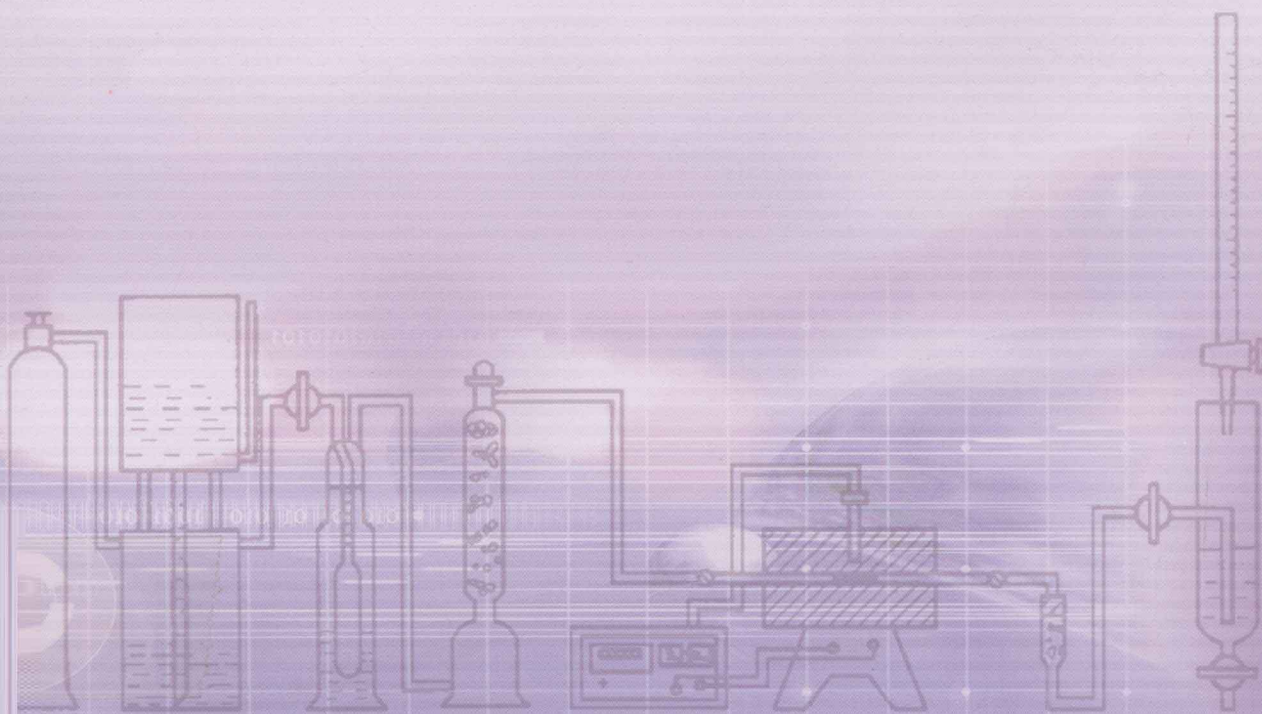




普通高等教育“十二五”规划教材

工业分析

龙彦辉 主编 赖坤容 徐 岚 邱会东 陈立功 副主编



中国石化出版社

[HTTP://WWW.SINOPEC-PRESS.COM](http://www.sinopec-press.com)

普通高等教育“十二五”规划教材

工 业 分 析

	龙彦辉	主 编
赖坤容	徐 岚	副 主 编
邱会东	陈立功	

中国石化出版社

内 容 提 要

工业分析是分析化学在工业生产中的应用,有指导和促进生产的作用,是国民经济各部门不可缺少的一种专用技术,它集生产、管理、鉴定、评价于一身,被誉为工业生产的“眼睛”,在工业生产中起着“把关”的作用。

本书包括试样的采取和制备、硅酸盐分析、矿石分析、金属材料分析、煤分析、石油产品分析、日用化学品分析、肥料分析、农药及其残留分析、气体分析、水质分析、基本有机产品分析、其他精细化工品分析、工业生产中的在线分析技术等内容。

本书可作为高等院校教材,也可供科研单位、工矿企业分析人员学习参考。

图书在版编目(CIP)数据

工业分析 / 龙彦辉主编. —北京:中国石化出版社,2011.1
普通高等教育“十二五”规划教材
ISBN 978-7-5114-0695-8

I. ①工… II. ①龙… III. ①工业分析 IV. ①TB4

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2010)第 259277 号

未经本社书面授权,本书任何部分不得被复制、抄袭,或者以任何形式或任何方式传播。版权所有,侵权必究。

中国石化出版社出版发行

地址:北京市东城区安定门外大街 58 号

邮编:100011 电话:(010)84271850

读者服务部电话:(010)84289974

<http://www.sinopec-press.com>

E-mail:press@sinopec.com.cn

北京科信印刷厂印刷

全国各地新华书店经销

*

787×1092 毫米 16 开本 24.5 印张 599 千字

2011 年 1 月第 1 版 2011 年 1 月第 1 次印刷

定价:48.00 元

前 言

工业分析是分析化学在工业生产中的应用，有指导和促进生产的作用，是国民经济各部门不可缺少的一种专用技术，被誉为工业生产的“眼睛”，在工业生产中起着“把关”的作用。工业分析的结果可用来评定原料质量、进行产品质量过程控制、检查工艺流程是否正常、环境是否受到污染等，从而做到合理组织生产，合理使用原料、燃料，及时发现、消除生产中的缺陷，减少废品，提高产品质量，保证工艺过程顺利进行和提高企业经济效益。工业分析在国民经济建设中有着重要的地位和作用，根据各高等院校、科研单位和生产企业的需要，结合多年教学、科研及生产实际所积累的经验，我们组织编写了《工业分析》一书。

本书主要涉及石油、天然气、煤炭、矿石、硅酸盐、钢铁、化工、农药、日用化学品、精细化学品、环境、进出口商检等行业和部门。

全书共分十五章，包括试样的采取和制备、硅酸盐分析、矿石分析、金属材料分析、煤分析、石油产品分析、日用化学品分析、肥料分析、农药及其残留分析、气体分析、水质分析、基本有机产品分析、其他精细化工品分析、工业生产中的在线分析技术。

本书可作为高等院校应用化学、工业分析、工业分析与检验、商检技术等专业的通用教材，也可作为科研单位、工矿企业分析工作者的参考书。

本书由龙彦辉(重庆科技学院，编写第一章、第四章、第五章、第八章、第九章)任主编，徐岚(西南大学，编写第八章、第十章、第十三章、第十四章)、赖坤容(长安大学，编写第二章、第三章、第十二章)、邱会东(重庆科技学院，编写第六章、第十一章、第十五章)、陈立功(解放军后勤工程学院，编写第七章)任副主编。全书由龙彦辉进行校改和统稿。

本书引用了国内一些专家、学者的著作、教材、文献资料，在此一并致以诚挚谢意。

本书的编写和出版得到了中国石化出版社的大力支持，在此也致以衷心的感谢！

由于编者水平有限，书中疏漏和不当之处，恳请读者批评指正。

编 者

目 录

第一章 绪论	(1)
第一节 工业分析的任务和作用	(1)
第二节 工业分析的特点	(1)
第三节 工业分析的分析方法	(2)
第四节 工业分析过程的误差	(2)
思考题及习题	(3)
第二章 试样的采取、制备及分解	(4)
第一节 试样的采取	(4)
第二节 试样的制备	(11)
第三节 试样的分解	(15)
思考题及习题	(24)
第三章 硅酸盐分析	(25)
第一节 概述	(25)
第二节 二氧化硅的测定	(31)
第三节 三氧化二铁的测定	(37)
第四节 三氧化二铝的测定	(40)
第五节 二氧化钛的测定	(42)
第六节 氧化钙、氧化镁的测定	(44)
第七节 水分的测定	(47)
第八节 烧失量的测定	(49)
第九节 钾、钠	(50)
第十节 全分析结果的表示和计算	(51)
思考题及习题	(53)
第四章 矿石分析	(55)
第一节 概述	(55)
第二节 铁矿石分析	(57)
第三节 铬铁矿石中铬的测定	(60)
第四节 钛矿石中钛的测定	(64)
第五节 铜矿石中铜的测定	(67)
第六节 铅矿石中铅的测定	(70)
第七节 锌矿石中锌的测定	(74)
思考题及习题	(77)

第五章 金属材料分析	(79)
第一节 概述	(79)
第二节 钢铁中碳的测定	(81)
第三节 钢铁中硫的测定	(88)
第四节 钢铁中磷的测定	(98)
第五节 钢铁中硅的测定	(104)
第六节 钢铁中锰的测定	(108)
第七节 铜及铜合金分析	(114)
第八节 铝及铝合金分析	(124)
思考题及习题	(131)
第六章 煤分析	(133)
第一节 概述	(133)
第二节 煤的工业分析	(134)
第三节 煤的元素分析	(140)
第四节 煤的发热量的测定	(144)
思考题及习题	(146)
第七章 石油产品分析	(148)
第一节 概述	(148)
第二节 原油的评价	(151)
第三节 烃类组成的测定	(152)
第四节 非烃类组成的测定	(155)
第五节 油品基本理化性质的测定	(158)
第六节 油品蒸发性能的测定	(170)
第七节 油品低温流动性能的测定	(174)
第八节 油品燃烧性能的测定	(185)
第九节 油品安定性的测定	(194)
第十节 油品腐蚀性能的测定	(207)
思考题及习题	(211)
第八章 日用化学品分析	(213)
第一节 概述	(213)
第二节 合成洗涤剂分析	(213)
第三节 化妆品质量检测	(217)
第四节 牙膏分析	(227)
第五节 香精香料分析	(234)
第六节 塑料的质量检测	(239)
思考题及习题	(244)
第九章 肥料分析	(245)
第一节 概述	(245)

第二节	氮肥分析	(245)
第三节	磷肥分析	(251)
第四节	钾肥分析	(258)
第五节	复混肥料分析	(262)
	思考题及习题	(268)
第十章	农药及其残留分析	(269)
第一节	概论	(269)
第二节	样品前处理技术及分析方法简介	(270)
第三节	有机磷农药分析	(274)
第四节	有机氯农药分析	(281)
第五节	氨基甲酸酯的分析	(285)
	思考题及习题	(287)
第十一章	天然气组成分析	(289)
第一节	概述	(289)
第二节	天然气的常规分析	(289)
第三节	天然气的延伸分析	(294)
第四节	天然气中硫化物的分析	(296)
	思考题及习题	(303)
第十二章	水质分析	(304)
第一节	概述	(304)
第二节	工业用水分析	(307)
第三节	工业废水分析	(315)
	思考题及习题	(328)
第十三章	基本有机化工产品分析	(330)
第一节	概述	(330)
第二节	醇类的测定	(330)
第三节	醛和酮的测定	(333)
第四节	羧酸和酯的测定	(338)
第五节	工业乙酸乙酯分析	(340)
	思考题及习题	(343)
第十四章	其他精细化工产品分析	(345)
第一节	概论	(345)
第二节	黏合剂的检验	(345)
第三节	涂料和颜料的检验	(351)
第四节	染料的检验	(359)
	思考题及习题	(365)
第十五章	工业生产中的在线分析技术	(366)
第一节	概述	(366)

第二节 在线分析仪器	(366)
第三节 在线分析技术的应用	(367)
思考题及习题	(373)
附表	(374)
附表1 常用酸碱的相对密度和浓度	(374)
附表2 弱酸弱碱的离解常数	(374)
附表3 难溶化合物溶度积	(376)
附表4 常用缓冲溶液的配制	(378)
附表5 常用基准物质及其干燥条件	(379)
附表6 处理样品常用熔剂和坩埚	(380)
附表7 国际相对原子质量表	(381)
参考文献	(382)

第一章 绪 论

第一节 工业分析的任务和作用

工业分析是分析化学的一个重要组成部分，是分析化学在工业生产中的具体应用。它的任务是研究和测定工业生产的原材料、中间产品、产品、副产品以及生产过程中产生的各种废物(包括气体、液体和固体)的化学组成及其含量，以指导工业生产。基础分析化学以分析方法为系统，而工业分析以测定对象为系统，更具针对性和实用性。

工业分析的结果是评定工业生产中的原料和产品质量的依据，是对工业生产进行过程控制、维持工艺正常运行的依据，也是正确组织生产，合理使用原料、辅助材料，减少废品，提高产品质量的依据，还是控制生产过程对环境的影响、诊断疾病的主要依据。工业分析在工业生产中具有指导和优化过程的作用，称为工业生产上的“眼睛”

工业生产的行业性很强，产品种类繁多。因此，工业分析是综合应用各种基础分析化学的分析方法(包括化学分析和仪器分析)和物理性质进行测定，对生产过程的各项指标进行监控，确保生产的正常进行并保证产品的质量。

第二节 工业分析的特点

工业分析以各工业生产部门对生产过程的条件控制、产品质量的检测等为对象。由于生产的时间性、物料的复杂性、产品的多样性等，使工业分析具有以下特点：

(1) 分析对象量大、组成复杂，必须正确取样和制备样品，保证用于分析测定的样品有充分的代表性。

工业生产中原料、产品等的数量很大，往往以千吨或万吨计，而其组成又很不均匀，但在进行分析时却只能测定其中很小的一部分，因此，正确采取能够代表全部物料的平均组成的少量样品，是工业分析中的重要环节，是获得准确分析结果的先决条件。

(2) 由于物料的复杂性，必然带来溶(熔)样的艰巨性。由于多数分析操作是在溶液中进行的，因此，在工业分析中，应根据测定样品的性质，选择适当的方法来分解试样。既要使样品分解完全，又不能引入干扰物质或丢失被测组分。

(3) 在研究和选择工业分析方法时，必须考虑共存组分的影响，并且采取相应的措施消除其干扰。根据样品的具体情况，采用单一方法或多种分析方法进行分析测定。并根据生产实际的要求，确定分析测定结果的准确度和允许差。

(4) 工业分析的一个重要作用，是用来指导和控制生产的正常进行，因此，必须快速、准确地得到分析结果，在符合生产所要求的准确度的前提下，尽可能采用快速的测定方法，以适应生产过程的控制分析的需要。

第三节 工业分析的分析方法

工业分析的方法主要是采用国家技术监督局发布的国家标准(GB)和行业标准,如化工行业标准(HG)、石油天然气行业标准(SY)、石油化工行业标准(SH)、冶金行业标准(YJ)、轻工行业标准(QG)等。制定和采用标准方法是质量保证的重要措施。国际标准化组织(ISO)下设 162 个技术委员会(TC),专门负责制定各种标准方法,ISO 每年都颁布一些新的标准方法,每五年对已有的方法进行修改,但 ISO 标准不带强制性。国家技术监督局和各行业根据生产的发展和对产品质量的要求,每隔一段时间(一般四年一次)会发布新的标准来代替旧标准,并采用新研制成功的先进仪器代替旧仪器,以快速和准确的新方法代替旧方法,使得工业分析向着快、简、准的方向发展。各企业根据生产的需要,往往也制定适合本企业使用的方法,即企业标准,但必须得到有关部门的认可。企业标准的应用相当广泛,各生产部门可根据生产的需要和对分析测定准确度的不同,选择相应的标准。

在工业分析中,可以将分析方法分为仲裁分析法、常规分析法和快速分析法。

仲裁分析法是准确的方法,不受工作时间的限制。当对某一分析结果有争议时,则要求权威的分析测试部门采用仲裁分析法进行测定,以判断原分析测定结果是否准确。

常规分析法又称之为例行分析法,是分析实验室日常分析工作的方法。

快速分析方法主要用于生产关键控制过程的控制分析,要求迅速得到分析结果,一般对准确度则允许在符合生产要求的限度内适当降低要求。

过去,人们总认为仲裁分析法准确但太慢,而快速分析法又不太准确。随着科学技术的不断发展和进步,上述方法的差别已逐渐缩小,仲裁分析法和常规分析法也向快速和准确的方向发展。目前,已有许多既快又准的方法应用到生产的中间控制和产品质量的检测,大大提高了分析测定的质量和效率。

在国家标准、行业标准或企业标准中,一般对某一对象的分析会提供不止一种的测试方法,各使用部门可以根据本单位的实际情况,选择能开展工作的方法来使用。对于常量组分的测定,一般都采用化学分析方法,如质量分析法、滴定分析法和气体容量法等。而对于微量组分或痕量组分的测定则要采用仪器分析法,如光谱分析法、电化学分析法和色谱分析法等。

在选择分析方法时,首先必须了解被测组分是以常量或以微量的状态存在、试样组分的复杂性、干扰组分的性质和本单位所具备的条件等等。由于实际的样品一般都比较复杂,因此,必须全面考虑各方面的具体情况,再确定选择合适的测试方法。

第四节 工业分析过程的误差

标准分析方法都注有允许误差(工业分析的允许误差又叫公差)。

允许误差或允许差又叫公差,允许误差是指某一分析方法所允许的平行测定值间的绝对偏差。允许误差是根据特定的分析方法统计出来的,它仅反映本方法的精确度,而不适用于另一种方法。

一般工业分析只做两次平行测定,若两次平行测定的绝对偏差超出允许差,称为超差,则必须重新测定。

允许误差分类：室内允许差和室间允许差。

室内允许差：在同一实验室内，用同一种分析方法，对同一试样，独立地进行两次分析，所得两次分析结果之间在 95% 置信度下可允许的最大差值。如果两个分析结果之差的绝对值不超过相应的允许误差，则认为室内的分析精度达到了要求，可取两个分析结果的平均值报出；否则即为超差，认为其中至少有一个分析结果不准确。

例如，用氯化铵重量法测定水泥熟料中的二氧化硅含量。国家标准规定 SiO_2 允许差范围为 0.15%，若实际测得数值为 23.56% 和 23.34%，其差值为 0.22%，必须重新测定。

如果再测得数据为 23.48%，与 23.56% 的差值为 0.08%，小于允许误差，则测得数据有效，可以取其平均值 23.52% 作为测定结果。

室间允许差：两个实验室，采用同一种分析方法，对同一试样各自独立地进行分析时，所得两个平均值之间在 95% 置信度下可允许的最大差值。两个结果的平均值之差符合允许差规定，则认为两个实验室的分析精度达到了要求；否则就叫做超差，认为其中至少有一个平均值不准确。

极差：是指按此方法进行多次测定所得的一系列数据中最大值与最小值的允许差即极差。

思考题及习题

1. 什么是工业分析？其任务和作用是什么？
2. 工业分析的特点是什么？工业分析的方法是什么？什么是允许差？
3. 酸量法测定碳酸氢铵的氮含量，标准规定允许差 $<0.10\%$ 。实际测得数据为 17.16% 和 16.92%，可否报告测定结果的平均值为 17.04%？如果再测得数据为 17.08%，则测定结果的平均值应为多少？

第二章 试样的采取、制备及分解

试样的采取、制备及分解是分析工作者首先面对的问题，由于工业生产和工业产品复杂性、多样性以及对分析结果要求的差异性，从而决定了试样的采取、制备及分解方法各有不同。

第一节 试样的采取

一、试样采取的重要性

按照规定的方法和使用适当的工具，采取一定数量的可以代表整批物料质量的一小部分供分析检测用的被检物质称之为样品。采集样品的过程称为采样或取样、抽样。工业分析的分析对象统称为工业物料，其成分往往比较复杂，干扰元素较多。此外，工业物料的数量很大(千克级、吨级、甚至万吨级)，而实际用于分析测定的物料却又只能是其中很小的一部分(克甚至毫克量)。因此，这很小的一部分物料必须能代表大宗物料，即具有代表性，和大宗物料有极为相近的平均组成。否则，即使分析工作十分精密、准确，其分析结果因不能代表原始的大宗物料，因而没有意义，甚至可能把生产引入歧途，造成严重的损失。

为了使样品具有代表性，常常需从大宗物料中规定若干采样点进行样点采集。在规定的采样点采集的规定量物料称为“子样”(小样或分样)，合并所有的“子样”便得到“原始平均试样”或称之为“送检样”。所采集的一个“原始平均试样”的物料总量，称为一个“分析化验单位”。

经前人研究得知，分析结果总的标准偏差 S_o 是与取样(含制样)的标准偏差 S_s 和分析操作(含分析方法本身)的标准偏差 S_a 有关，并且符合下述关系：

$$S_o^2 = S_s^2 + S_a^2 \quad (2-1)$$

由上可以看出，样本变异的方差分量与测量变异的方差分量具有同等重要性。然而，过去许多分析工作者主要着力于降低分析测量的不确定度，而忽视样本质量问题。W. J. Youden 曾指出，一旦分析的不确定度降低到样本不确定度的 1/3 或更低时，再进一步降低分析的不确定度就没有什么意义了。对于样品中待测组分呈不均匀的固体试样，这一点尤其突出。另外，样品中待测组分含量愈低，所采用的分析测定方法的灵敏度愈高，样本变异对分析结果的影响愈大。

二、采样误差

人们很早就注意到采样存在误差，并从不同对象和不同角度进行了各种研究。早在 1928 年，B. Baule 等就对固体样品的采样误差进行估计：

$$S_s = \left| \frac{\rho_2 q}{100\rho \sqrt{m}} \sqrt{a^3 w (100\rho_1 - w\rho)} \right| \times 100\% \quad (2-2)$$

式中 S_s ——取样的标准偏差；

w ——混合物的矿石含量；
 ρ_1 ——矿石的密度；
 q ——矿石中的金属含量；
 ρ_2 ——矿渣的密度；
 m ——样品质量；
 ρ ——混合物的密度；
 a ——颗粒的边长。

可见，矿石特性、样品粒度与质量及待测组分含量对取样误差有明显的影响。

N. H. 普拉克辛根据误差理论，在把各项偏差代入平均偏差的基本公式之后，得出取样误差的计算公式为：

$$y = \frac{0.6745}{\sqrt{n-1}} \sqrt{x(x-1)} \quad (2-3)$$

式中 y ——取样体积误差；

n ——样品的颗粒数；

x ——物料中所测组分体积含量的近似值。

可以看出，取样误差与样品的颗粒数及组分的含量密切相关。

三、采样量

在充分保证样品具有代表性的前提下，采样量愈少，制样的工作量也愈小。但采样量太少则不能保证其具有代表性。能代表研究对象整体的样品最小量，称为样品最低可靠质量。

样品的粒度和取样量的多少可由采制者所控制。因此，根据试样粒度的大小，确定采集试样的最小质量，以及确定制样程序和最后分析样品的粒度，就成为取样理论的基本问题之一。

早在 1908 年理查德 (Richards R.) 就提出了根据试样质量确定试样颗粒极限度的“理查表”。之后，前苏联学者 P. O. 切乔特根据理查表中的数据，于 1932 年提出适合最小样品质量与颗粒大小关系的理查 - 切乔特公式：

$$Q = kd^2 \quad (2-4)$$

式中 Q ——最小样品质量 (或称为样品最低可靠质量)，kg；

d ——最大颗粒直径，mm；

k ——与试样密度等有关的矿石特性系数。

捷蒙德和哈尔费尔达里在进行一系列研究之后，提出了比理查 - 切乔特公式较为完善的计算公式：

$$Q = kd^a \quad (2-5)$$

式中， Q 、 k 、 d 含义与理查 - 切乔特公式相同， a 为随矿石类型和粒度而变化的一个系数且 $a < 3$ 。但是，他们认为用数学方法难以解决试样质量问题，而必须用实验方法来确定。而且，为了简化计算，长期以来，国内外工业分析工作者仍广泛采用理查 - 切乔特公式。

例：采取一矿石样品，若颗粒的最大直径为 8mm， k 值取 0.5，则最低采样试样量为：

$$Q = kd^2 = 0.5 \times 8^2 = 32 (\text{kg})$$

即对于最大颗粒直径为 8mm， k 值取 0.5 的矿石样品，采样的最低质量为 32kg，若低于此量，则所采样品就失去了代表性。

理查－切乔特公式 k 值的确定一般都是用实验的方法，有关部门经实验确定的各类岩石矿物的 k 值见表 2－1。

表 2－1 各类岩石矿物的 k 的参考值

矿石种类	k 值	矿石种类	k 值
铁矿(接触交代沉积)	0.1~0.2	脉金($d<0.6\text{mm}$)	0.4
铁矿(风化型)	0.2	脉金($d>0.6\text{mm}$)	0.8~1.0
铜矿	0.1~0.2	镍矿(硫化物)	0.2~0.5
锰矿	0.1~0.2	镍矿(硅酸盐)	0.1~0.3
铬矿	0.2~0.3	钨矿	0.1~0.5
铅矿	0.2~0.3	铋矿、汞矿	0.1~0.2
铅矿、钨矿	0.2	铀矿	0.5~1.0
铝土矿	0.1~0.3	磷灰石	0.1~0.15
脉金($d<0.5\text{mm}$)	0.2		

四、采样单元

从统计学的观点出发，为了获得具有代表性的试样，最重要的是考虑应选取多少个采样单元，而不是应取多少质量试样的问题。一般来说，采样单元数越多，即子样数多，采样误差就越小。但采样单元数多了，给采样、制样以及测定都可能带来麻烦。

采样单元的多少，取决于物料的均匀性和采样准确度的要求。物料越不均匀或要求采样误差愈小，则采样单元数就愈多。早在 20 世纪 30 年代，T. A. 克拉克就指出，采样的平均误差随采样时份样数的增加而急剧下降，并提出了矿石物料采样时份样数(即采样单元数)的计算公式：

$$n = \left(\frac{r}{mR} \right)^2 \tag{2-6}$$

式中 n ——采样单元数(份样数)；
 r ——份样的或然误差；
 m ——系数值，它随取样的可靠程度而变；
 R ——总样的或然误差。

取样单元是根据对分析结果的置信水平要求来确定的，克拉克公式有些不甚明确。后来人们在进一步研究中提出了一些较为完善的采样单元数估计公式：

$$n = \left(\frac{tS_s}{RX} \right)^2 \tag{2-7}$$

式中 n ——采样单元数(份样数)；
 t ——给定置信水平的概率系数值(查 t 值表)；
 S_s ——采样方差；
 R ——分析结果的相对误差；
 X ——分析结果的均值。

五、采样方式

为了获得具有代表性的试样，不仅要考虑采样单元，而且还要考虑采样方式。

采样方式有随机采样、系统采样、分层采样、和二次取样等规则采样方式。在实际工作中还将随机采样与规则采样结合起来应用。

随机采样又称概率采样，适用于组成、含量较均匀的物料。其基本原理是物料总体中每份被取样的概率相等。将取样对象的全体划分成不同编号的部分，应用随机数表进行采样。

分层采样，当物料总体中有明显的不同组成时，将物料分成几个层次，按层数大小成比例地取样。分层时，层间物料组成可以有较明显的差别，但层内物料应是均匀的。

系统采样，指按已知的变化规律取样。例如：按时间间隔或物料量的间隔采用二次采样，将物料分为几个部分，首先用随机采样的方式从物料堆中取出若干个一次取样单元，然后再分别从各个单元中取出几个试样。

因此，一个成功的采样，从统计学上应满足以下要求：

① 样本均值应能保证总体均值的无偏估计。一般说来，随机采样是保证这种无偏估计的基本方法；

② 样本分析结果能提供总体方差的无偏估计。例如，系统采样，能够提供分析对象有关参量随时间的变化等；

③ 在给定的时间和人力消耗下，采样方法应将随机取样与规则取样巧妙地结合，能收到良好的效果。

[例 1] 把 8 筒粉末样品每瓶按上、中、下三部分各 100 层构成，每层样品分装到 400 小瓶中，则可装成 960000 小瓶。若随机抽取 1% 的样本，则需要分析 9600 瓶。而考虑到 8 个筒之间的差异要比一筒内差异大；而一筒内的差异是由于粉末状物的密度、粒度不完全一致所造成的，从一筒的上、中、下部位取样，能充分反映筒内的不均匀性。对筒内的每一层来说是均匀的，任取一瓶均可代表本层，而在 100 层中随机抽 5%，这样既充分保证其代表性，还可减少取份样数：

$$5 \times 3 \times 8 = 120$$

即分析 120 瓶就可以了。

六、采样方法

工业分析物料由于其赋存状态的不同，因而采样方法也是不同的。下面分别介绍。

1. 固体物料的采样

固体物料可以是各种坚硬的金属物料、矿物原料、天然成品等，也可以是各种颗粒状、膏状的工业产品、半成品等。

各种金属材料，虽然经过熔融、冶炼处理，组成比较均匀，但在冷却、凝固过程中，由于纯组分常常在物体表面先凝固，杂质向内部移动，物体内部后凝固，其杂质含量较高。铸件越大，这种不均匀现象越严重。因此，不能从物体表面取试样，也不应从物体的不同部位钻取部分试样，而是应使钻孔穿过整个物体或物体的一半，收集钻屑作为试样。

矿物原料如矿石、煤炭等，常常露天堆放，这些物料一般来讲分布是不均匀的（粒度、组分等）。在堆放过程中往往发生“分层”现象，使得物料更加不均匀。因而从堆好的物料堆中采取试样时，应从物料的不同部位、不同深度分别采取试样。但是，在实际操作时不可能扒开物料堆进行取样，这会破坏物料的贮存条件，促使空气流通，引起物料组分发生变化。如果贮存的是燃料，甚至可能引起自燃。因此，在堆积的物料中取出代表性的试样是较为困难的。一般用相互垂直的线将物料堆分成若干区域（单元），用锹或铲以深 0.5 ~ 0.7m 处各

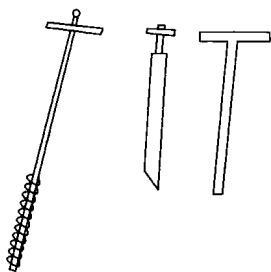


图 2-1 几种不同形式的采样器

取一份作为试样。

在运输皮带上取样较为容易，只要间隔一定时间采取一份试样即可。但取样时必须从皮带全宽上取得，因为在输送过程中也会发生“分层”现象。

如果物料是桶、袋、箱、捆等形式，首先应从一批包装中确定若干件，然后用适当的取样器从每件中取出若干份。这类取样器一般都可以插入各种包装的底部，以便从不同深度采取试样，如图 2-1。

2. 液体物料的采样

液体物料的组成一般是比较均匀的，采样也比较容易，采样数量可以较少。但是采样时也要考虑可能存在的任何不均匀性。在采样时主要注意以下两点：

- ① 采样容器和采样用的管道必须清洁，在取样前应用被采取的物料冲洗。
- ② 在取样过程中要避免物料组分发生任何变化。

此外，取得的试样应保存在密闭的容器中。如果试样见光有可能发生变化，则应贮存在棕色瓶中。同时，还应注意试样的贮存温度、时间等因素。

3. 气体物料的采样

由于气体分子的扩散作用，物料组分都较为均匀，因而要取得具有代表性的气体试样，主要考虑取样时如何防止杂质的混入。气体取样装置主要由取样探头、试样导出管和贮样器组成，有时还需要备有流量计和抽气装置。最简单的气体取样装置是医用注射器。

七、不同工业物料的采样示例

1. 固态物料的采样

工业分析中所面临的原材料分析、生产工艺过程控制分析、产品质量检定的采样方法大多都有国家或行业标准。尚无国家或行业标准的，要根据采样理论和行业生产实际，制行业标准。不同行业、不同工厂的不同对象的采样方法大同小异。

(1) 物料堆中采样

以商品煤采样方法为例，从商品煤堆中采样时，子样数目按表 2-2 及表 2-3 规定计算确定。然后，根据煤堆的不同形状，将子样数目均匀地分布在顶、腰、底的部位上。底部应距地面 0.5m。顶部采样时，先除去表层 0.1m，沿和煤堆表面垂直方向挖深度 0.3m 的坑，在坑底部取样 5kg，最后将所取子样合并作为一个化验单位的采样量。

表 2-2 灰分小于 20% 的商品煤应取子样数

批量(K_1)	≤ 1	1~2	1~2	3~4	4~5	5~6	6~7	7~8	8~9	9~10
应采子样数目/个	40	55	75	80	90	100	105	110	120	130

表 2-3 灰分大于 20% 的商品煤应取子样数

批量(K_1)	≤ 1	1~2	1~2	3~4	4~5	5~6	6~7	7~8	8~9	9~10
应采子样数目/个	80	110	140	160	180	200	210	230	240	250

工业生产中散装的固体原料、材料产品，可按类似的方法取样。其子样数目可按有关规程确定。对于袋(或桶)装的工业产品，每一袋(或桶)为一件。多少件为一个化验单位，视

不同产品而定。例如，对于袋装化学肥料，通常规定为：

- 50 件以内， 抽取 5 件；
- 51 ~ 100 件， 每增 10 件，加取 1 件；
- 101 ~ 500 件， 每增 50 件，加取 2 件；
- 501 ~ 1000 件， 每增 100 件，加取 2 件；
- 1001 ~ 5000 件， 每增 100 件，加取 1 件。

若某批化学肥料为 2000 件，则应抽取的件数为：

$$5 + 5 \times 1 + 8 \times 2 + 5 \times 2 + 10 \times 1 = 46 \text{ 件}$$

然后根据各物料堆的取样件数，利用取样钻由包装袋的一角斜插入袋内(或桶中)，直达相对的另一角，旋转 180°后，抽出，刮出取样钻槽中物料，作为一个子样。

(2) 物料流中采样

由运输皮带、链板运输机等物料流中采样时，大都是使用机械化的自动采样器，定时、定量连续采取。对确定好子样数目的物料流，根据其流量的大小及有效流过时间，均匀地分布采样时间，调整采样器工作条件，一次横截物料流的断面采取一个子样。也可以分两次或三次采取一个子样，但必须按左右或左、中、右的顺序进行，采样的部位不得交错重复，在横截皮带运输机采样时，采样器必须紧贴皮带，不允许悬空铲取样品。

2. 液态物料的采样

液态物料一般比固态物料均匀。因此较易于采取平均试样。通常是对于静止的液体，在不同部位采取子样；对于流动的液体，则在不同时间采取子样，然后混合成平均试样。

(1) 自大贮存容器中采样

自大贮存容器中采样，一般是在容器上部距液面 200mm 处采子样 1 个，在中部采子样 3 个，在下部采子样 1 个。采样工具可以使用装在金属架上的玻璃瓶。但是，最好使用特制的采样器。例如，图 2-2 为液态石油产品采样器。

液态石油产品采样器是一支高 156mm、内径 126mm、底 51mm、壁厚 8~10mm 的金属圆筒。有固定在轴 1 上和筒的内径完全吻合，并能沿轴翻转 90°的盖。盖上面有两个挂钩，挂钩 3 上装有链条，用以升降采样器；挂钩 2 上也装有链条，用以控制盖的开闭，盖上还有一个套环，用以固定钢卷尺。

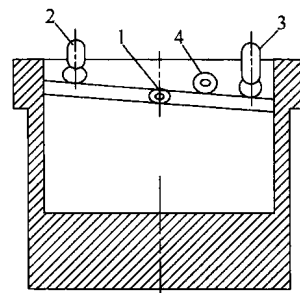


图 2-2 液态石油产品采样器
1—轴；2，3—挂钩；4—套环

采样时，装好钢卷尺，放松挂钩 2 上的链条。借挂钩 3 上的链条将采样器缓缓沉入贮存器中，并由钢卷尺观测沉入的深度。然后放松链条 3，拉紧链条 2 打开盖，则样品进入采样器，同时有气泡冒出，当停止冒泡时，表明采样器已盛满。放松链条 2，借链条 3 提出采样器，由此采得一个子样，倾于样品瓶中。

对于有腐蚀性的物料，应使用不受物料腐蚀的采样工具。一般可以用玻璃瓶或陶瓷瓶。

由不太深的贮存容器中采样时，可以使用直径约 20mm 的长管，插至容器底部后，塞紧管的上口，抽出采样管，转移样品于样品瓶中。

(2) 自小贮存容器中采样

自小贮存容器中采样的工具多用直径约 20mm 的长玻璃管或虹吸管，按一般方法采取子样的件数，一般规定为总件数的 2%~5%，但不得少于 2 件。