



中华人民共和国国家标准

GB/T 6372—2006/ISO 607:1980
代替 GB/T 6372—1986

表面活性剂和洗涤剂 样品分样法

Surface active agents and detergents
—Methods of sample division

(ISO 607:1977, IDT)

2006-09-14 发布

2007-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准等同采用 ISO 607:1980《表面活性剂和洗涤剂 样品分样方法》(英文版)。

本标准代替 GB/T 6372—1986《表面活性剂和洗涤剂 粉状样品分样法》。

本标准与 GB/T 6372—1986 的主要差异为：

——增加了样品的保存和试验报告两章内容。

——增加了浆状和液状样品的分样方法。

——在仪器与设备一章中增加了浆状、液状样品分样所需的仪器设备的表述。

——增加了粉状样品用锥形分样器分样的方法。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由化学工业表面活性剂标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：上海染料研究所有限公司。

本标准起草人：庄永斌、徐苏梅。

本标准于 1986 年首次发布。

表面活性剂和洗涤剂 样品分样法

1 范围

本标准规定了适用于表面活性剂或洗涤剂的单一或混合粉状、浆状或液状产品的样品分样方法。

由于下列原因需对样品进行分样：

- a) 由 500 g 以上的大批混合样品中制备 250 g 以上的最终样品或实验室样品；
- b) 由最终样品制备若干份相等的实验室样品，参考样品和保存样品，每份样品质量都在 250 g 以上；
- c) 由实验室样品制备试验样品。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版本均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 4650 工业用化学产品采样词汇（GB/T 4650—1998，idt ISO 6206:1979）。

3 术语和定义

3.1

大批样品 bulk sample

不保持其个别特性所收集的样品。

3.2

混合的大批样品 blended bulk sample

采集的批样混合一起得到均一的样品。

3.3

分样 reduced sample

在不改变组成的条件下，通过减少样品的量而得到的样品。

注：在减少样品量的同时，也可能需减小样品颗粒。

3.4

最终样品 final sample

按取样方法得到或制备的样品，可以再分成试验，参考或保存用的完全相同份样。

3.5

实验室样品 laboratory sample

为了送至实验室检验或试验用而制备的样品。

3.6

参考样品 reference sample

与实验室样品同时制备，并与之等同的样品，此样品可被有关各方面接受，为在有异议时，保留用作实验室样品。

3.7

保存样品 storage sample

与实验室样品同时制备，并与之等同的样品，此样可供将来用作实验室样品。

3.8

试验样品 test sample

由实验室样品制得,从中可直接取试验份。

4 原理

用机械方法将大批样品分样,直到获得小批样品。

5 试验方法

5.1 粉状样品

以下推荐使用的两种类型适用于粉状样品分样,包括喷雾干燥粉,特别适用于干燥过程后再加入添加剂的产品。

注1: 粉体中含有干燥后加入的添加剂时,所得到的物理混合物有分离倾向。

注2: 如遇洗衣粉时,建议在通风橱内取样,需要时应戴上面罩。将加料斗的阀门关闭。

5.1.1 装置

可以用任何符合要求的装置,但推荐使用以下类型。

5.1.1.1 锥形分样器(见图1和图2)

装置应具有这样的构造,使每次分样操作所得的两份样品,在数量上相近,在性质上能代表原样。

锥形分样器(图1和图2)能很好地满足这些条件。该装置包括一个加料斗A,欲分样品经加料斗流过锥体B表面,锥体的顶部正好位于加料斗下开口的中间。流过锥体的样品转入放在转换料斗C周围一系列的受器中,该转换料斗位于锥体B的底部。各受器交替地与转换斗底部两个出口之一连接,以给出两组类似的份样。



A 加料斗



B 锥体



C 转换加料器

图1 典型锥形分样器的剖视图

单位为毫米

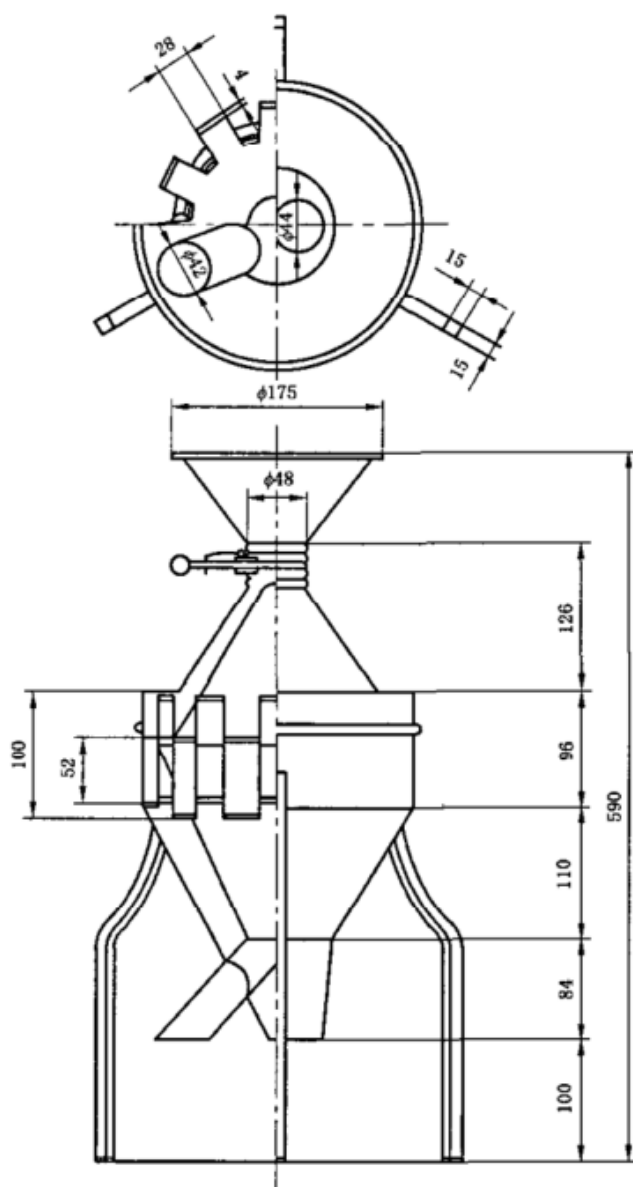


图2 典型锥形分样器图

5.1.1.2 回转分样器(图3)

包括一个加料斗,样品经加料斗,送样槽、漏斗以细流状流入装有6只接受器的转动圆盘,每个接受器沿转动竖轴对称排布,以便收集全部落下的样品。转动频率大于 40 min^{-1} 。

注:若存有细粉时应注意圆盘的转动频率不能太高。

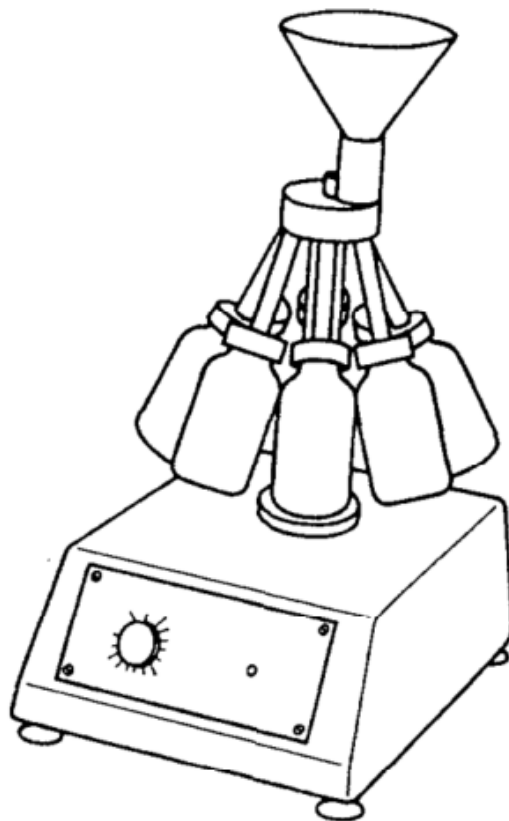


图3 典型回转分样器

5.1.2 用锥形分样器(5.1.1.1)制备分样

5.1.2.1 最终样品的制备

在锥形分样器两个出口下方各放一接受器。样品倒入加料斗中,把阀门开足使样品流入锥体,这样大批样品被分成两部分,分别在二个接受器内。保留其一份样品,将另一份弃去。再将一份新的大批样品通过锥形分样器重复上述操作,直至所有大批样品被分开。清洁装置,再将上述保留部分通过锥形分样器,重复操作,直到得到所需量的份样。

5.1.2.2 几个相同样品的制备

若所需样品数超过一个,应制备足够分样以得到 $2n$ 个相同样品,此处 $2n$ 等于或超过所需样品数。然后,采用锥形分样器将分样分 $2n$ 个相等的份样。立即把每份份样全部放入封瓶或烧瓶内。

5.1.2.3 试验样品的制备

若从实验室样品取得试验样品,需将实验室样品按 5.1.2.1 和 5.1.2.2 处理。试样量最少不应小于 10 g,否则试样可能不真正代表大批样品,从而不适于分析用。

5.1.3 用回转分样器(5.1.1.2)制备分样

5.1.3.1 最终样品的制备

将整套共八只接受器固定在转盘下的管道上,其中的一个或多个应是干净的和空的,并应标以明显的标记。将样品加入放料斗,然后开动转盘和振动器,使样品以均匀速度落至接受器。时间至少 2 min。保留收集在有标记的接受器(一个或多个)内的样品,余者弃去。

若大批样品量大于分样器的容量,则需要进行几次分样操作。每次操作后,取出标记的接受器内的样品合并于一个较大的容器内。随后还用同样标记的接受器再分样,直到全部样品被分开。

将标记接受器中收集的样品,再加入加料斗,重复此操作直到得到所需量的样品。

5.1.3.2 几个相同样品制备

若需要样品数超过一个,应制备足够分样以得到 n 个相等样品,此处 n 等于或超过所需样品数。

选择适当的标记接受器 n 个,并使全部分样通过回转分样器,应立即把每份样全部放入密闭瓶或烧瓶内。

5.1.3.3 试样制备

若从实验室样品取试样,应将实验室样品按 5.1.3.1 和 5.1.3.2 处理。

试样量最少不应少于 10 g,否则试样可能不真正代表大批样品。若大批样品不能通过一次分样得到所需量,则可将逐级分开的份样合并。

例:采用 6 个接受器,将 280 g 样品减少到 10 g。第一次分样用两个标记接受器,得到 2×47 g 样品。其中一份份样再分样。得到的两份样品并入余留另一份 47 g 样品,得到 $47 + (2/6 \times 47) \approx 63$ g 样品。将此样品第三次通过装置即得约 10 g 的分样。

5.2 浆状样品

5.2.1 装置

5.2.1.1 取样用勺或刮勺。

5.2.1.2 家用混合器,装有混合用打浆器。

不可能规定一种适合所有要求的混合器,但可用任何一种适用的混合器。通常,应有足够的功率,这样,当用设计合理的打浆器时,大批样品被全部混合并在 5 min 内达到奶油状。混合过程中应尽量避免大量的气泡混入。

5.2.2 浆状样品分样

在原容器中将产品(大批样品或实验室样品)温热到 $35^{\circ}\text{C} \sim 40^{\circ}\text{C}$,采用家用混合器(5.2.1.2)立即混合 2 min~3 min,直到获得均匀物。

在混合前不得从原容器中取出浆状物,因为这样会得到没有代表性的样品,因此大批样品必须放在不取出物料就可以混合的容器内。

加热和混合时间应尽可能短,以使产品变化降到最小。使用勺或刮勺,立即取出所需量的样品,并转入适当的已预称量并配有玻璃塞的容器内。使容器中的内容物冷却到室温,再称量以得到份样的质量。

注:浆状物与玻璃容器接触容易分离出碱液,因此,一旦样品被放入容器内,就不允许为调节称样量而取出一部分样品。

在混合和称量时会损失微量水分,但实际经验表明,其量在可接受的范围内。

5.3 液状样品

5.3.1 仪器

5.3.1.1 玻璃烧杯或称量移液管。

5.3.1.2 人工搅拌器(例如玻璃棒)。

5.3.1.3 机械搅拌器。

5.3.2 液体样品分样

5.3.2.1 若产品(大批样品或实验室样品)清澈和明显均匀,则用人工搅拌器(5.3.1.2)混合之,然后用烧瓶或称量移液管立即取出所需量的分样。在搅拌过程中尽量避免形成泡沫,同时尽量避免由于蒸发引起的损失。

5.3.2.2 若产品(大批样品或实验室样品)混浊或有沉淀,则用机械搅拌器(5.3.1.3)混合之,然后立即取出所需量的样品。

5.3.2.3 若产品(大批样品或实验室样品)含有固体沉淀,应小心将原容器温热到 30°C ,直到通过搅拌使沉淀全部分散或直到所有结晶消失。立即取出所需量的样品。

6 分样样品保存

最好是采样后尽可能快地进行分析或试验,但如果不能马上进行,可按照分样的意图,把它立即放入密闭的玻璃塑料容器内(不要使用金属容器)。并测定和记录其质量。注意直到进行分析和试验以前,份样应尽可能保存在其原先条件下。

7 报告

报告应包括以下内容:

- a) 所用的参考方法;
 - b) 制备的样品类型数以及取样时它们的质量;
 - c) 在分样程序中观察到的任何异常特征;
 - d) 所用的装置名称、类型;
 - e) 在本标准中未包括的或任选的任何操作细节。
-