ICS 13.030.01

CCS H04

团体标准

T/CNIA XXX-202X

含铜污泥取制样方法

Methods for sampling and sample preparation of copper-containing sludge（预审稿）

**20××-××-××发布**

**20××-××-××实施**

**发布**

**发布**

中 国 有 色 金 属 工 业 协 会 发布

中 国 有 色 金 属 学 会

**发布**

**前 言**

本文件按照GB/T 1.1－2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

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专利的责任。

本文件由中国有色金属工业协会提出。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC243）归口。

本文件起草单位： 江西华赣瑞林稀贵金属科技有限公司、大冶有色金属集团控股有限公司、中条山有色金属集团有限公司、昆明理工大学、广东省科学院工业分析检测中心、北矿检测技术有限公司、白银有色西北铜加工有限公司、山东恒邦冶炼股份有限公司、河南豫光金铅股份有限公司、富民薪冶工贸有限公司。

本文件主要起草人：

# 含铜污泥取制样方法

## 1 范围

本文件规定了含铜污泥取制样的一般要求、取样、制样、水分测定，及试样的保存和标签。

本文件适用于含铜废水处理、线路板生产(刷板、图形电镀铜、蚀刻、酸洗、水洗等)、电镀、表面处理等行业产生的含铜污泥。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该注日期对应的版本适用于本文件；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 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 2007.6 散装矿产品取样、制样通则 水分测定方法—热干燥法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语及定义

GB/T 2007.1界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

含铜污泥 copper-containing sludge

废水（液）处理过程中形成的主要含有铜化合物等沉淀的污泥。

## 4 一般要求

4.1 含铜污泥应按照不同种类或不同含量进行分类，包装应采用袋装方式。

4.2含铜污泥的检验元素按供需双方约定的项目以及国家和地方规定的检测元素进行确定。

4.3含铜污泥运输应满足防雨、防渗漏、防泼撒及其他防止污染环境的要求。

4.4取样、制样所用设备、工具和盛样容器必须保持清洁、干燥、耐用。

4.5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。

4.6整个取样、水分测定、制样过程应遵守有关的安全操作规程，并正确穿戴劳动保护用品（防护服、防毒面具或口罩、防护眼罩、乳胶手套等）。

## 5 取样

## 5.1取样设备与工具

5.1.1 取样钎，其规格尺寸见图1。

5.1.2 取样铲。

5.1.3 带盖盛样桶或塑料盛样袋。

 

##  图1 取样钎

## 5.2 取样方法

5.2.1 每个批次总量不大于30t，同一批次应为同一供货单位、同一来源、同一品级的含铜污泥组成。

5.2.2对于袋装1000kg左右包装的含铜污泥，应逐袋随机采取份样，取样钎垂直插入底部采取份样，包装袋（或容器）的中间区域和边缘区域应取相同份样数或从袋口任一位置沿对角线插入底部采取份样，份样量不少于400g。

5.2.3 对于袋装50～100kg的小袋污泥，按照质量间隔抽取样袋，在抽取的样袋中用取样钎沿对角线插入样袋采取份样。

5.2.4 对于有结块的含铜污泥，按照一定比例抽取样袋，然后将包装袋破开倒入专门的污泥贮存点铺平布点取样。

5.2.5 检验批总取样量不少于10kg。

## 6 制样

6.1制样设备和工具

6.1.1 密封式制样粉碎机。

6.1.2 恒温鼓风干燥箱。

6.1.3 电动搅拌器和塑料搅拌桶。

6.1.4 防吸水耐酸胶皮

6.1.5标准筛。

6.1.6 缩分板、分样铲、毛刷、钢丝刷。

6.1.7 搪瓷（或不锈钢）干燥盘。

## 6.2制样步骤

6.2.1确定试样是否合并或重用，试样不易氧化，而烘干后的水分试样又具有代表性，可重用于制备成分试样；当试样兼用时，由于含铜污泥水分和粘性较大，可以在不高于105℃±5℃的恒温鼓风干燥箱或空气中进行预干燥至制样不发生困难为止。

6.2.2试样经充分混匀、缩分后，取两份试样，每份不少于1500g，测定水分后，干样按比例组合混匀、缩分后试样量不少于400g，经研磨后全量自由通过0.098mm标准筛，缩分成四份，一份备查样，一份供方样，一份分析样，一份仲裁样，每份样不少于100g。

6.2.3所有试样均需用密封袋包装，防止吸潮，并放入干燥箱内或干燥器皿中保存。试样重用见图2，试样兼用见图3。

测定水分

原始大样

混匀

缩分

水分试样（不少于1500g）

水分试样（不少于1500g）

余样

干燥

测定水分

按比例合成

成分试样（不少于400g）

研磨（全量通过0.098mm）

缩分装袋

分析样

供方样

仲裁样

备查样

干燥

水分差值不超过0.5%，取平均值

图2 制样流程图（试样重用）

测定水分

原始大样

混匀

缩分

水分试样

干燥

成分试样（不少于400g）

研磨（全量通过0.098mm）

缩分装袋

分析样

供方样

仲裁样

备查样

干燥

水分试样

缩分

测定水分

成分试样（不少于1500g）

比例合成

余样

成分试样（不少于1500g）

余样

干燥

水分差值不超过0.5%，取平均值

图3 制样流程图（试样兼用）

## 6.3混匀方法

6.3.1 搅拌法（适用于原始大样和水分试样）

将试样全部倒入塑料搅拌桶内，开启电动搅拌开关，按照顺时针方向从外向里螺旋搅拌，再从下到上匀速搅拌，重复上述操作使试样充分混匀，搅拌时间一般不超过5分钟。

6.3.2 滚动法（适用于烘干后的试样）

将试样置于洁净的胶皮上，用缩分样板将试样充分压碎，提起胶皮对角反复来回滚动，注意要将试样滚过中心线，重复操作使试样充分混匀。

## 6.4.缩分方法

缩分方法参照GB/T2007.2-87要求进行，在具体制样过程中可使用下列任何一种方法或两种方法并用。

6.4.1 份样缩分法

原始大样在经过混匀后第一次缩分及制备水分试样时使用本方法。将试样置于干燥、洁净的胶皮上，将其平铺成厚度均匀的长方形平堆，然后将长方形平堆划分成等分的网格，缩分大样时不少于20格。选择适当的份样铲和挡板，从每一格中任意部位，从上到下垂直插入，铲取等量的一铲集合为缩分试样，如果缩分后的试样质量小于所需质量，应增加每铲的质量或网格数。

6.4.2圆锥四分法

将试样置于平整、洁净的胶皮上，堆成圆锥形，然后转堆。每铲沿圆锥顶尖均匀散落，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，用十字分样板自上而下将试样分成四等份，任取对角两部分，其余弃之。重复上述操作数次，缩分至所需样量。

## 7.水分测定

7.1 方法提要

将试样置于恒温干燥箱内，在规定的温度下干燥至恒重，根据减少的重量计算水分。

7.2 工具和设备

7.2.1 干燥盘底面为平底，耐腐蚀，高度不大于5cm。

7.2.2 恒温鼓风干燥箱 额定温度不低于300℃，精度±5℃。

7.2.3 电子天平，分度值不大于0.1g。

7.3 测定步骤

将水分试样置于已知质量（m1）的干燥盘内铺平，高度不超过30mm，并均匀划分等分网格，称量（m2），放入预调至105±5℃的干燥箱内，干燥一定时间内取出趁热称重，或在密闭干燥器中冷却至室温后称量，再次将盛有试样的干燥盘放入干燥箱内继续干燥1h，然后称量，重复上述步骤，直至最后两次称量之差不大于试样初始质量的0.1%，并记录其中质量较小的一次称量值（m3）。

7.4 数据计算

7.4.1 按式（1）计算试样的水分百分含量（ω）：

$ω=\frac{m2−m3}{m2−m1}×100$ ……………………（1）

式中：

m1——干燥盘质量，单位为克（g）；

m2——干燥盘加湿样质量，单位为克（g）；

m3——恒重后干燥盘加试样质量，单位为克（g）。

7.4.2 检验批的水分含量ωi（%）按式（2）计算，计算数值修约到小数点后第二位。

 $ω\_{i}=\frac{ω1+ω2}{2}$ ……………………………（2）

式中：

ω1、ω2——两个平行试样的水分百分含量，单位为%。

水分平行样之间差值应不大于0.5%。

### 8 试样的保存与标签

8.1 仲裁样品供需双方可现场签封，由需方保存，保存期限为60天。

8.2 每袋分析样样品重量不少于100g。

8.3 试样标签

a）试样编号；

b) 品名；

c) 检测项目；

d) 制样日期；

e) 本文件编号；

f) 其他。