

金矿石样品制备质量控制要点

马建学, 刘庆昌, 钟 涛, 张锦卫
(武警黄金第一支队, 黑龙江 牡丹江 157021)

摘 要: 金在矿石中往往以自然金的状态存在, 嵌布极不均匀, 且富有延展性, 给样品制备造成一定困难。在分析测试工作中发生质量不合格的原因, 大多是由试样的均匀性和代表性太差造成的。实践证明, 只有在样品制备过程中, 严把样品接收关, 严格控制样品损耗, 合理确定样品制备流程, 及时进行内检和弃样抽查, 防止污染和顺序混乱, 才能保证最终分析结果的准确可靠。

关键词: 分析化学; 金矿石; 样品制备; 质量控制

中图分类号: O652.4 **文献标识码:** B **文章编号:** 1004-0676(2013)02-0068-03

Key Point of Quality Control in Gold Ore Samples Processing

MA Jianxue, LIU Qingchang, ZHONG Tao, ZHANG Jinwei
(No.1 Gold Detachment of CAPF, Mudanjiang 157021, Heilongjiang, China)

Abstract: The gold was existed in the status of natural gold in the ore. It brings some difficulties for sampling because of poor homogeneity and rich ductility of gold. The reason caused to the unqualified analytic result in the procedure was mainly the inhomogeneous and representative of samples. In order to get accurate and reliable analysis results, more attention should be paid to sample processing, such as receiving, control of sample loss rate, reasonable processing procedure, timely inner inspection, re-examination of abnormality, avoiding of pollution and disorder.

Key words: analytical chemistry; gold ore; sample processing; quality control

金矿样品制备是联接分析测试与地质勘查工作的关键环节, 是一项非常重要的工作, 在整个地质勘查环节中起着举足轻重的作用^[1-6], 其质量状况将直接决定地质勘查和化验工作成果。“文化程度高的人不愿干, 水平一般的人干不了”, 若制样质量不合格, 那么分析测试数据无论准确与否, 均失去了对地质勘查工作的指导价值。有些地质样品(如钻探岩心样品)如果发生制样质量事故, 是没有补采机会的。有人说:“地质和化验制样说了算”, 这是对制样工作重要性的高度概括。

1 金矿样品的特性及制备原则

1.1 金矿样品的特性

与一般金属及其矿物相比, 自然金和金矿物具有以下 5 个特点:

① 含量低, 金在地壳中的平均含量为 5×10^{-9} , 矿石中金含量以 10^{-6} 计;

② 密度大, 金的密度为 19.32 g/cm^3 (20°C), 仅有七种元素(钨、铋、铂等)的密度大于金的密度;

③ 延展性好, 1 g 纯金能够拉成 3400 m 以上的长丝;

④ 自然金和金矿物中的金含量高。

⑤ 大颗粒自然金或金矿物常常占较大比例, 且嵌布极不均匀。

1.2 金矿样品制备原则

将天然的金矿样品变成可供实验室测试的分析试样, 这个过程称之为样品加工或样品制备, 俗称

碎样。试样制备工作原则就是采用最经济有效的方法，将实验室样品破碎、缩分，制成具有代表性的分析试样。制备的试样应均匀并达到规定要求的粒度，保证整体原始样品的物质组分及其含量不变，同时便于分解。

2 质量控制要点

2.1 严格样品验收

实验室应配备专职的样品管理人员，负责样品的验收、检查和保管。有下列情况之一，实验室有权拒收样品，并应及时通知送样单位处理：

- ① 无送样委托书，或者送样委托书填写不清、不全；
- ② 样品无编号、编号混乱或有重号；
- ③ 样品在运输过程中破损、丢失或受到污染。
- ④ 样品质量不符合规定或设计要求。

样品经验收合格后，样品管理人员在送样委托书上签字，注明收样日期，并返回一份委托书给送样单位。实验室的分析批号和各个样品的分析编号应具有不可重复性(唯一性)。

2.2 合理确定制备流程

金矿试样的制备分为粗碎(2~5 mm)、对辊中碎(0.84~1 mm)和圆盘机中碎(0.42 mm)、细碎(0.074 mm)3 个阶段。

金矿试样的制备应根据自然金在样品中粒度(自然金按粒度划分为微粒金、细粒金、中粒金、粗粒金、巨粒金五个级别)的分布情况，制定不同流程，并兼顾不同的分析取样量。流程中的关键是确定第一次缩分时的试样粒度，应通过粒度试验(人工重砂法、筛上残金比法)加以确定。对于件数不多但很重要的未知样品，选择制样流程要慎重，宁可信其含有大颗粒金，也不可存在侥幸心理按微、细粒级制样流程加工，切实做到“宁细勿粗”。同时，选择制样流程也要适当考虑工作效率和材料消耗。

缩分是指从经过破碎和混匀的样品中分取出一部分样品的过程。目的是缩减样品重量，提高工作效率，减少加工成本。通常采用二分器法。由于金矿样品在用颚式破碎机粗碎和对辊式破碎机中碎过程中，自然金和多数金矿物只发生形变，基岩母质与金粒不能同步破碎，用基岩的最大颗粒直径代替金粒最大颗粒直径是不合适的，因此金矿制样不能用逐级缩分法缩分。除微细粒级型金矿样品外，样品缩分使用切乔特公式($Q=Kd^2$)时应重视 K 值的选

取。每一矿区的样品，应经试验确定金粒度级别后，再确定其缩分程序。元素的品位变化愈大、分布愈不均匀、分析精密度要求越高者，则 K 值愈大。微细粒级型金矿样品 K 值选用 0.8，第一次缩分时的试样粒度应小于 0.84 mm；粗粒级型金矿样品 K 值选用 2.8，第一次缩分时的试样粒度应小于 0.42 mm；巨粒级型金矿样品 K 值选用 8，第一次缩分时的试样粒度应小于 0.25 mm。由此得出的样品粒级和分析取样量对照列于表 1。为了确保样品的代表性，必须用圆盘粉碎机将金矿全样按试验确定的粒度要求中碎后方可缩分。

表 1 粒级和分析取样量对照

Table 1 Comparison of granularity and sample weight

粒级	细粒级	中粒级	粗粒级	巨粒级
第一次缩分粒度	18 目	20 目	40 目	60 目
最低可靠质量	500~1000 g	500~1000 g	500~1000 g	500~1000 g
分析取样量	20 g	20~30 g	≥30 g	≥40 g

2.3 防止污染和顺序混乱

制样工作与分析测试工作不同：分析测试工作是可重复性的工作，而制样工作中的多数程序是不可重复的。样品制备的关键环节是注意污染和顺序。

污染是指在样品加工过程中，引入了样品之外的外来物质，从而导致分析结果的失真、无效。样品制备中的污染是多方面的，主要来源是由制样机、操作工具、工作环境和样品交叉污染引起的。在每次投入新样品前都应彻底清理机器和工具，严禁用制样机来破碎冶金物料，制样人员不得佩戴金饰品，防止高含量样品污染低含量样品。一旦发生样品的污染问题，就会产生错误的分析结果，严重影响储量计算及地质评价，甚至造成假异常、假矿，给国家和部队造成巨大的损失。

在样品制备的每一环节中，都应认真核对样品序号，对号操作，千万不能马虎大意。如当时未发现串号、错号、重号等现象，就会发生张冠李戴的质量事故，人为造成“地层升降”或“地域位移”，事后很难发现和加以纠正。

2.4 精确控制样品损耗及缩分质量差

在分析试样制备的全过程中，样品的损失是必然的，粗碎时样品的蹦跳，中、细碎时排风除尘和

碎样机粘结残留均会引起损耗。为保证样品代表性，应尽量减少样品的损耗(见表 2)。粗碎阶段损耗率应低于 3%，中碎阶段低于 5%，细碎阶段低于 7%。缩分前样品应充分混匀，每次缩分后两部分试样之质量差不得大于缩分前试样质量的 3%。

表 2 制样损耗率要求及损耗原因

Table 2 Requirement of loss rate and the reason of loss in processing

制备阶段	粗碎	中碎	细碎
损耗率	<3%	<5%	<7%
损耗原因	样品蹦跳	排风除尘	棒磨机粘结残留

2.5 内部抽查和过筛检查

内部抽查(弃样检查)样号由测试管理人员确定。样品应于第一次缩分后，在拟弃去的一半样品中抽取，按正样的加工流程制备，并与正样一同进行测定，从分析结果判断样品加工的质量。每 30~50 件试样抽查一个，分矿区进行统计，合格率应大于 90%。大型矿样品抽查应不少于 30 件，中型矿应不少于 20 件。

过筛的目的是保证样品的粒度符合要求，以确保样品缩分后的代表性。在整个制样过程中，应抽取 3%~5%的试样进行各粒级副样或分析正样的过筛检查，过筛率应大于 95%。

2.6 高度重视内检工作

样品内检是指从粗副样中抽取部分实验室样品，重新加工成分析试样，按与分析正样相同的操作程序进行测定，并比较与分析正样结果的吻合程度。内检的目的和作用检查评价样品的加工质量，便于及时发现存在的质量问题。内检应定期(一至二月)或完成一定制样数量(1000 件)后按 7%~10%的比率抽取。样号应由业务管理部门(或用户)指定，由制样室提取全部粗副样并进行细碎。每件细碎后的样品分别装入两只样袋，一袋不编密码按原编号入库保存，另一袋交业务管理部门(用户)编密码后进

行分析测试。分析结果全部报出后，业务管理部门(用户)公开密码，按允许相对双差进行统计，合格率应大于 95%。若发生质量纠纷，可提取另一未编密码副样进行分析测试，该数据可以作为处理纠纷的依据。为及早发现和纠正存在的质量隐患，内检一定要具有及时性。

3 结 论

由于金矿样品自身的特殊性，样品制备工作一定要引起高度重视。分析测试工作中应将样品制备和分析取样问题，作为保证分析质量的前提条件，与分析测试方法一起进行研究。实践证明，只有严格遵守操作规程，掌握质量监控要点，加强职业道德教育，不断强化操作人员事业心和责任感，才能保证金矿样品的均匀性和代表性，为分析测试工作打下良好基础。本实验室通过对近五年的四万多件样品的监控数据统计表明，内检、外检合格率都在 96%以上，为武警黄金部队金矿储量的计算提供了准确可靠的分析数据。

参考文献:

[1] 中华人民共和国国土资源部. DZ/T013-2006, 地质矿产实验室测试质量管理规范[S]. 北京: 中国标准出版社, 2006: 24-26.

[2] 蒋家保, 于振中. 石英脉型金矿样品加工试验[J]. 地质实验室, 1990, 6(5): 313-317.

[3] 薛光. 金试样加工与分解的最新进展[J]. 黄金地质, 1996, 2(4): 67-71.

[4] 朱敏. 含细粒金矿样品的加工[J]. 分析试验室. 1990, 9(1): 66.

[5] 赵德年. 金矿样品加工讨论[J]. 岩矿测试. 1993, 12(1): 68-70.

[6] 罗学辉, 张勇, 陈占生, 等. 金矿石加工及测试质量过程控制[J]. 黄金, 2012, 33(3): 61-64.