

HJ

中华人民共和国国家标准

HJ/T 20—1998

工业固体废物采样制样技术规范

Technical specifications on sampling and sample
preparation from industry solid waste

1998-01-08 发布

1998-07-01 实施

国家环境保护局 发布

前 言

为贯彻《中华人民共和国固体废物污染环境防治法》，加强工业固体废物的控制，特制定本标准。

本标准是在《工业固体废物有害特性试验与监测分析方法(试行)》(国家环境保护局(86)环监字第 114 号文颁布)样品的采集和制备一章的基础上，同时参考了国际上固体废物采样、制样技术的先进经验制定的。

本标准此次为首次发布，于 1998 年 7 月 1 日开始实施。

本标准由国家环境保护局科技标准司提出。

本标准委托辽宁省环境保护科学研究所负责解释。

目 次

前 言

1 范围	(1)
2 引用标准	(1)
3 定义	(1)
4 采样	(1)
5 制样	(7)
6 样品保存	(9)

1 范围

本规范规定了工业固体废物采样制样方案设计、采样技术、制样技术、样品保存和质量控制。

本规范适用于工业固体废物的特性鉴别、环境污染监测、综合利用及处置等所需样品的采集和制备。

本规范不适用于放射性指标监测的采样制样。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。在标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨、使用下列标准最新版本的可能性。

GB 2007.1—87 散装矿产品取样、制样通则 手工取样方法

GB 2007.2—87 散装矿产品取样、制样通则 手工制样方法

GB 3723—83 工业用化学产品采样安全通则

GB 6679—86 固体化工产品采样通则

GB 6680—86 液体化工产品采样通则

GB 6678—86 化工产品采样总则

3 定义

3.1 工业固体废物:是指在工业、交通等生产活动中产生的固体废物。

3.2 批:进行特性鉴别、环境污染监测、综合利用及处置的一定质量的工业固体废物。

3.3 批量:构成一批工业固体废物的质量。

3.4 份样:用采样器一次操作从一批的一个点或一个部位按规定质量所采取的工业固体废物。

3.5 份样量:构成一个份样的工业固体废物的质量。

3.6 份样数:从一批中所采取的份样个数。

3.7 小样:由一批中的二个或二个以上的份样或逐个经过粉碎和缩分后组成的样品。

3.8 大样:由一批的全部份样或全部小样或将其逐个进行粉碎和缩分后组成的样品。

3.9 试样:按规定的制样方法从每个份样、小样或大样所制备的供特性鉴别、环境污染监测、综合利用及处置分析的样品。

3.10 最大粒度:筛余量约5%时的筛孔尺寸。

4 采样

4.1 方案设计(采样计划制定)

在工业固体废物采样前,应首先进行采样方案(采样计划)设计。方案内容包括采样目的和要求、背景调查和现场踏勘、采样程序、安全措施、质量控制、采样记录和报告等。

4.1.1 采样目的

采样的基本目的是:从一批工业固体废物中采集具有代表性的样品,通过试验和分析,获得在允许误差范围内的数据。在设计采样方案时,应首先明确以下具体目的和要求:

- 特性鉴别和分类;
- 环境污染监测;
- 综合利用或处置;
- 污染环境事故调查分析和应急监测;
- 科学研究;
- 环境影响评价;
- 法律调查、法律责任、仲裁等。

4.1.2 背景调查和现场踏勘

采样目的明确后,要调查以下影响采样方案制定的因素,并进行现场踏勘:

- 工业固体废物的产生(处置)单位、产生时间、产生形式(间断还是连续)、贮存(处置)方式;
- 工业固体废物的种类、形态、数量、特性(含物性和化性);
- 工业固体废物试验及分析的允许误差和要求;
- 工业固体废物污染环境、监测分析的历史资料;
- 工业固体废物产生或堆存或处置或综合利用现场踏勘,了解现场及周围环境。

4.1.3 采样程序

采样按以下步骤进行:

- 确定批废物;
- 选派采样人员;
- 明确采样目的和要求;
- 进行背景调查和现场踏勘;
- 确定采样法;
- 确定份样量;
- 确定份样数;
- 确定采样点;
- 选择采样工具;
- 制定安全措施;
- 制定质量控制措施;
- 采样;
- 组成小样(或)大样。

4.1.4 采样记录和报告

采样时应记录工业固体废物的名称、来源、数量、性状、包装、贮存、处置、环境、编号、份样量、份样数、采样点、采样法、采样日期、采样人等。必要时,根据记录填写采样报告。

4.2 采样技术

4.2.1 采样法

4.2.1.1 简单随机采样法

一批废物,当对其了解很少,且采取的份样比较分散也不影响分析结果时,对这一批废物不做任何处理,不进行分类也不进行排队,而是按照其原来的状况从批废物中随机采取份样。

抽签法:先对所有采份样的部位进行编号,同时把号码写在纸片上(纸片上号码代表采份样的部位),掺和均匀后,从中随机抽取份样数的纸片,抽中号码的部位,就是采份样的部位,此法只宜在采份样的点不多时使用。

随机数字表法:先对所有采份样的部位进行编号,有多少部位就编多少号,最大编号是几位数,就使用随机数表的几栏(或几行),并把几栏(或几行)合在一起使用,从随机数字表的任意一栏、任意一行数字

开始数,碰到小于或等于最大编号的数码就记下来(碰上已抽过的数就不要它),直到抽够份数为止。抽到的号码,就是采份样的部位。

4.2.1.2 系统采样法

一批按一定顺序排列的废物,按照规定的采样间隔,每隔一个间隔采取一个份样,组成小样或大样。

在一批废物以运送带、管道等形式连续排出的移动过程中,按一定的质量或时间间隔采份样,份样间的间隔可根据表 1 规定的份样数和实际批量按公式(1)计算:

$$T \leq \frac{Q}{n} \quad \text{或} \quad T' \leq \frac{60Q}{G \cdot n} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: T ——采样质量间隔, t;

Q ——批量, t;

n ——按公式(4)计算出的份样数或表 1 中规定的份样数;

G ——每小时排出量, t/h;

T' ——采样时间间隔, min。

表 1 批量大小与最少份样数

固体, t; 液体, 1 000 L

批 量 大 小	最少份样数	批量大小	最少份样数
< 1	5	≥ 100	30
≥ 1	10	≥ 500	40
≥ 5	15	$\geq 1\,000$	50
≥ 30	20	$\geq 5\,000$	60
≥ 50	25	$\geq 10\,000$	80

采第一个份样时,不可在第一间隔的起点开始,可在第一间隔内随机确定。

在运送带上或落口处采份样,须截取废物流的全截面。

所采份样的粒度比例应符合采样间隔或采样部位的粒度比例,所得大样的粒度比例应与整批废物流的粒度分布大致相符。

4.2.1.3 分层采样法

根据对一批废物已有的认识,将其按照有关标志分若干层,然后在每层中随机采取份样。

一批废物分次排出或某生产工艺过程的废物间歇排出过程中,可分 n 层采样,根据每层的质量,按比例采取份样。同时,必须注意粒度比例,使每层所采份样的粒度比例与该层废物粒度分布大致相符。

第 i 层采样份数 n_i 按式(2)计算:

$$n_i = \frac{n \cdot Q_i}{Q} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: n_i ——第 i 层应采份样数;

n ——按公式(4)计算出的份样数或表 1 中规定的份样数;

Q_i ——第 i 层废物质量, t;

Q ——批量, t。

4.2.1.4 两段采样法

简单随机采样、系统采样、分层采样都是一次就直接从批废物中采取份样,称为单阶段采样。当一批废物由许多车、桶、箱、袋等容器盛装时,由于各容器件比较分散,所以要分阶段采样。首先从批废物总容器件数 N_0 中随机抽取 n_1 件容器,然后再从 n_1 件的每一件容器中采 n_2 个份样。

推荐当 $N_0 \leq 5$ 时,取 $n_1 = N_0$; 当 $N_0 > 5$ 时, n_1 按式(3)计算:

$$n_1 \geq 3 \cdot \sqrt{N_0} \text{ (小数进整数)} \quad \dots\dots\dots (3)$$

推荐第二阶段的采样数 $n_2 \geq 3$, 即 n_1 件容器中的每个容器均随机采上、中、下最少 3 个份样。

4.2.1.5 权威采样法

由对被采批工业固体废物非常熟悉的个人来采取样品而置随机性于不顾。这种采样法, 其有效性完全取决于采样者的知识。尽管权威采样有时也能获得有效的数据, 但对大多数采样情况, 建议不采用这种采样方法。

4.2.2 份样量

4.2.2.1 一般地说, 样品量多一些, 才有代表性。因此, 份样量不能少于某一限度; 但份样量达到一定限度之后, 再增加重量也不能显著提高采样的准确度。份样量取决于废物的粒度上限, 废物的粒度越大, 均匀性越差, 份样量就应越多, 它大致与废物的最大粒度直径某次方成正比, 与废物不均匀性程度成正比。份样量可按切乔特公式(4)计算:

$$Q \geq K \cdot d^\alpha \quad (4)$$

式中: Q ——份样量应采的最低重量, kg;

d ——废物中最大粒度的直径, mm;

K ——缩分系数, 代表废物的不均匀程度, 废物越不均匀, K 值越大, 可用统计误差法由实验测定, 有时也可由主管部门根据经验指定;

α ——经验常数, 随废物的均匀程度和易破碎程度而定。

对于一般情况, 推荐 $K = 0.06$, $\alpha = 1$ 。

4.2.2.2 对于液态批废物的份样量以不小于 100 ml 的采样瓶(或采样器)所盛量为准。

4.2.3 份样数

4.2.3.1 公式法

当已知份样间的标准偏差和允许误差时, 可按(5)式计算份样数。

$$n \geq \left(\frac{t \cdot s}{\Delta} \right)^2 \quad (5)$$

式中: n ——必要份样数;

s ——份样间的标准偏差;

Δ ——采样允许误差;

t ——选定置信水平下的概率度。

取 $n \rightarrow \infty$ 时的 t 值作为最初 t 值, 以此算出 n 的初值。用对应于 n 初值的 t 值代入, 不断迭代, 直至算得的 n 值不变, 此 n 值即为必要份样数。

4.2.3.2 查表法

当份样间标准偏差或允许误差未知时, 可按表 1 经验确定份样数。

4.2.4 采样点

4.2.4.1 对于堆存、运输中的固态工业固体废物和大池(坑、塘)中的液体工业固体废物, 可按对角线型、梅花型、棋盘型、蛇型等点分布确定采样点(采样位置)。

4.2.4.2 对于粉末状、小颗粒的工业固体废物, 可按垂直方向、一定深度的部位确定采样点(采样位置)。

4.2.4.3 对于容器内的工业固体废物, 可按上部(表面下相当于总体积的 1/6 深处)、中部(表面下相当于总体积的 1/2 深处)、下部(表面下相当于总体积的 5/6 深处)确定采样点(采样位置)。

4.2.4.4 根据采样方式(简单随机采样、分层采样、系统采样、两段采样等)确定采样点(采样位置)。

4.3 采样类型

4.3.1 固体废物采样

4.3.1.1 采样工具

- 尖头钢锹;
- 钢锤;
- 采样探子(见 GB 6679—86 附录 A);
- 采样钻(见 GB 6679—86 附录 B);

e. 气动和真空探针(见 GB 6679—86 附录 C);

f. 取样铲(见 GB 2007.1—87 图 1 和表 1);

g. 带盖盛样桶或内衬塑料薄膜的盛样袋。

4.3.1.2 件装采样

a. 按 4.2.1.4 确定份样数;

b. 按 4.2.2.1 确定份样量;

c. 按 4.2.1.1 确定采样法;

d. 按 4.2.4.3 确定采样点;

e. 选择合适的采样工具,按其操作要求采取份样;

f. 组成小样(即副样)或大样(见 GB 2007.1—87 图 2、图 3、图 4)。

4.3.1.3 散装采样

4.3.1.3.1 静止废物采样

a. 按 4.2.3 确定份样数;

b. 按 4.2.2.1 确定份样量;

c. 按 4.2 确定采样法;

d. 按 c 确定的采样法和 4.2.4 确定采样点;

e. 选择合适的采样工具,按其操作要求采取份样;

f. 组成小样(即副样)或大样(见 GB 2007.1—87 图 2、图 3、图 4)。

4.3.1.3.2 移动废物采样

a. 按 4.2.3 确定份样数;

b. 按 4.2.2.1 确定份样量;

c. 按 4.2.1.2 或 4.2.1.3 确定采样法;

d. 按 c 确定的采样法确定采样点;

e. 选择合适的采样工具,按其操作要求采取份样;

f. 组成小样(即副样)或大样(见 GB 2007.1—87 图 2、图 3、图 4)。

4.3.2 液态废物采样

4.3.2.1 采样工具

a. 采样勺(见 GB 6680—86 图 A1);

b. 采样管(见 GB 6680—86 图 A2、图 A4、图 A5);

c. 采样瓶、罐(见 GB 6680—86 图 A6、图 A7、图 A8、图 A9、图 A10、图 A11、图 A12);

d. 搅拌器(见 GB 6680—图 A17);

4.3.2.2 件装采样

a. 按 4.2.1.4 确定份样数和采样法;

b. 按 4.2.2.2 确定份样量;

c. 按 4.2.4.3 确定采样点;

d. 混匀:对于小容器(瓶、罐)用手摇晃混匀;对于中等容器(桶、听)用滚动、倒置或手工搅拌器混匀;对于大容器(贮罐、槽车、船舱)用机械搅拌器、喷射循环泵混匀;

e. 选择合适的采样工具,按其操作要求采取份样;

f. 对于多相液体不易混匀时,按 4.2.1.3 采样;

g. 组成小样(即副样)或大样(见 GB 2007.1—87 图 2、图 3、图 4)。

4.3.2.3 大池(坑、塘)采样

a. 按 4.2.3 确定份样数;

b. 按 4.2.2.2 确定份样量;

c. 按 4.2.1 确定采样法;

- d. 按 c 确定的采样法和 4.2.4 确定采样点(取不同深度);
- e. 选择合适的采样工具,按其操作要求采取份样;
- f. 组成小样(即副样)或大样(见 GB 2007.1—87 图 2、图 3、图 4)。

4.3.2.4 移动废物采样

- a. 按 4.2.3 确定份样数;
- b. 按 4.2.2.2 确定份样量;
- c. 按 4.2.1.2 确定采样法及采样点;
- d. 选择合适的采样工具,按其操作要求采取份样;
- e. 组成小样(即副样)或大样(见 GB 2007.1—87 图 2、图 3、图 4)。

4.3.3 半固态废物采样

4.3.3.1 半固态废物采样,原则上按 4.3.1 固态废物采样或 4.3.2 液态废物采样规定进行。

4.3.3.2 对在常温下为固体,当受热时易变成流动的液体而不改变其化学性质的废物,最好在产生现场或加热使全部溶化后按 4.3.2 采取液态样品;也可劈开包装按 4.3.1 采取固态样品。

4.3.3.3 对粘稠的液体废物,有流动而又不易流动,所以最好在产生现场按 4.2.1.2 采样;当必须从最终容器中采样时,要选择合适的采样器按 4.3.2.2 采样。由于此种废物难于混匀,所以份样数建议取 4.2.3 确定的份样数的 $\frac{4}{3}$ 倍。

4.4 安全措施

工业固体废物采样安全措施参照《工业用化学产品采样安全通则》(GB 3723—83)。

4.5 质量控制

4.5.1 为保证在允许误差范围内获得工业固体废物的具有代表性的样品,应在采样的全过程进行质量控制。

4.5.2 在工业固体废物采样前,应设计详细的采样方案(采样计划);在采样过程中,应认真按采样方案进行操作。

4.5.3 对采样人员应进行培训。工业固体废物采样是一项技术性很强的工作,应由受过专门培训、有经验的人员承担。采样人员应熟悉工业固体废物的性状、掌握采样技术、懂得安全操作的有关知识和处理方法。采样时,应由 2 人以上在场进行操作。

4.5.4 采样工具、设备所用材质不能和待采工业固体废物有任何反应,不能使待采工业固体废物污染、分层和损失。采样工具应干燥、清洁,便于使用、清洗、保养、检查和维修。任何采样装置(特别是自动采样器)在正式使用前均应做可行性试验。

4.5.5 采样过程中要防止待采工业固体废物受到污染和发生变质。与水、酸、碱有反应的工业固体废物,应在隔绝水、酸、碱的条件下采样(如反应十分缓慢,在采样精确度允许条件下,可以通过快速采样消除这一影响。);组成随温度变化的工业固体废物,应在其正常组成所要求的温度下采样。

4.5.6 盛样容器应满足以下要求:

- 盛样容器材质与样品物质不起作用,没有渗透性;
- 具有符合要求的盖、塞或阀门,使用前应洗净、干燥;
- 对光敏性工业固体废物样品,盛样容器应是不透光的(使用深色材质容器或容器外罩深色外套)。

4.5.7 样品盛入容器后,在容器壁上应随即贴上标签。标签内容包括:

- 样品名称及编号;
- 工业固体废物批及批量;
- 产生单位;
- 采样部位;
- 采样日期;
- 采样人等。

4.5.8 样品运输过程中,应防止不同工业固体废物样品之间的交叉污染;盛样容器不可倒置、倒放,应防止破损、浸湿和污染。

4.5.9 填写好、保存好采样记录和采样报告。

4.5.10 采样全过程应由专人负责。

5 制样

5.1 方案设计(制样计划制定)

在工业固体废物制样前,应首先进行制样方案(制样计划)设计。方案内容包括制样目的和要求、制样程序、安全措施、质量控制、制样记录和报告。

5.1.1 制样目的

制样的目的是从采取的小样或大样中获取最佳量、具有代表性、能满足试验或分析要求的样品。在设计制样方案时,应首先明确以下具体目的和要求:

- 特性鉴别试验;
- 废物成份分析;
- 样品量和粒度要求;
- 其他目的和要求。

5.1.2 制样程序

制样按以下步骤进行;

- 选派制样人员;
- 确定小样或大样的量和最大粒度直径;
- 明确制样的目的和要求;
- 按 $Q \geq K \cdot d^2$ 确定制样操作和选择制样工具;
- 制定安全措施;
- 制定质量控制措施;
- 制样;
- 送检和保存。

5.1.3 制样记录和报告

制样时应记录工业固体废物的名称、数量、性状、包装、处置、贮存、环境、编号、送样日期、送样人、制样日期、制样法、制样人等。必要时,根据记录填写制样报告。

5.2 制样技术

5.2.1 制样工具

- a. 鄂式破碎机;
- b. 圆盘粉碎机;
- c. 玛瑙研磨机;
- d. 药碾;
- e. 玛瑙研钵或玻璃研钵;
- f. 标准套筛;
- g. 十字分样板;
- h. 分样铲(见 GB 2007.2—87 图 2 及表 2)及档板(见 GB 2007.2—87 图 4);
- i. 分样器;
- j. 干燥箱;
- k. 盛样容器。

5.2.2 固体废物制样

固体废物样品制备包括以下四个不同操作:

- 粉碎:经破碎和研磨以减小样品的粒度;
- 筛分:使样品保证 95% 以上处于某一粒度范围;
- 混合:使样品达到均匀;
- 缩分:将样品缩分成两份或多份,以减少样品的质量。

以上四项操作进行一次,即组成制样的一个阶段。

5.2.2.1 样品的粉碎

用机械方法或人工方法破碎和研磨,使样品分阶段达到相应排料的最大粒度。

5.2.2.2 样品的筛分

根据粉碎阶段排料的最大粒度,选择相应的筛号,分阶段筛出一定粒度范围的样品。

5.2.2.3 样品的混合

用机械设备或人工转堆法,使过筛的一定粒度范围的样品充分混合,以达均匀分布。

5.2.2.4 样品的缩分

可以采用下列一个方法或几个方法并用。

a. 份样缩分法:将样品置于平整、洁净的台面(地板革)上,充分混合后,根据厚度(见 GB 2007.2—87 表 2)铺成长方形平堆,划成等分的网络,缩分大样不少于 20 格,缩分小样不少于 12 格,缩分份样不少于 4 格(见 GB 2007.2—87 图 3)。将挡板垂直插至平堆底部,然后于距挡板约等于 C 处将分样铲垂直插至底部,水平移动直至分样铲开口端部接触挡板(见 GB 2007.2—87 图 4),将分样铲和挡板同时提起,以防止样品从分样铲开口处流掉。从各格随机取等量一满铲,合并为缩分样品。

b. 圆锥四分法:将样品置于洁净、平整的台面(地板革)上,堆成圆锥形,每铲自圆锥的顶尖落下,使均匀地沿锥尖散落,注意勿使圆锥中心错位,反复转堆至少三次,使充分混匀,然后将圆锥顶端压平成圆饼,用十字分样板自上压下,分成四等分,任取对角的两等分,重复操作数次,直至该粒度对应的最小样品量。

c. 二分器缩分法:有条件的实验室,可采用此法缩分。

5.2.3 液态废物制样

液体废物制样主要为混匀、缩分。

5.2.3.1 样品的混匀

对于盛小样或大样的小容器(瓶、罐)用手摇晃混匀;对于盛小样或大样的中等容器(桶、听)用滚动、倒置或手工搅拌器混匀;对于盛小样或大样的大容器(贮罐)用机械搅拌器、喷射循环泵混匀。

5.2.3.2 样品的缩分

样品混匀后,采用二分法,每次减量一半,直至试验分析用量的 10 倍为止。

5.2.4 半固态废物制样

5.2.4.1 半固态废物制样原则上按 5.2.2 和 5.2.3 规定进行。

5.2.4.2 粘稠的不能缩分的污泥,要进行预干燥,至可制备状态时,进行粉碎、过筛、混合、缩分。

5.2.4.3 对于有固体悬浮物的样品,要充分搅拌,摇动混匀后,再按需要制成试样。

5.2.4.4 对于含油等难以混匀的液体,可用分液漏斗等分离,分别测定体积,分层制样分析。

5.2.5 安全措施

工业固体废物制样安全措施参照《工业用化学产品采样安全通则》(GB 3723—83)。

5.2.6 质量控制

5.2.6.1 为保证在允许误差范围内获得工业固体废物的具有代表性的样品,应在制样的全过程进行质量控制。

5.2.6.2 在工业固体废物制样前,应设计详细的制样方案(制样计划);在制样过程中,应认真按制样方案进行操作。

5.2.6.3 对制样人员应进行培训,制样人员应熟悉工业固体废物的性状、掌握制样技术、懂得安全操作的有关知识和处理方法。制样时,应由两人以上在场进行操作。

5.2.6.4 制样工具、设备所用材质不能和待制工业固体废物有任何反应、不破坏样品代表性、不改变样品组成；制样工具应干燥、清洁，便于使用、清洗、保养、检查和维修。

5.2.6.5 制样过程中要防止待制工业固体废物受到交叉污染、发生变质和样品损失。组成随温度变化的工业固体废物，应在其正常组成所要求的温度下制样。

5.2.6.6 盛样容器要求同 4.5.6。

5.2.6.7 样品盛入容器后，在容器壁上应随即贴上标签。标签内容包括：

- 样品名称及编号；
- 工业固体废物批及批量；
- 产生单位；
- 送样日期；
- 送样人；
- 制样日期；
- 制样人；
- 样品保存期。

5.2.6.8 样品的保存和撤销应按定期保存环境、保存时间及撤销办法操作。

5.2.6.9 填写好、保存好制样记录和制样报告。

5.2.6.10 制样全过程应设专人负责。

6 样品保存

6.1 每份样品保存量至少应为试验和分析需用量的 3 倍。

6.2 样品装入容器后应立即贴上样品标签。

6.3 对易挥发废物，采取无顶空存样，并取冷冻方式保存。

6.4 对光敏废物，样品应装入深色容器中并置于避光处。

6.5 对温度敏感的废物，样品应保存在规定的温度之下。

6.6 对与水、酸、碱等易反应的废物，应在隔绝水、酸、碱等条件下贮存。

6.7 样品保存应防止受潮或受灰尘等污染。

6.8 样品保存期为 1 个月，易变质的不受此限制。

6.9 样品应在特定场所由专人保管。

6.10 撤销的样品不许随意丢弃，应送回原采样处或处置场所。

附加说明：

本标准由辽宁省环境保护科学研究所起草。

本标准主要起草人：王明杰、全淑和、高敏、辛晓牧