

中等职业学校规划教材

工业分析

GONGYE FENXI

付云红 主编

姜淑敏 主审



化学工业出版社

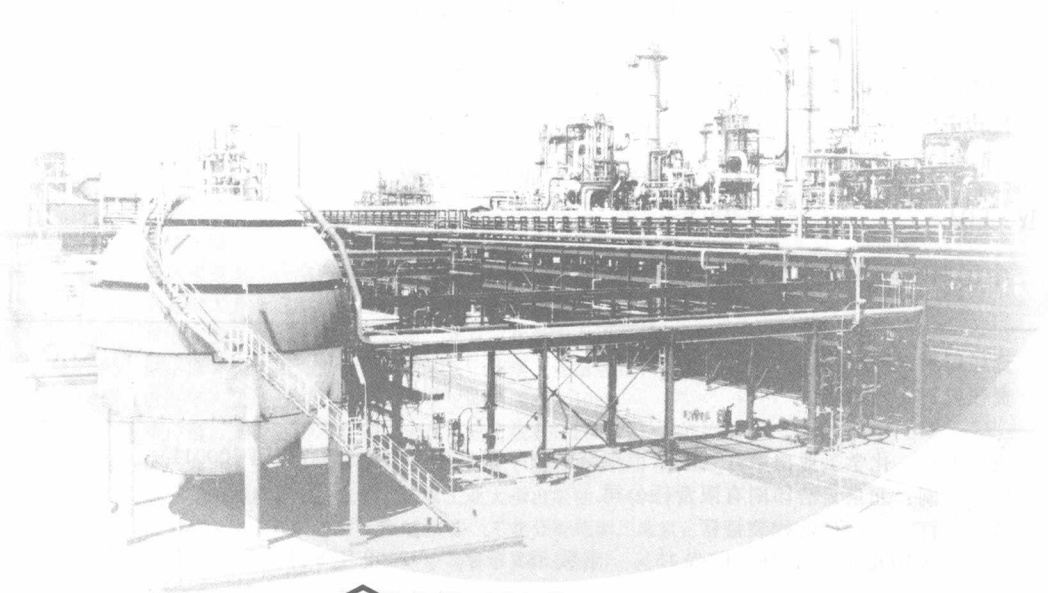
中等职业学校规划教材

工业分析

GONGYE FENXI

付云红 主编

姜淑敏 主审



化学工业出版社

· 北京 ·

本书以全新的视角从分析检测的基本操作入手,以具体的检测方法为手段,旨在掌握工业品分析的基本方法。内容包括试样的采集与制备,其中比较详细地介绍了煤质、食品、硅酸盐、金属材料、肥料、水质、石油产品、气体等方面的分析方法,并对化工生产及产品分析做了详细阐述。在此基础上进一步学习化学定量分析和仪器定量分析的操作技术,其中包括各种先进设备的使用及维护方法,分析操作严格、规范,理论和实践达到有机结合,使学生能很快掌握所学习的技能。

本书为中等职业学校工业分析与检验专业及相关专业的教材,也可作为化工分析工培训教材,同时可供相关行业质检和分析人员参考使用。

图书在版编目(CIP)数据

工业分析/付云红主编. —北京:化学工业出版社,
2009.7

中等职业学校规划教材
ISBN 978-7-122-05567-5

I. 工… II. 付… III. 工业分析-专业学校-教材
IV. TB4

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2009)第 070622 号

责任编辑:陈有华
责任校对:陶燕华

文字编辑:刘志茹
装帧设计:史利平

出版发行:化学工业出版社(北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100011)

印刷:北京云浩印刷有限责任公司

装订:三河市前程装订厂

787mm×1092mm 1/16 印张 15½ 字数 382 千字 2009 年 8 月北京第 1 版第 1 次印刷

购书咨询:010-64518888(传真:010-64519686) 售后服务:010-64518899

网 址: <http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定 价: 26.00 元

版权所有 违者必究

前 言

本书是在使用多年的《工业分析》讲义基础上编写的,可供中等职业学校工业分析与检验专业使用,同时也可作为化工企业工人培训教材。

本书主要介绍各种化工产品的分析检测基本操作知识,也比较适度地解释了相关的分析检测原理,内容包括试样的采集与制备,其中比较详细地介绍了煤质、食品、硅酸盐、金属材料、肥料、水质、石油产品、气体、化工生产及产品等方面的分析方法,在方法的选择上,尽量采用现行的国家标准所规定的分析方法。本书既考虑了初学者的基本知识和基本技能,也考虑到现代分析技术的要求。

为了便于学生阅读,提高学生的学习兴趣及突出教材的实用性,编写过程中征求了部分企业分析人员的意见和建议,尽量联系一些生产和生活中的具体实例,并努力做到深入浅出,通俗易懂。

本教材内容涉及面宽,突出实际技能训练。在每章开始的“学习目标”中均有明确的说明,以非常清楚的层次向读者介绍了本章学习的关键点,起到画龙点睛的作用。本书为满足不同类型专业的需要,增添了教学大纲中未作要求的一些新知识和新技能。教学中各校可根据需要选用教学内容,以体现灵活性。

本书由付云红主编、姜淑敏主审。全书共分十章。绪论、第二章、第五章由付云红编写;第一章、第十章由马彦峰编写;第三章、第六章由张春艳编写;第四章、第八章、第九章由段科欣编写;第七章由毛丹弘编写。全书由付云红统稿。

本教材在校对过程中得到了本溪市化学工业学校聂海艳、柳月雯、张显亮和荣会的大力帮助,同时化学工业出版社及相关学校领导和同行们也给予了大力支持,在此一并表示感谢。

由于编者水平有限,不妥之处在所难免,敬请读者和同行们批评指正。

编 者

2009年4月

目 录

绪论	1	第三节 煤中全硫的测定	35
一、工业分析的任务和作用	1	一、艾氏卡法	36
二、工业分析的特点	1	二、库仑滴定法	37
三、工业分析的方法	1	三、高温燃烧中和法	39
四、工业分析的发展及学习要求	2	第四节 煤发热量的测定	42
第一章 试样的采取	3	一、基本概念	42
第一节 采样总则	3	二、发热量测定的基本原理和 方法	42
一、采样的目的和重要性	3	习题	43
二、基本术语	3	第三章 食品分析	46
三、工业物料的分类	4	第一节 概述	46
四、采样的基本程序	4	一、食品分析的性质、任务和 作用	46
第二节 固体试样的采取	6	二、食品分析的内容	46
一、采样工具	7	三、食品分析方法	47
二、子样数目和子样质量	7	第二节 食品中总酸度的测定	48
三、采样方法	9	一、方法原理(酸碱滴定法)	48
四、样品的制备和保存	10	二、试剂	48
第三节 液体试样的采取	12	三、分析步骤	48
一、采样工具	13	四、结果计算	49
二、样品类型	14	五、方法讨论	49
三、采样方法	14	第三节 饮料中维生素 C 的测定	49
四、采样注意事项	17	一、方法原理(荧光光度法 SN/T 0869—2000)	49
第四节 气体试样的采取	17	二、仪器与试剂	49
一、采样设备	17	三、分析步骤	50
二、采样方法	19	四、结果计算	50
三、方法讨论	19	第四节 食品中亚硝酸盐的测定	51
习题	20	一、方法原理(盐酸萘乙二胺法 GB/T 5009.33—2003)	51
第二章 煤质分析	24	二、仪器与试剂	51
第一节 概述	24	三、分析步骤	51
一、煤的分类和组成	24	四、结果计算	52
二、煤的分析方法	24	五、方法讨论	52
第二节 煤的工业分析	25	第五节 食品中黄曲霉毒素 B ₁ 的 测定	52
一、水分的测定	25		
二、灰分的测定	30		
三、挥发分的测定	32		
四、固定碳的计算	34		
五、各种基准的换算	34		

一、方法原理 (GB/T 5009.22—2003)	52	二、磺基水杨酸比色法	76
二、仪器与试剂	53	三、原子吸收分光光度法	77
三、分析步骤	54	第六节 氧化铝含量的测定	78
四、结果计算	56	一、EDTA 直接滴定法	78
第六节 食品中苏丹红的测定	57	二、EDTA 返滴定法	79
一、方法原理 (高效液相色谱法 GB/T 19681—2005)	57	三、铬天青 S 分光光度法	80
二、仪器与试剂	57	第七节 二氧化钛含量的测定	80
三、分析步骤	57	一、方法原理	81
四、结果计算	58	二、测定步骤	81
五、方法讨论	58	三、结果计算	81
第七节 食品中糖精钠的测定	59	四、方法讨论	81
一、方法原理 (高效液相色谱法 GB/T 5009.28—2003)	59	第八节 氧化钙和氧化镁含量的测定	82
二、仪器与试剂	59	一、氧化钙含量的测定	82
三、分析步骤	59	二、氧化镁含量的测定	83
四、结果计算	59	习题	86
第八节 食品中铝的测定	60	第五章 金属材料分析	88
一、方法原理 (铬天青 S 比色法 GB/T 5009.182—2003)	60	第一节 概述	88
二、仪器与试剂	60	第二节 钢铁分析	88
三、分析步骤	60	一、总碳的测定	90
四、结果计算	61	二、硫的测定	95
五、方法讨论	61	三、锰的测定	99
习题	61	四、硅的测定	100
第四章 硅酸盐分析	64	五、磷的测定	102
第一节 概述	64	第三节 矿石分析	105
一、天然硅酸盐	64	一、全铁的测定 (氯化钛还原法)	105
二、人造硅酸盐	64	二、铁矿石中氧化亚铁的测定 (重铬酸钾容量法)	107
第二节 分析试样的分解	66	三、铁矿石中硅、钙、镁的测定	107
一、分析试样的准备	66	四、铁矿石中磷的测定 (磷钒钼蓝分光光度法)	112
二、分析试样的分解	66	第四节 有色金属及合金的分析	113
第三节 水分和烧失量的测定	68	一、铝的分析	113
一、水分的测定	68	二、铜的分析	115
二、烧失量的测定	69	三、镁的分析	117
第四节 二氧化硅含量的测定	69	四、锌的分析	119
一、重量法	69	五、锰的分析	120
二、氟硅酸钾容量法	72	习题	122
第五节 氧化铁含量的测定	75	第六章 肥料分析	125
一、EDTA 滴定法	75	第一节 概述	125

一、作物的营养元素	125	一、工业用水水质的要求	157
二、肥料的分类和分析项目	125	二、pH的测定	157
三、化学肥料试样的采取	126	三、碱度的测定	157
第二节 氮肥分析	126	四、硬度的测定	159
一、概述	126	五、溶解氧的测定	159
二、氮肥分析试液的制备	126	六、含油量的测定	160
三、氨态氮的测定	126	第四节 工业废水检测	160
四、硝态氮的测定	128	一、化学需氧量的测定	161
五、硝态氮-氨态氮的测定	130	二、挥发酚的测定	163
六、有机氮的测定	130	三、铬的测定	165
第三节 磷肥分析	132	四、铅的测定	166
一、概述	132	习题	168
二、磷肥分析试液的制备	132	第八章 石油产品分析	171
三、磷肥中有效磷的测定	133	第一节 概述	171
第四节 钾肥分析	138	一、石油产品及其分类	171
一、概述	138	二、石油产品试验方法的标准	171
二、钾肥分析试液的制备	138	第二节 水分的测定	172
三、钾肥中钾含量的测定	138	一、液体石油产品试样的脱水	172
第五节 复混肥分析	142	二、石油产品水分的测定	172
一、概述	142	第三节 石油产品馏程测定	174
二、复混肥料中总氮含量的测定—— 蒸馏后滴定法 (GB/T	143	一、概述	174
8572—2001)	143	二、常用术语	174
三、复混肥料中游离水分的测定—— 真空烘箱法 (GB/T	145	三、分析步骤	175
8576—2002)	145	四、沸点 (或沸程) 的校正	176
习题	145	第四节 石油产品黏度测定	179
第七章 水质分析	148	一、概述	179
第一节 概述	148	二、运动黏度测定	180
一、水分析的意义	148	三、恩氏黏度的测定	182
二、水质分析项目	149	第五节 石油产品闪点的测定	183
三、水质分析的特点	149	一、开口杯法	184
四、水样的采集和预处理	149	二、闭口杯法	186
第二节 天然水分析	151	习题	188
一、浊度的测定	151	第九章 气体分析	191
二、电导率的测定	151	第一节 概述	191
三、pH的测定	152	一、工业气体	191
四、硬度的测定	153	二、气体分析的意义及其特点	192
五、氯化物的测定	154	三、气体分析方法	192
六、硫酸盐的测定	155	第二节 气体化学吸收法	193
第三节 工业用水分析	157	一、吸收体积法	193
		二、其他吸收方法	195
		第三节 气体燃烧法	197

一、燃烧方法	197	一、硫酸生产工艺简介	215
二、可燃性气体燃烧后的计算	198	二、矿石或炉渣中有效硫的测定 ...	216
三、燃烧所用仪器	202	三、矿石或炉渣中总硫的测定	217
四、量热法	203	四、净化气或转化气中 SO_2 的	
第四节 气体分析仪器	204	测定	218
一、仪器的基本部件	204	五、转化气和尾气中 SO_3 的测定 ...	220
二、气体分析成套仪器	204	六、工业硫酸的测定	221
三、气体分析仪的组装与调试	205	第三节 碳酸钠生产分析	224
第五节 其他气体分析法简介	206	一、氨碱法生产工艺简介	225
一、气相色谱法	206	二、工业碳酸钠分析	225
二、电导法	207	第四节 合成氨生产过程分析	228
三、库仑法	207	一、以焦炭或无烟煤为原料生产	
四、热导气体分析	207	合成氨的生产工艺简介	229
五、激光雷达技术	207	二、半水煤气和变换气的分析	
六、红外光谱法	207	测定	229
第六节 气体分析应用实例	207	三、半水煤气中 H_2S 的测定	229
一、化学分析法进行半水煤气的		四、铜洗液中铜比的测定	230
分析	207	五、液氨成品分析	232
二、气相色谱法进行半水煤气的		第五节 化工产品分析	235
分析	210	一、化工产品分类	235
习题	212	二、化工产品分析	235
第十章 化工生产与产品分析	215	三、化工产品分析方法	236
第一节 概述	215	习题	236
第二节 硫酸生产分析	215	参考文献	239

绪 论

一、工业分析的任务和作用

工业分析是研究各种物料组成的测定分析方法及有关理论的一门科学,是分析化学在工业生产中的具体应用。工业分析是一门重要的、实践性很强的专业课,是相关专业基础理论和技能综合运用的一门学科。

工业分析的任务就是研究如何运用分析化学方法来解决工业生产中的分析问题。简单说来,就是要利用化学分析和仪器分析等方法 and 手段来确定生产实际中遇到的各种各样的工业物料的组成与含量,从而起到指导和促进生产的作用。

在工业生产中,从资源开发利用、原材料选择加工、生产过程控制、产品质量检验到“三废”治理和环境监测等,都离不开工业分析。实践证明,工业分析在降低成本,提高质量,环保安全等方面都发挥着重要的作用,所以说工业分析是现代工业生产中不可缺少的一项重要工作,具有指导和促进生产的作用。

二、工业分析的特点

工业分析的对象是工业生产中所应用的工业物料,工业生产的方式和工业物料的特点直接决定了工业分析的特点。

(1) 工业物料不均匀的组成以及其大批量的生产,决定了工业分析所获取的样品必须要具有代表性。

(2) 工业物料组成复杂,要求在选择分析方法时必须考虑共存的干扰组分的影响。

(3) 工业物料的溶解性普遍较差,试样的分解和处理过程通常比较复杂,因此在制备分析试液时,必须选择适当的试样分解方法,保证样品分解完全,以利于分析测定。

(4) 准确地获得物料的有关信息,是工业分析最基本的要求,因为不准确的分析结果会导致错误的结论和判断。但工业生产的连续性又要求工业分析要快速获取分析结果,因此分析时要求在保证一定准确度的前提下,要尽可能地快速化。

三、工业分析的方法

工业分析的对象种类繁多,分析项目相当广泛,因此所涉及的分析方法也多种多样,其所应用的方法几乎包括了所有化学分析和仪器分析中的各类分析方法。按照不同的分类标准,可将工业分析方法分成不同的种类。工业生产中,比较常见的分类方式是按照分析的时间和所起的作用不同进行分类,按照这种分类标准,通常将工业分析方法分为快速分析法和标准分析法。

1. 快速分析法

快速分析法是指一般化验室为配合生产而进行的中间控制分析方法。主要用于控制生产工艺过程中的关键部位,要求能够快速获得分析数据,而检验结果的准确度在满足生产需要的前提下可以适当降低。

2. 标准分析法

标准分析法是经国家标准局或有关业务主管部门审核、批准并作为“法律”公布实施的。

标准分析法的特点是准确度高,再现性好,有经验的分析工作者应用它能得出准确的分析结果,但某些测定方法的分析时间与快速分析法相比相对较长。标准分析法的分析结果是进行工艺计算、财务核算和评定产品质量的重要依据,常用于测定原料、半成品及成品的化学成分,也用于校核或仲裁分析。

按照标准的审批权限和作用范围,我国的技术标准分为国家标准、行业标准、地方标准和企业标准四个级别。国家标准、行业标准和地方标准的性质又分为两类:一类是强制性标准,另一类是推荐性标准。对于强制性国家标准,国家要求必须执行,对于推荐性国家标准,国家鼓励企业自愿采用。

标准的代号通常为汉语拼音的第一个字母,如强制性国家标准的代号为“GB”,推荐性国家标准的代号为“GB/T”,化工行业标准代号为“HG”。国家标准的编号由国家标准的代号、国家标准发布的顺序和标准发布的年号构成。

标准方法是取得成分可靠数据的成熟方法,但不一定是技术上最先进、准确度最高的方法。标准分析法也不是永恒不变的,标准化组织每隔几年要对已有的标准进行修订,颁布一些新的标准,当新标准颁布以后,旧的标准即自动废除。

四、工业分析的发展及学习要求

随着科学技术的不断发展,科技水平的日益提高,工业分析的方法也将向着准确、灵敏、快速、自动化、在线分析的方向发展,而计算机行业的飞速发展,也使得工业分析得以与计算机结合而实现过程质量的控制分析。

工业分析是分析化学在工业生产中的具体应用。因此要学好工业分析,必须以分析化学为基础,熟练掌握化学分析和仪器分析的基本理论和实验方法,同时加强实践和动手能力的培养,养成良好的实验素养,树立严谨、认真、踏实的工作态度,学会正确地运用有关理论来解决分析实践中的各种实际问题。总之,扎实的理论基础和熟练的实验操作技能,是学好工业分析的基础条件,也是一名合格的分析工作者应具备的条件之一。

第一章 试样的采取

学习目标



1. 熟悉采样专业术语，了解采样的目的和重要性。
2. 掌握采样的基本原则和采样的基本程序，能够结合实际制定采样方案。
3. 了解各种常见的采样工具和固、液、气三种状态物料的采样特点与采样方法。

第一节 采样总则

工业分析的主要任务是测定大宗物料的平均组成。这些工业物料的聚集状态可以是气态、液态或固态。本章主要介绍各种状态试样的采集方法。

一、采样的目的和重要性

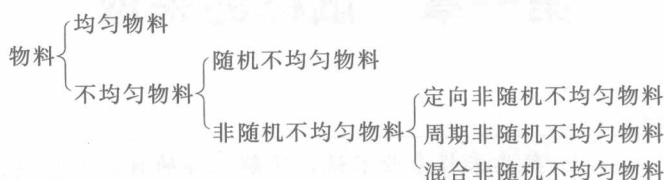
工业分析的具体对象是大宗物料，而实际用于分析测定的物料只能是其中很少的一部分。显然，这很少的一部分物料必须代表大宗物料，和大宗物料有极为相近的平均组成。为了对物料（原料、半成品）进行化学分析和物理测试，按照标准规定的方法从一批物料中取出一定数目具有代表性试样的操作过程叫采样。采样的目的是采取能代表原始物料平均组成（即有代表性）的分析试样。用科学的方法采取供分析测试的样品，是分析工作者一项十分重要的工作。

二、基本术语

- (1) 总体 研究对象的全体。
- (2) 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，如一个容器；也可能是无形的，如物料流的某一时间或时间间隔。
- (3) 子样 用采样器从一个采样单元中按规定质量一次取出的一定量物料，也叫“份样”。
- (4) 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。
- (5) 二次采样单元 用于评估品质变异情况的试剂或假设划分的一种采样单元。
- (6) 原始样品 合并所有子样所得的样品。也称为“送检样”。
- (7) 实验室样品 为送往实验室供分析检验和测试而提供的样品。
- (8) 备考样品 与实验室样品同时同样制备的、日后有可能作为实验室样品的样品。也叫保存样品。
- (9) 试样 由实验室样品制备的从中抽取试料的样品。

三、工业物料的分类

工业物料按其特性值的变异性可以分为均匀物料和不均匀物料。不均匀物料可以再细分,如下所示。



四、采样的基本程序

1. 采样原则

采样的基本原则就是使得采得的样品具有充分的代表性。

均匀物料的采样,原则上可以在物料的任意部位进行。需要注意的是采样过程中不应带进杂质并尽量避免如吸水、氧化等使物料的变化。

不均匀物料通常采取随机采样。对所得样品分别进行测定,再汇总所有样品的检测结果,得到总体物料的特性平均值和变异性的估计量。

随机不均匀物料,既可以随机采样,也可以非随机采样。

定向非随机不均匀物料要用分层采样,并尽可能在不同特性值的各层中采出能代表该层物料的样品。

周期非随机不均匀物料应在物料流动线上采样。采样的频率应高于物料特性值的变化频率,切忌两者同步。同时可以增加采样数以减少采样误差。

混合非周期物料的采样,应首先尽可能使各组成成分分开,然后按照上述各种物料类型的采样方法采样。

2. 采样的基本程序

采样的基本程序包括:采样前制定采样方案;采样后及时做好采样记录;根据各产品的有关规定确定保留样品的方法;确定处理废弃样品的方法。

(1) 制定采样方案 采样时首先要制定采样方案。采样方案的基本内容包括:确定总体物料的范围;确定采样单元和二次采样单元;确定采样部位、样品数和样品量;规定采样操作方法和采样工具;规定样品的加工方法;规定采样的安全措施等。

① 样品数和样品量。在充分保证样品代表性和测试需要的前提下,样品数和样品量越少越好。随意增加样品数和样品量都可能导致采样费用增加和物料损失。能给出所需信息的最少样品数和最少样品量为最佳样品数和最佳样品量。

a. 确定样品数。如果样品为散装物料,当批量小于 2.5t 时,采样为 7 个单元;当批量为 2.5~80t 时,采样为 $\sqrt{\text{批量}(t)} \times 20$ 个单元(计算到整数位);当大于 80t 时,采样为 40 个单元。

对于一般化工产品,可用多单元物料来处理。

当总体物料的单元数小于 500 时,可按照表 1-1 的规定确定采样单元数;当总体物料的单元数大于 500 时,采样单元数可按下式计算,如遇小数时,则进为整数。

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

式中 n ——采样单元数;

N ——物料总体单元数。

表 1-1 采样单元数的确定

总体物料的单元	选取的最少单元	总体物料的单元	选取的最少单元
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		

【例题 1-1】 一批工业物料，其总体单元数为 610 桶，则采样单元数应为多少？

解 $n=3\sqrt[3]{N}=3\times\sqrt[3]{600}=25.3\approx 26$ （桶）

答：采样单元数应为 26 桶。

b. 确定样品量。样品量至少应满足以下要求：至少满足三次重复检测的需求；当需要留存备考样品时，应满足备考样品的需要；对采得的样品物料如需进行制样处理时，应满足加工处理的需要。

对于颗粒比较均匀的样品，可按照既定的采样方案或标准规定方法，从每个采样中单元取出一定量的样品混合后成为样品总量，经缩分后得到分析用的试样。

对于颗粒大小不均、成分复杂、组成不均匀的样品，如矿石、煤炭等，采样量与产品的性质、颗粒大小、样品均匀程度及被测组分含量的高低等因素有关。

采样量可用下式计算：

$$Q=Kd^a$$

式中 Q ——最小样品质量（样品最低可靠质量），kg；

K ——与试样密度等有关的矿石特性系数，一般在 0.02~1 之间；颗粒越不均匀， K 值越大；

d ——样品最大颗粒直径，mm；

a ——随矿石类型和粒度而变化的一个系数， $a<3$ ，一般取值在 1.8~2.5 之间。

【例题 1-2】 采集某矿石样品时，若此矿石的最大颗粒直径为 20mm， K 值为 0.06，问应采取实验室样品的最小质量是多少？若将矿石破碎后，其最大颗粒直径为 4mm，则应采取实验室样品的最小质量是多少（ $a=2$ ）？

解 若矿石的最大颗粒直径为 20mm 时：

$$Q=Kd^a=0.06\times 20^2=24\text{ (kg)}$$

即应采取实验室样品的最小质量为 24kg。

若矿石的最大颗粒直径为 4mm 时：

$$Q=Kd^a=0.06\times 4^2=0.96\text{ (kg)}\approx 1\text{ (kg)}$$

即应采取实验室样品的最小质量为 1kg。

物料颗粒大小、样品均匀程度对取样量有很大影响。物料的颗粒越大，最小采样质量越多；样品越不均匀，最小采样质量也越多。

② 采样安全。为确保采样操作安全进行，采样时应遵守以下规定：

a. 采样地点要有出入安全的通道、符合要求的照明和通风条件；

b. 贮罐或槽车顶部采样时要防止掉下来，要防止堆垛容器倒塌；设置在固定装置上的

采样点还要满足所取物料性质的特殊要求；

c. 如果所采物料本身具有危险性，采样前必须了解各种危险物质的基本规定和处理方法，采样者应受过使用安全措施的训练。采样时，须有防止阀门失灵、物料溢出的应急措施和心理准备；应使用便于操作的容器，并尽量减少样品容器的破损，避免使用由于样品容器的破损而引起危险的运载工具运输；应在采样前或尽早地在容器上做出标记，标明物料的性质极其危险性。

d. 采样时必须要有陪伴者，且应对陪伴者进行事先培训。

(2) 采样记录 采样时应记录被采物料的状况和采样操作，详细做好采样记录。采样记录应包括分析项目名称、样品名称、样品编号、总体物料批号及数量、生产单位、采样点及其编号、采样部位、样品数和样品量、采样日期、气象条件、保留日期、采样人姓名等。

样品装入容器后，要及时贴好标签，标签内容应与采样记录内容大致相同。具体内容见表 1-2。

表 1-2 采样记录

样品登记号		样品名称	
采样地点		采样数量	
采样时间		采样部位	
采样日期		包装情况	
采样人		接收人	

(3) 留样和废弃样品 一些工业物料在运输和贮存期间，其化学组成易受周围环境的影响而发生变化，因此采得样品后应迅速处理。有的被检项目应在现场检测，对于不能及时检测的，应采取相应措施予以保护，尽快送到实验室按有关规定处理。

① 留样。留样就是留取、贮存、备考样品。处理后样品的量应满足检测及备考的需要。采得的样品经处理后一般分为两份，一份供分析检测用，一份留作备考。每份样品量至少应为检测需要量的三倍。留样的作用是用以考察分析检测人员检测数据的可靠性；作对照样品即复核备考；对比仪器、试剂、实验方法是否存在分析误差或跟踪检验。样品应专门存放，防止错乱。

处理后的样品装入容器后，应及时贴上写有规定内容的标签。容器应有符合要求的盖、塞或阀门，在使用前必须洗净、干燥，材质必须不与样品物质反应，且不能有渗透性，对光敏性物质，盛样容器应有较好的避光性。

② 弃样。备检样品保存时间一般不超过 6 个月，根据实际需要、样品性质可适当延长或缩短。留样必须在达到或超过贮存期后才可撤销，不得提前撤销。

对剧毒品、危险样品的保存和撤销，如爆炸性物质、不稳定物质、氧化性物质、易燃物质、有毒物质、具腐蚀性或刺激性物质、放射性物质等，除遵守一般规定外，还必须严格遵守环保及毒物或危险物的有关规定，切不可随处撤销。

第二节 固体试样的采取

固体物料可以是各种坚硬的金属物料、矿物原料、天然产品，也可以是各种颗粒状、膏状的工业产品、半成品。固体工业产品的化学组成和颗粒比较均匀，杂质较少，采样方法比较简单，采样过程中除了要注意不带进杂质以及避免引起物料变化（如吸水、氧化等）外，

原则上可以在物料的任意部位进行采样。固体矿物的化学成分和粒度往往很不均匀，杂质较多，采样过程较为烦琐、困难。现以商品煤为例，介绍不均匀固体物料的采样方法。

一、采样工具

采取固体试样常用的采样工具有自动采样器、采样铲、采样探子、采样钻、气动探子和真空探子等。

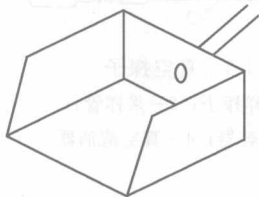


图 1-1 采样铲

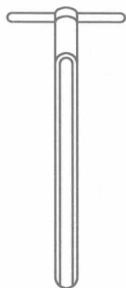


图 1-2 采样探子

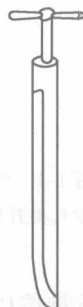


图 1-3 采样钻

(1) 自动采样器 适用于从运输皮带、链板运输机等运输状态的固体物料流中定时定量地连续采样。用盛样桶或试样瓶收集子样。

(2) 采样铲 如图 1-1 所示。采样铲能在采样点一次采取规定量的子样。适用于运输工具、物料堆或物流中进行人工采样。可用于煤、焦炭、矿石等不均匀固体物料的采取。

(3) 采样探子 如图 1-2 所示。采样探子适用于粉末、小颗粒、小晶体等化工产品采样。进行采样时，应按一定的角度插入物料，插入时，应槽口向下，把探子转动两三次，小心把探子抽回，并注意抽回时应保持槽口向上，再将探子内的物料倒入样品容器中。

(4) 采样钻 如图 1-3 所示。对于较坚硬的固体采样常使用采样钻。封闭式采样钻是由一个金属圆桶和一个装在内部的旋转钻头组成。采样时，牢牢地握住外管，旋转中心棒，使管子牢固地进入物料，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，将所取样品移入样品容器中。

(5) 气动探子和真空探子 气动探子和真空探子都适用于粉末和细小颗粒等松散物料的采样。气动探子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子构成的，如图 1-4 所示。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。真空探子是由一个真空吸尘器通过装在采样管上的探针把物料吸入样品容器中，如图 1-5 所示。容器的盖上装有一个金属网过滤器，阻止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的，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，但受套筒上深入内管的销子的限制，套筒的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。

二、子样数目和子样质量

在采样过程中，在确定采样单元后，应根据具体的情况确定采取的子样数目和子样质量，然后按照有关规定进行采样。对于商品煤，一般以 1000t 为一个采样单元，采取的子样

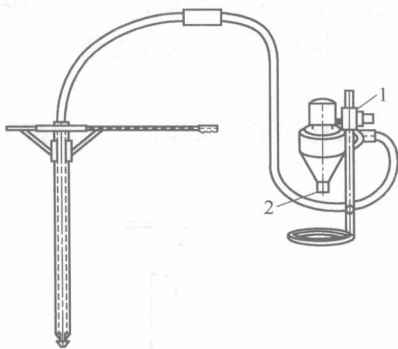


图 1-4 气动探子
1—电动空气提升泵；2—样品出口

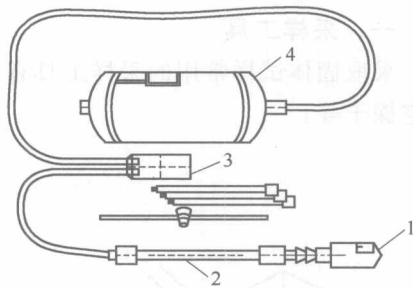


图 1-5 真空探子
1—采样探子；2—采样管；
3—采样容器；4—真空清洁器

数目和子样质量按以下情况确定。

1. 子样数目

① 商品煤量是 1000t，按表 1-3 的规定确定子样数目。

表 1-3 1000t 商品煤最少子样数目

品 种	干基灰分/%	煤流	火车	汽车	船舶	煤堆
原煤、筛选煤	>20	60	60	60	60	60
	≤20	30	60	60	60	60
精煤		15	20	20	20	20
其他洗煤(包括中煤)和粒度大于 100mm 块煤		20	20	20	20	20

② 煤量少于 1000t 时，子样数目可根据表 1-4 中规定数目按比例递减，但不能少于表 1-3 中规定的数目。

③ 煤量超过 1000t 时，子样数目按下式计算：

$$N=n\sqrt{\frac{m}{1000}}$$

式中 N ——实际应采子样数目，个；

n ——表 1-3 中规定的子样数目，个；

m ——实际被采样煤量，t。

表 1-4 煤量少于 1000t 商品煤最少子样数目

品 种	干基灰分/%	煤流	火车	汽车	船舶	煤堆
原煤、筛选煤	>20	表 1-3 规定数目 的 1/3	18	18	表 1-3 规定数目 的 1/2	表 1-3 规定数目 的 1/2
	≤20		18	18		
精煤			6	6		
其他洗煤(包括中煤)和粒度大于 100mm 块煤			6	6		

2. 子样质量

每个子样的最小质量，应根据煤的最大粒度，按表 1-5 规定确定。如果一次采出样品的质量不足规定的最小质量，可在原处再采一次，与第一次合并为一个子样。

表 1-5 商品煤采样量与粒度关系对照

最大粒度/mm	<25	<50	<100	>100
采样质量/kg	1	2	4	5

三、采样方法

1. 物料堆中采样

从商品煤煤堆中采样时，在确定子样数目后，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，如图 1-6 所示，底部应距地面 0.5m。对于不同规格的煤堆，可按不同区域的实际存放量的多少按比例布设采样点。采样时应先除去 0.2m 表面层后再挖取。顶部采样时，先除去表层 0.2m，沿和煤堆表面垂直方向挖深度 0.2m 的坑，在坑底部取样。

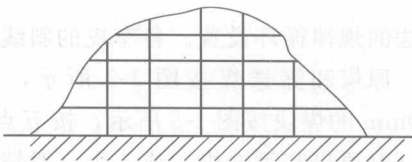


图 1-6 商品煤堆采样点的分布

工业生产中散装的固体原材料或产品，可按类似方法取样。对于袋（或桶）装的化工产品，每一袋（或桶）为一件。在确定采样单元和子样数目后，用采样钻对每个采样单元分别取样。采样时，用采样钻由包装袋的一角斜插入袋（或桶）内，直达相对的另一角，旋转 180°后，抽出，刮出取样钻槽中的物料作为一个子样。

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、定量连续采样。采样时间间隔可按下式计算：

$$T \leq \frac{60Q}{Gn}$$

式中 T ——采样时间间隔，min；

Q ——采样单元，t；

G ——煤流量，t/h；

n ——子样数目，个。

从物料流中采样时，确定子样数目、采样时间间隔后，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、中、右的顺序进行，采样部位不得交替重复。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。于移动物料流下落点采样时，应根据物料的流量和皮带宽度，以一次或分多次用接斗横截物料流的全断面采取一个子样。

3. 运输工具中采样

常用的运输工具是火车车皮、汽车、轮船等。从运输工具中采样，应根据运输工具的不同，选择不同的布点方法。常见的布点方法有斜线三点法（见图 1-7）、斜线五点法（见图 1-8）、18 点采样法（见图 1-9）等。

（1）火车车皮中采样 火车车皮中采样时，子样数目和子样质量按表 1-3～表 1-5 确定。原煤和筛选煤不论车皮容量大小，每车至少采取 3 个子样；精煤、其他洗煤和粒度大于 100mm 的煤块每车至少取一个子样。

① 子样点的分布方法。子样分布在车皮对角线上，首、末两个子样点应距车角 1m，其余子样点均匀分布在首、末两个子样点之间，按等距离分布。采样点按斜线三点法或斜线五