

散装滑石取样、制样方法

Method of sampling and sample
preparation of talc in bulk

1 适用范围

本标准适用于散装滑石化学成分、水分、粒度及其他物理项目检测用样品的采取和制备。

2 引用标准

GB 2007.1	散装矿产品取样、制样通则	手工取样方法
GB 2007.2	散装矿产品取样、制样通则	手工制样方法
GB 2007.3	散装矿产品取样、制样通则	评定品质波动试验方法
GB 2007.4	散装矿产品取样、制样通则	精密度校核试验方法
GB 2007.5	散装矿产品取样、制样通则	取样系统误差校核试验方法
GB 2007.6	散装矿产品取样、制样通则	水分测定方法——热干燥法
GB 2007.7	散装矿产品取样、制样通则	粒度测定方法——手工筛分法

3 术语定义

同GB 2007.1~GB 2007.7中的规定。

4 一般规定

4.1 本标准规定取样、缩分、测定的总精密度 β_{SDM} 和取样精密度 β_s 以 SiO_2 %计(概率为95%),见表1、表2。

表1 一批滑石应取份样的最少个数及精密度

份样数 批量, t	品质波动, %	小	中	大	精密度		取样单元数
		$S_w \leq 1.0$	$1.0 < S_w \leq 1.5$	$S_w > 1.5$	β_s	β_{SDM}	
2000以上~4000		30	60	120	0.37	0.62	2~4
1000以上~2000		20	40	80	0.45	0.85	1~2
500以上~1000		15	30	60	0.52	0.89	1
500及以下		10	20	40	0.70	1.00	1

表 2 二级取样时应选最少车数 m

批 量 , t	车间品质波动标准偏差 S_b									$\beta_s, \text{SiO}_2\%$
	小			中			大			
	车内品质波动标准偏差 S_w									
	小	中	大	小	中	大	小	中	大	
2 400以上~3 600	20	22	28	24	25	30	29	30	33	0.40
1 200以上~2 400	13	14	18	15	16	19	17	18	19	0.45
600以上~1 200	8	9	11	9	10	11	9	10	11	0.50
600及以下	4	5	6	5	5	6	5	5	6	0.70

4.2 本标准所列取样及缩分方法中的第一法为仲裁法。

4.3 必须严格按照本标准规定的方法取样、制样，并根据需要进行精密度校核试验。

4.4 交货批量大时，每约1000t作为一个取样单元，分别制样测定，并将各取样单元的结果加权平均后，作为交货批的结果。

4.5 如滑石品质极不均匀或混入外来杂质，必须加工整理后再行取样。

4.6 取样、制样所用的设备、工具和盛样容器必须保持洁净、坚固耐用。

4.7 成分分析样品应根据需要妥善保管至少6个月，以备核查。

4.8 在整个取样、制样过程中应注意安全操作。

4.9 评定品质波动试验方法、精密度校核试验方法及取样系统误差校核试验方法按照GB 2007.3~GB 2007.5执行。水分及粒度测定参照GB 2007.6和GB 2007.7执行。

5 取样

5.1 取样简要程序

5.1.1 验明取样交货批或取样单元及其质量。

5.1.2 确定样品用途及其所需检验的品质特性项目。

5.1.3 根据最大粒度决定份样量及取样工具的容量。

5.1.4 确定交货批的品质波动类型及达到规定取样精密度所需份样个数。

5.1.5 采用系统或分层取样方法时，确定从交货批中应取的最少份样数，采用二级取样方法时先从全部交货批中选定应取货车数，再从选出的货车中取份样。

5.1.6 确定取样间隔，以固定质量或时间间隔取份样。

5.1.7 决定取样部位和取份样的方法。

5.1.8 确定份样组合方法，然后按需要组成副样或大样。

5.2 取样工具

a. 尖头钢锹；

b. 取样铲（见表3、图1）；

表 3 份样量和取样铲规格

mm

最大粒度	份样量, kg	取样铲尺寸				
		a	b	c	d	e
150	15					
100	10	300	110	300	220	100
50	5	150	75	150	130	65
22.4	2	80	45	80	70	35
10	0.5	60	35	60	50	25

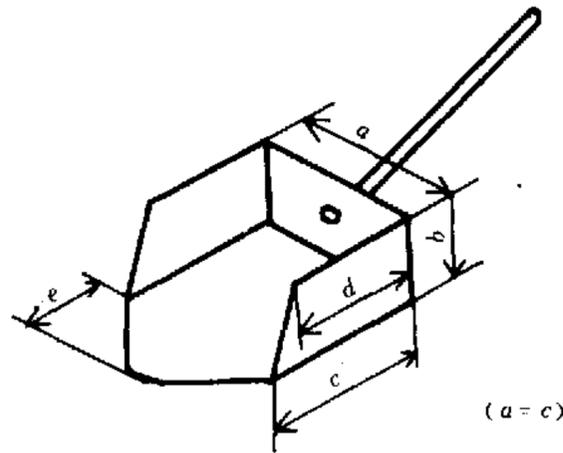


图 1 取样铲

注：其他工具包括机械辅助取样工具也可用于取份样。

- c. 钢锤；
- d. 带盖盛样桶或内衬塑料薄膜的盛样袋。

5.3 份样数

5.3.1 系统取样和分层取样应取的最少份样数及精密度（以SiO₂%计）见表1、表2。

表1中, S_w表示取样批、取样单元或层内的份样间标准偏差, S_w值按GB 2007.3求出。

品质波动大小不明时, 应尽快进行评定试验, 也可结合日常取样工作进行, 以确定品质波动大小, 对品质波动类型未知的和需要做粒度检验的滑石, 份样数按品质波动大的取。

5.3.2 二级取样法应取最少车数见表2。

5.4 份样量

根据最大粒度确定每个份样应取的最小质量（见表3）。所取的份样量应大致相等, 其变异系数CV不超过20%。

当份样量的CV>20%时, 应单独制样测定, 或在适当的制样阶段, 当缩分的份样量大致相等时, 再合并成副样或大样。

5.5 取样方法

5.5.1 系统取样方法

在一批散装滑石装卸、加工或衡量的移动过程中, 按一定的质量或时间间隔取份样, 份样间的间

隔可根据表1中规定的份样数和实际批量按式(1)计算:

$$T = \frac{Q}{n} \text{ 或 } T' = \frac{60Q}{nG} \dots\dots\dots (1)$$

式中: T ——取样质量间隔, t;
 Q ——批量, t;
 n ——表1规定的份样数;
 T' ——取样时间间隔, min;
 G ——每小时的装卸量, t/h。

取第一个份样时,可在第一间隔内随机确定,但不可在第一间隔的起点开始,以后继续取的份样按计算的间隔取。取样间隔不得大于计算所得的间隔。如果按固定间隔应取份样数已经完成。而滑石的装卸、加工或衡量尚在进行,则应仍按原定间隔继续取份样,直至整批滑石移动完毕为止。

如在运输带上或落口处取份样,须截取滑石流的全截面,如在用抓斗、吊兜、铲车及其他工具装卸或堆垛过程中取样,应在装卸或堆垛过程中露出的新截面上取样,也可在装卸工具中取样。取样点均匀地分布在整批滑石的各个部位,而不仅是它的表层或某一局部。取样点的直径约为最大粒度的三倍,但不得小于100mm。

所取份样的粒度比例应大致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滑石的粒度分布大致相符。

5.5.2 分层取样方法

一批滑石在装卸、加工、堆垛过程中,分几层取样(不得少于三层),根据每层的质量按比例在新露出的面上均匀布点取份样,同时必须注意粒度比例,使每层所取份样的粒度比例与该层滑石的粒度分布大致相符。取样点的范围同5.5.1条。每层应取份样数按式(2)计算:

$$n_1 = \frac{n \times Q_L}{Q} \dots\dots\dots (2)$$

式中: n_1 ——每层应取份样数;
 n ——表1规定份样数;
 Q_L ——每层质量, t;
 Q ——批量, t。

5.5.3 货车取样方法

5.5.3.1 全部货车取样方法

份样的采取,原则上从货车装卸过程中新露出的面上随机定点取份样。当组成一批矿石的货车数少于规定的份样数时,每车应取最少份样数 n_2 按式(3)计算(如有小数进为整数):

$$n_2 = \frac{n}{M} \dots\dots\dots (3)$$

式中: n ——表1规定最少份样数;
 M ——交货批所装的货车数。

当规定的份样数少于货车数时,每个货车至少取一个份样。货车装载量不同时,份样数的分配应与装载量成正比。

5.5.3.2 二级取样法

当货车装载量为60t时,根据表2规定先从全部货车中选出 m 个货车,每车取4个份样。

当货车装载量不是60t时,则应选货车的最小个数 m' 按式(4)计算(如有小数进为整数):

$$m' = m \sqrt{\frac{60}{C}} \dots\dots\dots (4)$$

式中: C ——货车装载量, t。

从每个货车中所取份样个数 n_3 按式(5)计算(如有小数予以舍弃):

$$n_3 = 4 \sqrt{\frac{C}{60}} \dots\dots\dots (5)$$

如因条件所限不能采用上述四种方法取样，可酌情变更取样方法，但所采用的方法必须按GB 2007.5取样系统误差校核试验方法校核，证明无显著差异后方可采用。

5.6 注意事项

5.6.1 水分样品应在衡量前后立即取样，置于洁净、密闭的容器内，注意勿使水分在测定前发生变化。当批量很大，装卸时间长或下雨、气温高时，须将整批滑石分成几部分，将每一部分的份样制备成副样，测定水分。

5.6.2 最大粒度大于150mm的滑石，可用砸取的办法取份样，即在取样点内有150mm以上大块时将其砸碎，取其能代表大块品质的部分碎块样品，取粒度样品时不能砸取。

5.6.3 水分、粒度测定可参照GB 2007.6及GB 2007.7进行。水分测定在 105 ± 5 °C的温度进行烘干，如已进行预干燥，则应将预干燥水分*A* (%)一并计算。

6 制样

6.1 制样工具

- a. 颚式破碎机；
- b. 对辊破碎机；
- c. 圆盘粉碎机；
- d. 密封式振荡研磨机；
- e. 三头研磨机；附玛瑙乳钵；
- f. 二分器（见图2）；

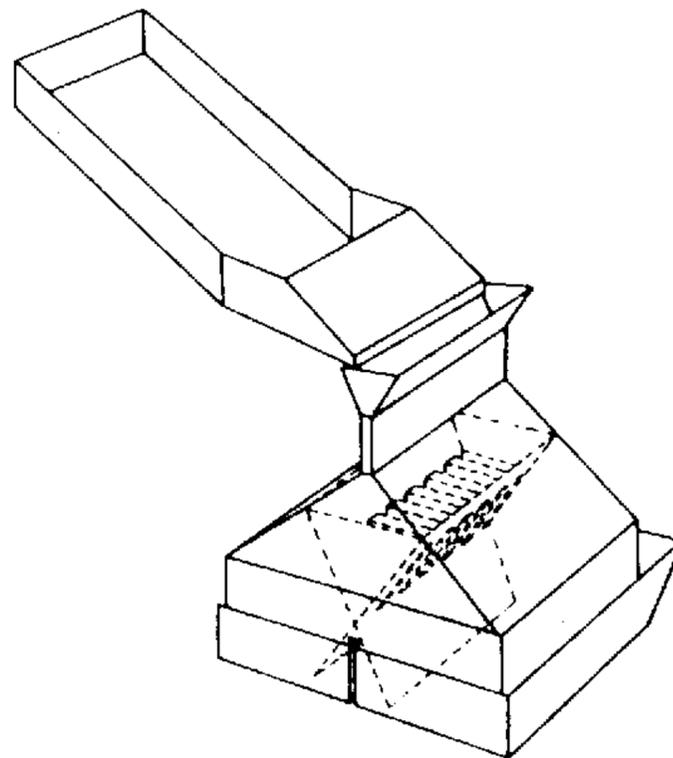


图2 密封式二分器

（筛箕及料斗溜槽开口宽度为样品最大粒度三倍以上）

- g. 分样铲（见图3）及挡板；

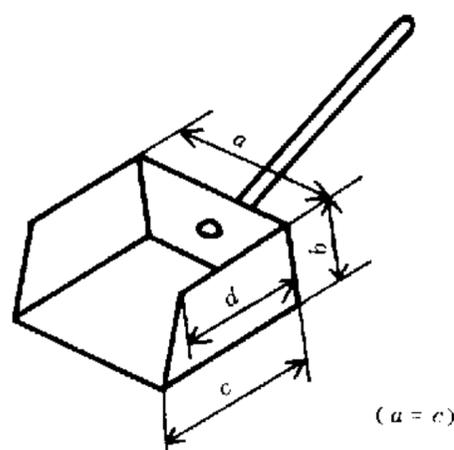


图3 分样铲

- h. 分样筛：22.4 mm、10 mm、1 mm方孔筛，80目筛（筛孔180 μm）；
- i. 不锈钢十字分样板；
- j. 盛样容器；
- k. 干燥箱：具调温装置，使箱内任一点的温度在设定温度±5℃以内。

6.2 制样要求

6.2.1 制样原则：样品制备包括以下三个不同操作（必要时尚须进行预先干燥）。

破碎，经破碎和研磨以减小样品的粒度。

混合，使达到均匀。

缩分，将样品缩分为二份或多份，以减少样品的质量。

以上三项操作进行一次，即组成样品制备的一个阶段。

6.2.2 在制样过程中，应防止样品的水分和成分有任何变化和污染。

6.2.3 样品的预先干燥：样品过于潮湿不能破碎、缩分时，可在低于105℃的温度进行干燥或自然风干，以达到样品可自由通过破碎机和缩分器的程度，预先干燥可在制样的任一阶段进行。需要将干燥前、后样品称量，计算预先干燥的水分 A (%)：

$$A = \frac{W - W_1}{W} \times 100 \dots\dots\dots (6)$$

式中： W ——干燥前样品总质量，kg；

W_1 ——干燥后样品总质量，kg。

6.2.4 样品的破碎：样品的破碎应使用机械设备、手工破碎只限于个别大块样品至第一阶段破碎机的最大给料粒度。

应定期校核破碎机的性能，并调节至排料小于规定的粒度（用分样筛校核）。在制备成分分析样品过程中，因难于破碎的部分往往成分上有差异，所以必须使全部样品破碎至规定粒度。

制样前用本批滑石（不得使用样品）先在破碎机中通过，再清扫干净。制样后残留在破碎机内部的样品，必须注意全部取出防止损失。

6.2.5 样品的混合：将样品先通过二分器三次混合，每次通过后将两部分样品再行合并，小于1 mm的样品也可用三次转堆混合。

6.3 样品的缩分

可使用下列的一个方法或几个方法并用。

6.3.1 二分器缩分法：二分器系非机械式样品缩分器，通常用手工给料，样品单次通过二分器被分成二等分。一份保留，另一份通常舍弃。

格槽宽度至少为样品最大粒度的2.5倍。二分器的一半格槽数一般为8个以上，所用的二分器应参

照GB 2007.4精密度校核试验方法及GB 2007.5取样系统误差校核试验方法进行校核，证明符合要求方可使用。

缩分程序：

- a. 样品通过二分器三次混合后。放入给料容器内；
- b. 将给料容器内的样品铺平，缩分时使样品沿二分器全部格槽均匀撒落。给料时要控制好给料速度。保证格槽不堵塞。如发现二分器被样品堵塞。必须清理后再继续操作；
- c. 通过二分器的样品收集于两个接收器内；
- d. 随机选择一个接收器内的样品为保留样品；如需进一步缩分，保留样品可再次或多次通过二分器。此时要从二分器两侧接收器内交替收集保留样品，接收器应与主体密合，以减少粉尘和水分的损失；
- e. 缩分留量：缩分大样、副样制备成分分析样品时，相应于最大粒度的最小留样量不能少于表4规定。

表 4 最小缩分留量

最大粒度, mm	最小留样量, kg	
	大 样	副 样
22.4	60	30
10	15	7.5
5	4	2.0
1	1	0.5

6.3.2 份样缩分法：本方法是缩分比大，且精密度高的缩分法。

将样品置于平整洁净的钢板上充分混合后，根据破碎粒度按表 5 所列厚度铺成长方形平堆，然后将样品平堆划成等分的网格，缩分大样不得少于20格。缩分副样不得少于12格，缩分份样不得少于 4 格（见图 4）。用挡板垂直至平堆底部，然后将分样铲于距离挡板约等于c处插至底部，水平移动直至分样铲开口的端部接触挡板（见图 5），将分样铲和挡板同时提起，以防止样品从分样铲开口处流失。从各格中取出的等量的一满铲。集合为缩分样品，当大样数量多时，可将大样分成几个等分，多次按上述同样操作缩分。

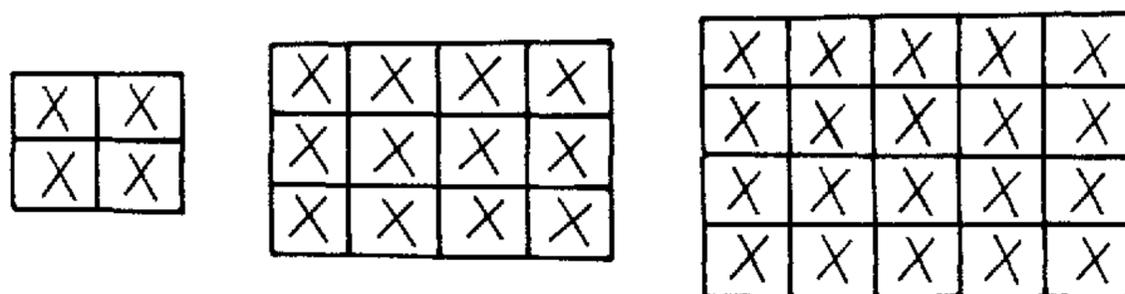


图 4

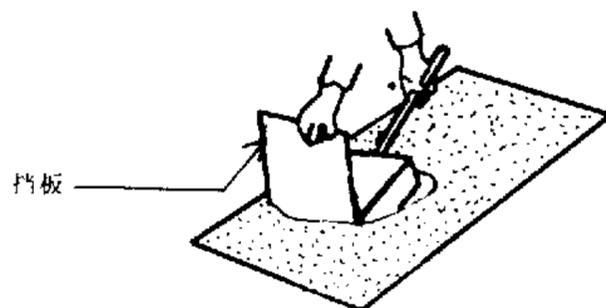


图 5

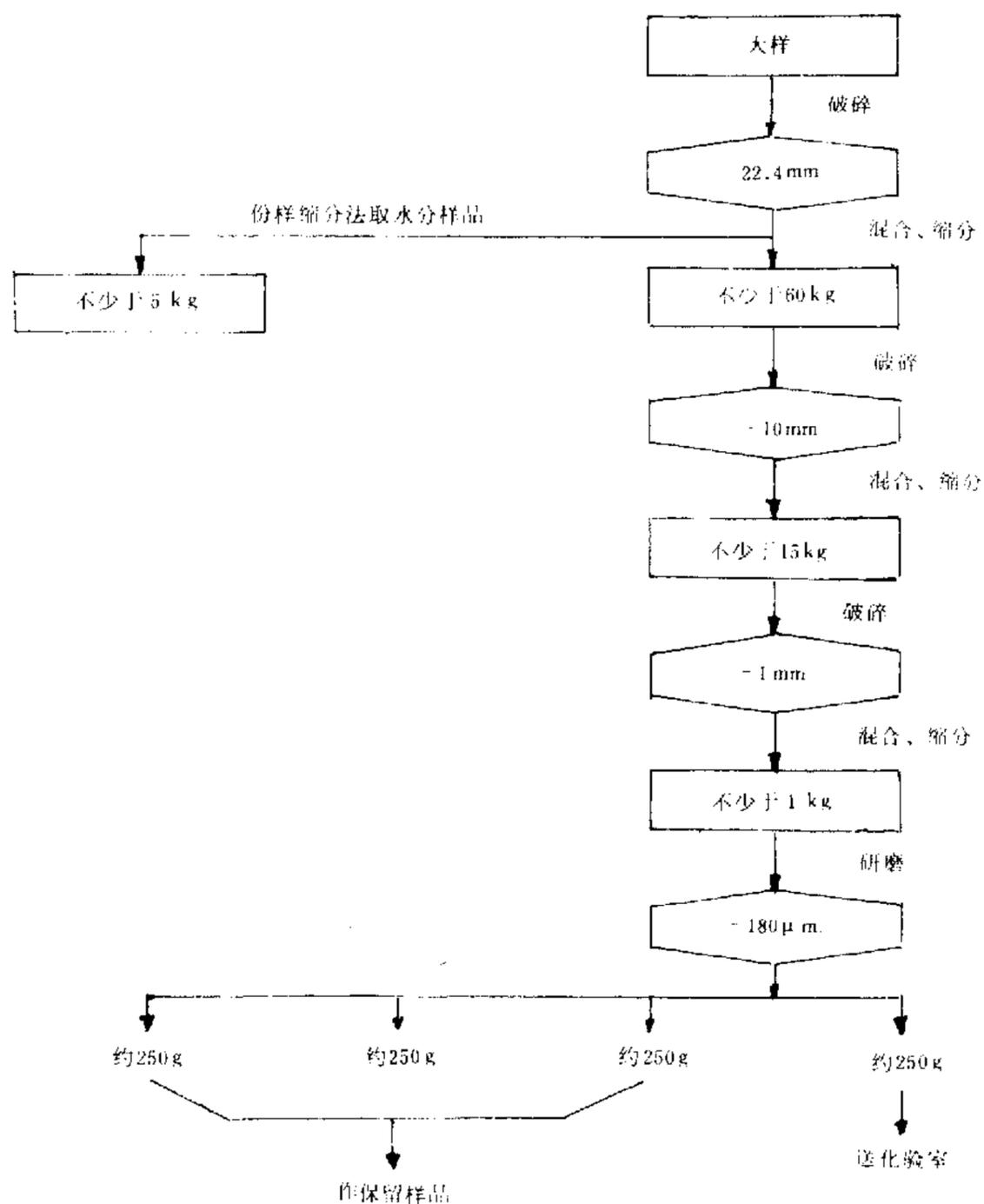
表 5 样品粒度、样品层厚度及分样铲尺寸

mm

样品最大粒度	样品层厚度	分 样 铲 尺 寸				材料厚度	分样铲容量 cm ³
		a	b	c	d		
22.4	35~45	80	45	80	70	2	约300
10	25~35	60	35	60	50	1	约125
5	20~30	50	30	50	40	1	约75
1	10~15	30	15	30	25	0.5	约15

6.3.3 圆锥四分法：将样品置于洁净、平整的钢板上，堆成圆锥形，每铲从圆锥顶尖落下，使均匀地沿锥尖散落，注意勿使圆锥中心错位，如此反复至少转堆三次，使充分均匀，然后将圆锥顶尖压平，用十字板自上压下，分成四等分，任取两个对角的等分，重复操作数次，缩分至不少于该粒度的最少留量（见表4）。由于大颗粒样品堆成圆锥时容易产生偏析，造成缩分偏差，样品粒度大于1mm不宜使用圆锥四分法。

6.4 制样流程图示例（二分器缩分法）



6.5 样品容器和标签

6.5.1 送化验室的水分样品应装入不吸水的密闭的容器中，并附以标签。

6.5.2 送化验室的成分分析样品应装入样品袋内，并附以标签。

6.5.3 标签上注明以下各项：

- a. 编号；
- b. 品名、等级、产地；
- c. 批量或取样单元量 (t)；
- d. 船名或车号；
- e. 取样、制样人员；
- f. 取样、制样地点、日期及天气。

附加说明：

本标准由中华人民共和国国家进出口商品检验局提出。

本标准由中华人民共和国辽宁进出口商品检验局负责起草。

本标准主要起草人段建民。