



# 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3997—2014

---

## 散装红土镍矿取样和样品制备方法

Methods for sampling and sample preparation of laterite nickel ores in bulk

2014-11-19 发布

2015-05-01 实施

---

中 华 人 民 共 和 国  
国家质量监督检验检疫总局 发 布

# 目 次

前言 .....	III
1 范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	1
3 术语和定义 .....	1
4 一般程序 .....	1
4.1 取样的一般程序 .....	1
4.2 样品制备的一般程序 .....	1
5 取样和样品制备的基本原则 .....	2
5.1 总精密度 .....	2
5.2 份样量 .....	2
5.3 品质波动 .....	3
5.4 期望取样精密度采取的最小一级份样数 .....	3
5.5 采取份样的方法 .....	4
5.6 样品制备精密度和总精密度 .....	5
5.7 样品组成 .....	5
5.8 缩分规则 .....	6
5.9 缩分方法 .....	6
5.10 样品的分用和重用 .....	6
5.11 破碎和研磨 .....	6
5.12 混合 .....	6
5.13 预干燥 .....	6
5.14 取样和样品制备的基本要求 .....	6
6 设备 .....	6
6.1 取样器具 .....	6
6.2 样品制备设备 .....	7
7 取样方法 .....	8
7.1 从传送带上取样 .....	8
7.2 从货车和料箱中取样 .....	8
7.3 从船或料堆上取样 .....	8
7.4 从集装袋中取样 .....	9
8 样品制备方法 .....	9
8.1 份样合并 .....	9
8.2 缩分方法 .....	10
8.3 样品破碎和研磨 .....	12
8.4 测试用样品的制备 .....	13

9 化学分析用样品的包装、标识和储存 ..... 15

9.1 包装 ..... 15

9.2 标识 ..... 15

9.3 储存 ..... 15

附录 A（资料性附录） 不同的二分器尺寸 ..... 16

参考文献 ..... 18

## 前 言

本标准根据 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

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：蒋晓光、刘名扬、宋承钢、姜莉、褚宁、郭成伟、盛向军、张彦甫、李卫刚、林忠、陈兆君、陈宇。

## 散装红土镍矿取样和样品制备方法

### 1 范围

本标准规定了采取和制备散装红土镍矿品质特性测定用样品的基础理论、基本原则、设备和操作程序。

本标准适用于传送带、货车、料箱、船、料堆、集装袋转运中的散装红土镍矿的取样和样品制备。

### 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 2007.3 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

SN/T 2726—2010 矿产品检验名词术语

### 3 术语和定义

SN/T 2726—2010 界定的术语和定义适用于本文件。

### 4 一般程序

#### 4.1 取样的一般程序

取样应在整个交货批装卸过程中进行,一般程序如下:

- a) 验明取样的交货批或部分交货批;
- b) 确定交货批的最大粒度;
- c) 按照最大粒度确定份样量;
- d) 确定交货批的品质波动类型和最小份样数;
- e) 确定系统取样和分层取样采用何种取样间隔、二级取样用于货车或料箱的间隔;
- f) 确定取样地点和采取份样的方法;
- g) 确定交货批装卸过程中采取具有几乎相等质量份样的方法。

#### 4.2 样品制备的一般程序

制备品质特性测定用样品,一般程序如下:

- a) 确定将份样组成副样或大样的方法;
- b) 确定样品是分用还是重用;
- c) 确定在样品制备过程中所选用的缩分方法;
- d) 确定样品缩分、破碎、混合和预干燥(如果需要)等样品制备程序;
- e) 按照样品制备程序制备样品。

SN/T 3997—2014

5 取样和样品制备的基本原则

5.1 总精密度

总精密  $\beta_{\text{SPM}}$  是取样、样品制备和测定的综合精密度的量度,并且与取样方法和测定的次数有关,是取样、样品制备和测定标准偏差  $\sigma_{\text{SPM}}$  (用绝对百分数表示)的 2 倍,按式(1)计算:

$$\beta_{\text{SPM}} = 2\sigma_{\text{SPM}} = 2\sqrt{\sigma_{\text{S}}^2 + \sigma_{\text{P}}^2 + \sigma_{\text{M}}^2} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- $\sigma_{\text{S}}$  —— 取样精密度,用标准偏差表示;
- $\sigma_{\text{P}}$  —— 样品制备精密度,用标准偏差表示;
- $\sigma_{\text{M}}$  —— 样品测定精密度,用标准偏差表示。

在置信度为 95%时,本标准能使交货批的镍含量的平均值达到表 1 所规定的总精密度  $\beta_{\text{SPM}}$ ,总精密度应得到有关各方的确认。

表 1 总精密度  $\beta_{\text{SPM}}$

批量/t		总精密度/%
110 000	140 000	0.08
80 000	110 000	0.08
65 000	80 000	0.09
45 000	65 000	0.10
30 000	45 000	0.11
15 000	30 000	0.12
5 000	15 000	0.13
2 000	5 000	0.14
1 000	2 000	0.15
500	1 000	0.17
0	500	0.18

表 1 中未给出的中间质量的总精密度可由线性内插法求出。如果需要,可采用更高的精密度。精密度试验按照 GB/T 2007.4 规定测定。

5.2 份样量

5.2.1 根据交货批的最大粒度按照表 2 规定确定最小份样量。

表 2 最小份样量

最大粒度 $W_5$ /mm	最小份样量/kg
$300 < W_5$	35
$250 < W_5 \leq 300$	30
$200 < W_5 \leq 250$	25

表 2 (续)

最大粒度 $W_5/\text{mm}$	最小份样量/kg
$150 < W_5 \leq 200$	20
$100 < W_5 \leq 150$	15
$50 < W_5 \leq 100$	10
$31.5 < W_5 \leq 50$	8
$22.4 < W_5 \leq 31.5$	5
$6.3 < W_5 \leq 22.4$	2
$W_5 \leq 6.3$	1

5.2.2 应采用能保证份样质量几乎相等的方法采取份样。“几乎相等的质量”是指以变异系数表示的份样质量变化应小于 20%。变异系数 CV 为采取的份样质量的标准偏差  $\sigma_{\text{mass}}$  与份样质量平均值  $m$  的比值,用百分数表示,按式(2)计算:

$$CV = \frac{100\sigma_{\text{mass}}}{m} \dots\dots\dots (2)$$

式中:  
 $\sigma_{\text{mass}}$  —— 所采取的份样质量的标准偏差;  
 $m$  —— 份样质量的平均值。

5.3 品质波动

5.3.1 品质波动是对交货批不均匀性的量度。在系统取样法和分层取样法中, $\sigma_w$  指的是从交货批的层间取出的份样的品质特性的标准偏差。

在二级取样法中,用  $\sigma_b$  和  $\sigma_w$  表示质量变化, $\sigma_b$  是以标准偏差计的从交货批中选出的货车或容器之间的质量变化; $\sigma_w$  是以标准偏差计的从选出的货车或容器中采取的份样的质量变化。

5.3.2 应按照 GB/T 2007.3 的规定估计正常操作条件下每个类型或每个品种的红土镍矿和每种操作方法的  $\sigma_w$  和  $\sigma_b$  值,然后根据品质波动的大小按照表 3 规定对红土镍矿分类。

表 3 品质波动的类型

品质特性	品质波动的类型/%		
	大	中	小
镍含量	$\sigma_w \geq 0.20$	$0.15 \leq \sigma_w < 0.20$	$\sigma_w < 0.15$

5.3.3 未给出品质波动估计值的任何类型或任何品种的红土镍矿,品质波动都按“大”考虑。在此情况下,应尽快按照 GB/T 2007.3 规定进行品质波动试验确定其品质波动的类型。

5.3.4 当分别采取粒度分布、水分含量、化学组成和物理性能测定用样品时,应根据每个样品的品质特性将品质波动分类。

5.3.5 当样品用作 1 个以上品质特性测定时,品质波动按“大”掌握;当单独采取粒度分布测定用样品时,品质波动也按“大”掌握。

5.4 期望取样精密度采取的最小一级份样数

5.4.1 批量与一级份样数的确定

5.4.1.1 按式(3)计算基本批量采取的一级份样数:

SN/T 3997—2014

$$n = \left( \frac{2\sigma_w}{\beta_s} \right)^2 \dots\dots\dots (3)$$

式中：

- $\sigma_w$  —— 份样间的标准偏差；
- $\beta_s$  —— 取样精度；
- $n$  —— 批量应取的最小一级份样数。

计算所得为最小一级份样数。

5.4.1.2 按式(4)计算批量大于基本批量时应采取的份样数：

$$n_1 = n \sqrt{\frac{Q}{Q_1}} \dots\dots\dots (4)$$

式中：

- $Q$  —— 实际批量,单位为吨(t)；
- $Q_1$  —— 基本批量,单位为吨(t)；
- $n_1$  —— 批量大于基本批量时应采取的份样数。

5.4.2 精密度与最小份样数

当系统取样和分层取样时,期望精密度下需采取的最小一级份样数  $n_1$  见表 4。

表 4 在 95%概率下,期望精密度下需采取的最小一级份样数  $n_1$

交货批量/t		镍含量期望的 精精密/ $\beta_s$	品质波动		
>	≤		大 $\sigma_w \geq 0.2$	中 $0.15 \leq \sigma_w < 0.20$	小 $\sigma_w < 0.15$
110 000	140 000	0.070	1 100	550	310
80 000	110 000	0.070	970	485	275
65 000	80 000	0.075	720	360	205
45 000	65 000	0.080	570	285	165
30 000	45 000	0.085	420	210	120
15 000	30 000	0.090	210	155	90
5 000	15 000	0.095	200	100	55
2 000	5 000	0.10	105	55	20
1 000	2 000	0.11	55	30	15
500	1 000	0.12	40	20	10
0	500	0.13	20	10	5

根据 5.4.1 和 5.4.2 规定,确定期望的取样精密度  $\beta_s$  下需采取的最小份样数。

5.5 采取份样的方法

5.5.1 份样应是取样器动作一次取出的物料。当取样器一次动作不能取出份样时,可在随机选取的一点上动作几次取得,但应在取样前确认不会产生取样偏差。

5.5.2 份样应保持按照 5.2.2 中描述的几乎相等的质量。当份样质量不能保持几乎相等时,应单独的

制备每个份样和单独测定品质特性；或者对份样进行破碎和缩分，在样品制备的合适阶段合并到副样或大样中。但是，当采用定时系统取样法时，份样质量应与矿流流速成正比。

5.5.3 当估计的大样质量小于所需试料的质量时（如测定粒度分布等），应增加份样量和/或份样数。

## 5.6 样品制备精密度和总精密度

5.6.1 样品制备按照第8条规定进行。

5.6.2 总精密度用标准偏差  $\sigma_{\text{SPM}}$  表示，可用大样、副样或份样进行制备和测定。

5.6.2.1 当对一个交货批采取的大样进行  $l$  次测定时，按式(5)计算总精密度：

$$\sigma_{\text{SPM}}^2 = \sigma_s^2 + \sigma_p^2 + \frac{\sigma_M^2}{l} \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中：

$\sigma_s$  —— 取样精密度，用标准偏差表示；

$\sigma_p$  —— 样品制备精密度，用标准偏差表示；

$\sigma_M$  —— 测定精密度，用标准偏差表示。

5.6.2.2 当对由相同数量的份样组成的  $k$  个副样进行  $l$  次测定时，按式(6)计算总精密度：

$$\sigma_{\text{SPM}}^2 = \sigma_s^2 + \frac{\sigma_p^2 + \frac{\sigma_M^2}{l}}{k} \quad \dots\dots\dots (6)$$

另外，当对由  $k$  个副样在适当的样品制备阶段组成的大样（如—10 mm）进行  $l$  次测定时，按式(7)计算总精密度：

$$\sigma_{\text{SPM}}^2 = \sigma_s^2 + \frac{\sigma_{p1}^2}{k} + \sigma_{p2}^2 + \frac{\sigma_M^2}{l} \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中：

$\sigma_{p1}$  —— 样品制备精密度（包含了从副样制备到大样的过程），用标准偏差表示；

$\sigma_{p2}$  —— 样品制备精密度（包含了从大样制备到试样的过程），用标准偏差表示。

5.6.2.3 当对每个份样进行  $l$  次测定时，按式(8)计算总精密度：

$$\sigma_{\text{SPM}}^2 = \sigma_s^2 + \frac{\sigma_p^2 + \frac{\sigma_M^2}{l}}{n} \quad \dots\dots\dots (8)$$

式中：

$n$  —— 份样数。

5.6.2.4 当对由所有的份样在合适的阶段组成的大样（如粒度—10 mm）进行  $l$  次测定时，按式(9)计算总精密度：

$$\sigma_{\text{SPM}}^2 = \sigma_s^2 + \frac{\sigma_{p1}^2}{N} + \sigma_{p2}^2 + \frac{\sigma_M^2}{l} \quad \dots\dots\dots (9)$$

## 5.7 样品组成

当由份样组成样品时，应考虑以下影响因素：

- 要测定的品质特性；
- 总精密度是否能接受；
- 定量取样的份样质量变异系数。

## 5.8 缩分规则

为了保证获得可接受的样品制备精密度,应当考虑以下影响样品缩分的因素:

- a) 样品缩分的最大粒度;
- b) 样品缩分后的最小质量,并符合各种品质特性测定的需要;
- c) 采用的缩分方法是否可接受。

## 5.9 缩分方法

可使用的缩分方法有:

- a) 手工份样缩分法(见 8.2.2);
- b) 手工二分器法(见 8.2.3);
- c) 圆锥四分法(见 8.2.4);
- d) 机械缩分法(见 8.2.5)。

## 5.10 样品的分用和重用

当从交货批中取得的样品需要分别测定品质特性时,可分用和重用样品进行化学分析、水分、粒度分布测定。

## 5.11 破碎和研磨

当需要用适当的破碎和研磨设备对不同粒度和硬度的红土镍矿进行破碎和研磨时,应用同种类红土镍矿清洗破碎机和研磨机。破碎和研磨不能引起红土镍矿化学成分(如化合水)的变化。

## 5.12 混合

应充分混合样品,否则会造成样品缩分偏差。可以用机械和手工进行混合,机械混合应根据样品量和样品粒度选择合适的混合机。

## 5.13 预干燥

当样品很湿或很粘而无法进行样品制备时,样品应在空气中风干或在 105 °C 以下干燥至可以顺利进行样品制备。

## 5.14 取样和样品制备的基本要求

5.14.1 取样和样品制备过程不应污染样品,所用设备的材质不应引起样品品质特性和物理性能的变化。

5.14.2 应经常进行取样和样品制备的精密度校核试验,避免取样和样品制备程序发生偏离。

# 6 设备

## 6.1 取样器具

取样器具应保证不引入取样偏差。如果用取样铲进行取样,取样铲的尺寸应符合图 1 和表 5 的要求。

注:也可使用其他的机械取样装置采取份样,取样装置的开口应不小于表 5 规定的最大粒度的 3 倍。

表 5 取样铲尺寸

铲号	最大粒度/mm	取样铲尺寸/mm			
		<i>a</i>	<i>b</i>	<i>c</i>	<i>d</i>
150D	150	450	190	380	170
125D	125	380	160	320	150
100D	100	300	130	260	120
70D	71	200	100	170	80
50D	50	150	75	130	65
40D	40	120	65	100	50
30D	31.5	90	50	80	40
20D	22.4	80	45	70	35
15D	16	70	40	60	30
10D	10	60	35	50	25
5D	5	50	30	40	0
3D	2.8	40	25	35	0
1D	1	30	15	25	0
0.5D	0.5	20	10	20	0
0.25D	0.25	15	10	12	0

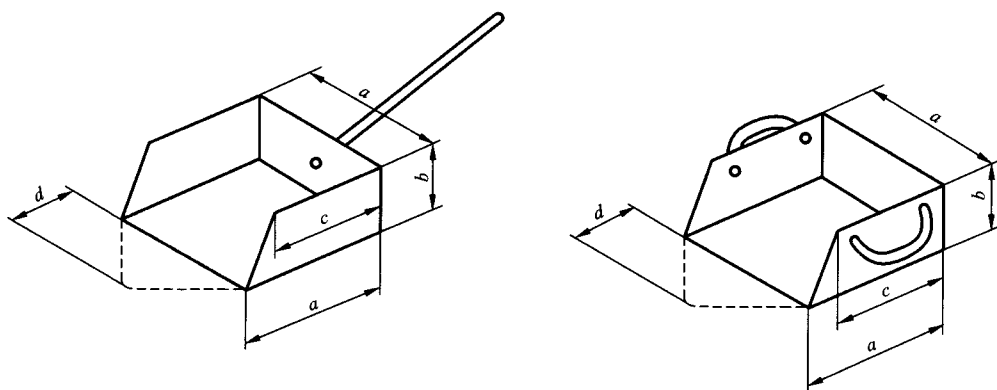


图 1 取样铲

注：取样铲可有三角形的尖，以方便插入红土镍矿中，详细尺寸见表 5 和表 8。

## 6.2 样品制备设备

可供使用的样品制备设备有：

- a) 破碎机；
- b) 研磨机(如盘磨粉碎机)；
- c) 鼓风干燥箱，箱内温度能控制在  $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ ；
- d) 混合器(如果需要)；

- e) 二分器,详细尺寸见附录 A;
- f) 如果需要,采用机械样品制备设备。

## 7 取样方法

### 7.1 从传送带上取样

7.1.1 当从固定的传送带采取份样时,取样器应有适当的开口尺寸,能够截取全宽、全厚的红土镍矿流。取样器的尺寸应能够采取不少于表 2 规定的最小份样量的份样,并且不小于最小份样铲的尺寸(如 60 mm)、矿石最大粒度的 3 倍。

7.1.2 当从运行的传送带上采取份样时,应使用机械取样装置采取全宽、全厚的红土镍矿流。

7.1.3 当红土镍矿的粒度没有很大波动和影响时,可以在传送带上任意点或在任意红土镍矿流内采取份样。

7.1.4 应采取定量间隔进行取样,并且在整个交货批内保持不变。按式(10)计算定量取样间隔:

$$\Delta m = \frac{m}{N_{\min}} \dots\dots\dots (10)$$

式中:

$\Delta m$  ——两个份样间的定量取样间隔,t;

$m$  ——交货批的质量,t;

$N_{\min}$  ——5.4.1 规定的最小份样数。

实际的取样间隔应比按照式(10)计算出的取样间隔小,以便取样操作。当红土镍矿流稳定时,质量间隔可以改为时间间隔。

7.1.5 在第一个取样间隔内任意点采取第一个份样,但不可以在第一取样间隔的起始点采取。

7.1.6 随后的份样应按固定的时间间隔采取,直到整个交货批取样完毕。

### 7.2 从货车和料箱中取样

#### 7.2.1 确定从货车或料箱中采取的份样数

7.2.1.1 当一个交货批货车或料箱的数量大于等于 5.4.1 中最小份样数时,应采取系统取样法或随机采取份样。每个货车或料箱应采取一个或更多份样。

7.2.1.2 当一个交货批的货车或料箱的数量少于 5.4.1 规定的最小份样数时,用货车和料箱数除以最小份样数,结果取整数,在每个货车和料箱上采取份样。

#### 7.2.2 从货车或料箱中采取份样的方法

7.2.2.1 应从卸货过程中新露出的红土镍矿表面进行取样。

7.2.2.2 当在货车或料箱的表面和底部、前面和后面、左边或右边取样会产生偏差时,应尽可能在不同的位置或每层上进行取样。

7.2.2.3 应进行偏差试验检查取样器具采取红土镍矿表面样品可能带来的取样偏差。

### 7.3 从船或料堆上取样

#### 7.3.1 船上取样

##### 7.3.1.1 采取份样的时间和部位

应当在红土镍矿卸货过程中新露出的表面上进行取样。

### 7.3.1.2 采取份样方法

按照 5.3.1 规定确定从船上采取的最小份样数,依据每个货舱货物的质量大小,按比例从每个货舱采取份样。如果货舱少,可在整个交货批装卸过程中均匀采取份样。

### 7.3.1.3 采取份样的其他场所

当从新露出的红土镍矿表面取样可能引入较大偏差时,可在传送带或其他场所进行取样。

### 7.3.2 料堆上取样

7.3.2.1 按照 7.1 的规定,在料堆形成或转运时进行取样。

7.3.2.2 不应在固定的料堆上取样。如果这样做,可能会引入较大偏差,从而降低取样总精密度。

### 7.4 从集装袋中取样

7.4.1 当交货批的集装袋数不少于 5.3.1 规定的份样数时,应采用系统取样法或随机选取待取样的集装袋;当交货批的集装袋数少于 5.3.1 规定的份样数时,选取所有的集装袋。

7.4.2 在红土镍矿装倒袋的过程中,按照 7.1.2 的要求从选取的集装袋中采取份样。

## 8 样品制备方法

### 8.1 份样合并

#### 8.1.1 质量间隔采取的份样的合并

##### 8.1.1.1 份样组成副样或大样

8.1.1.1.1 当份样质量的变异系数不大于 20% 时,不论采取定比缩分或定量缩分,皆可在适当阶段将份样合并成副样或大样。

8.1.1.1.2 当份样质量的变异系数大于 20% 时,不能将份样合并成副样或大样,而应按以下步骤进行:

- a) 在定比缩分份样的适当阶段,将份样组成副样或大样;
- b) 将每个份样分别制备成品质特性测定用样品。

##### 8.1.1.2 副样组成大样

副样不需缩分时,按照 8.1.1.1 规定将副样组成大样。副样需要缩分时,按照以下步骤将副样组成大样:

- a) 如果每个副样中的份样数相同,可采用定比缩分或定量缩分方法。
- b) 如果每个副样中的份样数不同,只能采用定比缩分方法。

#### 8.1.2 时间间隔采取的份样的合并

##### 8.1.2.1 份样组成副样或大样

8.1.2.1.1 不用考虑份样质量的变异系数,将份样组合成副样或大样。

8.1.2.1.2 当用单独缩分的每个份样组成副样或大样时,只能采取定比缩分方法。

##### 8.1.2.2 副样组成大样

副样不需缩分时,按照 8.1.2.1 规定将副样组成大样,无需考虑副样质量的偏差。当用缩分的副样

组成大样时,缩分副样采用定比缩分方法。

## 8.2 缩分方法

### 8.2.1 总则

对于最大粒度为 31.5 mm 的红土镍矿,可采用手工份样缩分法、手工二分器法、机械缩分法。

对于最大粒度为 10 mm 的红土镍矿,可采用圆锥四分法。

### 8.2.2 手工份样缩分法

#### 8.2.2.1 概述

按照 8.2.2.2、8.2.2.3 和 8.2.2.4 的规定,用取样铲进行手工份样缩分。手工份样缩分法能得到较好的精密度和高的缩分比。

#### 8.2.2.2 份样量

最小份样量见表 6。

表 6 样品的最大粒度和最小份样量

最大粒度, $W_5$	最小份样量/g
$22.4 \text{ mm} < W_5 \leq 31.5 \text{ mm}$	1 000
$16 \text{ mm} < W_5 \leq 22.4 \text{ mm}$	600
$10 \text{ mm} < W_5 \leq 16 \text{ mm}$	400
$5 \text{ mm} < W_5 \leq 10 \text{ mm}$	250
$2.8 \text{ mm} < W_5 \leq 5 \text{ mm}$	150
$1 \text{ mm} < W_5 \leq 2.8 \text{ mm}$	80
$500 \mu\text{m} < W_5 \leq 1 \text{ mm}$	40
$250 \mu\text{m} < W_5 \leq 500 \mu\text{m}$	20
$160 \mu\text{m} < W_5 \leq 250 \mu\text{m}$	10
$W_5 \leq 160 \mu\text{m}$	5

#### 8.2.2.3 份样数

手工份样缩分法的份样数见表 7。

表 7 手工份样缩分法的份样数

缩分样品	最小份样数
大样	20
副样	12
份样	4

## 8.2.2.4 缩分

8.2.2.4.1 将样品(最大粒度 31.5 mm)放在光滑的钢板上,样品的堆积厚度见表 8。

表 8 样品的最大粒度、堆积厚度和份样铲缩分方法

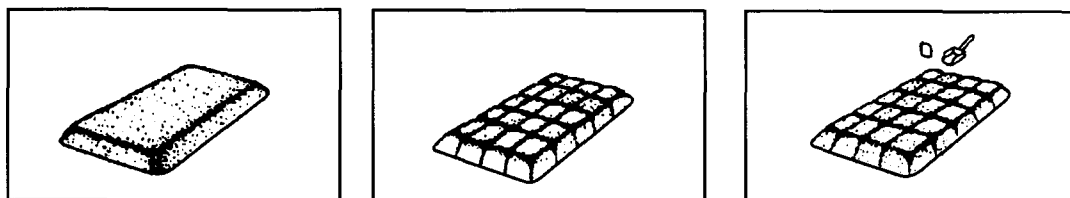
最大粒度, $W_5$	样品堆积厚度/mm	缩分用取样铲	
		取样铲号	体积(近似)/ $\text{cm}^3$
$22.4 \text{ mm} < W_5 \leq 31.5 \text{ mm}$	40~50	30D	380
$16 \text{ mm} < W_5 \leq 22.4 \text{ mm}$	35~45	20D	270
$10 \text{ mm} < W_5 \leq 16 \text{ mm}$	30~40	15D	180
$5 \text{ mm} < W_5 \leq 10 \text{ mm}$	25~35	10D	120
$2.8 \text{ mm} < W_5 \leq 5 \text{ mm}$	20~30	5D	70
$1 \text{ mm} < W_5 \leq 2.8 \text{ mm}$	15~25	3D	38
$500 \mu\text{m} < W_5 \leq 1 \text{ mm}$	10~20	1D	16
$250 \mu\text{m} < W_5 \leq 500 \mu\text{m}$	5~10	0.5D	4
$W_5 \leq 250 \mu\text{m}$	5~10	0.25D	2

8.2.2.4.2 将样品按照表 8 规定的最小份样数分成质量大致相等的部分。

8.2.2.4.3 按照样品的最大粒度选择适合的取样铲,从第一部分样品中采取一满铲份样,并将其合并在一起(见图 2)。取样铲应在每部分上随机选取位置,插入样品底部。推荐在取样铲前使用一个平板,当取样铲插入时与取样铲成  $90^\circ$ ,使取样不产生偏差。

8.2.2.4.4 当缩分样品的质量小于品质特性测定用量时,应增加所采取的份样量或份样数。

8.2.2.4.5 不能只从边缘采取份样。



- 1) 将样品堆成厚度均匀的长方形。 2) 分成 20 等份,例如纵向 5 等份, 横向 4 等份。 3) 将样铲插入样品层底部,从 20 个份样中的每份采取一份样铲样品,混合这 20 铲样品。

图 2 手工份样缩分方法制备大样示意图

## 8.2.3 手工二分器法

## 8.2.3.1 概述

按照 8.2.3.2 和 8.2.3.3 规定,用手工二分器法缩分最大粒度为 31.5 mm 的样品,二分器的型号参见附录 A。

8.2.3.2 选择二分器

根据样品的最大粒度,从表 9 中选择一个合适的二分器。

表 9 样品最大粒度和二分器尺寸

最大粒度, $W_5$ /mm	二分器号	二分器开口宽度/mm
$22.4 < W_5 \leq 31.5$	60	$60 \pm 1$
$16 < W_5 \leq 22.4$	50	$50 \pm 1$
$10 < W_5 \leq 16$	30	$30 \pm 1$
$5 < W_5 \leq 10$	20	$20 \pm 1$
$2.8 < W_5 \leq 5$	10	$10 \pm 0.5$
$W_5 \leq 2.8$	6	$6 \pm 0.5$

8.2.3.3 缩分

8.2.3.3.1 将待缩分样品混合后放入给样器中,轻轻摇动给样器,使样品成直角进入受样器并缩分成两份,随机地选取其中的一份。

8.2.3.3.2 注意二分器的槽沟中不得残留样品。

8.2.4 圆锥四分法

8.2.4.1 将待缩分的最大粒度为 10 mm 的样品置于洁净、平整的钢板上,堆成圆锥形。每铲自圆锥顶尖落下,使样品从锥顶均匀地散落在圆锥的周围,注意保持堆尖中心不变。

8.2.4.2 重复上述转堆操作至少三次,使样品充分混匀。用取样铲或平板将圆锥顶压成大小、厚度一致的平面,用十字板将样堆分割成四等份,随机取出二个对角的等份。

8.2.4.3 重复操作数次,直至缩分至该粒度的最小留量。

8.2.5 机械缩分法

8.2.5.1 根据样品粒度选择合适规格的定比缩分器或定量缩分器。

8.2.5.2 机械缩分设备应是密闭的,避免样品受到污染。为防止细粉和水分的损失,应尽量减少通过设备的空气量。

8.2.5.3 当份样的变异系数 CV 小于 20% 时,即可定比缩分或定量缩分后合并成大样或副样,也可以先合并成大样或副样后再定比缩分或定量缩分;当份样的变异系数 CV 等于或大于 20% 时,应将份样定量缩分后再合并成大样或副样。

8.3 样品破碎和研磨

8.3.1 破碎样品应使用机械破碎设备,手工破碎仅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。

8.3.2 根据样品硬度、粒度和用途选用合适的破碎机和研磨机,并定期校核破碎机和研磨机的性能。

8.3.3 不使用易发热的或空气流动性大的非密闭式破碎机破碎水分样品。

8.3.4 不使用易发热的研磨机研磨样品,推荐使用直通式研磨设备,避免样品中化合水发生分解。

8.3.5 破碎或研磨前,用同一物料清洗破碎机或研磨机。

#### 8.4 测试用样品的制备

##### 8.4.1 粒度测定用样品的制备

可用份样组成副样或大样制备粒度测定用样品。

##### 8.4.2 水分测定用样品的制备

8.4.2.1 定量采样时,可以从每个份样、每个副样或大样中采取水分测定用样品;定时采样时,从每个副样或大样中采取水分测定用样品,应保证得到规定量的水分测定用样品。

8.4.2.2 按照 8.3 规定小心快速地将水分测定用样品破碎到 $\leq 10$  mm,再按照 8.2.2 规定缩分。水分测定用的试料数应符合表 10 规定的数量要求。当样品发粘或过湿而难于进行破碎和缩分时,将样品预干燥。干燥后的水分样品可以用作化学分析用样品。

8.4.2.3 在测定水分含量前,水分样品应保存于密闭、不吸湿的容器中,防止水分变化。

表 10 水分测定用试料数

试样制备	交货批的副批数/个	待测定的试料数/个
由大样制备试样	—	4
由副样制备试样	2 3~7 $\geq 8$	每个副样 4 每个副样不少于 2 1
由份样制备试样	—	$\geq 1$

##### 8.4.3 化学分析用样品的制备

8.4.3.1 按图 3 所示的方法制备化学分析用样品,样品量不少于 400 g,粒度不大于 160  $\mu\text{m}$ 。

注:由于红土镍矿含有显著量的化合水,应采取不产生过多热量而改变样品化学成分的工艺制备样品,如研碎更少的物料来减少研磨时间、使用单路直通型研磨机、用获得需要的标称最大粒度的最少时间研磨、玛瑙和研杵或其他合适的手工研磨。

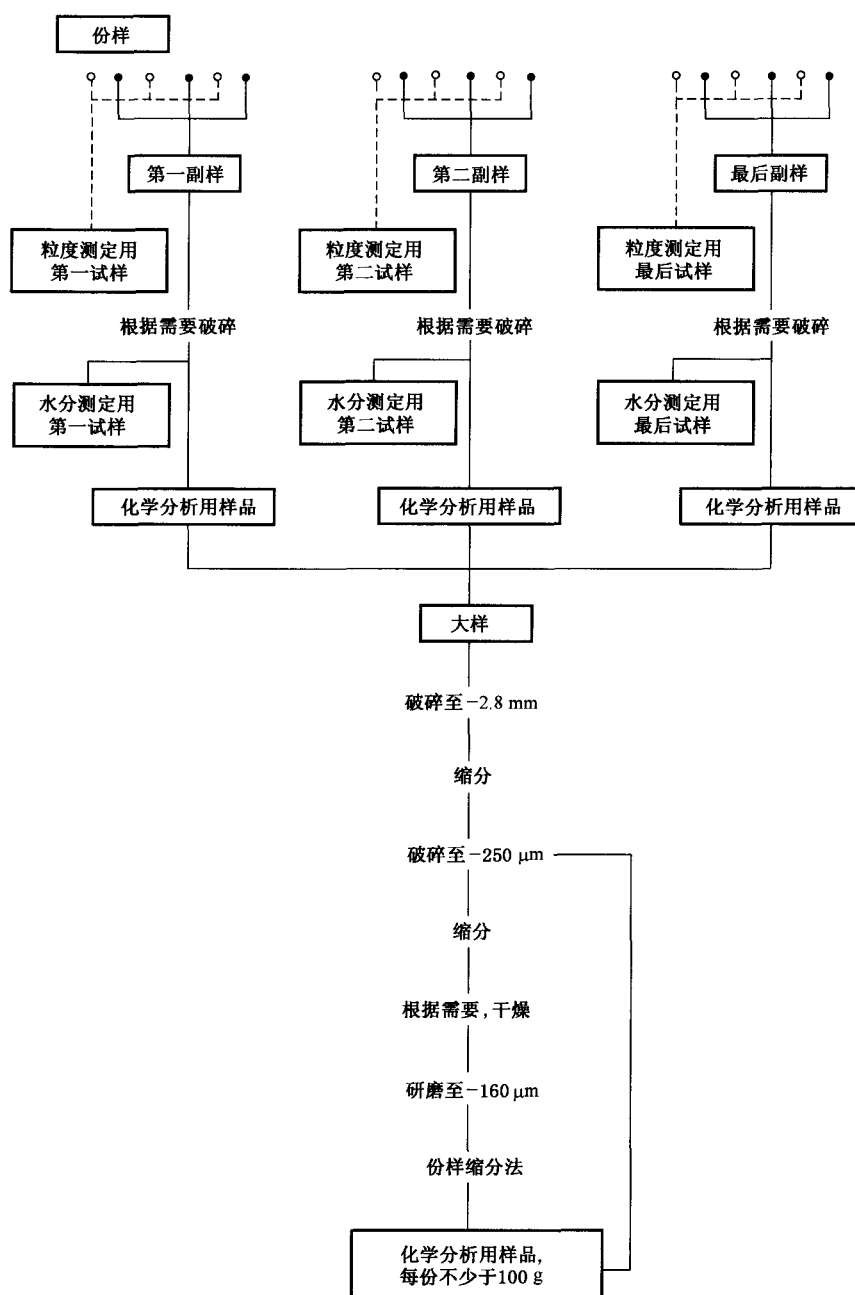


图3 样品制备工艺示意图

8.4.3.2 按照 8.2.2 的规定采用手工份样缩分法制备化学分析用样品。

8.4.3.3 如采取非人工缩分方法制备化学分析用样品时,应将样品缩分至表 11 规定的样品最小保留量。

8.4.3.4 将制备出的  $-160\ \mu\text{m}$  的化学分析用样品分成四等份,每份 100 g。

表 11 手工份样缩分法制备化学分析和水分测定用样品的最小保留量

最大粒度, $W_5$	最小样品保留量/kg	
	大样	副样或份样
$22.4 \text{ mm} < W_5 \leq 31.5 \text{ mm}$	60	9
$16 \text{ mm} < W_5 \leq 22.4 \text{ mm}$	35	7
$10 \text{ mm} < W_5 \leq 16 \text{ mm}$	30	5
$5 \text{ mm} < W_5 \leq 10 \text{ mm}$	17	4
$2.8 \text{ mm} < W_5 \leq 5 \text{ mm}$	8	2.5
$1 \text{ mm} < W_5 \leq 2.8 \text{ mm}$	5	1.5
$500 \mu\text{m} < W_5 \leq 1 \text{ mm}$	1.5	1.0
$250 \mu\text{m} < W_5 \leq 500 \mu\text{m}$	1.0	0.7
$W_5 \leq 250 \mu\text{m}$	0.5	0.5

## 9 化学分析用样品的包装、标识和储存

### 9.1 包装

化学分析用样品用洁净、不污染样品和防潮的密闭容器包装。

### 9.2 标识

盛装样品的容器上或样品随附的说明上至少包括下列内容：

- 品名及种类；
- 样品编号；
- 交货批批次号(如船名、火车)、交货批质量；
- 取样时间、地点及天气情况；
- 样品制备时间、地点及天气情况；
- 其他信息(如果需要)。

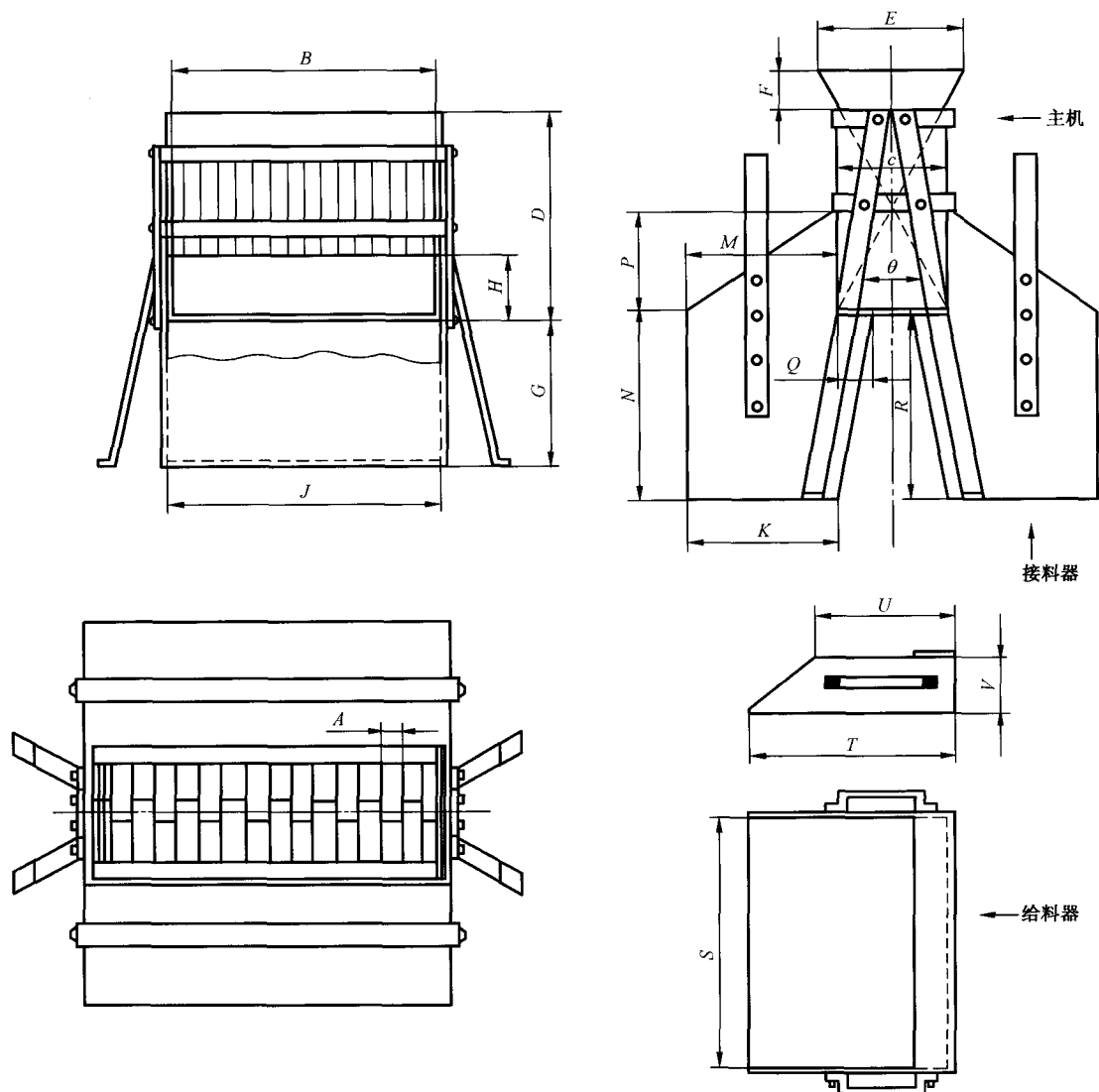
### 9.3 储存

化学分析用样品应储存于远离热源的干燥、阴凉处。

附 录 A  
(资料性附录)  
不同的二分器尺寸

表 A.1 二分器尺寸

二分器 型号	二分 器号	尺寸 mm																			
		主机										接料器						给料器			
		A <sup>a</sup>	B	C	D	E	F	G	H	J	K	M	N	P	Q	R	S	T	U	V	
60	12	60±1	760	300	600	360	60	340	230	770	240	240	340	300	80	340	760	400	265	200	
50	12	50±1	630	250	500	300	50	340	200	640	220	220	340	250	75	340	630	400	265	200	
30	12	30±1	380	170	340	200	30	340	140	390	220	220	340	170	55	340	380	300	200	150	
20	16	20±1	346	105	210	135	30	210	85	360	140	140	210	105	35	210	346	200	135	105	
10	16	10±0.5	171	55	110	75	20	110	45	184	65	65	110	55	20	110	171	120	70	50	
6	16	60±1	112	40	80	60	20	80	30	120	55	55	80	40	15	80	112	80	45	35	
注 1: 缩分器内部应光滑和防锈。																					
注 2: 二分器的型号不少于本表所列的型号。																					
注 3: 接料器的开口应同二分器紧密吻合以防止细粉的损失。																					
<sup>a</sup> A 是详细尺寸,其他的尺寸是近似值。																					



注:  $\theta \leq 60^\circ$ 。

图 A.1 二分器示例

## 参 考 文 献

- [1] GB/T 2007.1—1987 散装矿产品取样、制样通则 手工取样方法[S].
  - [2] GB/T 10322.1—2000 铁矿石取样和制样方法[S].
  - [3] GB/T 25952—2010 散装浮选镍精矿取样、制样方法[S].
  - [4] DZ/T 0130.2—2006 地质矿产实验室测试质量管理规范 第二部分 岩石矿物分析试样制备[S].
  - [5] SN/T 1797.1—2008 铁矿石安全卫生检验技术规范 第1部分 取样 手工法[S].
  - [6] 蒋晓光,林忠,王艳君,等.样品制备对褐铁矿总铁含量测定结果的影响[J].冶金分析,2009,29(12):57-60.
  - [7] 蒋晓光,宋承钢,陈兆君,等.红土镍矿取样精密度研究[J].冶金标准化与质量,2013,51(3):39-40+46.
  - [8] 苏征,张岳胜,程蕾.散装红土镍矿取制样方法研究[J],冶金分析.2012,32(11):76-80.
  - [9] 蒋晓光,刘明扬,宋承钢,等.散装红土镍矿品质波动评定研究[J].检验检疫学刊,2013,23(4):32-34.
  - [10] ISO 3082-2009 Iron ores—Sampling and sample preparation procedures[S].
-