

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。

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 & 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输送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。

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

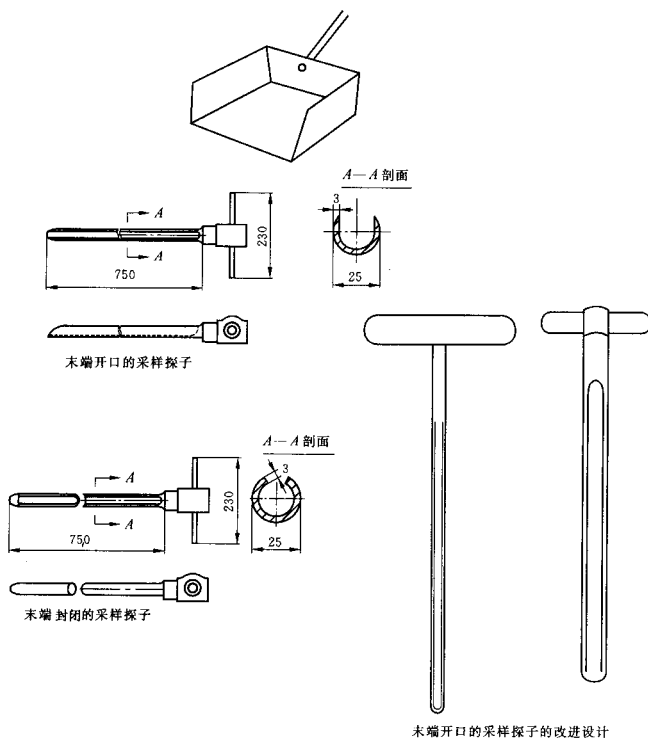


图 A.1 采样探子

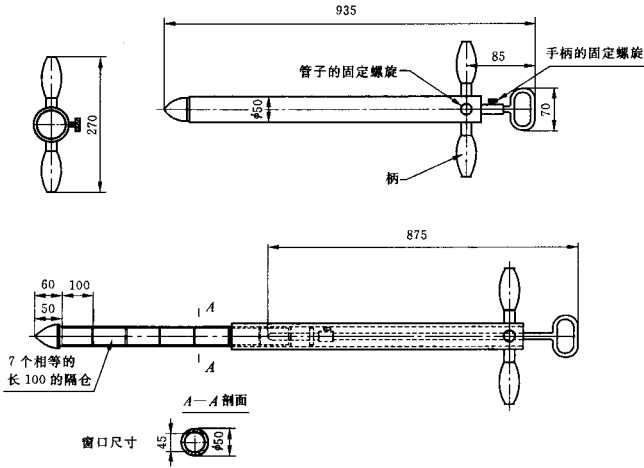


图 A.2 可封闭的采样探子

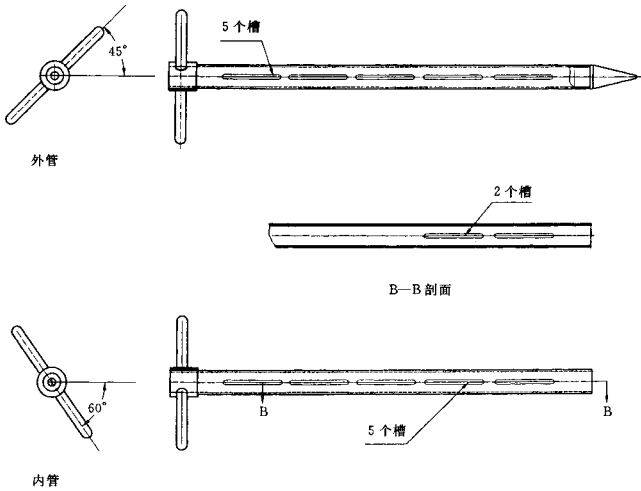


图 A.3 窗口关闭式采样探子

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,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。

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

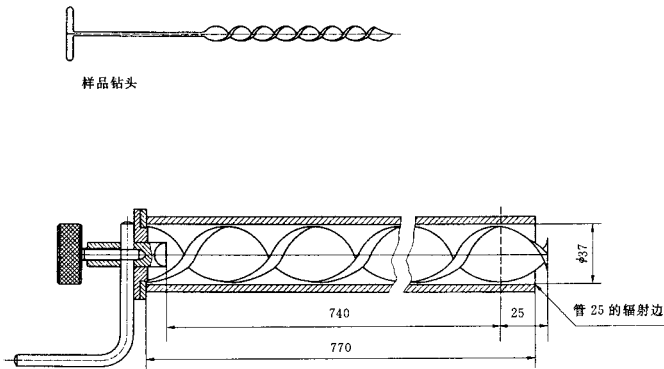


图 B.1 窗板关闭式采样钻

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针构成的(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

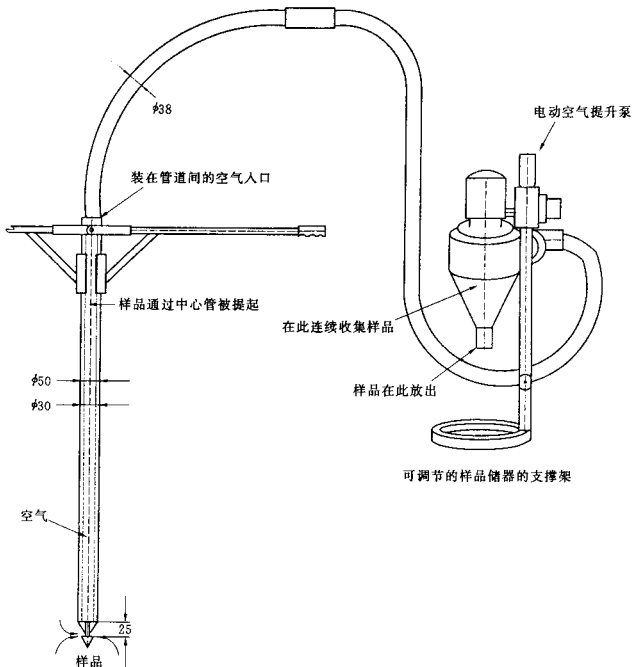
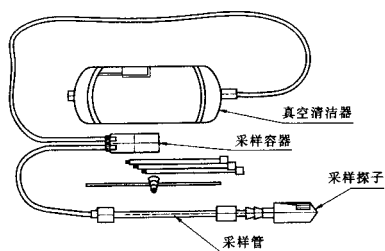
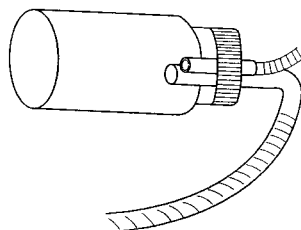


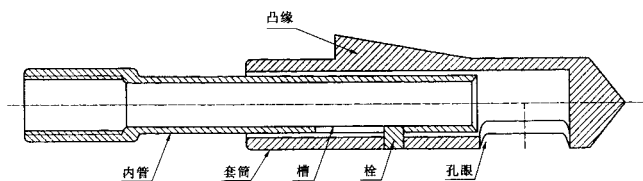
图 C.1 典型的气动采样探针



(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)。

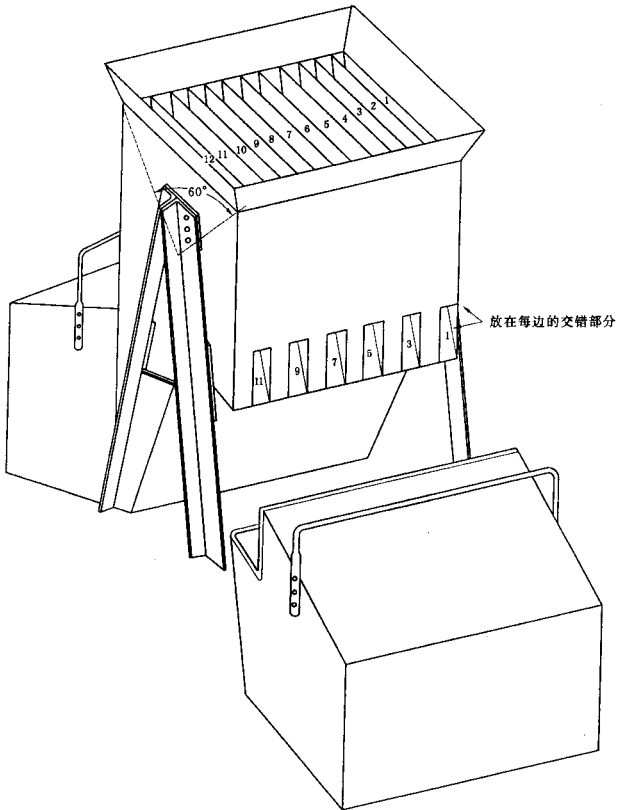


图 D.1 典型的格槽式分样器

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

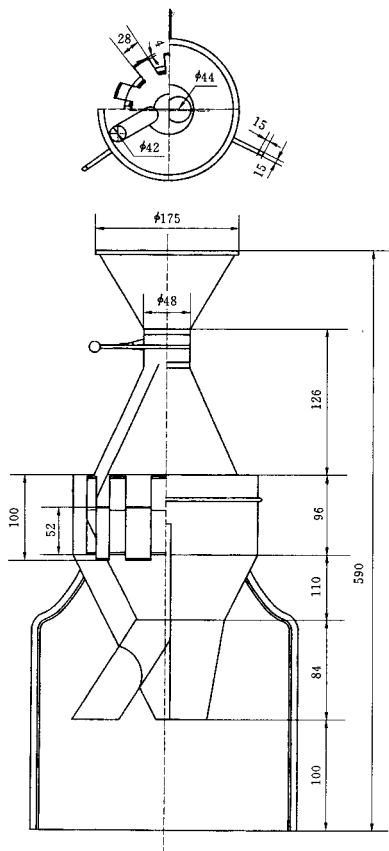


图 D.2 固定锥形分样器

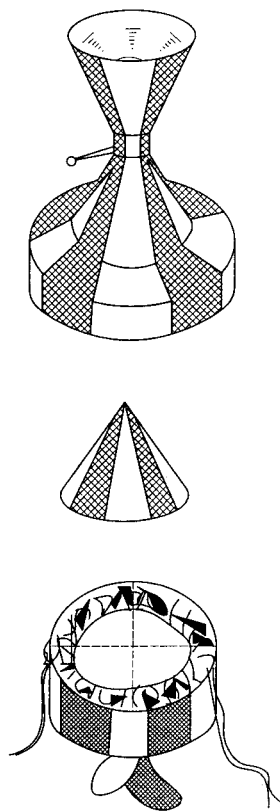


图 D.3 固定锥形分样器零件图

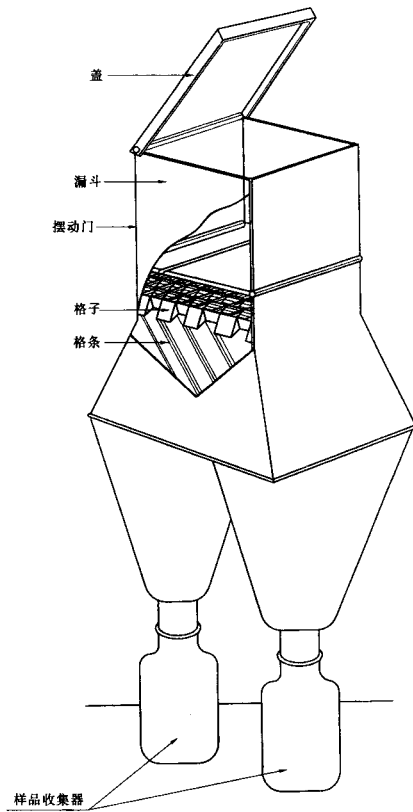


图 D.4 格形分样器

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。

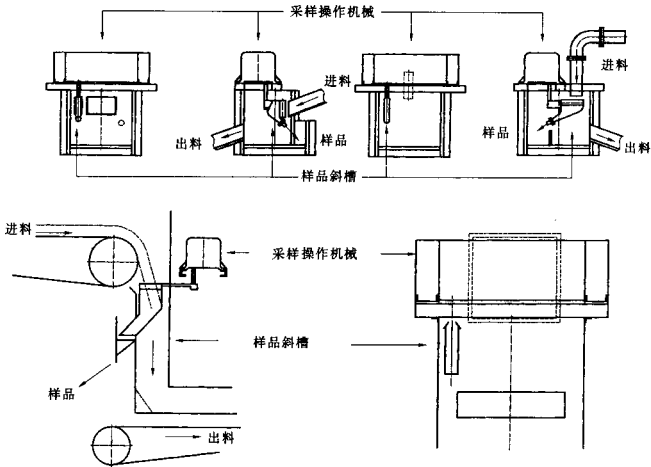


图 E.1 间歇式自动采样器

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。

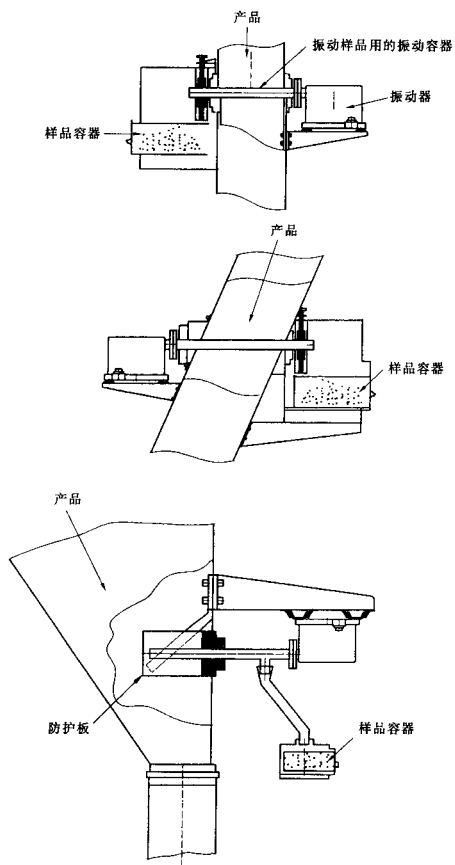


图 E.2 连续式自动采样装置

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

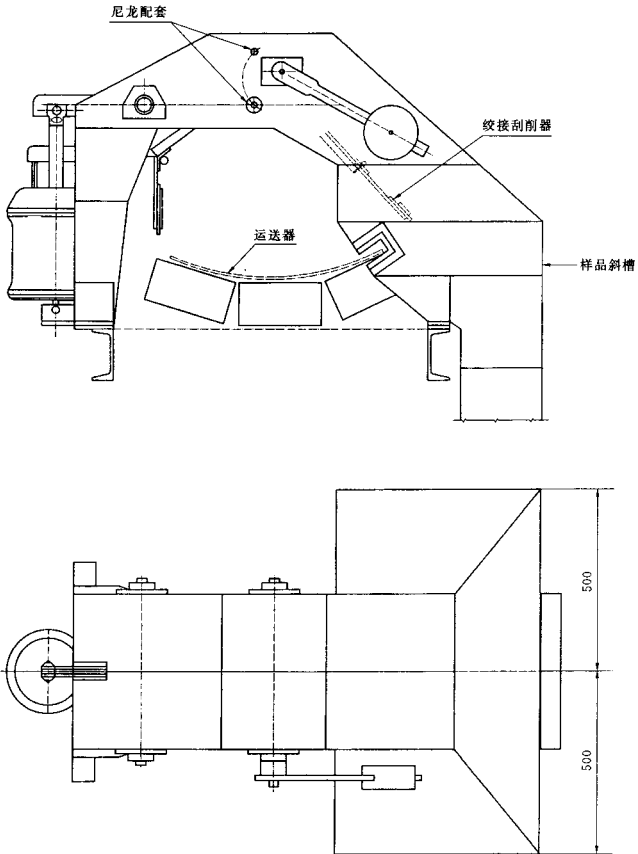


图 E.3 输送带用的自动采样装置