.37 硫化铵溶液

量取 100 mL 无碳酸盐的氨水，通入硫化氢气体至溶液变为黄色。

4.1.2.38 硫酸溶液

4.1.2.38.1 硫酸溶液(0.5%)

量取 2.8 mL 硫酸，缓缓注入约 700 mL 水中，冷却，稀释至 1 000 mL。

4.1.2.38.2 硫酸溶液(5%)

量取 29 mL 硫酸，缓缓注入约 700 mL 水中，冷却，稀释至 1 000 mL。

4.1.2.38.3 硫酸溶液(20%)

量取 128 mL 硫酸，缓缓注入约 700 mL 水中，冷却，稀释至 1 000 mL。

4.1.2.38.4 硫酸溶液(35%)

量取 244 mL 硫酸，缓缓注入约 700 mL 水中，冷却，稀释至 1 000 mL。

4.1.2.38.5 硫酸溶液(40%)

量取 294 mL 硫酸，缓缓注入约 700 mL 水中，冷却，稀释至 1 000 mL。

4.1.2.39 硫酸铜溶液(20 g/L)

称取 2 g 硫酸铜($CuSO_4 \cdot 5H_2O$)，溶于水，加两滴硫酸，稀释至 100 mL。

4.1.2.40 硫酸亚铁溶液(50 g/L)

称取 5 g 硫酸亚铁($FeSO_4 \cdot 7H_2O$)，溶于适量水中，加 10 mL 硫酸，稀释至 100 mL。

4.1.2.41 硫酸亚铁铵溶液(100 g/L)

称取 10 g 硫酸亚铁铵[$(NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$]，溶于适量水中，加 10 mL 硫酸，稀释至 100 mL。

4.1.2.42 硫酸锰溶液

称取 67 g 硫酸锰($MnSO_4 \cdot H_2O$)，溶于 500 mL 水中，加 138 mL 磷酸及 130 mL 硫酸，稀释至 1 000 mL。

4.1.2.43 硫酸银溶液(10 g/L)

称取 1 g 硫酸银，溶于 50 mL 硫酸溶液(40%)中，稀释至 100 mL。贮存于棕色瓶中。

4.1.2.44 硫酸钾乙醇溶液(0.2 g/L)

称取 0.2 g 硫酸钾，溶于 700 mL 水中，用乙醇(95%)稀释至 1 000 mL。

4.1.2.45 葛利斯试剂

溶液 I：称取 0.1 g 甲萘胺，加 100 mL 水，煮沸使其溶解，冷却，加 3 mL 乙酸(冰醋酸)，摇匀。贮存于棕色瓶中。

溶液 II：称取 1 g 无水对氨基苯磺酸，溶于水，稀释至 100 mL。

使用时将溶液 I 与溶液 II 按同体积混合。

4.1.2.46 紫脲酸铵溶液(0.5 g/L)

称取 0.05 g 紫脲酸铵，溶于水，稀释至 100 mL。临用前制备。

4.1.2.47 溴溶液[$c(\frac{1}{2}Br_2)=0.1$ mol/L]

4.1.2.47.1 配制

称取 50 g 溴化钾，溶于 300 mL 水中，加 2.5 mL～2.6 mL(约 8 g)溴，稀释至 1 000 mL。

4.1.2.47.2 标定

量取 25.00 mL 上述溶液，注入碘量瓶中，加 2 g 碘化钾及 100 mL 水(15℃～20℃)，于暗处放置 5 min，用硫代硫酸钠标准滴定溶液[$c(Na_2S_2O_3)=0.1$ mol/L]滴定，近终点时，加 2 mL 淀粉指示液

(10 g/L)，继续滴定至溶液蓝色消失。

溴溶液的浓度[$c(\frac{1}{2}Br_2)$]，数值以摩尔每升(mol/L)表示，按式(1)计算：

$$c(\frac{1}{2}Br_2)=\frac{V_1c_1}{V} \quad \cdots\cdots(1)$$

式中：

V_1——硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

c_1——硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

V——溴溶液的体积的准确数值，单位为毫升(mL)。

4.1.2.48 碱性品红-亚硫酸溶液

亚硫酸钠溶液(100 g/L)：称取 2 g 亚硫酸钠($Na_2SO_3\cdot 7H_2O$)，溶于 20 mL 水中。

称取 0.2 g 碱性品红，溶于 120 mL 热水中，冷却，加 20 mL 亚硫酸钠溶液(100 g/L)，加 2 mL 盐酸，稀释至 200 mL，放置 1 h。

按以上方法制备的碱性品红-亚硫酸溶液，应符合下述要求：取含 0.005 mg 甲醛的杂质测定用标准溶液，稀释至 20 mL，加 2 mL 碱性品红-亚硫酸溶液，摇匀，在 15℃～20℃下放置 10 min，所呈红色应深于空白。

4.1.2.49 碳酸铵溶液

称取 200 g 碳酸铵，溶于水，加 80 mL 氨水，稀释至 1 000 mL。

4.1.2.50 靛蓝二磺酸钠溶液[$c(C_{16}H_8N_2Na_2O_8S_2)=0.001$ mol/L]

4.1.2.50.1 配制

称取 m g 靛蓝二磺酸钠(靛蓝胭脂红)，加 2 mL 硫酸溶液(1+5)溶解，稀释至 1 000 mL。使用期为十天。

制备靛蓝二磺酸钠溶液[$c(C_{16}H_8N_2Na_2O_8S_2)=0.001$ mol/L]所需靛蓝二磺酸钠的质量 m，单位以克(g)表示，按式(2)计算：

$$m=\frac{0.466\,4}{w} \quad \cdots\cdots(2)$$

式中：

w——靛蓝二磺酸钠的质量分数的数值，以“%”表示。

4.1.2.50.2 靛蓝二磺酸钠的质量分数测定

称取 0.2 g 于 105℃～110℃干燥至恒重的靛蓝二磺酸钠，精确至 0.000 1 g。溶于 30 mL 水，加 1 mL硫酸，稀释至 600 mL，用高锰酸钾标准滴定溶液[$c(\frac{1}{5}KMnO_4)=0.1$ mol/L]滴定至溶液由绿色变为淡黄色。

靛蓝二磺酸钠的质量分数 w，数值以%表示，按式(3)计算：

$$w=\frac{VcM}{m_1\times 1\,000}\times 100 \quad \cdots\cdots(3)$$

式中：

V——高锰酸钾标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

c——高锰酸钾标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

M——靛蓝二磺酸钠的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\frac{1}{4}C_{16}H_8N_2Na_2O_8S_2)=116.6$]；

m_1——靛蓝二磺酸钠的质量的准确数值，单位为克(g)。

4.1.2.51 磷试剂甲

称取 5 g 钼酸铵[$(NH_4)_6Mo_7O_{24}\cdot 4H_2O$]，溶于水，稀释至 100 mL。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

4.1.2.52 磷试剂乙

称取 0.2 g 对甲氨基苯酚硫酸盐，溶于 100 mL 水中，加 20 g 偏重亚硫酸钠，溶解，贮存于棕色瓶中，使用期为两周。

4.1.2.53 磷酸二氢钠溶液(200 g/L)

称取 20 g 磷酸二氢钠($NaH_2PO_4 \cdot 2H_2O$)，溶于水，加 1 mL 硫酸溶液(20%)，稀释至 100 mL。

4.1.3 缓冲溶液

4.1.3.1 乙酸-乙酸钠缓冲溶液

4.1.3.1.1 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH≈3)

称取 0.8 g 乙酸钠($CH_3COONa \cdot 3H_2O$)，溶于水，加 5.4 mL 乙酸(冰醋酸)，稀释至 1 000 mL。

4.1.3.1.2 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH≈4)

称取 54.4 g 乙酸钠($CH_3COONa \cdot 3H_2O$)，溶于水，加 92 mL 乙酸(冰醋酸)，稀释至 1 000 mL。

4.1.3.1.3 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH≈4.5)

称取 164 g 乙酸钠($CH_3COONa \cdot 3H_2O$)，溶于水，加 84 mL 乙酸(冰醋酸)，稀释至 1 000 mL。

4.1.3.1.4 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH4～5)

称取 68 g 乙酸钠($CH_3COONa \cdot 3H_2O$)，溶于水，加 28.6 mL 乙酸(冰醋酸)，稀释至 1 000 mL。

4.1.3.1.5 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH≈6)

称取 100 g 乙酸钠($CH_3COONa \cdot 3H_2O$)，溶于水，加 5.7 mL 乙酸(冰醋酸)，稀释至 1 000 mL。

4.1.3.2 乙酸-乙酸铵缓冲溶液

4.1.3.2.1 乙酸-乙酸铵缓冲溶液(pH4～5)

称取 38.5 g 乙酸铵，溶于水，加 28.6 mL 乙酸(冰醋酸)，稀释至 1 000 mL。

4.1.3.2.2 乙酸-乙酸铵缓冲溶液(pH≈6.5)

称取 59.8 g 乙酸铵，溶于水，加 1.4 mL 乙酸(冰醋酸)，稀释至 200 mL。

4.1.3.3 氨-氯化铵缓冲溶液

4.1.3.3.1 氨-氯化铵缓冲溶液甲(pH≈10)

称取 54 g 氯化铵，溶于水，加 350 mL 氨水，稀释至 1 000 mL。

4.1.3.3.2 氨-氯化铵缓冲溶液乙(pH≈10)

称取 26.7 g 氯化铵，溶于水，加 36 mL 氨水，稀释至 1 000 mL。

4.1.4 指示剂及指示液

4.1.4.1 二甲酚橙指示液(2 g/L)

称取 0.2 g 二甲酚橙，溶于水，稀释至 100 mL。

4.1.4.2 二苯胺磺酸钠指示液(5 g/L)

称取 0.5 g 二苯胺磺酸钠，溶于水，稀释至 100 mL。

4.1.4.3 二苯基偶氮碳酰肼指示液(0.25 g/L)

称取 0.025 g 二苯基偶氮碳酰肼，溶于乙醇(95%)，用乙醇(95%)稀释至 100 mL。

4.1.4.4 4-(2-吡啶偶氮)-间苯二酚指示液(1 g/L)

称取 0.1 g 4-(2-吡啶偶氮)-间苯二酚(PAR)，溶于乙醇(95%)，用乙醇(95%)稀释至 100 mL。

4.1.4.5 甲基百里香酚蓝指示剂

称取 1 g 甲基百里香酚蓝和 100 g 硝酸钾，混匀，研细。

4.1.4.6 甲基红指示液(1 g/L)

称取 0.1 g 甲基红，溶于乙醇(95%)，用乙醇(95%)稀释至 100 mL。

4.1.4.7 甲基红-亚甲基蓝混合指示液

溶液Ⅰ：称取 0.1 g 亚甲基蓝，溶于乙醇(95%)，用乙醇(95%)稀释至 100 mL。

溶液Ⅱ：称取 0.1 g 甲基红，溶于乙醇(95%)，用乙醇(95%)稀释至 100 mL。

取 50 mL 溶液 Ⅰ、100 mL 溶液 Ⅱ，混匀。

4.1.4.8 甲基橙指示液(1 g/L)

称取 0.1 g 甲基橙，溶于 70℃的水中，冷却，稀释至 100 mL。

4.1.4.9 甲基紫指示液(0.5 g/L)

称取 0.05 g 甲基紫，溶于水，稀释至 100 mL。

4.1.4.10 对硝基酚指示液(1 g/L)

称取 0.1 g 对硝基酚，溶于乙醇(95%)，用乙醇(95%)稀释至 100 mL。

4.1.4.11 百里香酚酞指示液(1 g/L)

称取 0.1 g 百里香酚酞，溶于乙醇(95%)，用乙醇(95%)稀释至 100 mL。

4.1.4.12 百里香酚蓝指示液(1 g/L)

称取 0.1 g 百里香酚蓝，溶于乙醇(95%)，用乙醇(95%)稀释至 100 mL。

4.1.4.13 邻甲苯酚酞指示液(4 g/L)

称取 0.4 g 邻甲苯酚酞，溶于乙醇(95%)，用乙醇(95%)稀释至 100 mL。

4.1.4.14 邻甲苯酚酞络合剂-萘酚绿 B 混合指示剂

称取 0.1 g 邻甲苯酚酞络合剂、0.16 g 萘酚绿 B 及 30 g 氯化钠，混匀，研细。

4.1.4.15 邻联甲苯胺指示液(1 g/L)

称取 0.1 g 邻联甲苯胺，加 10 mL 盐酸及少量水溶解，稀释至 100 mL。

4.1.4.16 饱和 2,4-二硝基酚指示液

2,4-二硝基酚的饱和水溶液。

4.1.4.17 吲哚醌指示液(2 g/L)

溶液 Ⅰ：称取 0.2 g 吲哚醌，溶于硫酸，用硫酸稀释至 100 mL。

溶液 Ⅱ：称取 0.25 g 三氯化铁($FeCl_3 \cdot 6H_2O$)，溶于 1 mL 水中，用硫酸稀释至 50 mL，搅拌，直至不再产生气泡。

使用前将 5.0 mL 溶液 Ⅱ 加入到 2.5 mL 溶液 Ⅰ 中，用硫酸稀释至 100 mL。

4.1.4.18 荧光素指示液(5 g/L)

称取 0.5 g 荧光素(荧光黄或荧光红)，溶于乙醇(95%)，用乙醇(95%)稀释至 100 mL。

4.1.4.19 结晶紫指示液(5 g/L)

称取 0.5 g 结晶紫，溶于乙酸(冰醋酸)中，用乙酸(冰醋酸)稀释至 100 mL。

4.1.4.20 淀粉指示液(10 g/L)

称取 1 g 淀粉，加 5 mL 水使其成糊状，在搅拌下将糊状物加到 90 mL 沸腾的水中，煮沸 1 min～2 min，冷却，稀释至 100 mL。使用期为两周。

4.1.4.21 1,10-菲啰啉-亚铁指示液

称取 0.7 g 硫酸亚铁($FeSO_4 \cdot 7H_2O$)，溶于 70 mL 水中，加 2 滴硫酸，加 1.5 g 1,10-菲啰啉($C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$)[或 1.76 g 1,10-菲啰啉盐酸盐($C_{12}H_8N_2 \cdot HCl \cdot H_2O$)]，溶解后，稀释至 100 mL。临用前制备。

4.1.4.22 酚酞指示液(10 g/L)

称取 1 g 酚酞，溶于乙醇(95%)，用乙醇(95%)稀释至 100 mL。

4.1.4.23 铬黑 T 指示剂

称取 1 g 铬黑 T 和 100 g 氯化钠，混合，研细。

4.1.4.24 铬黑 T 指示液(5 g/L)

称取 0.5 g 铬黑 T 和 2 g 氯化羟胺(盐酸羟胺)，溶于乙醇(95%)，用乙醇(95%)稀释至 100 mL。临用前制备。

4.1.4.25 硫酸铁(Ⅲ)铵指示液(80 g/L)

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

称取 8 g 硫酸铁(Ⅲ)铵[$NH_4Fe(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$],溶于 50 mL 含几滴硫酸的水,稀释至 100 mL。

4.1.4.26 紫脲酸铵指示剂

称取 1 g 紫脲酸铵及 200 g 干燥的氯化钠,混匀,研细。

4.1.4.27 溴百里香酚蓝指示液(1 g/L)

称取 0.1 g 溴百里香酚蓝,溶于 50 mL 乙醇(95%),稀释至 100 mL。

4.1.4.28 溴甲酚绿指示液(1 g/L)

称取 0.1 g 溴甲酚绿,溶于乙醇(95%),用乙醇(95%)稀释至 100 mL。

4.1.4.29 溴甲酚绿-甲基红指示液

溶液Ⅰ:称取 0.1 g 溴甲酚绿,溶于乙醇(95%),用乙醇(95%)稀释至 100 mL。

溶液Ⅱ:称取 0.2 g 甲基红,溶于乙醇(95%),用乙醇(95%)稀释至 100 mL。

取 30 mL 溶液Ⅰ、10 mL 溶液Ⅱ,混匀。

4.1.4.30 溴酚蓝指示液(0.4 g/L)

称取 0.04 g 溴酚蓝,溶于乙醇(95%),用乙醇(95%)稀释至 100 mL。

4.1.4.31 曙红钠盐指示液(5 g/L)

称取 0.5 g 曙红钠盐,溶于水,稀释至 100 mL。

4.1.4.32 溴甲酚紫指示液(1 g/L)

称取 0.1 g 溴甲酚紫,溶于乙醇(95%),用乙醇(95%)稀释至 100 mL。

4.1.4.33 二甲基黄-亚甲基蓝混合指示液

称取 1 g 二甲基黄和 0.1 g 亚甲基蓝,溶于 125 mL 甲醇中。

4.2 制品

4.2.1 乙酸铅棉花

取脱脂棉花,用乙酸铅[$Pb(CH_3COO)_2 \cdot 3H_2O$]溶液(50 g/L)浸透后,除去过多的溶液,于暗处晾干。贮存于棕色瓶中。

4.2.2 乙酸铅试纸

取适量无灰滤纸,用乙酸铅[$Pb(CH_3COO)_2 \cdot 3H_2O$]溶液(50 g/L)浸透,取出于暗处晾干。贮存于棕色瓶中。

4.2.3 淀粉-碘化钾试纸

于 100 mL 新配制的淀粉溶液(10 g/L)中,加 0.2 g 碘化钾,将无灰滤纸放入该溶液中浸透,取出,于暗处晾干。贮存于棕色瓶中。

4.2.4 溴化汞试纸

称取 1.25 g 溴化汞,溶于 25 mL 乙醇(95%)。将无灰滤纸放入该溶液中浸泡 1 h,取出,于暗处晾干。贮存于棕色瓶中。

汉语拼音索引

A

氨水溶液 …… 4.1.2.23
氨-氯化铵缓冲溶液甲(pH≈10) …… 4.1.3.3.1
氨-氯化铵缓冲溶液乙(pH≈10) …… 4.1.3.3.2

B

百里香酚蓝指示液(1 g/L)…… 4.1.4.12
百里香酚酞指示液(1 g/L)…… 4.1.4.11
饱和 2,4-二硝基酚指示液 …… 4.1.4.16
饱和二氧化硫溶液…… 4.1.1.8
饱和硫化氢水…… 4.1.1.9
苯基邻氨基苯甲酸-乙醇溶液(1 g/L) …… 4.1.2.17
苯基荧光酮溶液(0.1 g/L)…… 4.1.2.19
苯甲酰苯基羟胺溶液(20 g/L) …… 4.1.2.18

D

达旦黄溶液(0.5 g/L)…… 4.1.2.14
淀粉-碘化钾试纸 …… 4.2.3
淀粉-碘化锌溶液…… 4.1.2.27
淀粉指示液(10 g/L) …… 4.1.4.20
靛蓝二磺酸钠溶液[$c(C_{16}H_8N_2Na_2O_8S_2)=0.001$ mol/L] …… 4.1.2.50
对硝基酚指示液(1 g/L)…… 4.1.4.10

E

二苯胺磺酸钠指示液(5 g/L) …… 4.1.4.2
4,7-二苯基-1,10-菲啰啉溶液{$c[(C_6H_5)_2C_{12}H_6N_2]=0.001$ mol/L} …… 4.1.2.8
二苯基偶氮碳酰肼指示液(0.25 g/L)…… 4.1.4.3
二甲酚橙指示液(2 g/L) …… 4.1.4.1
二甲基乙二醛肟氢氧化钠溶液(10 g/L)…… 4.1.2.7
2,4-二硝基苯肼溶液(1 g/L) …… 4.1.2.9
二乙基二硫代氨基甲酸钠溶液(1 g/L) …… 4.1.2.5
二乙基二硫代氨基甲酸根-三乙基胺三氯甲烷溶液 …… 4.1.2.6
二甲基黄-亚甲基蓝混合指示液…… 4.1.4.33

F

1,10-菲啰啉溶液…… 4.1.2.29

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

1,10-菲啰啉-亚铁指示液 …… 4.1.4.21
费林溶液 …… 4.1.2.22
酚酞指示液(10 g/L) …… 4.1.4.22

G

葛利斯试剂 …… 4.1.2.45
铬黑 T 指示剂 …… 4.1.4.23
铬黑 T 指示液(5 g/L) …… 4.1.4.24
铬酸溶液(100 g/L)…… 4.1.2.31
铬天青 S 混合液 …… 4.1.2.30

H

混合碱 …… 4.1.2.28

J

甲基百里香酚蓝指示剂…… 4.1.4.5
甲基橙指示液(1 g/L) …… 4.1.4.8
甲基红-亚甲基蓝混合指示液 …… 4.1.4.7
甲基红指示液(1 g/L) …… 4.1.4.6
甲基紫指示液(0.5 g/L) …… 4.1.4.9
碱性品红-亚硫酸溶液 …… 4.1.2.48
结晶紫指示液(5 g/L)…… 4.1.4.19

K

孔雀石绿溶液(2 g/L)…… 4.1.2.11

L

邻甲苯酚酞络合指示剂-萘酚绿 B 混合指示剂…… 4.1.4.14
邻甲苯酚酞指示液(4 g/L)…… 4.1.4.13
邻联甲苯胺指示液(1 g/L)…… 4.1.4.15
磷试剂甲 …… 4.1.2.51
磷试剂乙 …… 4.1.2.52
磷酸二氢钠溶液(200 g/L)…… 4.1.2.53
硫化铵溶液 …… 4.1.2.37
硫酸钾乙醇溶液(0.2 g/L)…… 4.1.2.44
硫酸锰溶液 …… 4.1.2.42
硫酸溶液 …… 4.1.2.38
硫酸铁(Ⅲ)铵指示液(80 g/L) …… 4.1.4.25
硫酸铜溶液(20 g/L) …… 4.1.2.39
硫酸亚铁铵溶液(100 g/L)…… 4.1.2.41
硫酸银溶液(10 g/L) …… 4.1.2.43
氯化亚锡溶液 …… 4.1.2.33
硫酸亚铁溶液(50 g/L) …… 4.1.2.40

M

马钱子碱溶液(50 g/L) …… 4.1.2.10
玫红三羧酸铵溶液(0.5 g/L)…… 4.1.2.16

N

纳氏试剂 …… 4.1.2.15

P

4-(2-吡啶偶氮)-间苯二酚指示液(1 g/L) …… 4.1.4.4
偏钒酸铵溶液(2.5 g/L)…… 4.1.2.32

Q

氢氧化钾-甲醇溶液 …… 4.1.2.21
氢氧化钾-乙醇溶液 …… 4.1.2.20

S

曙红钠盐指示液(5 g/L)…… 4.1.4.31
双甲酮(醛试剂)溶液(50 g/L) …… 4.1.2.12
双硫腙三氯甲烷(或四氯化碳)溶液(0.01 g/L) …… 4.1.2.13
三氯化铁溶液(100 g/L)…… 4.1.2.34

T

碳酸铵溶液 …… 4.1.2.49
铁-亚铁混合液 …… 4.1.2.26

W

无氨的氢氧化钠溶液…… 4.1.1.4
无氨的水…… 4.1.1.3
无二氧化碳的水…… 4.1.1.1
无钙及镁的氯化钠 …… 4.1.1.10
无醛的乙醇…… 4.1.1.7
无碳酸盐的氨水…… 4.1.1.5
无羰基的甲醇…… 4.1.1.6
无氧的水…… 4.1.1.2

X

硝酸溶液 …… 4.1.2.35
硝酸银溶液(17 g/L) …… 4.1.2.36
溴百里香酚蓝指示液(1 g/L)…… 4.1.4.27
溴酚蓝指示液(0.4 g/L)…… 4.1.4.30
溴化汞试纸…… 4.2.4
溴甲酚绿-甲基红指示液 …… 4.1.4.29

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

溴甲酚绿指示液(1 g/L)…… 4.1.4.28
溴溶液[$c(\frac{1}{2}Br_2)=0.1$ mol/L]…… 4.1.2.47
溴甲酚紫指示液(1 g/L)…… 4.1.4.32

Y

盐酸苯肼溶液(10 g/L) …… 4.1.2.25
盐酸溶液 …… 4.1.2.24
乙二胺四乙酸二钠镁溶液[c(EDTA-Mg)=0.01 mol/L] …… 4.1.2.1
乙二醛缩双邻氨基酚乙醇溶液(2 g/L) …… 4.1.2.3
乙酸铅(碱溶液)…… 4.1.2.4
乙酸铅棉花…… 4.2.1
乙酸溶液…… 4.1.2.2
乙酸-乙酸钠缓冲溶液 …… 4.1.3.1
乙酸-乙酸铵缓冲溶液 …… 4.1.3.2
吲哚酮指示液(2 g/L)…… 4.1.4.17
荧光素指示液(5 g/L)…… 4.1.4.18
乙酸铅试纸…… 4.2.2

Z

紫脲酸铵溶液(0.5 g/L)…… 4.1.2.46
紫脲酸铵指示剂 …… 4.1.4.26

中华人民共和国国家标准

GB 6682—92

代替 GB 6682－86

分析实验室用水规格和试验方法

Water for analytical laboratory use — Specification and test methods

本标准参照采用国际标准 ISO 3696（1987）《分析实验室用水规格和试验方法》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了分析实验室用水的级别、技术要求和试验方法。

本标准适用于化学分析和无机痕量分析等试验用水。可根据实际工作需要选用不同级别的水。

2 引用标准

GB 601 化学试剂 滴定分析（容量分析）用标准溶液的制备

GB 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB 9724 化学试剂 pH 值测定通则

GB 9740 化学试剂 蒸发残渣测定通用方法

3 外观

分析实验室用水目视观察应为无色透明的液体。

4 级别

分析实验室用水的原水应为饮用水或适当纯度的水。

分析实验室用水共分三个级别：一级水、二级水和三级水。

4.1 一级水

一级水用于有严格要求的分析试验，包括对颗粒有要求的试验。如高压液相色谱分析用水。

一级水可用二级水经过石英设备蒸馏或离子交换混合床处理后，再经 0.2 μm 微孔滤膜过滤来制取。

4.2 二级水

二级水用于无机痕量分析等试验，如原子吸收光谱分析用水。

二级水可用多次蒸馏或离子交换等方法制取。

4.3 三级水

三级水用于一般化学分析试验。

三级水可用蒸馏或离子交换等方法制取。

5 技术要求

分析实验室用水应符合下表所列规格：

国家技术监督局 1992-06-29 批准　　1993-05-01 实施

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

名　　称		一级	二级	三级
pH 值范围（25℃）		—	—	5.0～7.5
电导率（25℃），mS/m	≤	0.01	0.10	0.50
可氧化物质〔以（O）计〕，mg/L	<	—	0.08	0.4
吸光度（254 nm，1 cm 光程）	≤	0.001	0.01	—
蒸发残渣（105±2℃），mg/L	≤	—	1.0	2.0
可溶性硅〔以（SiO_2）计〕，mg/L	<	0.01	0.02	—

注：① 由于在一级水、二级水的纯度下，难于测定其真实的 pH 值，因此，对一级水、二级水的 pH 值范围不做规定。

② 一级水、二级水的电导率需用新制备的水“在线”测定。

③ 由于在一级水的纯度下，难于测定可氧化物质和蒸发残渣，对其限量不做规定。可用其他条件和制备方法来保证一级水的质量。

6 取样与贮存

6.1 容器

6.1.1 各级用水均使用密闭的、专用聚乙烯容器。三级水也可使用密闭的、专用玻璃容器。

6.1.2 新容器在使用前需用盐酸溶液（20%）浸泡 2～3 d，再用待测水反复冲洗，并注满待测水浸泡 6 h 以上。

6.2 取样

按本标准进行试验，至少应取 3 L 有代表性水样。

取样前用待测水反复清洗容器。取样时要避免沾污。水样应注满容器。

6.3 贮存

各级用水在贮存期间，其沾污的主要来源是容器可溶成分的溶解、空气中二氧化碳和其他杂质。因此，一级水不可贮存，使用前制备。二级水、三级水可适量制备，分别贮存在预先经同级水清洗过的相应容器中。

各级用水在运输过程中应避免沾污。

7 试验方法

在试验方法中，各项试验必须在洁净环境中进行。并采取适当措施，以避免对试样的沾污。

试验中均使用分析纯试剂和相应级别的水。

7.1 pH 值的测定

量取 100 mL 水样，按 GB 9724 之规定测定。

7.2 电导率的测定

7.2.1 仪器

7.2.1.1 用于一、二级水测定的电导仪：配备电极常数为 0.01～0.1 cm^{-1}的“在线”电导池。并具有温度自动补偿功能。

若电导仪不具温度补偿功能，可装“在线”热交换器，使测量时水温控制在 25±1℃。或记录水温度，按附录 A 进行换算。

7.2.1.2 用于三级水测定的电导仪：配备电极常数为 0.1～1 cm^{-1}的电导池。并具有温度自动补偿功能。

若电导仪不具温度补偿功能，可装恒温水浴槽，使待测水样温度控制在 25±1℃。或记录水温度，按附录 A 进行换算。

7.2.2 操作步骤

7.2.2.1 按电导仪说明书安装调试仪器。

7.2.2.2 一、二级水的测量：将电导池装在水处理装置流动出水口处，调节水流速，赶净管道及电导池内的气泡，即可进行测量。

7.2.2.3 三级水的测量：取 400 mL 水样于锥形瓶中，插入电导池后即可进行测量。

7.2.3 注意事项

测量用的电导仪和电导池应定期进行检定。

7.3 可氧化物质限量试验

7.3.1 试剂

7.3.1.1 硫酸溶液（20%）：按 GB 603 之规定配制。

7.3.1.2 高锰酸钾标准溶液〔$c\left(\frac{1}{5}KMnO_4\right)=0.1$ mol/L〕：按 GB 601 之规定配制。

7.3.1.3 高锰酸钾标准溶液〔$c\left(\frac{1}{5}KMnO_4\right)=0.01$mol/L〕：量取 10.00 mL 高锰酸钾标准溶液（7.3.1.2）于 100 mL 容量瓶中，并稀释至刻度。

7.3.2 操作步骤

量取 1 000 mL 二级水，注入烧杯中。加入 5.0 mL 硫酸溶液（7.3.1. 1），混匀。

量取 200 mL 三级水，注入烧杯中。加入 1.0 mL 硫酸溶液（7.3.1.1），混匀。

在上述已酸化的试液中，分别加入 1.00 mL 高锰酸钾标准溶液（7.3.1.3），混匀。盖上表面皿，加热至沸并保持 5 min，溶液的粉红色不得完全消失。

7.4 吸光度的测定

7.4.1 仪器

7.4.1.1 紫外可见分光光度计。

7.4.1.2 石英吸收池：厚度 1 cm、2 cm。

7.4.2 操作步骤

将水样分别注入 1 cm 和 2 cm 吸收池中，在紫外可见分光光度计上，于 254nm 处，以 1cm 吸收池中水样为参比，测定 2 cm 吸收池中水样的吸光度。

如仪器的灵敏度不够时，可适当增加测量吸收池的厚度。

7.5 蒸发残渣的测定

7.5.1 仪器

7.5.1.1 旋转蒸发器：配备 500 mL 蒸馏瓶。

7.5.1.2 电烘箱：温度可保持在 105± 2℃。

7.5.2 操作步骤

7.5.2.1 水样预浓集

量取 1 000 mL 二级水（三级水取 500 mL）。将水样分几次加入旋转蒸发器的蒸馏瓶中，于水浴上减压蒸发（避免蒸干）。待水样最后蒸至约 50 mL 时，停止加热。

7.5.2.2 测定

按 GB 9740 之规定进行测定。

将上述预浓集的水样，转移至一个已于 105±2 ℃恒重的玻璃蒸发皿中。并用 5～10 mL 水样分 2～3 次冲洗蒸馏瓶，将洗液与预浓集水样合并，于水浴上蒸干，并在 105±2 ℃的电烘箱中干燥至恒重。残渣质量不得大于 1.0 mg。

7.6 可溶性硅的限量试验

7.6.1 试剂

7.6.1.1 二氧化硅标准溶液（1 mL 溶液含有 1 mg SiO_2）：按 GB 602 之规定配制。

7.6.1.2 二氧化硅标准溶液（1 mL 溶液含有 0.01 mg SiO_2）：量取 1.00 mL 二氧化硅标准溶液

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

(7.6.1.1) 于 100 mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。转移至聚乙烯瓶中，现用现配。

7.6.1.3 钼酸铵溶液(50 g/L)：称取 5.0 g 钼酸铵〔$(NH_4)_6Mo_7O_{24}\cdot 4H_2O$〕，加水溶解，加入20.0 mL 硫酸溶液 (7.3.1.1)，稀释至 100 mL，摇匀，贮于聚乙烯瓶中。发现有沉淀时应弃去。

7.6.1.4 草酸溶液 (50 g/L)：称取 5.0 g 草酸，溶于水并稀释至 100 mL。贮于聚乙烯瓶中。

7.6.1.5 对甲氨基酚硫酸盐(米吐尔)溶液(2 g/L)：称取 0.20 g 对甲氨基酚硫酸盐，溶于水，加20.0 g 焦亚硫酸钠，溶解并稀释至 100 mL。摇匀贮于聚乙烯瓶中。避光保存，有效期两周。

7.6.2 操作步骤

量取 520 mL 一级水 (二级水取 270 mL)，注入铂皿中。在防尘条件下，亚沸蒸发至约 20 mL 时，停止加热。冷至室温，加 1.0 mL 钼酸铵溶液 (7.6.1.3)，摇匀。放置 5 min 后，加 1.0 mL 草酸溶液 (7.6.1.4) 摇匀。放置 1 min 后，加 1.0 mL 对甲氨基酚硫酸盐溶液 (7.6.1.5)，摇匀。转移至 25 mL 比色管中，稀释至刻度，摇匀，于 60 ℃水浴中保温 10 min。目视观察，试液的蓝色不得深于标准。

标准是取 0.50 mL 二氧化硅标准溶液 (7.6.1.2)，加入 20 mL 水样后，从加 1.0 mL 钼酸铵溶液 (7.6.1.3) 起与样品试液同时同样处理。

附 录 A
电导率的换算公式
（参考件）

A1 当实测的各级水不是 25 ℃时，其电导率可按下式进行换算：

$$K_{25} = k_t(K_t - K_{p,t}) + 0.005\ 48 \qquad \cdots\cdots(A1)$$

式中：K_{25}——25 ℃时各级水的电导率，mS/m；

K_t——t ℃时各级水的电导率，mS/m；

$K_{p,t}$——t ℃时理论纯水的电导率，mS/m；

k_t——换算系数；

0.005 48——25 ℃时理论纯水的电导率，mS/m。

$K_{p,t}$和 k_t 可从表 A1 中查出。

表 A1 理论纯水的电导率和换算系数

t, ℃	k_t	$K_{p,t}$, mS/m	t, ℃	k_t	$K_{p,t}$, mS/m
0	1.797 5	0.001 16	20	1.115 5	0.004 18
1	1.755 0	0.001 23	21	1.090 6	0.004 41
2	1.713 5	0.001 32	22	1.066 7	0.004 66
3	1.672 8	0.001 43	23	1.043 6	0.004 90
4	1.632 9	0.001 54	24	1.021 3	0.005 19
5	1.594 0	0.001 65	25	1.000 0	0.005 48
6	1.555 9	0.001 78	26	0.979 5	0.005 78
7	1.518 8	0.001 90	27	0.960 0	0.006 07
8	1.482 5	0.002 01	28	0.941 3	0.006 40
9	1.447 0	0.002 16	29	0.923 4	0.006 74
10	1.412 5	0.002 30	30	0.906 5	0.007 12
11	1.378 8	0.002 45	31	0.890 4	0.007 49
12	1.346 1	0.002 60	32	0.875 3	0.007 84
13	1.314 2	0.002 76	33	0.861 0	0.008 22
14	1.283 1	0.002 92	34	0.847 5	0.008 61
15	1.253 0	0.003 12	35	0.835 0	0.009 07
16	1.223 7	0.003 30	36	0.823 3	0.009 50
17	1.195 4	0.003 49	37	0.812 6	0.009 94
18	1.167 9	0.003 70	38	0.802 7	0.010 44
19	1.141 2	0.003 91	39	0.793 6	0.010 88

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

续表 A1

t,℃	k_t	$K_{p,t}$, mS/m	t,℃	k_t	$K_{p,t}$, mS/m
40	0.785 5	0.011 36	46	0.755 1	0.014 64
41	0.778 2	0.011 89	47	0.753 2	0.015 21
42	0.771 9	0.012 40	48	0.752 1	0.015 82
43	0.766 4	0.012 98	49	0.751 8	0.016 50
44	0.761 7	0.013 51	50	0.752 5	0.017 28
45	0.758 0	0.014 10	—	—	—

附加说明：

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由北京化学试剂总厂归口。

本标准由北京化学试剂研究所负责起草。

本标准主要起草人 孙世铭、王素芳。

责任编辑：崔兴国
封面设计：张晓平
版式设计：李　玲
责任校对：巩英春
责任印制：邓成友



ISBN 7-5066-4033-3

9 787506 640336 >

ISBN 7-5066-4033-3/TB · 1530
定价：125.00 元