

**SN**

# 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

**SN/T 0066—2015**  
代替 SN 0066—1992

## 进口散装铬矿石取样、制样方法

**Methods for sampling and sample preparation of chrome ores in bulk for import**

2015-05-26 发布

2016-01-01 实施



**中 华 人 民 共 和 国** 发 布  
**国家质量监督检验检疫总局**

## 前　　言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 SN 0066—1992《进口散装铬矿石取样、制样方法》。

本标准与 SN 0066—1992 相比,主要变化如下:

- 增加前言部分;
- 在第 1 章中,增加了条款“本标准规定了进口散装铬矿石取样和样品制备方法”;
- 在第 2 章中,删除原标准文本中“2 引用标准”,增加“2 规范性引用文件”;
- 在“2 规范性引用文件”中,删除已作废标准“GB 2007.5—87”,增加标准“GB/T 2007.4—2008 散装矿产品取样、制样通则 偏差、精密度校核试验方法”“SN/T 2726 矿产品检验名词术语”;
- 增加了“3 术语和定义”;
- 将标准中的“变异系数”均改为“相对标准偏差”;
- 将标准中多处“80 目”均修改为“180  $\mu\text{m}$ ”;
- 将“5.2 取样工具”中附图移到附录 A 中;
- 将“6.1 制样工具”中附图移到附录 B 中;
- 对原标准文本中 6.2~6.6 进行了编辑性修改;
- 将原标准“附录 A 参考件”删除;
- 删除附加说明,将附加说明内容在“前言”中描述。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位:中华人民共和国辽宁出入境检验检疫局。

本标准主要起草人:胡晓静、曾泽、富瑶、蒋维旗、任玉伟、杨宇。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- SN 0066—1992。

# 进口散装铬矿石取样、制样方法

## 1 范围

本标准规定了进口散装铬矿石取样和样品制备方法。

本标准适用于进口散装铬矿石(块矿、粉矿和精矿)化学成分、水分、粒度及其他物理项目测定用样品的采取和制备。

## 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 2007.1—1987 散装矿产品取样、制样通则 手工取样方法

GB/T 2007.2 散装矿产品取样、制样通则 手工制样方法

GB/T 2007.3 散装矿产品取样、制样通则 评定品质波动试验方法

GB/T 2007.4 散装矿产品取样、制样通则 偏差、精密度校核试验方法

GB/T 2007.6 散装矿产品取样、制样通则 水分测定方法—热干燥法

GB/T 2007.7 散装矿产品取样、制样通则 粒度测定方法 手工筛分法

SN/T 2726 矿产品检验名词术语

## 3 术语和定义

SN/T 2726 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

**批 lot**

在相同条件下加工或生产的一定量物料。

3.2

**交货批 consignment**

一次交货的一定数量的矿石。交货批可由一批、数批或一批中的部分矿石组成。

3.3

**批量 batch**

构成一批或一个交货批的物料质量。

3.4

**基本批量 basic batch**

一批货的最小质量。

3.5

**份样和份样量 portion and portion amount**

由一批物料中的一个点或一个部位按规定质量取出的样品为份样,每个份样的质量叫份样量。

3.6

**份样数 portion number**

由一批物料中应取份数的最少个数,为份样数。





$S_p$  ——制样标准偏差；  
 $S_m$  ——测定标准偏差。

#### 4 一般规定

4.1 本标准规定取样、缩分、测定总精密度  $\beta_{SDM}$  及取样精密度  $\beta_s$ , 以  $\text{Cr}_2\text{O}_3\%$  计(概率为 95%), 见表 1、表 2。

表 1 一批铬矿石应取份样的最少个数和精密谋

批量 t	品质波动( $S_w$ )			$\beta_s$ (以 $\text{Cr}_2\text{O}_3$ 计)
	大	中	小	
	$S_w = 2.5$	$S_w = 1.5$	$S_w = 0.7$	
20 000 以上	280 份	100 份	25 份	0.30
10 000~20 000	205 份	75 份	20 份	0.35
5 000~10 000	160 份	60 份	15 份	0.40
3 000~5 000	125 份	45 份	10 份	0.45
1 000~3 000	85 份	30 份	8 份	0.55
~1 000 及以下	70 份	25 份	6 份	0.60

表 2 铬矿石二级取样应取最少车数( $m$ )

批量 t	$\leq$	总车数 $N$	车内品质波动 $S_b$	车间品质波动大小( $S_w$ )		取样精密度 $\beta_s$ (以 $\text{Cr}_2\text{O}_3$ 计)
				大	小	
20 000	30 000	450	大小	100 50	90 25	0.30
10 000	20 000	250	大小	70 40	60 20	0.35
5 000	10 000	125	大小	50 25	40 15	0.40
3 000	5 000	70	大小	30 15	25 10	0.45
2 000	3 000	40	大小	25 15	20 10	0.50
1 000	2 000	25	大小	20 10	10 5	0.55
500	1 000	10	大小	5 5	5 5	0.60
—	500	10	大小	5 5	5 5	0.65

- 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 应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 交货批量大于表 1 所列批量时，按 3.12 分为数个取样单元单独取样，分别制样、测定，并将各取样单元结果加权平均后，作为交货批的结果。
- 4.5 取样、制样所用设备、工具和盛样容器应保持清洁、坚固耐用。
- 4.6 成分分析样品应根据需要妥善保管至少 6 个月，以备核查。
- 4.7 在整个取样制样过程中应注意安全操作。
- 4.8 评定品质波动试验方法按照 GB/T 2007.3 执行。评定偏差、精密度校核试验方法按照 GB/T 2007.4 执行。水分和粒度测定按照 GB/T 2007.6 和 GB/T 2007.7 执行。

## 5 取样

### 5.1 取样工具

取样工具如下：

- 尖头钢锹；
- 取样铲(规格参见附录 A 中表 A.1、图 A.1)；
- 钢锤；
- 带盖盛样桶或内衬塑料薄膜的盛样袋。

注：其他取样工具包括机械辅助取样工具，也可用于取份样。

### 5.2 取样简要程序

- 验明取样交货批或取样单元及其质量。
- 确定样品用途及其所需检验的品质特性项目。
- 批量的最大粒度由实测或目测决定。
- 根据最大粒度决定份样量及取样工具的容量。
- 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数。
- 根据现场卸货情况确定取样方法。确定份样的取样间隔及取样部位。
- 采用系统取样或分层取样方法时，确定从交货批中应取最少份样数。采用二级取样方法时，从全部交货批中选定货车，再从选出的货车中取份样。
- 确定份样组合方法，然后按需要组成副样或大样。

### 5.3 份样数

#### 5.3.1 系统取样和分层取样应取最少份样数，按表 1 规定。

表 1 中  $S_w$  代表取样批、取样单元或层内份样间的品质波动，用标准偏差  $S_w$  表示。 $S_w$  值按 GB/T 2007.3 求出。

品质波动大小不明时，应尽快进行核对试验，也可结合日常取样工作进行，以确定品质波动的大小。

#### 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少质量，按表 3 规定。所取的每个份样应大致相等，其相对标准偏差(RSD)不应超过 20%。

当份样量的相对标准偏差(RSD)大于 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。

表 3 份样量

最大粒度/mm	100 以上	50~100	20~50	10~20	10 以下
取样重量/kg	30	20	10	5	2

## 5.5 取样方法

### 5.5.1 系统取样法

在一批散装铬矿石装卸、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 规定的份样数和实际批量按式(5)计算：

$$T \leq \frac{Q}{n} \quad \text{或} \quad T' \leq \frac{60Q}{n\sqrt{\epsilon}} \quad \dots \dots \dots \quad (5)$$

式中：

T——取样质量间隔,单位为吨(t);

$Q$  ——批量, 单位为吨(t);

*n* ——表1规定的份样数。

$T'$ ——取样时间间隔, 单位为分(min)

$G$  ——每小时的装卸量, 单位为吨每小时(t/h)

### 5.5.2 分层取样法

一批散装铬矿石装卸、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,应注意粒度的比例,使每层所取样品的粒度比例与该层铬矿石的粒度分布大致相符。每层应取份样数按式(6)计算:

式中,

$n_1$ ——每层应取份样数；

*n* ——表1规定份样数;

$Q_1$ ——每层质量,单位为吨(t);

$Q$ ——批量,单位为吨(t)。

### 5.5.3 货车取样法

#### 5.5.3.1 全部货车取样法

份样的采取，原则上从货车装卸过程中新露出料面上随机定点取份样。

当组成一批货车数少于规定的份样数时,每车应取最少份样数  $n_0$ , 按式(7)计算(如有小数进头整数)。

七

" ——表 1 钢宝的份样数。

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,份样数的分配与装载量成正比。

### 5.5.3.2 二级取样法

当铬矿石的装卸是由船舱直接装到火车车厢中时,一般采用二级取样方法。当每个货车装载量为 60 t 时,根据表 2 规定从全部货车中选出  $m$  个货车。

当货车装载量不是 60 t 时,则应选货车的最少个数  $m'$  按式(8)计算(如有小数进为整数):

式中：

$c$ ——货车装载量,单位为吨(t)。

当货车的装载量为 60 t 时,每车应取 4 个份样,如货车装载量不是 60 t 时,从每个货车中所取份样个数  $n_3$ ,按式(9)计算(如有小数进为整数):

货车取样点分布见图 1。

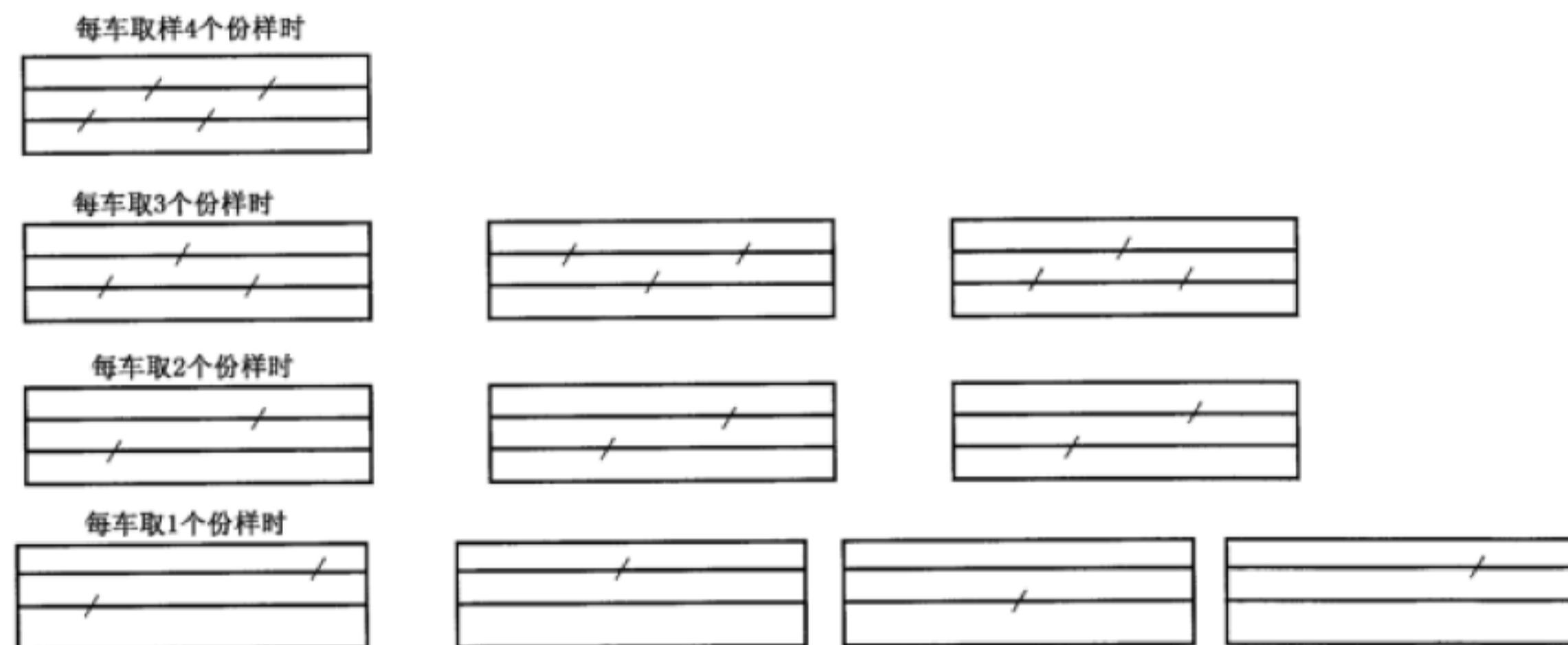


图 1 货车取样点分布图

如因条件限制不能采用上述四种方法取样,可酌情变更取样方法,但所采用方法应按照 GB/T 2007.4 进行偏差、精密度校核试验方法校核,证明无显著性差异后方可采用。

## 5.6 取样规定

5.6.1 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。以后继续取份样按计算的间隔取,取样间隔不得大于计算所得的间隔。

5.6.2 所取份样原则上应在搬运过程中新露出的矿石表面上随机定点取样。

5.6.3 每个份样均用规定的取样工具以一次取出方式取出。如若一次取出份样有困难,亦可在同一处分几次取出份样。

5.6.4 当交货批矿石粒度在-100 mm~+20 mm 之间时,可用取样铲取样。当粒度在-20 mm 时,可用铲子或探子取样。当粒度在+100 mm 时,可用尖嘴钢锹来扦取样品。取样点内有 150 mm 以上大块时,将其砸碎,取能代表大块品质的部分碎块样品。要注意不应影响粒度测定。

5.6.5 取样占直径为最大粒度的3倍,但不得少于100 mm。

5.6.6 按一定的取样间隔扦取份样，在操作过程中不得随便变动取样间隔。

5.6.7 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,所得大样的粒度分布应与整批铬矿石的粒度分布大致相等。

5.6.8 如预定份样个数取完,而货物的搬运仍在进行中,应仍按原定间隔继续取样,直到整批铬矿卸完为止。

5.6.9 装船前检验时,当不同品质规格或粒度规格的货物分舱装运时,应根据具体情况分别取样、制样。并将各结果加权平均,作为交货批的结果。

5.6.10 样品取完后,应保证份样不受任何污染。

## 6 制样

### 6.1 制样工具

制样工具如下:

- 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;附玛瑙研钵;
- f) 二分器(参见附录 B 中图 B.1);
- g) 分样铲(参见附录 B 中图 B.2)及挡板;
- h) 分样筛:22.4 mm、11.2 mm、1 mm 方孔筛,筛孔 180  $\mu\text{m}$  筛;
- i) 不锈钢金属十字分样板;
- 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°C 以内。

### 6.2 一般规定

6.2.1 样品制备包括破碎、混合、缩分三个不同操作过程(必要时应进行预先干燥),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 把所采取的份样原状集中,组成副样或大样。必要时,逐个份样或逐个副样进行缩分或粉碎,再缩分后,将其集中成大样或副样。

6.2.3 根据检验要求,可将大样样品,逐个副样样品或逐个份样样品分别进行制备,制成测试样品。

6.2.4 用适当的破碎机进行样品破碎,将试样全部破碎到规定的粒度。

6.2.5 试样的缩分可用人工或机械方式或两种方式结合进行。缩分留样要按规定进行。

6.2.6 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,需将整批铬矿石分成几部分,将每一部分的份样制备成副样,测定水分。

6.2.7 水分、粒度测定可参照 GB/T 2007.6、GB/T 2007.7 进行。测定水分温度可控制在 105 °C ± 5 °C,如已进行预干燥,则应将预干燥水分 A(%)一并计算。

### 6.3 破碎

6.3.1 破碎:经破碎和研磨以减小样品的粒度。

6.3.2 样品破碎应使用机械设备,手工破碎只限于破碎个别大块样品至第一阶段破碎机的最大给料粒度。

6.3.3 要选用适于破碎各种粒度规格及适合试样物理特性的粉碎机械。

6.3.4 放进试样前,应清扫破碎机内部。当粉碎与上次不同的试样时,应事先从批量中取出适当量的矿石进行清洗。

6.3.5 应定期校核破碎机的性能并调节排料最小规定的粒度,在制备成分分析样品中要求全部样品一次破碎到规定粒度。

6.3.6 防止试样飞散和外来杂质混入;防止长时间转动发热至使试样变质;勿使试样残留在破碎机内。

## 6.4 混合

混合,即使样品达到均匀。混合样品可采用下列任一方法:

a) 手工混合: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次合并,小于 22.4 mm 的样品也可用三次堆转混合。

b) 机械混合:样品破碎至小于 10 mm 后可用双锥混合器或 V 型混合器(参见 GB/T 2007.2)混合。

## 6.5 组合和缩分

### 6.5.1 概述

缩分:将样品分为两份,以减少样品的质量。

### 6.5.2 定量取样法中份样的组合

#### 6.5.2.1 由份样组成副样或大样

6.5.2.1.1 如果各份样质量差异(以 RSD 计)小于 20%,则各个份样或者按刚取完样时的状态,或者在适当阶段以定量缩分或定比缩分方式分别制样后,组成副样或大样(其框图参见 GB/T 2007.1—1987 中图 2、图 3)。

6.5.2.1.2 如果各份样质量差异(以 RSD 计)大于 20%,则各个份样不能按刚取完样时的状态组成副样或大样。这些份样应按在使用阶段,以定量缩分方式缩分后,再在适当阶段组成副样或大样。否则就该将各个份样单独组成一个份样,用于测定品质特征。

#### 6.5.2.2 由副样组成大样

6.5.2.2.1 如果各个副样由个数相等的份样组成,可采用定比或定量缩分方式。

6.5.2.2.2 如果各个副样由个数不等的份样组成,则只能采用定比缩分方式,或单独制样测定。(其框图参见 GB/T 2007.1—1987 中图 4)。

### 6.5.3 定时取样法中的份样组合

#### 6.5.3.1 由份样组成副样或大样

6.5.3.1.1 各个份样应按刚取完样时的状态,组成副样或大样,不考虑各个份样的质量差异。

6.5.3.1.2 如果先将各个份样缩分后再组合,则自始至终只能采取定比缩分方式。

#### 6.5.3.2 由副样组成大样

6.5.3.2.1 各个副样可直接组成大样,不考虑各个副样的质量差异。

6.5.3.2.2 如果是将各个副样缩分后再组成大样,则自始至终应采用定比缩分法对副样进行缩分。

### 6.5.4 缩分方法(可采用下列的一个方法或几个方法并用)

#### 6.5.4.1 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,二分器的一半格槽一般为 8 个以上,所用的二分器应参照 GB/T 2007.4 进行精确度校核试验,证明是符合要求的方能使用。

二分器属定比缩分方法。缩分份样组成副样或大样时,当份样差异(以 RSD 计)大于 20%,不能采用二分器缩分法。

缩分程序:

- a) 按照缩分试样的粒度,从表 4 中选用不同种类的二分器;
- b) 样品通过二分器三次混合后,放入给料容器内;
- c) 将给料容器内的样品平铺,缩分时使样品沿二分器全部格槽均匀散落(要控制给料速度,保证格槽不堵塞,如发现二分器被样品堵塞,应清理后再继续操作);
- d) 通过二分器的样品收集于两个接收器内;
- e) 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的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;
- f) 缩分流量:缩分大样、副样制备成分分析样品时,相当于最大粒度的最小留样量不能少于表 5 规定。

表 4 二分器种类

试样全量通过的粒度 mm		二分器种类
>	≤	
16.0	22.4	50 号
10.0	16.0	30 号
5.0	10.0	20 号
3.0	5.0	10 号
—	3.0	6 号

表 5 最小缩分留量

试样全量通过的粒度 mm		大样缩分后留样量 kg	副样或份样缩分后留样量 kg
>	≤		
16.0	22.4	60	30
10.0	16.0	30	15
5.0	10.0	15	7.6
3.0	5.0	4	2
1.0	3.0	2	1
—	1.0	1	0.5

#### 6.5.4.2 份样缩分法

本方法是缩分比大,且精密度高的定量缩分方法。

将样品充分混匀后,置于平整洁净的钢板上,根据破碎粒度按表 6 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 2)。用挡板垂直插至平堆底部,然后将份样铲于距离挡板约等于 c 处插至底部(见图 A.1),水平移动直至分样铲开口的端部接触挡板(见图 3)。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。从各格随机取等量的一满铲,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。

表 6 样品粒度、样品层厚度及分样铲尺寸

试样全量通过的粒度		样品层厚度 mm	缩分用分样铲	
>	≤		铲规格	容量 mL
16.0 mm	22.4 mm	35~45	22.4 D	约 300
10.0 mm	16.0 mm	30~40	16 D	约 200
5.0 mm	10.0 mm	25~35	10 D	约 150
3.0 mm	5.0 mm	20~30	5 D	约 75
1.0 mm	3.0 mm	15~25	2.8 D	约 40
500 μm	1.0 mm	10~15	1 D	约 15
250 μm	500 μm	5~10	0.5 D	约 4
—	250 μm	2~5	0.25 D	约 2

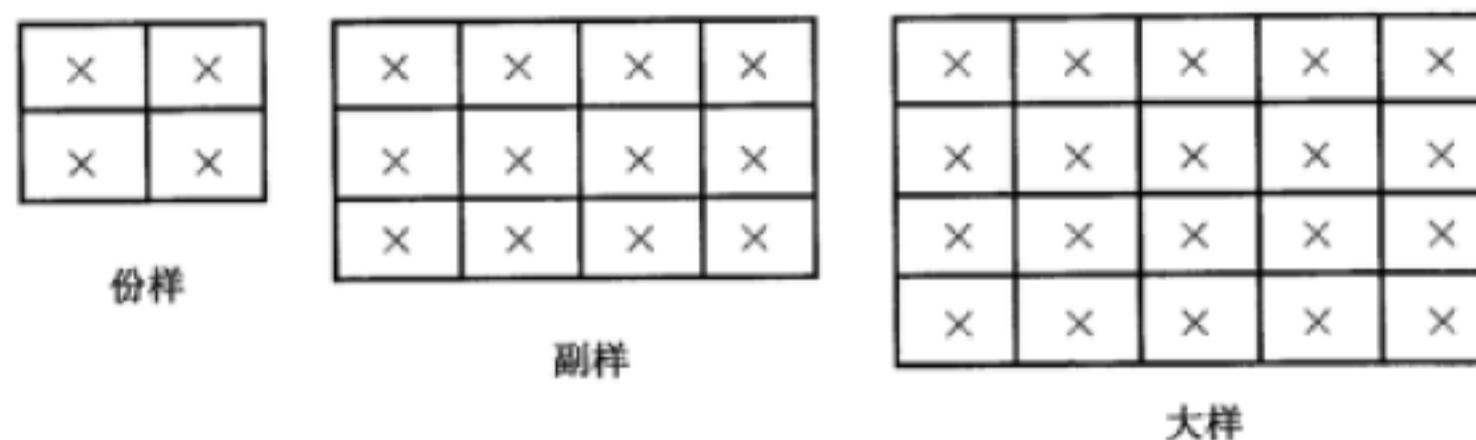


图 2 缩分份样

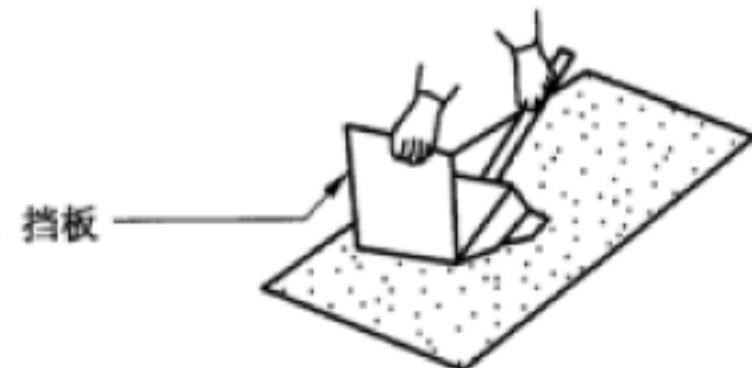


图 3 挡板取样方法

#### 6.5.4.3 圆锥四份法

圆锥四份法是一种定比缩分法,此方法适用于粒度小于 22.4 mm 的样品。

将样品置于洁净、平整的钢板上，堆成圆锥形，每铲自圆锥顶尖落下，使均匀地沿锥尖散落，注意勿使圆锥中心错位，如此反复至少堆转三次，使充分混匀。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，缩分至不少于表 6 规定的最小留样量。

## 6.6 制样程序示例,见图 4(二分器缩分法)

- 6.6.1 将一定数目的份样组成副样,按合同规定的粒度要求作粒度测试。
  - 6.6.2 粒度测试后的样品全部破碎到 $-22.4\text{ mm}$ ,采用份样缩分法取出约 $5\text{ kg}$ 样品,粒度测试后的样品全部破碎到 $-10\text{ mm}$ ,采用份样缩分法取出约 $3\text{ kg}$ 的样品,作水分双实验。然后按规定的最小留样量缩分留样,作为副样留样。
  - 6.6.3 将全部副样混匀,缩分到该粒度的最小留样。
  - 6.6.4 将全部留样破碎到 $-3\text{ mm}$ ,按规定的最小留样量缩分留样。
  - 6.6.5 将全部留样研磨到 $-1\text{ mm}$ ,按规定的最小留样量缩分留样。
  - 6.6.6 将全部留样制成四份粒度为 $250\text{ }\mu\text{m}$ 小样,每份小样约 $250\text{ g}$ 。
  - 6.6.7 在制样的过程中应防止样品的成分有变化和污染。制备水分样品应防止水分变化。
  - 6.6.8 样品过于潮湿不能破碎缩分时,可在低于 $105\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的温度下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,需要时将干燥前后的样品称量,按式(10)计算预先干燥水分A(%):

式中：

W——干燥前样品总质量,单位为千克(kg)。

$W_1$ ——干燥后样品总质量,单位为千克(kg)。

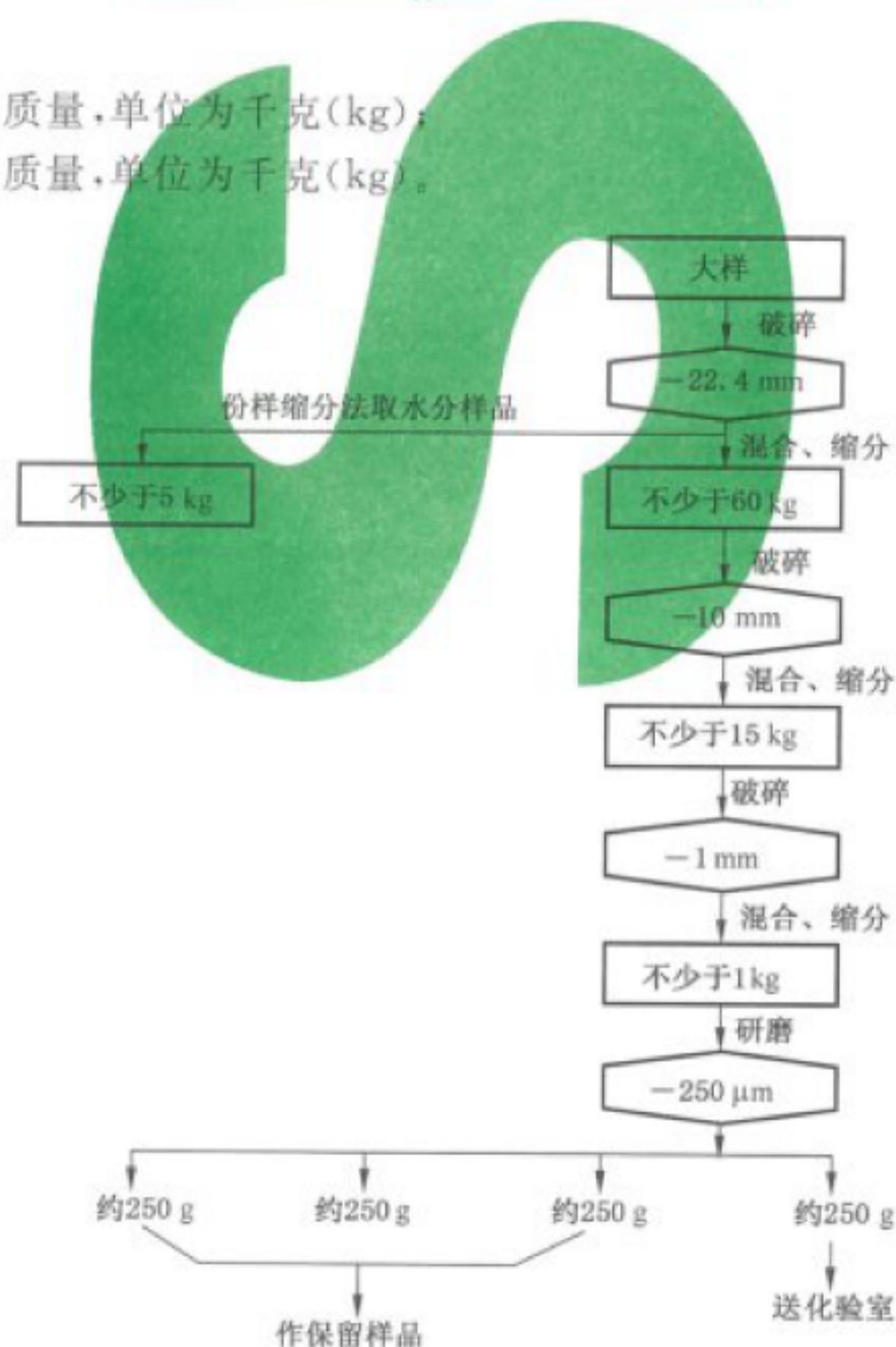


图 4 二分器缩分法流程

附录 A  
(资料性附录)  
取样铲规格

取样铲规格见表 A.1 及图 A.1。

表 A.1 取样铲规格

最大粒度 mm	取样铲尺寸 mm				
	a	b	c	d	e
100	300	110	300	220	100
50	150	75	150	130	65
22.4	80	45	80	70	35
10	60	35	60	50	25



附录 B  
(资料性附录)  
常用缩分工具

密封式二分器及分样铲分别见图 B.1 及图 B.2。

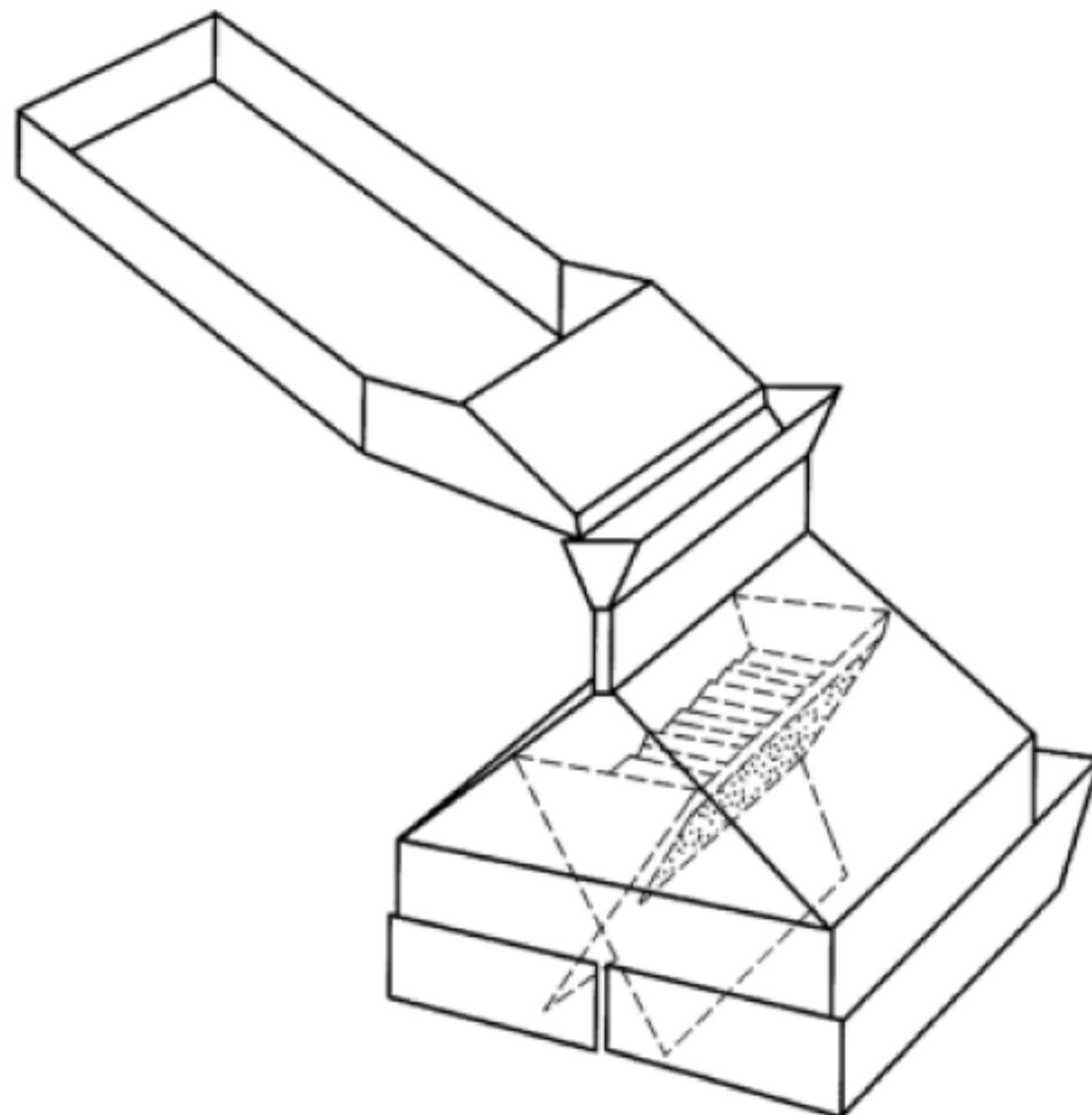


图 B.1 密封式二分器

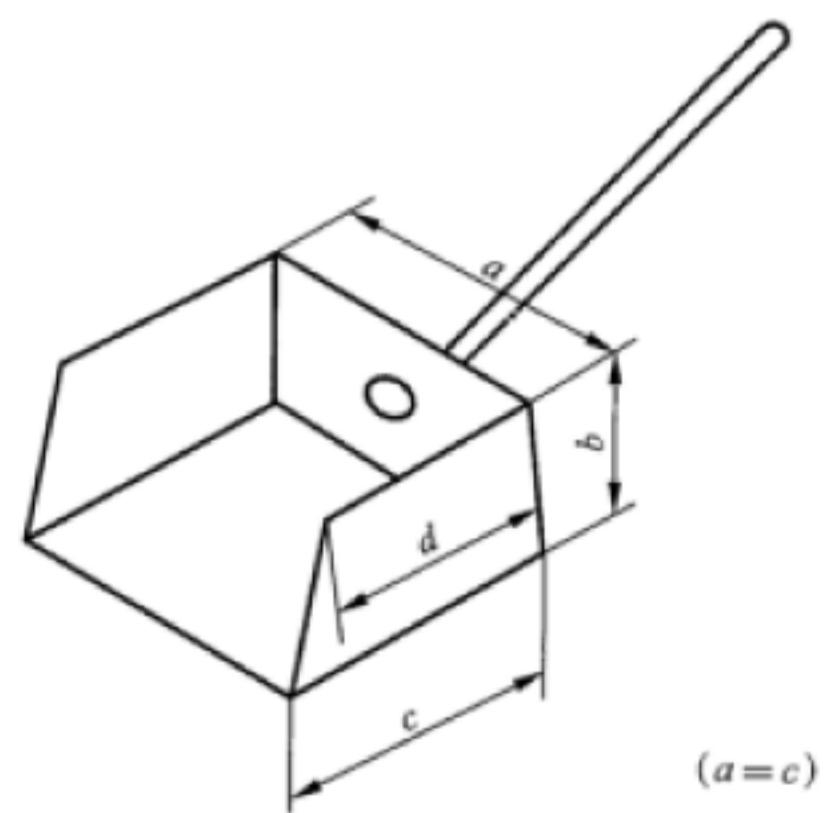


图 B.2 分样铲

中华人民共和国出入境检验检疫

行 业 标 准

进口散装铬矿石取样、制样方法

SN/T 0066—2015

\*

中国标准出版社出版

北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)

北京市西城区三里河北街16号(100045)

总编室:(010)68533533

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

\*

开本 880×1230 1/16 印张 1.25 字数 30 千字

2016年2月第一版 2016年2月第一次印刷

印数 1—1 100

\*

书号: 155066·2-29611 定价 21.00 元



SN/T 0066-2015