

散装锰矿石取样、制样方法

GB 2011-87

Method of sampling and sample preparation of manganese ores in bulk

代替 GB 2011-80

1 适用范围

本标准适用于散装锰矿石化学成分、水分、粒度及其他物理项目检验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 2007.1~2007.7中的规定。

4 一般规定

4.1 本标准规定取样、缩分、测定总精密度 β_{SDM} 及取样精密度 β_s 以Mn%计(概率为95%)及取样单元数,规定如表1、表2。

表1 一批锰矿石中应取份样的最少个数和精密度

份样数 n 批 量, t	品质波动, %			β_{SDM}	β_s	取 样 单元数
	大 $S_w > 2.0$	中 $2.0 > S_w > 1.5$	小 $S_w < 1.5$			
10 000以上~20 000	210	140	70	0.61	0.43	2
5 000以上~10 000	180	120	60	0.63	0.46	2
2 000以上~5 000	150	100	50	0.79	0.51	1
1 000以上~2 000	120	80	40	0.83	0.57	1
500以上~1 000	90	60	30	0.88	0.65	1
500及以下	60	40	20	1.00	0.80	1

表 2 二级取样应取最少车数 (m)

批 量 t	总车数 M	车间品质波动标准偏差 S_b								
		大			中			小		
		车内品质波动标准偏差 S_w								
		大	中	小	大	中	小	大	中	小
10 000以上~20 000	167~234	83	74	71	61	51	46	47	35	30
5 000以上~10 000	84~167	56	50	46	45	37	34	37	28	23
2 000以上~5 000	34~84	30	27	26	28	23	21	25	19	16
1 000以上~2 000	17~34	17	15	15	17	14	13	17	13	11
500以上~1 000	9~17	9	9	8	9	9	8	9	8	7
500及以下	9	9	8	8	9	8	7	9	7	6

注：本表各项精密度要求同表1。

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 交货批量大于表 1 所列批量时，按 GB 2007.1 中 3.24 条分为数个取样单元，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 如锰矿石的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 2007.3~2007.5 执行。水分和粒度测定参照 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数。

5.1.5 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。

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 决定取样部位和取样方法。

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	25					
100	15	300	110	300	220	100
50	10	150	75	150	130	65
22.4	5	80	45	80	70	35
10	2	60	35	60	50	25

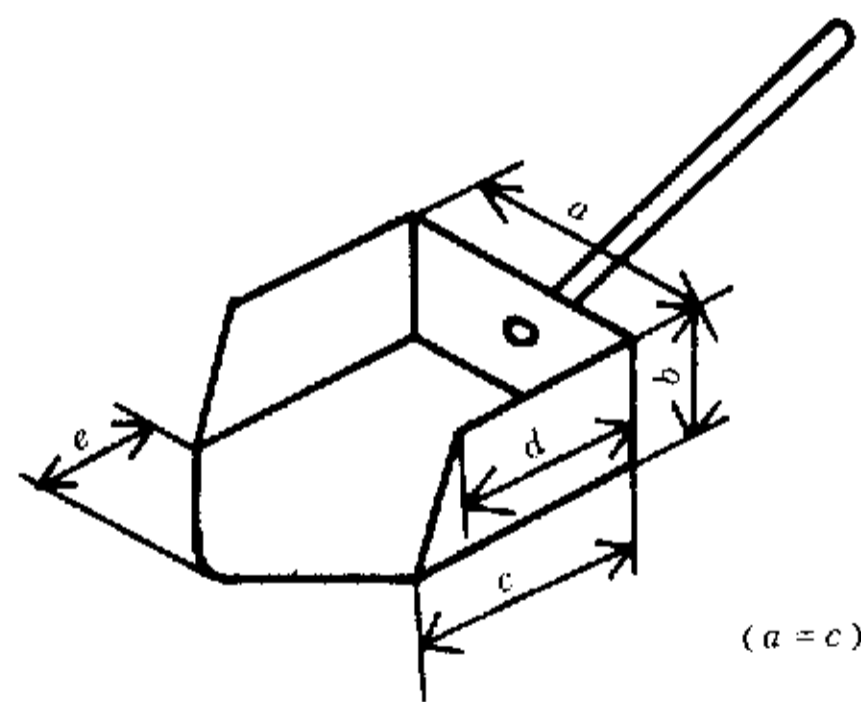


图 1 取样铲

注：其他取样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最少份样数按表 1 规定。

表 1 中 S_w 表示取样批、取样单元或层内份样间标准偏差， 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，对品质波动类型未知的和需要做粒度检验的锰矿石，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按表 3 规定。所取的每个份样数应大致相等，其变异系数 CV 不得超过 20%。

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

5.5 取样方法

5.5.1 系统取样法

在一批散装锰矿石装卸、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 (1) 计算：

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

式中： T ——取样的质量间隔，t；

Q ——批量，t；

n ——表 1 规定份样数（见表 1）；

T' ——取样时间间隔，min；

G ——每小时装卸量，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。如按固定间隔应取份样数已经完成，而锰矿石的装卸、加工或衡量尚在进行，应仍按原定间隔继续取份样，直至整批锰矿石移动完毕为止。

如在运输带上或落口处取份样，须截取锰矿石流的全截面，如在用抓斗、吊兜、铲车及其他工具装卸或堆垛过程中取样，则应在装卸或堆垛过程中新露出面上取样，也可在装卸工具中取样，取样点应均匀地分布在整批锰矿石的各个部位，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，所得大样的粒度分布应与整批锰矿石的粒度分布大致相符。

5.5.2 分层取样法

一批散装锰矿石装卸、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。同时必须注意粒度的比例，使每层所取样品的粒度比例与该层锰矿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：

$$n_1 = \frac{n \times Q_1}{Q} \dots\dots\dots (2)$$

式中： n_1 ——每层应取份样数；

n ——表 1 规定份样数；

Q_1 ——每层质量，t；

Q ——批量，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面上随机定点取份样。

当组成一批货物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

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60t时，则应选货车的最少个数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。

如果货车的装载量不是60t时，从每个货车中所取份样个数n₃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，证明无显著性差异后方可采用。

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，须将整批锰矿石分成几部分，将每一部分的份样制备成副样，测定水分。

5.6.2 水分、粒度测定可参照GB 2007.6及GB 2007.7进行。测定水分温度可控制在105℃±5℃，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：附玛瑙研钵；
- f. 二分器(见图2)；

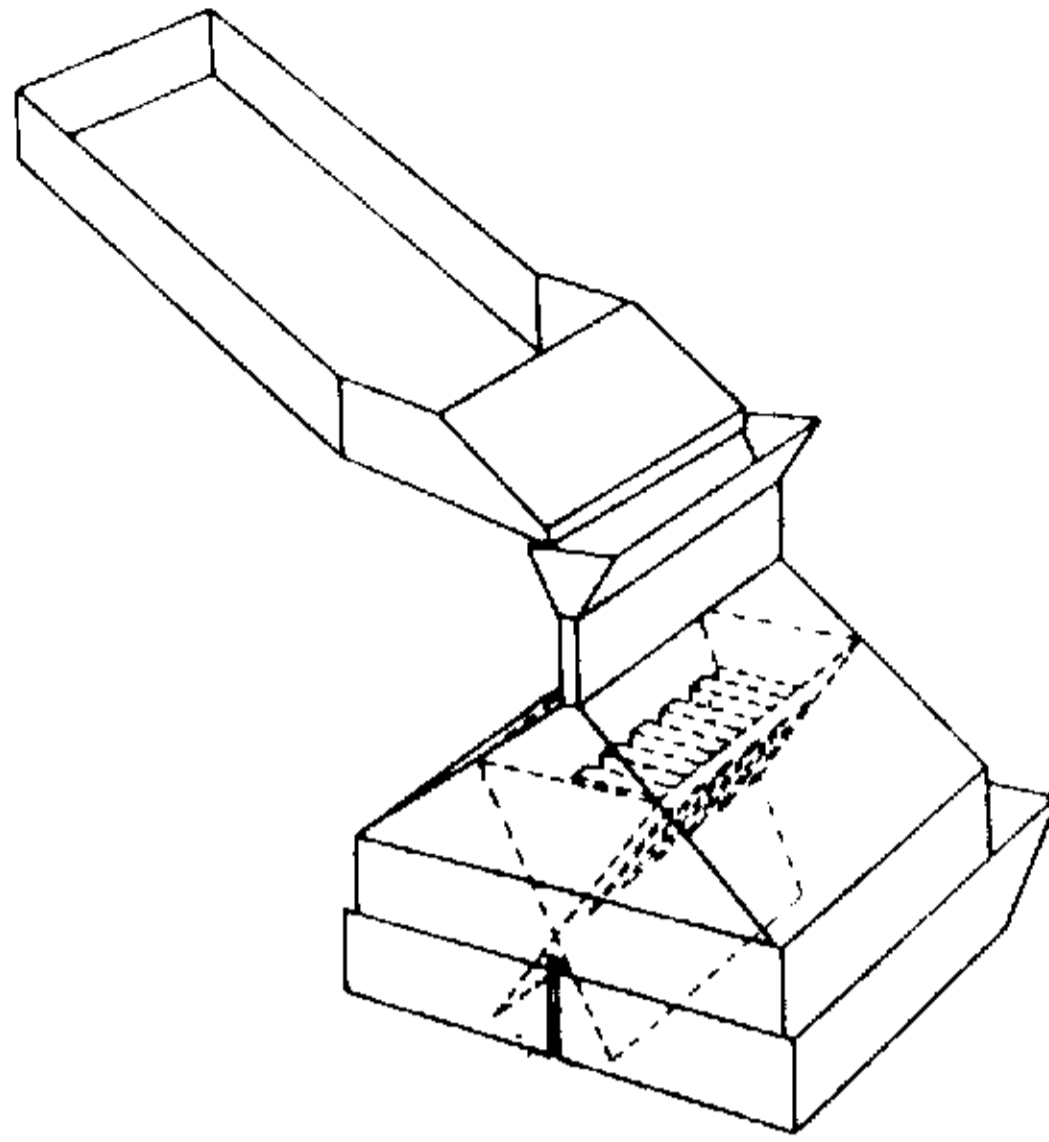


图 2 密封式二分器

g. 分样铲 (见图 3) 及挡板;

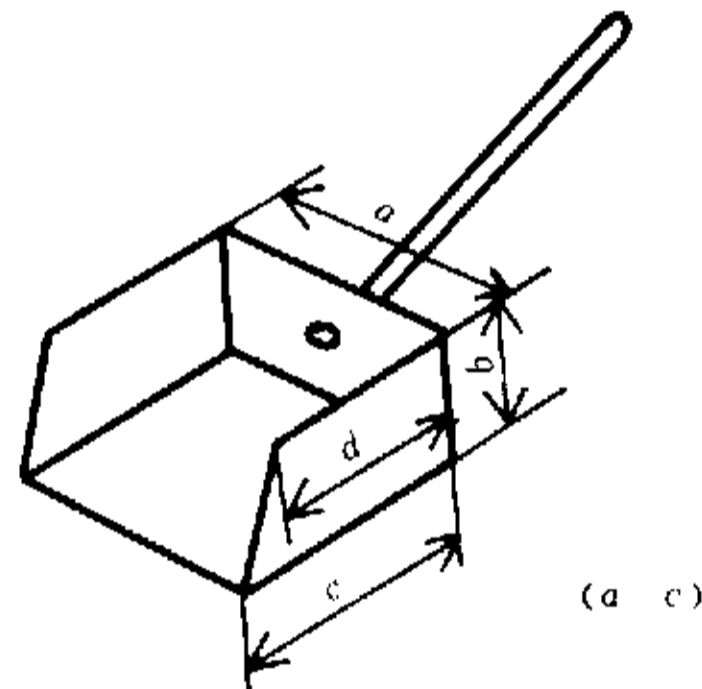


图 3 分样铲

- h. 分样筛: 22.4mm, 11.2mm, 1mm方孔筛, 80目筛 (筛孔180 μ m);
- 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 $\pm 5^{\circ}\text{C}$ 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成分有变化和污染。制备水分样品应防止水分变化。

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 $^{\circ}\text{C}$ 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 (6) 计算预先干燥水分 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。手工破碎只限于破碎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，要求全部样品一次破碎至规定粒度。

制样前用本批锰矿石（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。1 mm以下样品也可三次转堆混合。

6.3 样品的缩分

可采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，所用的二分器需参照GB 2007.4和GB 2007.5进行精确度和系统误差校验，证明是符合要求的方能使用。

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（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，必须清理后再继续操作）；
- c. 通过二分器的样品收集于二个接受器内；
- d. 随机选择一个接受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在接受器内交替收集保留样品。接受器应与主体密合，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 最小缩分留样量

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
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 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）用挡板垂直插至平堆底部，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 5 样品粒度，样品层厚度及分样铲尺寸

样品最大粒度 mm	样品层厚度 mm	分样铲尺寸, mm					分样铲容量 cm^3
		a	b	c	d	材料厚度	
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

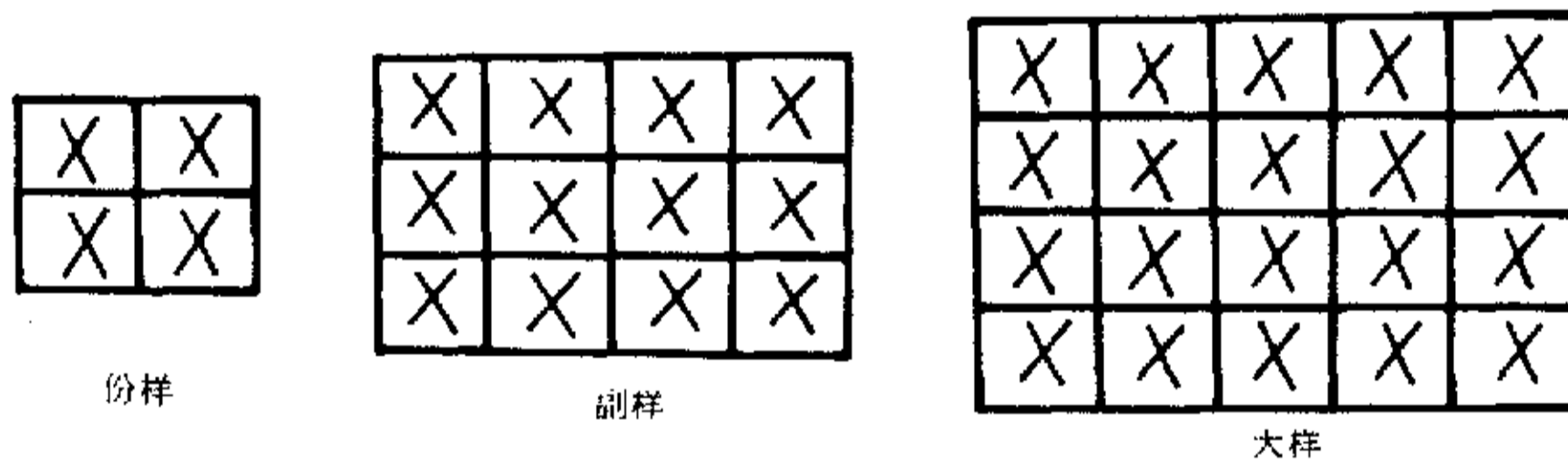


图 4

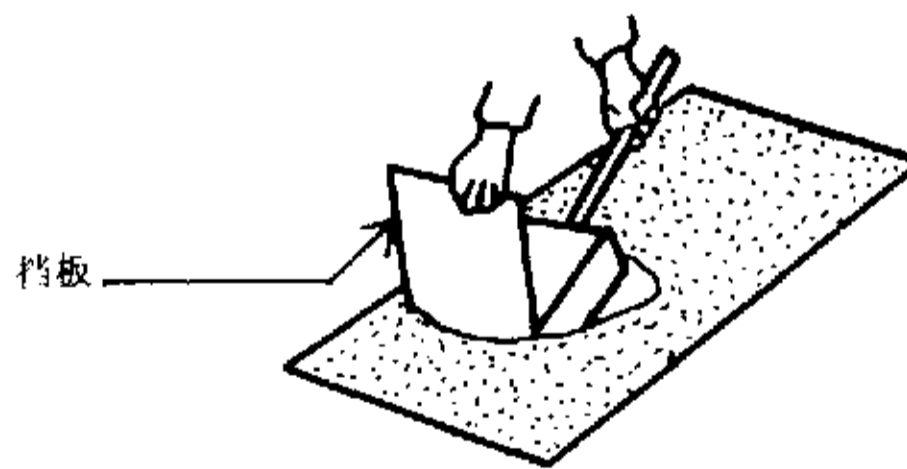
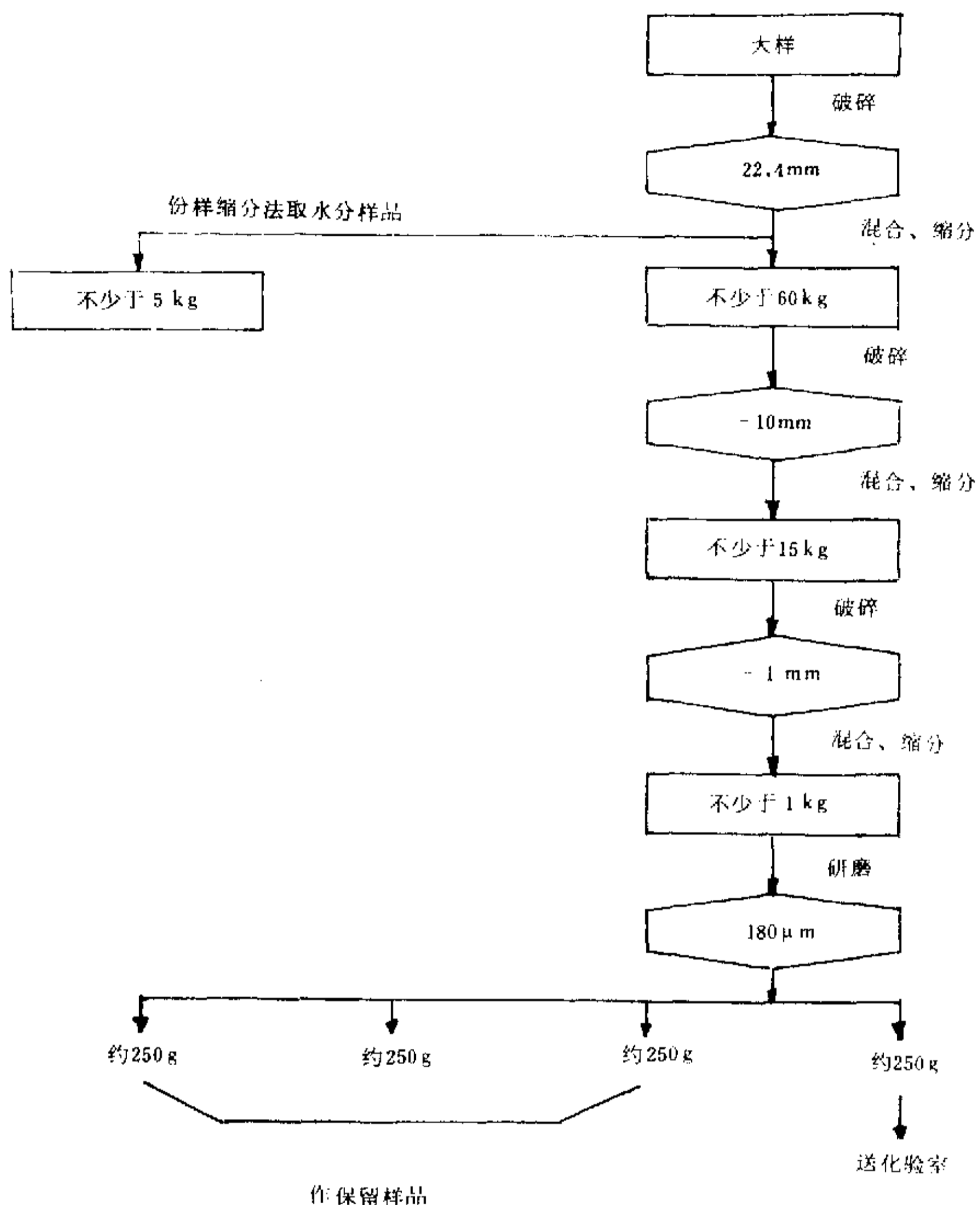


图 5

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，如此反复至少转堆三次，使充分混匀，然后将圆锥顶尖压平，用十字板自上插下，分成四等分，任取二个对角的等分，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，故样品粒度大于 1 mm 不宜使用圆锥四分法。

6.4 制样程序示例（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中，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广西进出口商品检验局负责起草。

本标准主要起草人黄大胜。