



中华人民共和国国家标准

GB/T 4513.2—2017/ISO 1927-2:2012

不定形耐火材料 第2部分：取样

Monolithic(unshaped) refractory products—
Part 2: Sampling for testing

(ISO 1927-2:2012, IDT)

2017-10-14 发布

2018-09-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前　　言

GB/T 4513《不定形耐火材料》包括以下 8 个部分：

- 第 1 部分：介绍和分类；
- 第 2 部分：取样；
- 第 3 部分：基本特性；
- 第 4 部分：浇注料流动性的测定；
- 第 5 部分：试样制备和预处理；
- 第 6 部分：物理性能的测定；
- 第 7 部分：预制件的测定；
- 第 8 部分：特殊性能的测定。

本部分为 GB/T 4513 的第 2 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分使用翻译法等同采用 ISO 1927-2:2012《不定形耐火材料 第 2 部分：取样》。

与本部分规范性引用的国际文件有一致性对应关系的我国文件如下：

- GB/T 10325—2012 定形耐火制品验收抽样检验规则(ISO 5022:1979,NEQ)；
- GB/T 22555—2010 散料验收抽样检验程序和抽样方案(ISO 10725:2000,MOD)。

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。

本部分由全国耐火材料标准化技术委员会(SAC/TC 193)提出并归口。

本部分起草单位：中钢集团洛阳耐火材料研究院有限公司、瑞泰科技股份有限公司、中冶武汉冶金建筑研究院有限公司。

本部分主要起草人：曹海洁、叶亚红、魏春阳、王秀芳、杨金松、尹超男、曾静、杨帆、王晓利。

不定形耐火材料 第2部分:取样

1 范围

GB/T 4513 的本部分规定了不定形耐火材料的检测用取样的术语和定义、取样方案、份样的标识、包装、贮存及取样报告。

本部分适用于所有材质的不定形耐火材料。

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。

ISO 5022 定形耐火制品 取样和验收检验(Shaped refractory products—Sampling and acceptance testing)

ISO 8656-1 耐火制品 原料和不定形材料 第1部分:取样(Refractory products—Sampling of raw materials and unshaped products—Part 1: Sampling scheme)

ISO 10725 散料验收抽样检验程序和抽样方案(Acceptance sampling plans and procedures for the inspection of bulk materials)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1 批 batch

从中获取测试样品以确定其质量的产品数量。

注: 同一批量的产品特征应包括相同的牌号、组成、级别,及同一生产条件。

3.2 交货批 consignment

一次交货的材料数量。

注: 一个交货批可以由一个或多个批组成,或者多个批的一部分。

3.3 包装单元 unit package

一定量材料经包装而形成的最小包装体。可以是集装袋,也可以是编织袋、纸袋箱、筒或罐等。

注: 简易的临时包装不是一个包装单元。

3.4 份样 increment

一次从一大批材料中取出的材料量。

3.4.1 单体份样 elementary

从包装单元中一次抽取的材料量。

注：多个单体份样混合后组成集样。

3.4.2

集样 package increment

多个单体份样混合后的样，也称作包装份样。

注 1：可以是包装单元自身或由多个单体份样混合组成。

注 2：组成集样的单体份样个数由 ISO 8656-1 确定。

3.4.3

实验室样品 laboratory increment

用合适的缩分法把集样缩分，得到的样品。

3.4.4

测试份样 test-piece increment

能够成型为条状或圆柱体进行多项性能(如浇注料的常温抗折强度试样)测试的实验室份样量。

3.5

样本 sample

从每批产品中抽取的一个或多个份样量，用于提供这批产品质量信息和做出质量结论。

3.5.1

批样本 batch sample

能代表该批产品质量的集样组。

注：形成批量样本的集样的个数应由相关方同意，可以采用 ISO 5022 或其他取样规则。

3.5.2

实验室样本 laboratory sample

一组实验室份样。

注：实验室份样数与集样数相同。

3.5.3

测试样本 test-piece sample

一组测试份样。

注：测试份样数可以高于实验室份样数，根据检测方法标准进行确定。

4 取样方案

4.1 总则

4.1.1 取样方案应得到当事方的认可和同意，应适合份样的获取和测试。取样方案经过确认后形成文件，包括以下内容：

- 被抽材料的名称、材质、牌号等；
- 批的识别和所有材料的总量；
- 包装方式；
- 参与取样的单位；
- 第三方检验机构名称；
- 取样地点、时间、方式；
- 份样数量；
- 计划测试的项目；
- 测试方法；
- 用以判定批质量的测试结果的评价依据。

- 4.1.2 取样过程中,份样的分取、预处理、保存应仔细操作以保证各测试性能不变。
- 4.1.3 取样人员应由利益双方或适当人员授权,取样员应明确取样的目标。
- 4.1.4 当单个批次确定后,双方应对该批是否分成较小的批和如何分割达成一致意见。
- 4.1.5 在生产过程中,若样品需要第三方进行测试以确认样品的质量,那么抽取的样品应是相同生产工艺条件下生产的。
- 4.1.6 如果需要,交货批可以再细分成单独的试验批。例如,一个交货批可以由几个不同的生产批组成或可被视为独立的几部分组成。
- 4.1.7 取样范例在 A.1~A.3。

4.2 批样品的获取

4.2.1 方法

- 4.2.1.1 确认测试批,即交货批或交货批的一部分(产品属性、数量、运输条件等)。
- 4.2.1.2 确认包装单元,应明确包装单元的平均重量。
- 4.2.1.3 由双方确定形成批量样本的集样数。从批中随机挑选包装单元的数字,如果包装单元单重小于 35 kg 被认为相当于定形样块,双方可按 ISO 5022 取样规则进行;如果包装单元单重超过 35 kg,继续在包装单元中取样,就是从每个包装单元中获取集样,依据 ISO 8656-1 来确定组成集样的单体份样数和质量以得到集样。
- a) 估计材料的最大颗粒尺寸,根据表 1 确定单体份样的最小重量。为了避免取样中的系统错误,应充分考虑最大颗粒尺寸。

表 1 由最大颗粒尺寸确定的最小单体份样量

最大颗粒尺寸/mm	最小单体份样量/kg
$3 < \sim \leq 10$	0.50
$1 < \sim \leq 3$	0.20
≤ 1	0.050

注 1: 单体份样量与体积密度有关, $\rho > 1 \text{ g/cm}^3$ 的按表 2;对于低体积密度的,单体份样量可以由表中的数值与材料的体积密度的乘积确定。

注 2: 骨料粗大的产品宜特别商定。对于需预研磨或预均化的材料,最小单体份样量不能按粗骨料的颗粒尺寸决定,而是按混料前的最大颗粒尺寸决定。

注 3: 实际单体份样量依赖于取样设备和将要进行的测试项目。

- b) 按 ISO 8656-1 确定单体份样量,同时也要考虑测试样品所需的最小量。
- c) 从测试批中抽取份样数应考虑材料性能上的偏差,所以应按各种质量等级分类。对于特定性能和种类的不定形产品,平均值和标准偏差分别用 μ 和 σ 表示,变异系数 $C_v = 100 \sigma / \mu$,以百分比表示。变异系数值可分为三类:
- 第一类: $0\% < C_v < 5\%$, 小偏差;
 - 第二类: $5\% < C_v < 15\%$, 中偏差;
 - 第三类: $15\% < C_v < 30\%$, 大偏差。

给出的变异系数的最高值决定单体份样数。如果变异系数未知或高于 30%,按第 3 类进行(大偏差)。单体份样数 n 最小值按表 2 确定,通常实际的数值应不低于表 2 中规定的数值。

表 2 最小单体份样数

包装单元的质量/ 10^3 kg	最小单体份样数		
	第一类	第二类	第三类
≤ 1	4	4	8
$>1 \sim <5$	4	6	12

集样量应等于最小单体份样量乘以最小份样数。如果集样量低于需要测试样的量,应增加单体份样量或份样数以满足测试要求。

注 4: 包装单元大于 5 000 kg 的,取样方案需要当事方同意或依据 ISO 10725 进行。

4.2.2 取样设备

通常使用的取样设备有取样箱、管状取样器、穿孔取样器或铲等,应满足以下要求:

- 在任何情况下,取样器开口宽度不应低于 10 mm 及不低于最大骨料尺寸的 3 倍;
- 取样箱开口长度应比取样流槽深度大,其深度应保证细小颗粒不会弹出箱子;
- 管状取样器或穿孔取样器的长度应在 1 000 mm~2 000 mm 之间。

4.2.3 份样的获取方法

4.2.3.1 从大包装中取样

材料自身重量造成管状取样器或穿孔取样器不易操作,且运输过程中易发生偏析,所以从大袋中取样有一定困难,因此取样的最佳的条件是从生产的过程中抽取单体份样。

单体份样应通过取样箱从均匀的物料流中取得,并确保整个横截面上的物料全部被收集。在流动中取样通常不用铲或勺。

在预先准备好的不定形产品中(如浇注料),如果已知材料以未混合状态交付或在运输过程中已产生偏析,应混合后取得单体份样。

将取得的单体份样混合成一个集样。

4.2.3.2 从小包装中取样

从密封罐或包裹块(质量小于 50 kg)中取样,这些包装单元按定型制品随机抽取一定数量的包装单元。

4.3 份样的缩分

4.3.1 通则

4.3.2 和 4.3.4 描述的程序适用于从批量样品中获得实验样品。4.3.3 描述的方式适用于没有缩分设备或缩分设备不适合的时候。所有方式都可以配合使用,例如,先用四分法缩分再用格槽缩分器缩分。

为了混合和操作方便,需要一个干净、平坦、坚硬的工作平台,如样盘或玻璃板。每个最小实验室份样量应满足所有测试项目和保留样品的需要。含结合剂的耐火可塑料首先应除去 10 mm 厚的外表皮后再缩分。

4.3.2 用格槽缩样箱缩分

将集样放进一个格槽缩样箱的托盘上,把其他两个箱放在恰当的位置,从格槽缩分箱的长端将料倾

倒在箱子中心线上,丢弃两箱中其中一个的料。重复操作直到满足实验室份样量的要求。

如果集样远大于格槽缩样箱所装的量,将集样分成小的副份样,用同样的方法缩分每一个副份样,然后合并这些份样得到集样。

缩样箱的投料孔应平均并且数量不小于8,入口宽度应至少为大骨料尺寸的两倍,避免骨料卡在入口。

4.3.3 四分法

把每个集样都放在工作平台上。

充分混合集样:将料堆成圆锥型,用铲子将圆锥翻动,再堆成一个新的圆锥,重复操作3次。当形成圆锥时,将每铲料从锥顶部倾倒,使料从锥堆边落下,使不同尺寸的颗粒都很好的混合。

反复将料铲插入第三次的锥中,使锥顶变平,形成统一厚度和直径的平堆。将铲从锥顶完全插入,保持铲垂直,每次插入后,垂直提起铲子。沿两个垂直对角线四分这个平堆,丢弃两个相对的四分之一部分,将保留部分铲成一个储存料堆。

对储存料堆重复上述步骤,直到得到实验室份样量。对每个集样重复上述过程。

将一组实验室份样组成实验室样品。

4.3.4 分样机缩分法

可以采取不同的方法进行缩分。例如通过把一个份样分成相等的几份,或通过抽取可替代的部分份量。在开始取样前,应保证取样装置干净,设置给料率,使当料斗流空以前应至少转35圈,否则按更低的给料速率缩分份样。

4.4 测试份样的获取

实验室份样要进行操作(如与水混合进行浇注)和(或)成型后进行物理和化学测试,当对实验室份样进行处理和(或)成型时,被称为测试份样。通常每个测试标准都规定了试验必需的测试样条的数量,测试所需样条的总数应能代表测试样品,这个数量应大于或等于实验室份样数。

当实验室份样数仍很大,按4.3.1的方式减少实验室份样数量至每个测试项目所需要的数量,并做好标记。

确保材料有足够的量用以制备所有的测试样和保存样,并符合材料最大颗粒尺寸所需要的最小量。

允许由一个份样来确定几个性能,但要确保前一个测试不会影响后续测试结果。

5 份样的标识、包装、贮存

5.1 标识

份样应有清晰、持久标识,标识应包括:唯一代码、份样批号、取样地点、日期、材料名称等。

5.2 包装

集样和实验室份样应按取样时保存的条件包装,如有必要,为了保持湿度或挥发分,应采取密封保存。

邮递或运输到第三方实验室的份样和保留份样应采用确保材料的性能不受影响、便于材料保存的方式进行密封。

5.3 贮存

不定形耐火材料从生产到取样期间可能会变质,份样不能超保质期贮存。导致变质的原因很

多,如:

- 像包含结合剂的浇注料或干耐火喷涂料类的干粉材料,很容易吸潮,袋内会出现硬球。若尺寸比骨料大,应在取样前用比最大骨料颗粒尺寸粗大的过滤网除去,但是这些球是材料老化的象征,应该在报告中记录,对这些材料有必要通过防水或防潮的方式来保护份样。
- 即用型捣打料在生产时已经加入了液体(水或树脂),常常因缺少水分而老化。因此,份样应在密封塑料袋中保存,有时在取样过程中材料已经结块,需要增加份样量以免偏析。
- 耐火可塑料若含有有机结合剂(焦油、沥青、树脂)经常会发生老化,老化过程中形成硬表皮,应在成型测试样条之前从大块中去掉硬表皮,有必要估计表皮数量来决定份样量。
- 对于耐火喷涂料和接缝材料,应采取类似的方式进行预防,并且这些材料常采用高比例的结合剂,可能需要附加措施。

不定形耐火材料存在组份偏析的风险,所以需要在取样前将其混合。取样后,份样应尽快在阴凉的房间中存放、缩分和测试。如果是树脂结合的材料,如果取样和测试之间超过一天,份样可以放在冰箱中保存。

注:磷酸结合的材料的贮存条件宜由双方商议决定。

6 取样报告

取样报告应包括以下信息:

- a) 生产单位和用户单位的名称;
- b) 产品的名称、牌号及标记;
- c) 批量、批号及包装方式;
- d) 取样报告的编号;
- e) 实验室份样标识;
- f) 取样时间、日期、取样数量;
- g) 取样过程观察到的异常情况;
- h) 取样人单位、签名;
- i) 取样执行标准。

附录 A
(资料性附录)
取样范例

A.1 通则

一批 100 t 浇注料(最大颗粒尺寸为 10 mm)的显气孔率的测定。

A.2 25 kg 袋装

根据单元包装量(不低于 35 kg),本部分应按 ISO 5022 确定。

$AQL=4\%$ 。

可接受因子 $K=1.23$ 。

因单值 T_s 和 T_i 是根据未知标准偏差给出的,批量样个数被确定为 18,即从 4 000 袋中随机挑选 18 袋。

18 袋形成批样品。

1 袋取一个包装份样(集样)。

为了从每袋中获取一个集样,有必要按适当的方法减少集样量。

用 5 kg 混合料制取 2 个测试条(B 尺寸),也就是说每个集样制 2 个测试条份样。

A.3 1 000 kg 袋装

双方同意份样数确定为 8(根据 ISO 8656-1,批量为 100 t 时份样数在 4~16 之间)有必要从每个挑选的大袋中获取集样形成的样本批量。为此,应根据 ISO 8656-1 确定单体份样数。

显气孔率的变异系数通常在 5%~15%,应抽 4 个单体份样(见表 2)。根据表 1 每个单体份样的量应为 500 g。

单体份样可在大袋包装期间获取。

这四个单体份样混合成一个集样。

因每个集样的总量不足以制成 2 个测试条,有必要增加单体份样个数或每个单体份样的量。

在上述例子中,即使最后总的集样的量不同:25 kg(1)或 2 kg(2),测试条(测试样)也可代表这个批量。

第 1 步:批样品的获取(见图 A.1)

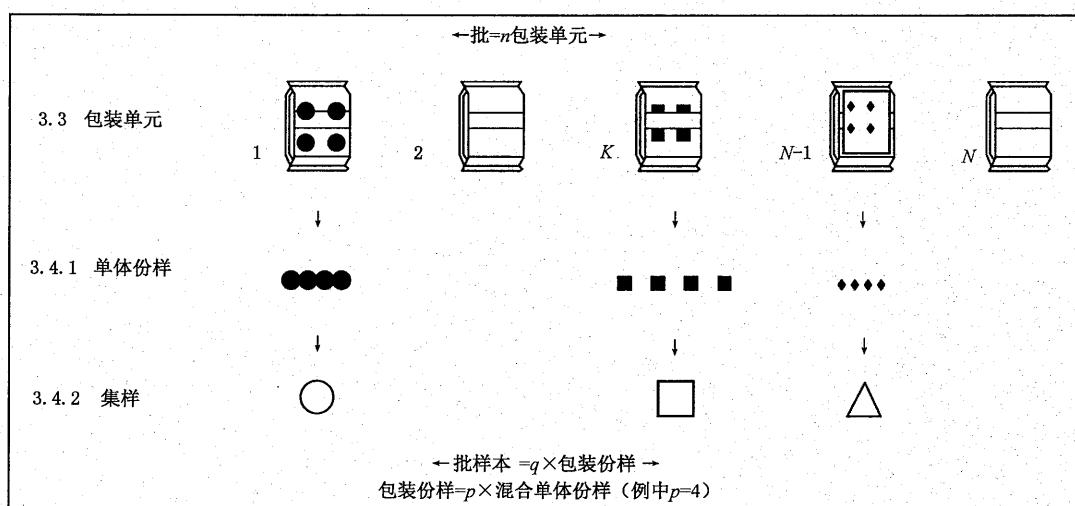


图 A.1 取样方案——第 1 步

第2步：份样的缩分(见图A.2)

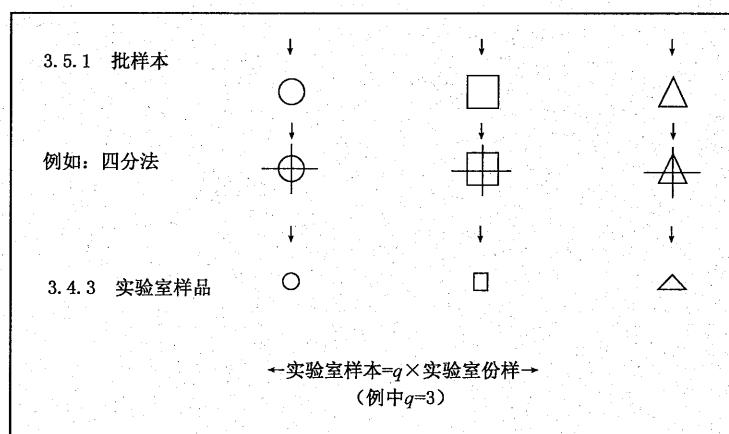
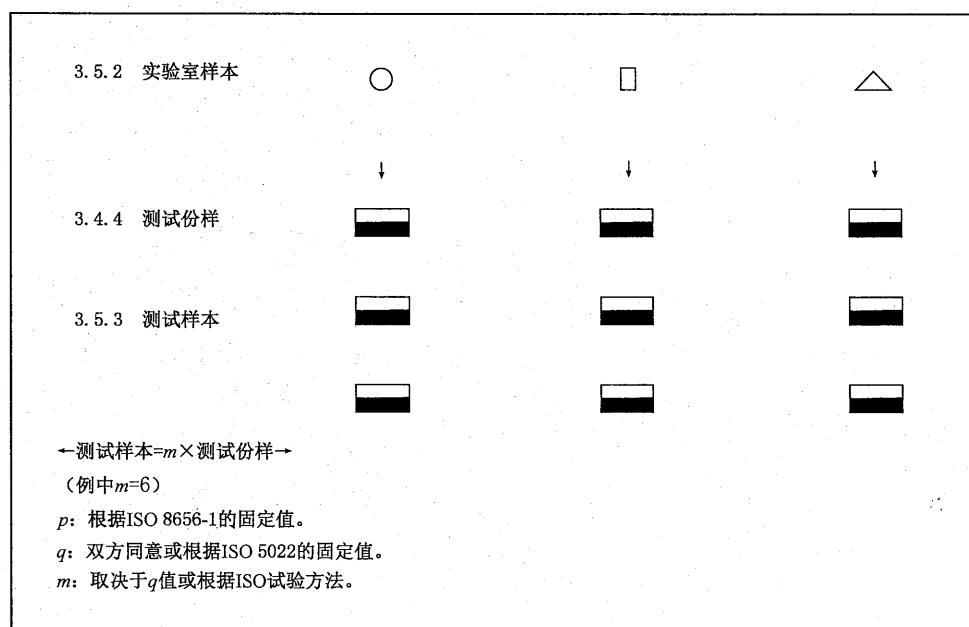


图 A.2 取样方案——第 2 步

第3步:成型(见图A.3)



图A.3 取样方案——第3步

中华人民共和国

国家 标 准

不定形耐火材料

第2部分：取样

GB/T 4513.2—2017/ISO 1927-2:2012

*

中国标准出版社出版发行
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)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238
读者服务部:(010)68523946

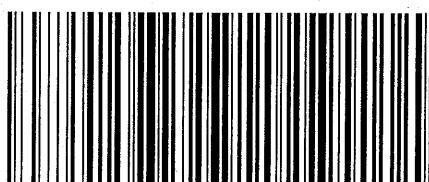
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 20 千字
2017年9月第一版 2017年9月第一次印刷

书号: 155066·1-57607 定价 18.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



GB/T 4513.2-2017

打印日期: 2017年11月24日 F007