

工业分析专业 **CBE** 教程

工业分析专业 CBE 教程编委会组织编写

工业分析技术

杨新星 主编

化学工业出版社
教材出版中心



(京)新登字 039 号

图书在版编目 (CIP) 数据

工业分析专业 CBE 教程 / 工业分析专业 CBE 教程
编委会组织编写. — 北京: 化学工业出版社, 2000
ISBN 7-5025-2698-6

I. 工… II. 编… III. 工业分析-专业-CBE-教材
IV. 0621

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (1999) 第 63846 号

工业分析专业 CBE 教程

工 业 分 析 技 术

工业分析专业 CBE 教程编委会组织编写

杨新星 主编

责任编辑: 王文峡

责任校对: 洪雅姝

封面设计: 田彦文

*

化学工业出版社 出版发行
教材出版中心

(北京市朝阳区惠新里 3 号 邮政编码 100029)

<http://www.cip.com.cn>

*

新华书店北京发行所经销

化学工业出版社印刷厂印刷

三河市前程装订厂装订

开本 787×960 毫米 1/16 印张 13 1/4 字数 227 千字

2000 年 7 月第 1 版 2000 年 7 月北京第 1 次印刷

ISBN 7-5025-2698-6/G·712

版权所有 违者必究

该书如有缺页、倒页、脱页者, 本社发行部负责退换

序

无论是中职的学生还是高职的学生，无论是在校学习还是在岗培训，无论是初入工业分析专业领域还是已有多年的工作经验。只要具有中学的文化基础，又立志于在工业分析专业领域发展，这套教材及其配套的多媒体学习包，将有助于了解分析学科领域，熟悉工业分析专业，乃至掌握工业分析技术。

工业分析专业是中职和正在迅速发展的高职的主干专业之一，其涉及的工业分析技术在国民经济建设中具有特殊的地位和作用，素有工农业生产的“眼睛”、科学研究的“参谋”和环境保护的“卫士”之称。作为一种检测工作，其行业覆盖面宽，应用领域十分广泛。特别是在今天，知识经济已初见端倪，信息技术创导的分析测试仪器快速换代，分析方法和技术日新月异，培养掌握这些技术的人才，用传统的方法已不时宜。

自1996年7月起，在全国化工中专教学指导委员会的领导下，经过对国际劳工组织创导的MES模式、德国的DYS（双元制）模式以及加拿大的CBE模式的比较分析，结合工业分析专业的特点，最终选择了用CBE模式对工业分析专业的课程体系进行改革。在上海化工学校、常州化工学校、徐州化工学校和新疆化工学校试点的基础上，逐步推向19所化工中专学校。1998年由全国化工中专教学指导委员会正式审定了《工业分析专业CBE模式教学文件》，同时确定了六门专业课程的教学大纲和相应六本教材的编审工作。其中包括《化学分析基本操作》、《无机物化学分析》、《有机化合物及其鉴别》、《工业分析技术》、《仪器分析技术》、《分析仪器维护》。与上述六本教材配套的多媒体学习包，其开发工作也予以部署，将在2000年内完成。

在这套教材的编写过程中，作者学习了CBE模式的指导思想，借鉴了加拿大职业技术培训教材的编写特色，在教学内容的安排上，力求三个基本统一，即

- (1) 系统阐述教学内容和专项能力模块化的统一；
- (2) 强化基础训练与引入近代技术的统一；
- (3) 照顾课堂教学与适应自定进度学习的统一。

在学习方法的引导上，力求传授知识、训练技能和端正态度的综合。以学习指南引路，以基础知识为铺垫，以技能训练为重点，通过阅读理解、练习测试、动手实践、自我评估等，养成良好的职业素质。教材的章节过渡引

用了美国教育心理学家布卢姆 (S.Bloom) 的思想, 即只有在掌握前述内容的前提下方可继续学习, 以便保障综合职业能力的形成。因此, 这套教材不仅适用于全日制学历教育, 也适用于各类培训和自学。

经过两年的辛勤工作, 这套教材终于和大家见面了。尽管编者想以此作为新世纪的礼物奉献给大家, 但 CBE 模式在工业分析专业中的应用毕竟是新生事物, 尚有许多不足之处, 恳请各位读者和教育同仁提出宝贵意见, 以便不断完善, 使其真正成为新世纪的硕果。

邬宪伟

1999 年 9 月 15 日

前 言

本书是根据“工业分析专业 CBE 模式教学文件”和 1998 年 10 月在上海召开的 CBE 教材编写大纲审定会通过的编写提纲编写的。

本教材以教学文件 DACUM 表中的 58 个专项能力为依据,将这些内容分解为样品的采集和制备、物理常数及物理性能的测定、有机化合物的分析、气体及其他物质的分析四大部分,可供学生和教师在完成这些模块教学任务的过程中使用。

工业分析技术这门课程突出体现了理论服务于实践的特点。考虑到所涉及的理论知识大部分都是在基础课程中学习过的,因此,本教材在简明介绍理论知识的同时,较详细地叙述了技能部分。并提供了有关资料,以便学生根据需要查询。

本教材由新疆化工学校杨新星和上海化工学校盛晓东编写,全书由杨新星统一修改定稿,天津化工学校贾定本担任主审。

参加教材审定的有广州化工学校景宜品、徐州化工学校张小康、常州化工学校丁敬敏、泸州化工学校谢惠波、湖南化工学校李继睿、吉林化工学校王桂芝、上海化工学校翁宇静等,他们对本书的修改提出了宝贵的意见,特别是广州化工学校景宜品老师对本书的编写鼎力相助,在此一并深表谢意。

以能力为基础的 CBE 教学模式是一场职业技术教育的革命,其更深刻的内涵和深远意义还需要不断学习和实践。由于编者业务水平有限,书中难免存在缺点和错误,敬请使用本教材的同志和读者给予批评指正,不胜感谢。

编者

1999 年 9 月

目 录

1. 样品的采集和制备	1
1.1 采样的基本知识	1
练习 1.1	4
1.2 固体样品的采集和制备	4
技能训练 1.1 采集和处理均匀固体样品 (C-8)	9
选择和使用固体采样工具 (C-3)	9
技能训练 1.2 采集和处理非均匀固体样品 (C-9)	10
选择和使用标准筛 (B-19)	10
使用分样器 (B-20)	10
练习 1.2	11
1.3 液体样品的采集和制备	11
技能训练 1.3 采集和处理一般液体样品 (C-5)	17
选择和使用液体采样工具 (C-2)	17
技能训练 1.4 采集和处理易挥发液体样品 (C-6)	18
技能训练 1.5 采集和处理高粘度液体样品 (C-7)	19
技能训练 1.6 建立和采用留样制度 (C-14)	19
技能训练 1.7 回收、处理废弃样品 (C-15)	20
练习 1.3	21
1.4 气体样品的采集和制备	21
技能训练 1.8 采集和处理气体样品 (C-4)	25
选择和使用气体采样工具 (C-1)	25
练习 1.4	26
1.5 试样的分解	26
技能训练 1.9 熔融法处理样品 (C-11)	31
技能训练 1.10 酸分解法处理样品 (C-12)	32
技能训练 1.11 消化分解法处理样品 (C-13)	33
练习 1.5	34
1.6 常用物理化学分离法	34
技能训练 1.12 柱层析操作 (C-29)	38
技能训练 1.13 纸层析操作 (C-27)	39
技能训练 1.14 薄层层析操作 (C-28)	41
技能训练 1.15 选择和使用离子交换树脂 (C-30)	43
练习 1.6	45

参考资料	46
2. 物理常数及物理性能的测定	47
2.1 测定熔点	47
技能训练 2.1 测定熔点 (E-2)	50
练习 2.1	52
2.2 测定沸点和沸程	52
技能训练 2.2 测定沸点 (E-5)	58
技能训练 2.3 测定沸程 (E-6)	59
练习 2.2	60
2.3 测定闪点	60
技能训练 2.4 测定闪点 (E-4)	63
练习 2.3	65
2.4 测定密度	66
技能训练 2.5 测定密度 (E-7)	70
练习 2.4	72
2.5 测定比旋光度	73
技能训练 2.6 测定比旋光度 (旋光本领) (E-9)	76
练习 2.5	78
2.6 测定粘度	78
技能训练 2.7 毛细管粘度计法测定粘度 (E-11)	82
技能训练 2.8 粘度杯法测定粘度 (E-12)	84
技能训练 2.9 旋转法测定粘度 (E-13)	85
练习 2.6	86
2.7 测定柴油的苯胺点	86
技能训练 2.10 测定柴油的苯胺点 (E-19)	88
练习 2.7	89
2.8 测定石油产品的平均相对分子质量	89
技能训练 2.11 测定石油产品的平均相对分子质量 (E-18)	91
练习 2.8	93
2.9 测定粒径	93
技能训练 2.12 测定粒径 (E-1)	94
练习 2.9	96
2.10 测定硬度	96
技能训练 2.13 测定硬度 (E-17)	99
练习 2.10	100
2.11 测定光泽度	100
技能训练 2.14 测定光泽度 (E-14)	101
练习 2.11	102

2.12 测定白度	103
技能训练 2.15 测定白度 (E-15)	103
参考资料	104
3. 有机化合物分析	106
3.1 凯氏定氮法测定有机氮含量	106
技能训练 3.1 凯氏定氮法测定有机氮含量 (G-27)	108
练习 3.1	111
3.2 氧瓶燃烧法测定卤素含量	111
技能训练 3.2 氧瓶燃烧法测定卤素含量 (G-26)	112
练习 3.2	116
3.3 酸碱滴定法测定有机物酸度	116
技能训练 3.3 酸碱滴定法测定有机物酸度 (G-3)	117
练习 3.3	118
3.4 酸碱滴定法测定苯甲酸含量	119
技能训练 3.4 酸碱滴定法测定苯甲酸含量 (G-4)	119
练习 3.4	120
3.5 酸碱滴定法测定润滑油酸值	120
技能训练 3.5 酸碱滴定法测定润滑油酸值 (G-6)	122
配制常用非水滴定指示液 (碱性蓝 6B) (D-14)	122
练习 3.5	124
3.6 非水滴定法测定糖精钠含量	125
技能训练 3.6 非水滴定法测定糖精钠含量 (G-5)	127
配制和标定高氯酸-冰醋酸标准滴定溶液 (D-31)	127
配制常用非水滴定指示液 (结晶紫) (D-14)	127
练习 3.6	129
3.7 乙酰化法测定醇含量	129
技能训练 3.7 乙酰化法测定醇含量 (G-7)	130
练习 3.7	132
3.8 羟胺肟化法测定醛含量	132
技能训练 3.8 羟胺肟化法测定醛含量 (G-8)	133
练习 3.8	136
3.9 氧化还原法测定苯酚含量	136
技能训练 3.9 氧化还原法测定苯酚含量 (G-12)	137
配制和标定溴酸钾-溴化钾标准滴定溶液 (D-36)	137
练习 3.9	139
3.10 氧化还原法测定碘值	140
技能训练 3.10 氧化还原法测定碘值 (G-11)	141
练习 3.10	144

3.11 斐林试剂法测定还原糖含量	144
技能训练 3.11 斐林试剂法测定还原糖含量 (G-17)	147
练习 3.11	148
3.12 测定食品中的砷含量	149
技能训练 3.12 测定食品中的砷含量 (G-32)	150
练习 3.12	153
3.13 沉淀滴定法测定丙烯腈总氰	153
技能训练 3.13 沉淀滴定法测定丙烯腈总氰 (G-22)	154
练习 3.13	156
3.14 配位滴定法测定环烷酸镍含量	156
技能训练 3.14 配位滴定法测定环烷酸镍含量 (G-20)	157
练习 3.14	159
参考资料	159
4. 气体及其他物质的分析	160
4.1 奥氏仪法测定半水煤气含量	160
技能训练 4.1 奥氏仪法测定半水煤气含量 (G-33)	166
练习 4.1	169
4.2 氧化还原法测定水中化学耗氧量	169
技能训练 4.2 氧化还原法测定水中化学耗氧量 (G-15)	171
练习 4.2	174
4.3 热失重法测定煤的挥发分	174
技能训练 4.3 热失重法测定煤的挥发分 (G-28)	176
练习 4.3	177
4.4 热失重法测定顺丁橡胶的灰分	178
技能训练 4.4 热失重法测定顺丁橡胶的灰分 (G-29)	178
练习 4.4	179
4.5 测定润滑油中的机械杂质	179
技能训练 4.5 测定润滑油中的机械杂质 (G-31)	181
练习 4.5	183
4.6 有机溶剂蒸馏法测定水分	183
技能训练 4.6 有机溶剂蒸馏法测定水分 (G-30)	184
练习 4.6	187
4.7 卡尔·费休法测定微量水	187
技能训练 4.7 卡尔·费休法测定微量水 (G-16)	189
配制和标定卡尔·费休标准滴定溶液 (D-33)	189
练习 4.7	192
参考资料	193
附录	194

附录 1 常用酸碱的密度和物质的量浓度	194
附录 2 常用缓冲溶液的配制	194
附录 3 国际相对原子质量表 (按照元素原子序数排列)	195
附录 4 重力校正	197

1. 样品的采集和制备

工业物料的数量往往以千、万吨计，而且常常是不均匀的。工业分析的目的是测定工业物料的平均组成，而分析时所取的试样量是很少的，即使重复测定，总量也不过数克。对这样少的试样进行分析的结果必须能代表全部物料的平均组成，否则无论分析结果如何准确，也是毫无意义的。有时由于提供了无代表性的样品，给实际工作带来难以估计的后果，因此，正确采集和制备有代表性的样品具有极其重要的意义。

1.1 采样的基本知识

 **学习指南** 采集和制备样品是分析工作中至关重要的第一步，本节我们将学习有关采样术语、采样目的和原则、样品数和样品量的确定、采样方案的制定以及留样和废弃样品的原则。通过学习掌握有关采样的基本知识。

基本知识

1.1.1 名词术语

- (1) 总体 研究对象的全体。
- (2) 采样 从总体中取出有代表性试样的操作。
- (3) 采样单元 具有界限的一定数量的物料。其界限可能是有形的，如袋、桶、瓶等；也可能是设想的，如流动物料的一个特定的时间间隔。
- (4) 份样 用采样器从一个采样单元中取得的一定量物料。
- (5) 样品 从数量较大的采样单元中取得的一个或几个采样单元，或从一个采样单元中取得的一个或几个份样。
- (6) 试样 由实验室制得的样品，并从它取得试料。
- (7) 试料 用以进行检验或观测所称取的一定量的试样。
- (8) 子样 在规定的采样点采取的规定量的物料，用于提供关于总体的信息。
- (9) 总样 合并所有的子样称为总样。

其他有关采样的名词术语，请查阅国家标准 GB 4650—84《工业用化学产品采样词汇》。

1.1.2 采样目的和原则

- (1) 采样目的 采样的目的有以下几个方面。

① 技术方面 确定原材料、半成品及成品的质量；控制生产工艺过程；鉴定未知物；确定污染物的性质、程度和来源等。

② 商业方面 确定销售价格；检验是否符合合同的规定等。

③ 法律方面 检查物料是否符合法令要求；检查生产过程中泄漏的有害物质是否超过允许极限；法庭调查；确定法律责任；进行仲裁等。

④ 安全方面 确定物料是否安全或确定其危险程度；分析发生事故的原因；按危险程度进行物料分类等等。

虽然采样的具体目的各不相同，但采样的基本目的只有一个，即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，得到在允许误差内的数据，从而求得被检物料的某一或某些特征的平均值。

(2) 采样原则 为了掌握总体物料的成分、性能、状态等，需要从总体物料中采得能代表总体物料的样品，通过对样品的检测来了解总体物料的情况。因此，使采得的样品具有充分的代表性是采样的基本原则。

1.1.3 采样方案的制定

根据采样的具体目的和要求以及所掌握的被采物料的所有信息制定采样方案，包括确定总体物料的范围；确定采样单元和二次采样单元；确定样品数、样品量和采样部位；规定采样操作方法和采样工具；规定样品的加工方法；规定采样安全措施。

1.1.4 样品数和样品量

(1) 样品数 在满足需要的前提下，样品数和样品量越少越好。能给出所需信息的最少样品数和最少样品量称为最佳样品数和最佳样品量。

一般化工产品可按多单元物料来处理。总体物料的单元数小于 500 时，按表 1-1 选取采样的单元数。

表 1-1 采样单元数的选取

总体物料的单元数	选取的最少单元数	总体物料的单元数	选取的最少单元数
1~10	全部单元	182~216	18
11~49	11	217~254	19
50~64	12	255~296	20
65~81	13	297~343	21
82~101	14	344~394	22
102~125	15	395~450	23
126~151	16	451~512	24
152~181	17		

对于总体单元数大于 500 的，采样单元数按总体单元数立方根的 3 倍来确定，即

$$n = 3 \times \sqrt[3]{N}$$

式中 n ——采样单元数；

N ——物料总体单元数。

如计算结果中有小数，不管小数是几，则进为整数。

【例 1-1】 有一批化肥，其总体单元数为 538 袋，则采样单元数应为多少？

解：
$$n = 3 \times \sqrt[3]{538} = 24.4 \text{ (袋)}$$

将 24.4 进为 25，即应选取 25 袋。

(2) 样品量 在满足需要的前提下，样品量越少越好。一般情况下，样品量应至少满足三次全项重复检测的需要；满足保留样品的需要和制样预处理的需要。

对于均匀样品，可按采样方案或标准规定的方法从每个采样单元中取出一定量的样品，混匀后为样品总量。

对于一些颗粒大小、组成成分极不均匀的物料，如矿石、煤炭、土壤等，选取具有代表性的均匀试样是一项较为复杂的操作。根据经验，这类物料的选取量与物料的均匀度、粒度、易破碎程度有关。其选取量可用下面的采样公式计算。

$$Q = Kd^2$$

式中 Q ——采取平均试样的最小量，kg；

d ——物料中最大颗粒的直径，mm。

K ——经验常数，一般在 0.02~0.15 之间。

【例 1-2】 要采取一批石灰石样品，已知 $K = 0.1$ ，若此矿石最大颗粒直径为 100mm，则采样最小质量为多少？

解：
$$Q = 0.1 \times 100^2 = 1000 \text{ (kg)}$$

如此大的取样量一般很难承受，但如果将上述物料中的最大颗粒直径破碎至 10mm，则可减少为

$$Q = 0.1 \times 10^2 = 10 \text{ (kg)}$$

如继续破碎至 1mm，则取样量可减少至

$$Q = 0.1 \times 1^2 = 0.1 \text{ (kg)}$$

从 0.1kg 再制成试样就容易多了。

1.1.5 留样和废弃样品

采得的样品经处理后一般将其等量分为两份，一份供检验用，一份留作备考。每份样品量至少应为检验需要量的三倍。留样就是留取、储存、备考样品。留样的作用包括考察分析人员检验数据的可靠性、作对照样品即复核备考用以及对比仪器、试剂、实验方法是否存在分析误差或跟踪检验等。

采得样品后，要详细做好采样记录，采样记录包括以下几方面。

① 样品名称及样品编号；

- ② 总体物料批号及数量;
- ③ 生产单位;
- ④ 采样部位;
- ⑤ 样品量;
- ⑥ 级别;
- ⑦ 采样日期;
- ⑧ 保留日期;
- ⑨ 采样者姓名。

样品盛入容器后,应及时在容器壁上贴上标签,标签内容大致与采样记录内容相同。

盛样品的容器应有符合要求的盖、塞或阀门,在使用前必须洗净、干燥。其材质必须不与样品物质起作用,且不能有渗透性。对光敏性物料,盛样容器应是不透光的。

保留样品的量、保存环境、保存时间、撤消办法等一般在产品标准或采样操作规程中都有具体规定。保留样品的贮存时间一般不超过六个月,根据实际需要和物料特性可适当延长和缩短。留样必须在达到或超过贮存期才能撤消,不可提前撤消。

对剧毒、危险样品的保存和撤消,除一般规定外,还必须严格遵守环保和关于毒物或危险物品的安全规定。

有毒物质可分为有毒气体、酸类、碱类、氰化物、砷化物、汞和汞盐、苯等。

危险品可分为氧化剂、爆炸性物质、压缩气体和液化气体、自燃物质、易燃液体、腐蚀性物品等。

练习 1.1

- (1) 什么是子样、总样和采样单元? 指出相互间的区别。
- (2) 正确进行试样的采取、制备和分解对分析工作有何意义?
- (3) 采样方案的基本内容包括哪几个方面?

1.2 固体样品的采集和制备

 **学习指南** 固体样品种类繁多,工业分析专业的学生必须了解固体样品的采集和制备过程。在本节你将认识固体采样工具、学习采集和制备固体样品的方法。通过学习,应能熟练使用固体采样工具,正确采集和制备固体样品。

基本知识

固体工业产品的化学组成和粒度都比较均匀,杂质较少,采样方法比较

简单。而固体矿物的化学成分和粒度往往很不均匀，杂质较多，采样过程就较为繁琐、困难。以商品煤样的采取方法为例，重点介绍不均匀固体物料的采样方法。

1.2.1 采样工具

(1) 自动采样器 适用于从运输皮带、链板运输机等固体物料流中定时、定量地连续采样。用盛样桶或瓶来收集子样。

(2) 舌形铲 长 300mm，宽 250mm。适用于从运输工具、物料堆或物料流中进行人工采样。用于采取煤、焦炭、矿石等不均匀固体物料的试样。

(3) 取样钻 如图 1-1。钻长约 750mm，外径约 18mm，槽口宽 12mm，下端为 30°的角锥，上端装有“T”形或直形的金属（木）柄，钻体由不锈钢管或铜管制成。适用于从包装袋或桶内采取细粒状工业产品。取样时，将取样钻由袋口一角沿对角线方向插入袋内 $\frac{1}{3} \sim \frac{3}{4}$ 处，旋转 180°后抽出，刮出钻槽中的物料，作为一个子样。



图 1-1 取样钻

(4) 双套取样管 如图 1-2。外管长 720mm，内径为 18mm，上面开有三个长 216mm、宽 18mm 的槽口；内管长 770mm，外径长 18mm，上面开有三个长 210mm 的槽口。内外槽口的位置应能相互闭合，取样管下端呈圆锥形，内管和外套管上端均装有“T”形木柄。适用于采取易变质（如吸湿、氧化、分解等）粉粒状物料。采样时，将双套取样管斜插入袋（桶）内，旋开内管，将双套取样管旋转 180°，关闭内管，抽出双套取样管，将采得的物料由内管管口处转入样品瓶中，盖紧瓶塞，即为一个子样。

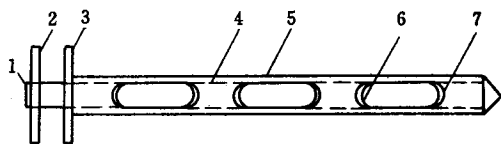


图 1-2 双套取样管构形

1—内管管口；2—内管木柄；3—外管木柄；4—内管；
5—外管；6—内管槽口；7—外管槽口

1.2.2 采样方法

(1) 从物料流中采样 从输送状态的物料流中采样，应首先确定子样数目和子样质量，然后根据物料流量的大小及有效输送时间均匀地分布采样时间，即每隔一定的时间采取一个子样。采样时，若使用自动采样器，应调整工作条件，使之一次横截物料流的断面采取一个子样。若用采样铲在皮带运输机上采样，采样铲必须紧贴传送皮带，不得悬空铲取样品。一个子样也可以分两次或三次采取，但必须按左、中、右的顺序进行，采样部位不得交错

重复。对于 1000t 的商品煤，应按表 1-2 的子样数采样。

表 1-2 商品煤子样数目表

煤种	原煤和筛选煤		炼焦用精煤	洗煤(中煤)
	干基灰分 $\leq 20\%$	干基灰分 $> 20\%$		
子样数目	30	60	15	20

商品煤每个子样，其最小质量应根据煤的最大粒度，按表 1-3 中的规定确定。人工采样时，如果一次采出的样品质量不足规定的最小质量，可以在原处再采取一次，与第一次采取的样品合并为一个子样。

表 1-3 商品煤粒度与采样量对照表

商品煤最大粒度/mm	< 25	$25 \sim 50$	$50 \sim 100$	> 100
每个子样的最小质量/kg	1	2	4	5

(2) 从运输工具中采样 煤量在 300t 以上时，对于炼焦用精煤，其他洗煤及粒度大于 100mm 的块煤，不论车厢容量大小，均按图 1-3 所示在火车车厢内沿斜线方向在 1、2、3、4、5 位置上按五点循环采取子样。对于原煤、筛选煤，不论车厢容量大小，均按图 1-4 所示在火车车厢内沿斜线方向采取 3 个子样。斜线的始末两点距离车角应为 1m，其余各点应均匀地分布在始末两点之间，各车皮的斜线方向应一致。

煤量不足 300t 时，炼焦用精煤、其他洗煤及粒度大于 100mm 的块煤，应采取子样的最少数目为 6 个，原煤、筛选煤应采取子样的最少数目为 18 个。在每辆车厢内按图 1-3 或图 1-4 于斜线上采取 5 个或 3 个子样。如果装煤的车厢数等于或少于 3，则多余的子样可在与图 1-3 或图 1-4 交叉的斜线上采取。

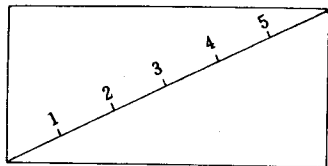


图 1-3 斜线五点法

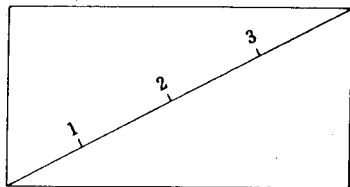


图 1-4 斜线三点法

从汽车、马车、矿车等小型车辆中采取固体物料试样时，子样的数目应按具体规定执行。对于商品煤，可按 1000t 煤不少于 60 个子样和沿斜线采样的原则采取煤样。但由于汽车等小型车辆容积较小，可装车数远远超过应采取的子样数目，所以不能从每一辆车中采取子样。一般是将采取的子样数

目平均分配于所装的车中，即每隔若干车采取一个样。

(3) 从物料堆中采样 如果商品煤量在 1000t 以上，应按物料流中采取煤样的方法分别确定应采子样数目。如果煤量不足 1000t，应采子样数目可根据表 1-2 中所示比例递减，但不得小于表 1-2 所示数目的二分之一。

采样时，应根据煤堆的不同形状，先将子样数目均匀地分布在煤堆的顶部和斜面上。如图 1-5 所示。最下层采样部位应距离地面 0.5m，然后在每个采样点除去 0.2m 的表层物料，沿着和物料堆表面垂直的方向边挖边采样。每个子样的最少质量按表 1-3 确定。

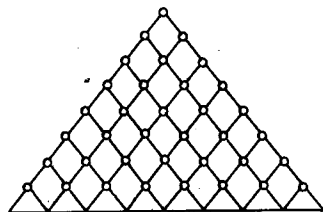


图 1-5 商品煤堆子
样点分布示意图

(4) 固体工业产品的采样 固体化工产品一般都使用袋（桶）包装，每一袋（桶）称为一件。按表 1-1 确定采样单元后，即可用取样钻或双套取样管对每个单元分别进行采样。化工产品的总样量一般不少于 500g，其他工业产品的总样质量应足够分析用。

(5) 金属或金属制品的采样 由于金属经高温熔炼后组成比较均匀，因此，对于片状或丝状物料，剪取一部分即可进行分析。但对于钢锭和铸铁，由于其表面和内部的凝固时间不同，铁和杂质的凝固温度不一样，因此，其表面和内部的组成很不均匀，取样时应先将表面清理，弃去表面物料，然后用钢钻在不同部位、不同的深度取碎屑混合均匀，作为分析试样。

1.2.3 样品的制备

样品的制备一般包括破碎、筛分、掺合、缩分几个步骤。

(1) 破碎 按规定用适当的机械或人工减小样品粒度的过程称为破碎。一般先用颚式破碎机或球磨机进行粗碎，使样品能通过 4~6 号筛，再用圆盘粉碎机等进行中碎，使样品能通过 20 号筛。煤和焦炭之类的疏松性燃料，可进行人工破碎，一般是在表面光滑的厚钢板上，用钢辊或手锤先进行粗碎，然后再用压磨锤、瓷研钵、玛瑙研钵等进行细碎，不同性质的样品要求磨细的程度不同。一般要求分析试样能通过 100~200 号筛。

(2) 筛分 按规定用适当的标准筛（或称分样筛、试验筛）对样品进行分选的过程称为筛分。当物料被缩分至一定质量时，必须用一定规格的标准筛进行过筛，筛子一般用细的铜合金丝制成，将大于规定粒度的物料筛分出来，分出的部分颗粒不可抛弃，因为这部分不易研细的颗粒往往具有不同的组成。应继续进行破碎，直至全部通过规定的标准筛。以保证所得样品能代表整个被测物料的平均组成。