

中等专业学校教学用书

工业分析

北京化学工业学校分析学科 编

化学工业出版社

中等专业学校教学用书

工业分析

北京化学工业学校分析学科 編

化学工业出版社

本书系根据1959年北京化学工业学校工业分析教学大纲，参考国内外文献，并结合中国实际情况编写而成，可用作化工中等技术学校分析专业的教学参考书，也可供一般分析工作者参考。

本书介绍工业分析中化学分析部分，分别叙述水、煤、气体、化工无机物、钢铁、肥料、硫酸盐、矿石及有机工业产品的分析。书中所介绍的许多分析方法，是迄1959年年底为止我国生产中所采用的方法，并插入1960年上半年该校教改后新订教学大纲中的部份内容。

中等专业学校教学用书

工业分析

北京化学工业学校分析学科 编

化学工业出版社出版 北京安定门外和平街南口

北京市书刊出版业营业许可证出字第092号

北京市印刷一厂印刷

新华书店科技发行所发行 各地新华书店经售

开本：787×1092毫米1/18 1961年3月第1版

印张：21 $\frac{2}{5}$ 1961年3月第1版第1次印刷

字数：455千字 印数：1—27,000

定价：(9) 2.75元 书号：15063·0762

目 录

前言	11
----------	----

第一章 緒 論

第一节 緒言	12
第二节 試样的采取和制备	14
一、固体取样法	14
二、液体取样法	18
三、气体取样法	19
四、分析試样的准备	19
第三节 目視比色分析法	19
一、原理	19
二、目視比色測定法	20
标准組法或色阶法 稀释法 比色滴定法 等色法	
三、影响目視比色的因素	23
四、作业題	24
复习提綱	24
参考书目	25

第二章 水的分析

第一节 概論	26
第二节 取样	28
第三节 分析項目及分析方法	29
一、外觀*	29
二、全固体物*、悬浮物*、溶解固体*及灼烧残渣*的測定	29
三、pH值、二氧化碳*及碱度的測定	31
四、硬度	37
A. 硬水、硬度	37
B. 硬度的表示方法	38
B. 硬度的分类	39
Г. 总硬的測定	40
鈣鎂計算法 肥皂液法 特立隆B法	
Д. 碳酸盐硬度与非碳酸盐硬度的測定	45
E. 软化剂用量的計算	46
五、鈣及鎂的測定	48
A. 鈣的測定	48
草酸銨重量法*及容量法	48
特立隆B法分別測定鈣鎂	50
B. 鎂的測定	52
磷酸銨銨重量法*及容量法 8-羥基喹啉法** 鈦黄比色法**	

注：标有“*”号者为自学內容；标有“**”号者为参考內容；无記号者为講授內容或实验內容。

六、铁的测定.....	57
硫氰酸鉀比色法 磷基水楊酸法*	
七、氯根的测定.....	59
莫尔氏法* 比油法	
八、硫酸根的测定.....	62
重量法** 比油法** 特立隆B法	
九、溶解氧的测定(容量法).....	65
十、耗氧量的测定**.....	68
十一、分析结果的审查**.....	68
复习提綱.....	69
参考书目.....	69

第三章 煤的分析

第一节 概論.....	70
第二节 煤样的采取和制备.....	71
第三节 煤的分析方法.....	72
一、全分析用試样的准备.....	72
二、工业分析.....	73
A. 水份的测定*.....	73
总水份的测定 全分析試样中水份的测定 水份快速测定法**	
B. 灰份的测定*.....	76
煤的緩慢灰化法 煤的快速灰化法**	
C. 挥发份的测定*.....	77
D. 固定碳的测定*.....	79
E. 硫份的测定.....	79
总硫量的测定.....	79
艾士卡法(硫酸鉍重量法、鉍酸鉍容量法*) 洗彈水法及玫瑰紅酸鈉快速法** 燃烧法	
硫酸盐硫、硫化物硫的测定**.....	84
F. 热值的测定.....	85
由分析結果計算 由实验测定	
G. 各种状态的换算.....	96
三、碳氢元素的分析**.....	97
复习提綱.....	103
参考书目.....	103

第四章 气体分析

第一节 概論.....	104
第二节 各气体与所用吸收剂的作用.....	106
一、各气体所用的吸收剂.....	106
二、混合气体系統分析.....	110
第三节 气体的取样.....	111
第四节 气体分析仪器及分析举例.....	115
一、仪器的基本部件.....	115

气体体积测量器(量气管、流量计、气体流速计).....	113
吸收器.....	119
气体燃烧器.....	120
梳形管及活塞.....	122
二、气体分析成套仪器的构造和使用.....	123
A. 煤气全分析.....	123
ГХ-1型和改良ГХ-1型气体分析器及爆炸法 B. T. И. 型气体分析器及緩燃法	
B. 氮-空气混合物中氮的测定*.....	131
B. 厂房空气中氮的测定**.....	135
复习提纲.....	137
参考书目.....	137

第五章 化工无机物的分析

第一节 合成氨工业生产的分析.....	138
一、概論.....	138
二、分析方法.....	140
A. 焦煤的分析*.....	140
B. 半水煤气的分析*.....	140
B. 脱硫后半水煤气中硫化氢含量的测定*.....	140
Г. 转化后气体的分析及转化率的计算.....	141
И. 铜碱液洗涤后气体中微量一氧化碳、二氧化碳的测定.....	142
E. 氮-氢混合气中氮氢比例的测定*.....	154
Ж. 合成塔进口气中微量氧的测定**.....	154
З. 合成塔进出口气体中氮含量的分析*.....	157
И. 液氨的分析.....	158
K. 氮气纯度及惰性气体含量的测定*.....	160
И. 铜氨液的全分析.....	161
M. 碱液的分析*.....	164
H. 水的分析*.....	165
O. 砷碱液的分析*.....	166
第二节 硫酸工业生产的分析**.....	169
一、概論.....	169
硫酸生产化学检验控制点 对工业硫酸的技术要求	
二、分析方法.....	170
A. 硫铁矿的分析.....	170
B. 渣渣的分析.....	171
B. 气体分析.....	172
气体中二氧化硫的测定 二氧化硫和三氧化硫共同存在时的测定 氧的测定 由分析数 据计算接触率	
Г. 酸的分析.....	175
三氧化二氮的测定 酸中氧化氮总量的测定(氮量法)	
И. 硫酸的分析.....	177
取样 一水合物的测定 氮氧化物的测定 砷含量的测定	

E. 发烟硫酸的分析	180
第三节 苛性钠工业生产的分析**	181
电解法生产苛性钠的各控制点	181
一、电解液的分析	182
取样	182
苛性钠、碳酸钠、氯化钠的测定	182
次氯酸钠的测定	182
氯酸钠的测定	183
二、氯气的分析	184
三、工业用苛性钠的分析	184
取样	184
分析试样的准备	185
苛性钠及碳酸钠的测定	185
碳酸钠的测定	185
复习提纲	186
参考书目	186

第六章 钢铁的分析

第一节 概 论	187
第二节 钢的砂轮火花鉴别法**	192
第三节 试样的采取与制备*	193
第四节 生铁与碳素钢的分析	197
一、碳的测定	197
总碳量的测定(气体容量法)	197
化合碳的测定(比色法)*	202
石墨碳的测定**	203
二、硫的测定*	203
燃烧法	203
气体发生法*	206
三、碳硫联合测定(气体容量法)**	208
四、锰的测定	209
亚砷酸钠-亚硝酸钠法	209
亚砷酸钠快速法*	213
目视比色法**	213
五、硅的测定	213
硅钼混合酸重量法	213
硅钼蓝比色法定硅	217
六、磷的测定	219
磷钼酸钒容量法	219
钼蓝光电比色法	223
乙醛钼蓝目视比色法**	225
七、硅、锰、磷联合测定**	227
第五节 合金钢的分析**	228

一、镍的测定	228
二甲基乙二醛重量法	228
高锰酸钾容量法(快速法)	230
二、铬的测定	231
高硫酸铵法	231
尿素法(快速法)	234
三、钼的测定(硫氰化钾比色法)	236
四、钒的测定(高锰酸钾容量法)	237
五、钨的测定(对苯二酚比色法)	238
复习提纲	239
参考书目	239

第七章 肥料分析

第一节 概論	240
第二节 氮肥	241
一、硫酸铵与硝酸铵的分析(甲醛法走氮)	241
二、有机肥料中氮的测定(克氏法定氮)	244
第三节 磷肥	248
一、过磷酸钙的分析	250
取样和准备*	250
水分的测定*	250
游离酸的测定	250
有效磷(可吸收磷)的测定	251
二、磷肥中全磷的测定(磷钼酸铵重量法**、比色法**)	254
第四节 钾肥	256
一、过氧法定钾**	257
二、亚硝酸钴钠容量法	258
复习提纲	261
参考书目	262

第八章 硅酸盐的分析

第一节 概論	263
第二节 試样的采取	264
第三节 試样的分解	264
第四节 粘土及高铝粘土的系统分析法	266
一、灼减量的测定	266
二、 SiO_2 的测定(动物胶法)	266
三、 R_2O_3 的测定	269
四、 Fe_2O_3 的测定(重铬酸钾法)	271
五、单项定铁	272
六、 TiO_2 的测定(过氧化氢比色法)	273
七、 Al_2O_3 的测定(减量法)	274

八、CaO的测定(草酸铵容量法).....	274
九、MgO的测定(磷酸铵镁重量法).....	275
十、钾、钠含量的测定(硫酸盐重量法)**.....	275
十一、K ₂ O的测定(亚硝酸钴钠重量法)**.....	276
第五节 硅酸盐快速分析*.....	278
SiO ₂ 的测定(硅钼黄比色法).....	279
Al ₂ O ₃ 的测定(特立隆B法).....	280
Fe ₂ O ₃ 的测定(磺基水杨酸法).....	281
TiO ₂ 的测定(过氧化氢比色法).....	281
CaO的测定(特立隆B法).....	281
MgO的测定(特立隆B法).....	282
复习提纲.....	284
参考书目.....	285

第九章 矿石的分析**

第一节 概論.....	286
第二节 試样的采取与制备.....	286
第三节 矿石的分解.....	287
第四节 铁矿的全分析.....	288
一、水份的测定.....	289
二、铁的测定.....	289
酸溶铁的测定.....	289
全铁的测定.....	290
二价铁的测定.....	291
金属铁的测定.....	292
三、二氧化硅的测定.....	293
盐酸-干涸法.....	293
SiO ₂ 快速测定法(过氧化钠熔融动物胶法).....	294
四、硫的测定.....	295
BaSO ₄ 重量法.....	295
氧化锌-磷酸钠熔融法(重量法).....	296
燃烧法.....	297
五、磷的测定(磷钼酸铵法).....	298
六、锰的测定.....	299
高硫酸铵-硫磷混合酸法.....	299
高硫酸铵-盐酸、硫酸法.....	300
七、铜的测定.....	301
标准碘量法.....	301
氯化铵-氢氧化铵法.....	302
八、硅、铝、钛、钙、镁的系统分析.....	303
九、镍的测定(二甲基乙二醛肟法).....	306
十、砷的测定.....	308
第五节 铁矿石的快速全分析.....	309

硅的测定(氟化钾容量法).....	309
钙的测定(特立隆B法, 不分离 R_2O_3).....	310
镁的测定(特立隆B法).....	311
铜的测定(特立隆B法).....	311
铁的测定(重铬酸钾法).....	312
钛的测定(过氧化氢比色法).....	312
锰的测定(比色法).....	311
亚铁的测定.....	313
磷的测定(钒钼酸铵比色法).....	314
钼的测定(磷钼酸比色法).....	314
铬的测定(比色法).....	315
砷的测定(色潜法).....	315
硫的测定(燃烧法).....	316
钾、钠的测定.....	316
第六节 锰矿的分析.....	316
全锰的测定(氧化锌-高锰酸钾法).....	316
参考书目.....	318

第十章 有机工业产品的分析

第一节 概论.....	319
第二节 物理常数的测定.....	322
熔点 沸点 凝固点 比重.....	322
第三节 卤化物——二硝基氯化苯的分析(水解-福尔加特法).....	328
第四节 磺基物——2-萘磺酸的分析.....	331
分析方法.....	331
总酸度的测定* 游离酸的测定* 2-萘磺酸纯度的测定(盐酸联苯胺法)* 磺基的测定(重铬酸 盐法)*	
磺基的定性反应**.....	334
第五节 羰基物——甲醛的分析.....	335
分析方法.....	335
亚硫酸钠法 碘量法*	
羰基的定性反应**.....	337
第六节 羟基物——苯酚及 β -萘酚的分析.....	337
苯酚.....	337
工业合成苯酚的分析.....	337
纯苯酚的测定(溴量法).....	338
β -萘酚的测定(碘量法*、偶合法).....	339
羟基的定性反应**.....	343
第七节 氨基物——苯胺的分析; 羟基氨基化合物——H ₂ N的分析.....	343
一、苯胺的测定.....	343
分馏方法.....	343
重氮化法.....	343
溴量法.....	344

芳胺定性反应**	345
二、H-酸的测定(偶合法)	345
第八节 硝基物——硝基苯的分析	346
分析方法	346
* 锌粉还原重氮化法	346
* 氯化亚锡还原硝基化合物法**	347
硝基的定性反应**	348
第九节 芳炔——精萘的分析(铬酸法)	348
第十节 油脂的分析	350
润滑油的分析	350
粘度 闪点和燃点	
脂肪和脂油的分析	355
酸值 碘值 皂化值	
第十一节 酚醛树脂工业生产检验**	358
原料的分析	358
甲醛 糠醛 苯酚 甲酚	
中间控制检验	362
pH值 比重 滴点	
树脂成品分析	362
游离酚 胶化时间 粘度	
硬化剂——六次甲基四胺的分析	363
复习提纲	363
参考书目	364

附 錄

一、元素的原子量表	366
二、水在不同温度下的密度表	367
三、水蒸汽压力表	367
四、在温度t时1米 ³ 空气中的饱和水蒸汽的重量	367
五、酸的比重	368
HCl、HNO ₃ 、H ₂ SO ₄ 、HAc、H ₃ PO ₄	368
六、苛性钾和苛性钠溶液的比重	371
七、氨水的比重	371
八、测定碘时的校正系数(760毫米汞柱高和+16°C时)	372
九、气体分析用催化剂的制备	373
十、气体量管和滴定管旋塞的保护	373
十一、粘接玻璃和玻璃以及金属和玻璃的胶和油腻子	374
十二、筛子误差表 1、2、3	374
十三、对数表	376
十四、反对数表	378

前 言

本书系依据1959年北京化学工业学校工业分析教学大纲编写而成，编写时主要参考苏联 A. П. 格罗舍夫编中专工业分析教本，同时结合中国的实际情况，力求使它成为国内比较实用的工业分析教学用书。本书可用作化工中等技术学校分析专业的教学参考书，也可供一般分析工作者参考。兹对本书的编写作以下几点说明。

1. 书中所介绍的分析方法力求全面，每个项目内有经典法、快速法和可能搜集到的先进方法和常用方法，其中很多方法是迄1959年年底为止我国生产中所采用的方法，并添入1960年上半年本校教改后新订教学大纲中的部分内容。

2. 本校几年来工业分析实验中所总结的经验都编在附注中。

3. 本书的编写按由浅入深循序渐进的原则，水的分析放在首章，以便于复习和巩固定量分析中所学习的基础知识。

4. 每章附有作业题、复习提纲和参考书目。

5. 除大纲上规定的内容以外，本书中还编入一些大纲以外的内容，用双星记号标明者为参考内容，用单星记号标明者为本校曾划为同学自学内容部分，这些部分各校教师可根据同学程度的不同、设备的不同而选择讲授或参考。

由于各地教学改革地进行，工业分析的教学体系、内容和方法都有变动，同时限于编者的水平和时间的仓促，错误及粗糙之处在所难免，希读者多提意见，以便再版时修正和补充。

北京化学工业学校分析学科

1960年9月

第一章 緒 論

第一节 緒 言

工业分析 及其作用

工业分析是分析化学的一部分，是分析化学在工业生产上的应用，它研究各种生产中原料、輔助材料及产品的组成的分析方法，各种化学工业制造过程中的中間产品和副产品的分析方法，以及工业上常用的材料如燃料、水、合金等的分析方法。

通过工业分析可以評定原料和产品的质量，并检查工艺过程是否在正常进行，从而使我們在生产中能最經濟地使用原料、燃料，减少生产废品，及时消除缺点，并保証产品质量合格。由此可见，工业分析起着指导生产的作用。

工业分析 的特点

工业分析的准确度决定于生产的要求，它应该有符合生产上所需要的准确度；但并不要求达到分析化学上已达到的最高准确度；因为在許多情况下，不需要这样高的精确度。

对于生产檢驗具有更大作用的是：分析迅速、測定簡便及易于重复进行。

工业产品往往数量极大（千吨），而且是不均匀的，必須从其中取出足以代表全部試样平均成份的少量試样才能进行分析，所以正确取样是工业分析中最重要的一步。工业样品不可能是化学純的，大都含有許多杂质，例如矿石中除含有主要的元素外，其他杂质的含量也非常繁多，因此，在分析过程中，必須考虑到杂质的影响；同时有些产品使之分解变成便于分析的状态——溶液，往往是較困难的事。綜上所述，在工业分析中应注意以下四点：

1. 正确取样；
2. 分解样品，以便进行分析；
3. 选择分析方法时，应考虑杂质的影响；
4. 保証一定的准确結果，并能在短時間內完成測定。

工业分析中 所用的方法

在工业分析中除采用化学分析方法——如定量分析中的中和法、氧化还原法、沉淀法外，还采用物理-化学方法和物理方法，后两种方法分別以被测物质的物理-化学性质和物理性质为基础。

物理性质为基础。

常用的物理-化学方法有：

电解分析法——測定因电流作用而在电极上析出的物质；

极譜分析法——利用在阴极上发生的极化过程；

电导分析法——基于測量試液的电导率；

电位分析法——基于測量試液在滴定时所生的电位；

比色分析法——基于比較不同浓度溶液的颜色深度；

浊度分析法——基于測量悬浮粒子漫射的光量。

物理分析方法有：

折射分析法——測量物質對光的折射係數；

偏光分析法——基於試料溶液能夠改變偏振光的偏振面的能力；

光譜分析法——基於對試料光譜的研究。

此外還有測量密度、粘度、表面張力、導熱率等等的方法。近來化學分析法常為物理-化學法及物理法所代替，因後兩者的靈敏度高且測定迅速，物理法並能在生產連續的情況下進行檢驗，並易於自動控制；但是這並不減少化學分析法的作用，因為物理-化學分析法與物理法仍只能補充化學方法，而不能完全代替化學分析法。目前生產上已將三種方法結合起來使用。

本門課程的講授內容以化學分析為主，並介紹比色分析的簡單原理和目視比色方法。

分析方法的

工業(工廠)分類

分析方法按它的實際用途，主要分為兩類，即標類法與快速法。

標類法 用來測定原料、成品及半成品的化學組成，由所得結果進行工藝上的計算，並用作買賣價格計算的根據。此種方法應具有高度的準確性。為保證準確，往往在分析過程中增加輔助操作（如重沉淀等），因而必須加長分析時間。最理想的標類法，既能保證準確，操作又能足夠迅速。例如用氣體容量法定鋼鐵中的碳，用燃燒法定硫，用過硫酸鹽法定錳，用光電比色定磷、定硅，都能達到這種要求。

屬於此類方法的另有校核法及仲裁法。校核法是在需要校核或確定標類分析所得結果的情況下採用，所用分析方法與標類法相同，只增加某些補充操作（如重沉淀，或如定 SiO_2 時，蒸干脫水後溶解、過濾，將濾液再蒸發以回收可能存在于溶液內的微量 SiO_2 ）以提高準確度。仲裁法是在供求兩方面所做分析結果有出入，而須請第三者做仲裁分析時採用的，所用方法是最準確的方法，採用特別校驗過的試劑與儀器，並須由分析技術較高的人員進行。

快速法 主要用以控制生產工藝過程中最關重要的階段。如果說，標類法要求提高結果的準確度，因而使分析操作時間有些加長；而快速法則要求加速分析過程，因此在允許範圍內使準確度降低。有不少快速法就是利用標類法而不進行其中某一輔助操作，使分析本身簡化以縮短時間的。此外，如實驗室工作地點的合理布置，各用品安排得當，也都是很重要的。

工業分析中溶液

濃度的表示方法

工業分析中所使用的溶液也與定量分析中所使用的溶液相同，有的溶液（如輔助溶液）的濃度只須約略知道即可。其表示法有如下幾種。

1. 以百分數表示；
2. 以比重表示；
3. 以近似的當量濃度表示；

4. 以体积比表示 (例如 HNO_3 3:5 表示 3 体积浓硝酸与 5 体积水混合)。有的溶液 (如标准溶液) 须准确知道其浓度, 它的表示方法如下:

1. 以当量浓度表示 (当量浓度即 1 升溶液中所含溶质的克当量数);
2. 以滴定度表示 (如 $T_{\text{KMnO}_4/\text{Fe}} = \text{毫克/毫升}$, 即 1 毫升 KMnO_4 溶液相当于若干毫克 Fe)。

注① 市售试剂按质量高低分类如表 1-1。

表 1-1 市售试剂的分类

我国现分等级	一级品 (保证试剂)	二级品 (分析纯)	三级品 (纯或化学纯)	四级品 (化学用)
固定全苏标准	化学纯 Х. Ч (一级)	分析纯 Ч. Д. а. (二级)	纯 Ч (三级)	
资本主义国家标准	G. R.	A. S.	Pure	L. R.

工业分析中的普通试剂要求至少用三级品配制, 标定用的基准试剂则用一级品。

② 市售液体酸碱的浓度:

硝酸 HNO_3 : 比重 $20^\circ\text{C}/4^\circ\text{C}$ 1.391~1.405, 65.0~68.0%, 约 16N。

硫酸 H_2SO_4 : 比重 $20^\circ\text{C}/4^\circ\text{C}$ 1.831~1.836, 94.0~96.0%, 约 36N。

盐酸 HCl : 比重 $20^\circ\text{C}/4^\circ\text{C}$ 1.174~1.189, 35.0~38.0%, 约 12N。

氨水 NH_4OH : 比重 $20^\circ\text{C}/4^\circ\text{C}$ 0.907~0.901, 25.0~27.0%, 约 14N。

磷酸 H_3PO_4 : 比重 1.70, 85.0%。

醋酸 CH_3COOH : 99.0% 及 99.8%。

氢氟酸 HF : 40%。

高氯酸 HClO_4 : 60.0~62.0% 及 70.0~72.0%。

第二节 试样的采取和制备

在分析工业产品时, 常须从大量物料中采取平均试样。平均试样即指所取出的少量物样, 它的化学成份能代表全部物料的化学成份。所以这种试样必须用正确的方法采取才能达到要求。如所采取的试样不足以代表全部物料正确的化学成份, 则不管分析得如何准确, 也属无用, 因为不足以代表真正成份的分析数据, 会把生产引入错误的途径, 甚至于造成严重事故。

一、固体取样法 固体物料有颗粒状、粉末状、或是论个的, 如金属锭和木柴等。下面讨论颗粒状取样的一般原则, 至于具体应用, 可以参阅煤的分析和矿石分析章。金属的取样法, 在钢铁分析章内讨论。

A. 取样

a. 取样地点 根据不同的情况, 可以在储存地点或运输时取样。在储存地点, 如从仓库、包装地点、堆中取样; 在运送和装卸时, 如从小货车, 运输机中取样。在运输时取样比较容易。

1. 从堆中取样 堆上外层物料受空气中湿度的影响, 内外层所含水份不同, 外层又受到空气的氧化作用与风化作用, 并且由于分层作用而大块聚集于堆底,

中心則聚集細砂。此外，堆的內部實際上是取不到試樣的，所以在堆中取樣比較困難。

一般用互相垂直的綫將堆分成若干區域，在側面離堆底0.5米處划第一橫綫，然後依此每隔0.5米划一橫綫，與橫綫垂直每隔2米划一條豎綫，選取橫豎綫的交點作為取樣點（圖1-1）。在每一點上用鍬或鏟從深0.5~0.7米處各取一份試料。

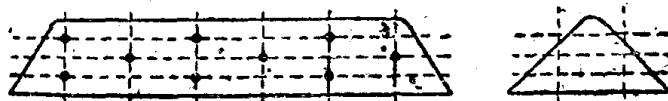


圖 1-1 從堆中取樣的地点分布圖

2. 從車廂和小車中取樣 在剛裝好的車廂中，物料尚未因為沉落和運送而分层，此時可以在表面取樣，將物料表面劃平，按圖1-2選定取樣點。

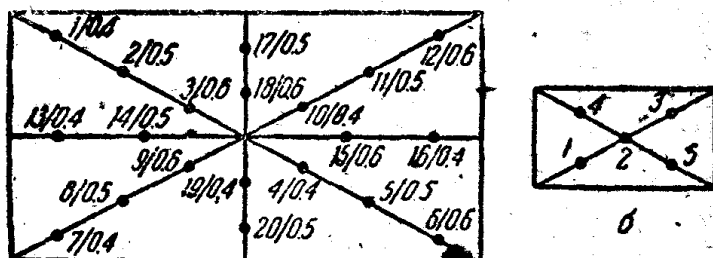


圖 1-2 從車廂(a)和小車(b)中取樣的地点分布圖
分子—取樣點的號碼，分母—取樣點離物料表面的距離(米)。

然後在圖中所示的點上，從每一車廂中取樣，例如有70個車廂；須取70份試樣，則在第一車廂中在點1處取樣，自第二車廂中在點2處取樣，余此類推。如自20個車廂中取樣後，已將圖中各點取完，則從第21車廂起又重復一次（取1處）。

如物料顆粒為25毫米大小，則從0.3米深處取樣，如顆粒大於25毫米，則自0.4、0.5、和0.6米深處取樣。

3. 從運輸機上取樣 在運輸機上每隔一定時間採取一次試樣，取樣時可以用鍬鏟將物料自輸送帶上按全寬撥下。由於輸送帶是運動著的，物料也會分层，因而大塊靠近邊緣，細粒靠近中心。

4. 自小包中取樣 許多物料保存於桶或袋中等。此時，先選定一定的包數，從中採取初次試樣。所選包數的多少，有特殊標準規定。小包取樣應在室內進行。

6. 取樣工具 取樣使用卷邊的鍬和鏟，它的大小應可一次在一個地點取足需要數量的試樣，不許可鍬鏟過大，因為這樣難於從不同的地點取得相同重量的試樣。每份取樣重量的多少，除有特殊規定者外，一般顆粒大的取樣重量多，顆粒

小的取样重量少。如块状物，取1~10千克，粉状物取0.2~0.5千克。试样取得后，放于特制的箱中，至一定标线处为止。

普通的人工取样颇费劳力，现有机械化取样器，用它可自动自输送带取上取样。

自包装中采取粉状物质时，可采用探料钻（图1-3）。将钻插入包中，直至包底，在钻的凹处落入物料，取出后，取下物料。采取粘性和膏状物料的探料钻，在槽的一面具有尖锐的凸边。将探料钻插入物料后绕轴转动。槽的凸边沿它的全高切下物料。

B. 制样 初次取得的试样数量很大，而送至实验室供分析用的试样最多不过2千克，所以应自初次试样中再采取实验室用试样，所经过的手续是：

磨碎→混合→缩分→再磨碎→再混合→再缩分。



图1-3 探料钻

在处理初次试样时，应将其保存于有盖的密闭箱中，勿使受热，存放时间不得超过一昼夜，操作应迅速，使水份变化极小。磨碎工具应十分坚硬，勿使工具磨损，以免所生碎屑落于物料中。缩分所得的各份物料在数量上、成分上都应相同。物料颗粒愈小，则物料缩分至愈少的重量，如磨至粒度25毫米的颗粒，缩分至物料重量达60公斤，再磨至13毫米时，则缩分至15公斤。全部块粒都应磨碎，不许弃去难磨的块状物。

a. 磨碎 磨碎试样可用破碎机或者用手工方法，如磨碎大块矿石用颚式破碎机→辊子或锥式破碎机→球磨机。磨碎煤或油页岩用薄板链式破碎机。

如用手工破碎，则在钢板上用钢棍或锤进行。矿石重量每份不超过2000千克，煤不超过300千克，泥煤不超过50千克。钢板表面应平滑，边缘高出5~20厘米。

6. 混合 用锹取物料，每锹物料倒至堆顶，使绕堆四周走而堆成圆锥形。当全部物料都集成一堆后，再用锹将此堆投成另一堆，方法同前，并应在平滑无隙的干净地板上进行。

b. 缩分 混合后的物料用四分法缩分。用干板自堆顶将圆锥压平，使各处厚度相同。以垂直的两直径将圆分成四个扇形（图1-4），弃去两个相对扇形的物料，将剩余两个扇形中的物料混合，缩分至规定重量。再磨碎，混合，缩分至规定的粒度与重量。现市上出售有各种供缩分试样用的缩分器（如图1-5所示琼斯式分样器）。

当磨碎至粒度达25毫米以后，每次磨碎操作完毕应将全部试样通过指定的筛子（图1-6）。

B. 实验室试样的制备 试样经最后一次缩分和混合后，再将圆锥形物料压平，用互相垂直的直线将压平物料划分成若干个正方形或螺旋形（图1-7）。