



中华人民共和国国家标准

GB/T 33057—2022

代替 GB/T 33057—2016

废弃化学品取样制样方法

Methods for sampling and sample preparation of waste chemicals

2022-12-30 发布

2023-07-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

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。

本文件代替 GB/T 33057—2016《废弃化学品取样方法》，与 GB/T 33057—2016 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了标准名称；
- b) 增加了术语“小样”“大样”“样品制备”“机械制样”及其定义（见 3.6、3.7、3.8、3.9）；
- c) 更改了“安全措施”要求（见第 4 章，2016 年版的第 5 章）；
- d) 增加了“制样”相关要求（见第 6 章）。

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。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国废弃化学品处置标准化技术委员会（SAC/TC 294）归口。

本文件起草单位：江西核工业环境保护中心、格林美股份有限公司、深圳市环保科技集团股份有限公司、杭州格林达电子材料股份有限公司、深圳准诺检测有限公司、重庆盛清水处理科技有限公司、潍坊门捷化工有限公司、广东邦普循环科技有限公司、国投新疆罗布泊钾盐有限责任公司、浙江绿野净水剂科技股份有限公司、中海油天津化工研究设计院有限公司。

本文件主要起草人：王红海、魏琼、彭娟、尹云舰、樊少锋、王明冬、刘泉军、余海军、杨玉明、阮海滨、弓创周、杨林、许升华、温炎燊、陈玉英、钟磊、安晓英、丁灵、张学梅、李敬芳、谢英豪、李长东。

本文件于 2016 年首次发布，本次为第一次修订。

废弃化学品取样制样方法

1 范围

本文件规定了废弃化学品取样制样的安全措施、取样、制样及过程控制。

本文件适用于废弃化学品的取样、制样。

本文件不适用于废弃爆炸品、废弃气体及废弃气溶胶(又称“气雾剂”)。

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—1987 散装矿产品取样、制样通则 手工取样方法

GB/T 3723 工业用化学产品采样安全通则

GB 5085.7 危险废物鉴别标准 通则

GB/T 6680—2003 液体化工产品采样通则

GB/T 29329 废弃化学品术语

HJ/T 298—2019 危险废物鉴别技术规范

3 术语和定义

GB/T 2007.1—1987、GB/T 29329 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

批 batch

同一产生源、同一性状、成分基本相同的废弃化学品。

3.2

批量 lot

一批废弃化学品的数量。

3.3

份样 increment

经一次操作所取得的废弃化学品。

3.4

份样量 increment quantity

构成一个份样的废弃化学品的质量或体积。

3.5

份样数 sample number

从一批废弃化学品中所取得份样的数量。

3.6

小样 small sample

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。

[来源:HJ/T 20—1998,3.7]

3.7

大样 **bulk sample**

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。

[来源:HJ/T 20—1998,3.8]

3.8

样品制备 **sample preparation**

取样完成后的样品通过干燥、破碎、混合、缩分等处理成试验用试样的过程。

3.9

机械制样 **mechanical combined sample preparation**

取样完成后的样品用机械设备实现自动加料、破碎、缩分、收集等操作的过程。

4 安全措施

废弃化学品取样、制样安全措施按照 GB/T 3723 的规定执行,在管道(线)、大池(坑、塘)、大容器(储罐、槽车或船舱等)等有限空间进行取样作业时,按照相关规定进行,做好个人安全防护。

5 取样

5.1 取样目的

从一批废弃化学品中取得有代表性的样品,通过分析测试,获得在允许误差范围内的数据,为后续对废弃化学品处理处置提供科学的数据支持。

5.2 准备阶段

在废弃化学品取样准备阶段进行的具体工作如下:

- 收集相关资料和标准并进行研究;
- 开展初步现场调查和踏勘;
- 必要时,编制取样方案,取样方案参见附录 A。

5.3 调查和踏勘

进行现场踏勘时,调查以下因素。

- 废弃化学品的产生单位、产生时间、产生形式(间断还是连续)、贮存方式。
- 废弃化学品的种类、形态、数量、特性(含物理性质和化学性质)。按照安全性原则在无法获取基础性质时,应放弃取样工作以免发生危险。
- 废弃化学品产生或堆存或处理处置现场踏勘,了解现场及周围环境。

5.4 取样记录或报告

取样记录内容包括:废弃化学品的样品名称、编号、产生单位、数量、性状、包装、贮存、转运、份样量、份样数、取样点、取样日期、取样人及环境信息等。必要时,编写取样报告。

5.5 取样点

- 5.5.1 对于贮存、运输中的废弃固体化学品,可按对角线形、梅花形、棋盘形、蛇形等分布确定取样点。
- 5.5.2 对于粉末状、小颗粒状的废弃固体化学品,可按垂直方向、一定深度的部位确定取样点。

5.5.3 对于容器内的废弃固体化学品,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)确定取样点。

5.5.4 对于废弃液体化学品,可按上部、中部、下部确定取样点。

5.5.5 根据取样方法(随机取样法、系统取样法、分层取样法、两段取样法)确定取样点。

5.6 份样数

废弃化学品的份样数按表 1 确定。

表 1 批量大小和最少份样数

序号	批量 t(固体); m ³ (液体)	最少份样数
1	≤1	5
2	>1~5	10
3	>5~30	15
4	>30~50	20
5	>50~100	25
6	>100~500	30
7	>500~1 000	40
8	>1 000~5 000	50
9	>5 000~10 000	60
10	>10 000	80

5.7 份样量

5.7.1 废弃固体化学品

5.7.1.1 均匀废弃固体化学品份样量应满足分析操作的需要,与废弃化学品的粒度上限有关系,粒度越大,均匀性越差,份样量就越大,符合乔特公式,即份样量大致与废弃化学品的最大粒度直径某次方成正比,与废弃化学品的不均匀程度成正比。

份样量最低质量以 m 计, 单位以千克(kg)表示, 按式(1)计算:

式中：

K ——缩分系数的数值,代表废弃化学品的不均匀程度,废弃化学品越不均匀, K 值越大,可用统计误差法通过实验测定,也可由主管部门根据经验指定;

d ——废弃化学品中最大粒度直径的数值,单位为毫米(mm);

a ——经验常数的数值,随着废弃化学品的均匀程度和易碎程度而定。

注：一般情况下，推荐 $K=0.06, a=1$ 。

5.7.1.2 不均匀废弃固体化学品份样量 m 按 HJ/T 298—2019 中 4.3.1 的规定确定。

5.7.2 废弃液体化学品

废弃液体化学品份样量应满足试验分析用,混合缩分后,每个样品量不少于 500 mL。

5.8 取样方法

5.8.1 随机取样法

此法适用于件装废弃固体化学品、散装静止废弃固体化学品、大池(坑、塘)贮存的废弃液体化学品的取样,即一批具体情况了解甚少的废弃化学品,且取得的份样较分散也不影响分析结果,对这批废弃化学品不做任何处理,按照其原始状态从批废弃化学品中随机取得份样。主要有抽签法、随机数字表法。

抽签法:先对所有待取份样的部位进行编号,同时把号码写在纸条上(纸条上号码代表取份样的部位),掺合均匀后,从中随机抽取份样数的纸条,抽中号码的部位,就是取样的部位,此法宜在取份样点不多时使用。

随机数字表法：先对所有待取份样的部位进行编号，按所有部位编号，最大编号是几位数，就使用随机表的几栏（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就记下来（碰到已抽过的数就不要选它），直到抽够份数为止。抽到的号码，即为取份样的部位。

5.8.2 系统取样法

此法适用于散装静止废弃固体化学品、散装移动废弃固体化学品、大池(坑、塘)贮存的废弃液体化学品、移动废弃液体化学品、粘稠废弃半固体化学品的取样,即一批按一定的顺序排列的废弃化学品,按照规定的取样间隔,每隔一个间隔取得一个份样,组成小样或大样;在一批废弃化学品以传送带、管道等形式连续排出的移动过程中,按一定的质量间隔或时间间隔取份样。

份样间的最大质量间隔以 T 计, 单位以千克(kg)表示, 按式(2)计算:

份样间的最大时间间隔以 T_1 计, 单位以分钟(min)表示, 按式(3)计算:

式中：

Q ——废弃化学品批量质量, 单位为千克(kg);

n ——表 1 规定的份样数;

G ——每小时排出废弃化学品的质量,单位为千克每小时(kg/h)。

取第一个份样时,不应在第一间隔的起点开始,可在第一个间隔内随机确定;在传送带上或落口处取份样时,应截取废弃化学品流(传)的全截面;所取份样的粒度比例应符合取样间隔或取样部位的粒度比例,所得大样的粒度比例应与整批废弃化学品流(传)的粒度分布大致相符。

5.8.3 分层取样法

此法适用于散装静止废弃固体化学品、散装移动废弃固体化学品和大池(坑、塘)贮存的废弃液体化学品的取样,即对一批情况比较熟悉的废弃化学品,将其按照相关标志分成若干层,再从每层中随机取份样;一批废弃化学品分次排出或某生产工艺过程中产生的废弃化学品间歇排出过程中,可分为 n 层取样,根据每层的质量,按比例取份样。取样时,注意粒度比例,使每层所取得份样的比例与该层废弃化学品粒度分布大致相符。

第 i 层取样份数 n_i 按式(4)计算:

式中：

n ——表 1 规定的份样数;

Q_i ——第 i 层废弃化学品质量, 单位为千克(kg);

Q —— 废弃化学品批量质量, 单位为千克(kg)。

5.8.4 两段取样法

此法适用于件装废弃固体化学品、散装静止废弃固体化学品、件装废弃液体化学品、大池(坑、塘)贮存的废弃液体化学品的取样,即当一批废弃化学品由许多车、桶、箱、袋等容器盛装时,各容器件比较分散,应分阶段取样。首先从批废弃化学品总容器件数 N_0 中随机抽取 n_1 件容器,再从 n_1 件的每一件容器中取 n_2 个份样。

当 $N_0 \leq 6$ 时, 从批废弃化学品总容器件数 N_0 中随机抽取容器件数 $n_1 = N_0$;

当 $N_0 > 6$ 时, 从批废弃化学品总容器件数 N_0 中随机抽取容器件数的最小值以 n_1 计, 单位以件表示, 按式(5)取整计算:

式中：

N_0 ——一批废弃化学品总容器器件数,单位为件。

当第二阶段的取样数 $n_2 \geq 3$ 时, 即 n_1 件容器中的每个容器均随机取上、中、下最少 3 个份样。

5.9 取样类型

5.9.1 废弃固体化学品取样

5.9.1.1 取样设备

5.9.1.1.1 尖头钢锹。

5.9.1.1.2 钢锤。

5.9.1.1.3 采样探子：参见 GB/T 6679—2003 附录 A。

5.9.1.1.4 采样钻:参见 GB/T 6679—2003 附录 B。

5.9.1.1.5 气动和真空探针：参见 GB/T 6679—2003 附录 C。

5.9.1.1.6 取样铲:符合 GB/T 2007.1—1987 图 1、表 1 尺寸系列规定的要求。

5.9.1.1.7 盛样容器。

5.9.1.2 件装取样

件装废弃固体化学品取样时,按以下要求进行:

——按 5.5 的规定,确定取样点;

——按 5.6 的规定, 确定份样数;

——按 5.7.1 的规定, 确定份样量;

——采用 5.8.1 或 5.8.4 的取样方法；

——选择合适的取样工具，按其操作要求取得份样；

按照 GB/

散装废弃固体化学品取样分为静止废弃固体化学品取样和移动废弃固体化学品取样,按照不同要

进行。

- 按 5.5 的规定,确定取样点;
- 按 5.6 的规定,确定份样数;
- 按 5.7.1 的规定,确定份样量;
- 采用 5.8 的取样方法;
- 选择合适的取样工具,按其操作要求取得份样;
- 按照 GB/T 2007.1—1987 中 5.5 的规定组成小样或大样。

b) 移动废弃固体化学品取样按以下要求进行:

- 按 5.5 的规定,确定取样点;
- 按 5.6 的规定,确定份样数;
- 按 5.7.1 的规定,确定份样量;
- 采用 5.8.2 或 5.8.3 的取样方法;
- 选择合适的取样工具,按其操作要求取得份样;
- 按照 GB/T 2007.1—1987 中 5.5 的规定组成小样或大样。

5.9.2 废弃液体化学品取样

5.9.2.1 取样设备

- 5.9.2.1.1 采样勺:应符合 GB/T 6680—2003 中 6.1 的规定。
- 5.9.2.1.2 采样管:应符合 GB/T 6680—2003 中 6.2 的规定。
- 5.9.2.1.3 采样瓶、罐:应符合 GB/T 6680—2003 中 6.3 的规定。
- 5.9.2.1.4 搅拌器。
- 5.9.2.1.5 盛样容器。

5.9.2.2 件装取样

件装废弃液体化学品取样时,按以下要求进行:

- 根据 5.5 的规定,确定取样点;
- 按 5.6 的规定,确定份样数;
- 按 5.7.2 的规定,确定份样量;
- 采用 5.8.4 的取样方法;
- 将容器内废弃液体化学品混匀(含易挥发组分的废弃液体化学品除外);
- 选择合适的取样工具,按其操作要求取得份样;
- 按照 GB/T 2007.1—1987 中 5.5 的规定组成小样或大样。

5.9.2.3 大池(坑、塘)取样

大池(坑、塘)贮存的废弃液体化学品取样时,按以下要求进行:

- 按 5.5 的规定,确定取样点;
- 按 5.6 的规定,确定份样数;
- 按 5.7.2 的规定,确定份样量;
- 采用 5.8 的取样方法;
- 选择合适的取样工具,按其操作要求取得份样;
- 按照 GB/T 2007.1—1987 中 5.5 的规定组成小样或大样。

5.9.2.4 移动取样

移动废弃液体化学品取样时,按以下要求进行:

- 根据 5.5 的规定,确定取样点;
- 按 5.6 的规定,确定份样数;
- 按 5.7.2 的规定,确定份样量;
- 采用 5.8.2 的取样方法;
- 选择合适的取样工具,按其操作要求取得份样;
- 按照 GB/T 2007.1—1987 中 5.5 的规定组成小样或大样。

5.9.3 废弃半固体化学品取样

- 5.9.3.1 常温下为固体,加热容易成液体,且其化学性质稳定的废弃化学品,可在现场加热使其熔化后,按 5.9.2 的规定进行取样;也可打开包装按 5.9.1 的规定进行取样。
- 5.9.3.2 黏稠废弃半固体化学品,流动性差,可在产生现场采用 5.8.2 的取样方法进行取样;当从最终容器中取样时,选择合适的取样器,按 5.9.2.2 的规定进行取样。废弃化学品均匀性差,难以混匀时,应增加取样点、加大份样数,宜按 5.6 确定的份样数的 1.5 倍取样。

6 制样

6.1 制样目的

从取得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。在制定制样方案时,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。

6.2 制样要求

6.2.1 通则

制样过程中,应防止样品产生任何化学变化和污染。若制样过程中,可能对样品的性质产生显著影响,则宜尽量保持原始状态。

6.2.2 安全要求

样品属于《国家危险废物名录》(2021 版)规定的危险废物,或依据 GB 5085.7 的规定进行鉴别属于危险废物的,制样安全措施按照 GB/T 3723 中危险品安全措施的要求,根据样品的具体性质进行相应安全防护,在制样过程中人体不应直接接触样品。

6.2.3 制样记录要求

6.2.3.1 制样时应记录废弃化学品样品的名称、数量、性状、包装、贮存条件、环境、编号、来源、取样日期、制样日期、制样方法、制样人等。

6.2.3.2 废弃化学品样品为危险废物的,应在样品外包装标注危险废物类别以及安全注意事项。

6.3 制样工具

6.3.1 破碎机。

6.3.2 粉碎机。

- 6.3.3 研磨机。
- 6.3.4 玛瑙研钵或玻璃研钵。
- 6.3.5 份样铲、缩分铲。
- 6.3.6 盛样容器。
- 6.3.7 混样容器。
- 6.3.8 电热恒温干燥箱,温度可调节。
- 6.3.9 分样板。
- 6.3.10 振筛机。
- 6.3.11 标准套筛。

6.4 样品制备

6.4.1 手工制样

6.4.1.1 废弃固体化学品制样

- 6.4.1.1.1 样品粉碎,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。
- 6.4.1.1.2 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,用振筛机或人工分阶段筛出一定粒度范围的样品。使样品保证 95% 以上处于某一粒度范围。
- 6.4.1.1.3 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均匀。
- 6.4.1.1.4 样品的缩分,将样品缩分成两份或多份,以减少样品的质量。可以采用下列一个方法或几个方法并用。

——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(参见 GB/T 2007.2—1987 表 2 中样品层厚度)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(参见 GB/T 2007.2—1987 图 3 中图样)。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(参见 GB/T 2007.2—1987 图 4 中图样),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。

——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,使充分混均,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。

——分样器缩分法:有条件的实验室,可采用此法缩分。

6.4.1.2 废弃液体化学品制样

6.4.1.2.1 样品的混匀

对于盛小样或大样的小容器(瓶、罐)可人力摇晃混匀;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。

6.4.1.2.2 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。

6.4.1.3 废弃半固体化学品制样

- 6.4.1.3.1 黏稠不能缩分的泥状样品,应进行预干燥或离心分离至可制备状态,再进行粉碎、过筛、混合、

缩分。

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

6.4.1.3.3 对于难以混匀的样品(如含油等),可直接作为实验室样品。

6.4.2 机械制样

6.4.2.1 机械制样适用于大宗、高频次废弃化学品制样。

6.4.2.2 机械制样设备应适用固态与半固态样品制备功能。

6.4.2.3 机械制样设备应具有样品多级缩分功能。

6.4.2.4 机械制样设备应具有防腐蚀、防爆、密封、低噪等功能。

7 过程控制

7.1 取样、制样过程

应对取样、制样全过程进行控制,具体按以下要求操作:

- 进行废弃化学品取样、制样前,应制定方案,整个过程,按照取样、制样方案进行;
- 对取样、制样人员进行培训,熟悉并掌握废弃化学品的来源、废物类别、排放数量、理化性质、危险特性等,取样制样技术、安全操作相关知识以及处理方法等,取样制样时,应由 2 人以上在现场进行操作;
- 取样制样设备的材质不应与试样发生反应,不应使待取废弃化学品污染、分层和性质改变。取样制样设备应干燥、清洁,便于使用、清洗、保养、检查和维修。任何取样装置(特别是自动取样器)在使用前均应检查,并做可行性试验;
- 取样、制样过程中宜考虑废弃化学品吸潮、挥发、反应性等,并防止待取废弃化学品受到污染。

7.2 盛样容器

盛样容器应满足以下要求:

- 带盖盛样容器或内衬塑料薄膜的密封盛样袋;
- 材质与废弃化学品样品不发生任何反应,没有渗透性;
- 对光敏感的废弃化学品样品,容器应不透光。

7.3 盛样容器标签

取得的废弃化学品样品装入盛样容器后,应立即贴上标签,标签内容包括:样品编号、废弃化学品名称、取样日期、制样日期等。

7.4 运输

废弃化学品样品在运输过程中,防止雨淋、受热、受潮,应防止不同类别废弃化学品间的交叉污染;盛样容器不应倒置、倒放,应防止破损、浸湿和污染。对温度敏感的废弃化学品,样品运输时应注意保持在稳定的温度下运输。涉及废弃危险化学品运输时,按危险废物运输相关规定执行。

7.5 样品保存

7.5.1 样品装入盛样容器后应立即贴上标签。

7.5.2 保存易挥发性废弃化学品样品时,采取无顶空存样,并在冷藏条件下保存。

7.5.3 保存光敏性废弃化学品样品时,应装入深色容器中,并置于避光处保存。

7.5.4 保存温度敏感性废弃化学品样品时,应在其稳定温度下保存。

- 7.5.5 保存易与水、酸、碱等发生反应的废弃化学品样品时,应在隔绝水、酸、碱等条件下保存。
- 7.5.6 保存废弃化学品样品时,应注意防止受热、受潮及不同废弃化学品间的交叉污染。
- 7.5.7 废弃化学品样品保存期应不大于3个月,易挥发性、半挥发性废弃化学品样品保存期应不大于7 d。
- 7.5.8 废弃化学品样品应分类保存在特定场所,并由专人登记、保管。
- 7.5.9 废弃化学品样品不应随意丢弃,应送回原采样处或结合《国家危险废物名录》(2021版)和《中华人民共和国固体废物污染环境防治法》等相关要求进行处理处置。

附录 A
(资料性)
废弃化学品取样方案

取样方案包括但不限于以下内容：

- 取样目的；
- 现场调查和踏勘的情况；
- 确定取样方法；
- 选择取样工具；
- 确定取样点；
- 初步确定份样数和份样量；
- 组成小样或大样个数；
- 工作安排和取样进度；
- 安全措施；
- 过程控制。

参 考 文 献

- [1] GB/T 2007.2—1987 散装矿产品取样、制样通则 手工制样方法
 - [2] GB/T 6679—2003 固体化工产品采样通则
 - [3] HJ/T 20—1998 工业固体废物采样制样技术规范
 - [4] 中华人民共和国.中华人民共和国固体废物污染环境防治法[Z]. 2020 年 9 月 1 日
 - [5] 中华人民共和国生态环境部、国家发展和改革委员会、公安部、交通运输部、国家卫生健康委员会.国家危险废物名录(2021 版)[Z]. 2021 年 1 月 1 日
-