



中华人民共和国国家标准

GB/T 17617—1998
neq ISO 8656-1:1988

耐火原料和不定形耐火材料 取样

Refractory products—Sampling of
raw materials and unshaped products

1998-12-14 发布

1999-08-01 实施

国家质量技术监督局 发布

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

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045
电 话:68522112
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 3/4 字数 19 千字
1999 年 4 月第一版 1999 年 4 月第一次印刷
印数 1—2 000

*

书号: 155066·1-15665 定价 10.00 元

*

标 目 370—33

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。

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)

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 $\bar{x}$ 的绝对值之比(此值用百分数表示)。

$$\nu = \frac{\sigma}{\bar{x}} \times 100\%$$

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

$$\beta = \pm 2\sigma_{\text{总}}$$

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。

5.1.5 计算最小大样量(份样量 $\times$ 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/cm^3 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	$\nu \leq 5\%$	小偏差
2类	$5\% < \nu \leq 15\%$	中偏差
3类	$15\% < \nu \leq 30\%$	大偏差

5.3.3 确定某性能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 $\times 10^3 \text{ kg}$	变异系数类别					
	1 类 $\nu \leq 5\%$		2 类 $5\% < \nu \leq 15\%$		3 类 $15\% < \nu \leq 30\%$	
	n	β_1	n	β_1	n	β_1
$m < 1$	4	5.00	4	15.00	8	21.21
$1 \leq m < 5$	4	5.00	6	12.25	12	17.32
$5 \leq m < 10$	4	5.00	8	10.61	16	15.00
$10 \leq m < 50$	6	4.08	12	8.66	24	12.25
$50 \leq m < 100$	8	3.54	16	7.50	32	10.61
$100 \leq m < 500$	12	2.89	24	6.12	48	8.66
$500 \leq m < 1\,000$	16	2.50	32	5.30	64	7.50
$1\,000 \leq m$	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。

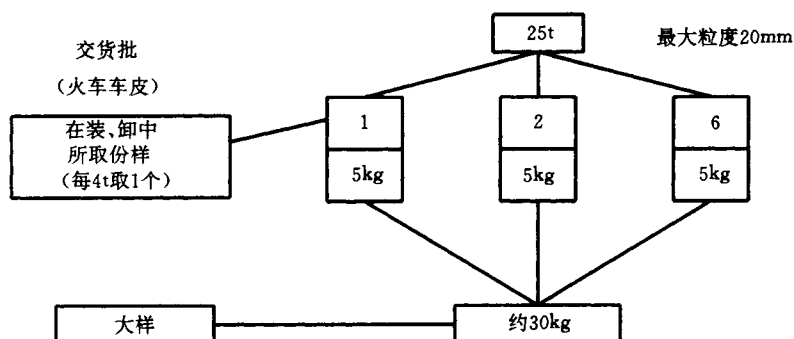


图2 取样方案举例

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:

- 材料种类、牌号和交货批或检验批的批号;
- 交货批、检验批;
- 试样或检验任务编号;
- 样本的最大粒度;
- 份样数;
- 取样日期和方法;
- 制样日期和方法;
- 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:

$$\nu = \frac{\sigma}{\bar{\chi}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

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:

$$\nu_1 = \frac{\nu}{\sqrt{n}} \quad \dots\dots\dots (2)$$

该性质相应的取样精度 β_1 为:

$$\beta_1 = 2\nu_1 = \frac{2\nu}{\sqrt{n}} \quad \dots\dots\dots (3)$$

份样数 n 将取决于选择一定取样精度 β_1 的性质:

$$n = \frac{4\nu^2}{\beta_1^2} \quad \dots\dots\dots (4)$$

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 ($i=1, 2, 3, \dots, m$), σ_{Σ} 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:

$$\bar{\chi} = \frac{1}{m} \sum_{i=1}^m \chi_i \quad \dots\dots\dots (5)$$

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:

$$\sigma_{\Sigma} = \sqrt{\frac{\sigma_1^2}{n} + \sigma_2^2 + \frac{\sigma_3^2}{m}} \quad \dots\dots\dots (6)$$

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:

$$\beta = 2\sigma_{\Sigma} = \sqrt{\beta_1^2 + \beta_2^2 + \beta_3^2} \quad \dots\dots\dots (7)$$

$$\text{其中 } \beta_1 = \frac{2\sigma_1}{\sqrt{n}}, \beta_2 = 2\sigma_2, \beta_3 = \frac{2\sigma_3}{\sqrt{m}}$$

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。

$$\begin{aligned} \bar{\chi} - 2\sigma_{\Sigma} &\leq \mu \leq \bar{\chi} + 2\sigma_{\Sigma} \\ \text{即 } \bar{\chi} - \beta &\leq \mu \leq \bar{\chi} + \beta \quad \dots\dots\dots (8) \end{aligned}$$

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。

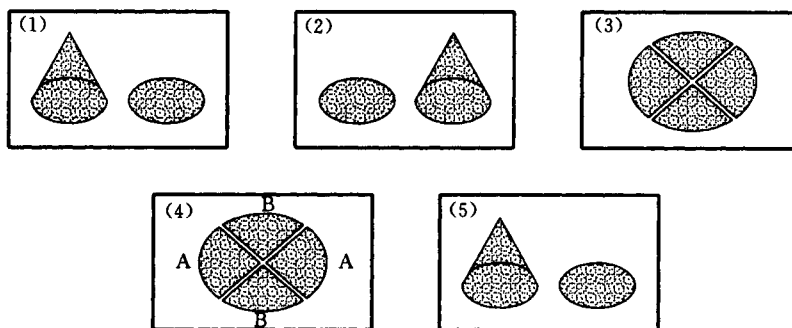


图 A1 圆锥四分法示意图

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。

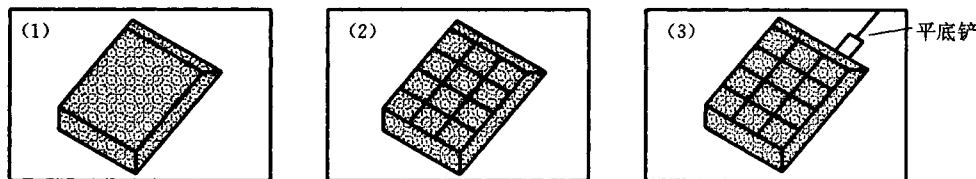


图 A2 分格缩分法

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。

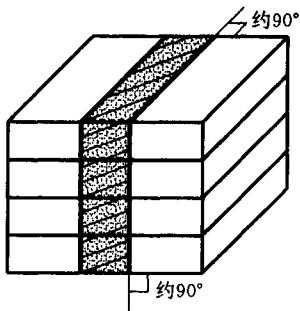


图 A3 切样缩分法

附录 B

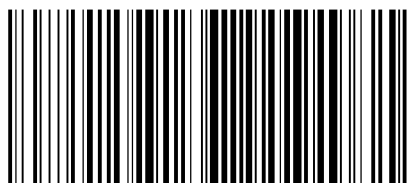
(提示的附录)

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	



GB/T 17617-1998

版权专有 不得翻印

*

书号:155066·1-15665

定价: 10.00 元

*

标 目 370—33