

含粗粒金矿石样品加工 技术规范

Technical specification for processing and analysis of
gold ore samples containing coarse grains

（征求意见稿）

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

2025 – XX – XX 发布

XXXX – XX – XX 实施

目 次

前言 I

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 要求 1

5 试验方法（加工流程） 2

6 加工样品均匀性验证 3

附录 A（资料性） 重砂分离分析方法金含量的测定 5

附录 B（资料性） 含粗粒金矿石样品重砂分离试验记录 7

参考文献 错误！未定义书签。

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》和GB/T 20001.5—2017《标准编写规则 第5部分：规范标准》的规定起草。

本文件由陕西省自然资源厅提出。

本文件由陕西省自然资源厅归口。

本文件起草单位：陕西省地质矿产实验研究有限公司、西安西北有色地质研究院有限公司、中国地质调查局西安矿产资源调查中心、核工业二〇三研究所、陕西地矿安康秦汉实验检测有限公司、陕西三队地矿实验测试有限公司。

本文件主要起草人：熊英、胡建平、王虎、孙阳、刘强、侯明亮、刘运杰、李青翠、杨官成、杨柳晨、董亚妮、李田义、高小红、甘黎明、贺怡欣、薛志伟、邵文亮、袁知锋、卢修玉、胡欣欣、贺基文。

请注意本文件的某些内容可能涉及到专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由陕西省自然资源标准化技术委员会负责解释。

本文件首次发布。

联系信息如下：

单位：陕西省地质矿产实验研究所有限公司

电话：029-87851443

地址：西安市雁塔北路100号

邮编：710054

引 言

自然金具有高度的延展性，它与脉石矿物加工破碎的程度极不一致，不易进一步被粉碎，视采用粉碎机的种类，金粒往往会卷成球状或雪茄的形状，粒径则不会显著减小，样品加工制备的代表性和均匀性难以保证。对于含粗粒金矿样品，采用传统的样品加工、分析即使取样量达到 100 g，取样代表性仍不能令人满意，致使最终分析结果的重现性差，且分析结果严重偏低，增加取样分析次数也难获得正确的结果，甚至被判断为无矿，难以及时指导金矿勘查评价工作，长期以来一直是该类金矿资源勘查评价急待解决的技术难题。

金矿是陕西省战略性特色矿产资源，陕西省境内分布了大量含粗粒金矿石的矿床，含粗粒金矿石样品，由于自然金的特殊性质，长期以来，一直没有很好地解决样品加工的代表性和均匀性，严重影响陕西省该类型金矿资源的勘查评价，急需针对该类型金矿石的特性研制适宜的加工技术规范，准确评价金矿储量。

重砂分析是传统的岩矿鉴定手段，将该手段应用于含粗粒金矿的分析，规避了自然金在样品加工制备中不易均匀分散的影响，将样品中的粗粒金通过重选直接分离富集，并全量用于金含量的检测；对分离粗粒金后的尾砂（此样已没有粗粒自然金）继续细磨至满足化学分析的粒度（0.074mm）。分别测定“重矿物”和“尾砂”中的金，通过加权平均可计算样品中金的含量，其分析结果能够代表试验样品金的真实品位，取样量 $\geq 1\text{kg}$ ，其代表性远远大于常规化学分析的取样量，确保分析结果准确可靠。

含粗粒金矿石样品加工 技术规范

1 范围

本文件规定了含粗粒金矿石样品加工、重砂分离-分析以及金含量计算整个流程的要求，描述了对应的试验方法。

本文件适用于含粗粒金矿石样品加工、重砂分离-分析金含量的测定。

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 474 煤样的制备方法

DZ/T 0130.3 地质矿产实验室测试质量管理规范第3部分：岩石矿物样品化学成分分析

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

含粗粒金矿石 Coarse grained gold ore

对加工至粒径小于0.25 mm后的样品，采用人工重砂法鉴定，粒径为0.07 mm ~ 0.3 mm的自然金占金总量≥20%或粒径为0.3 mm ~ 0.5 mm的自然金占金总量≥10%，称为含粗粒金矿石。

3.2

重砂分离-分析 Heavy sand separation analysis

采用人工或机械重砂分离的方法，将含粗粒金的重矿物与含微细粒金矿的轻矿物分离，并分别测定重矿物和轻矿物中金含量的方法。

3.3

加权平均值 weighted average

加权平均值是根据权数的不同进行的平均数的计算，本文件所指的加权平均值，是根据重矿物和轻矿物样品中金的含量及其重量，计算样品中金含量的总均值

4 要求

4.1 加工过程要求

4.1.1 用于试验样品的重量宜达到 15 kg ± 2 kg，或对收到的样品全部用于试验，不得弃样或缩分部分样品。

4.1.2 首次缩分样品的加工粒径应小于 1mm，缩分前样品加工的损失率应小于 5%。

4.1.3 采用逐级混匀缩分，重砂淘洗样品的质量不少于 1000 g，缩分误差不大于 3%。

4.1.4 重砂样品加工粒径应控制在小于 0.25 mm 范围。

4.1.5 采用重砂分离，重矿物金富集率应大于 70%，样品损耗率应小于 2%，保留重砂样品的质量宜控

制在 5 g~30 g。

4.1.6 称量重砂样品质量的允许相对误差小于 0.01g；称量轻矿物质量的允许绝对误差小于 1 g。

4.1.7 对轻矿物样品混匀缩分，保留金化学分析样品的质量不少于 200 g，加工后的样品粒径应小于 0.074 mm。

4.2 金含量分析要求

4.2.1 重砂样品（4.1.5）不用焙烧全部用于金含量分析。可按照附录 A.1.1、A.2、A.3 的要求制备样品溶液，采用原子吸收分光光度法或氢醌滴定法测定重砂样品中金的含量。

4.2.2 按照附录 A.1.2、A.2、A.3 的要求制备样品溶液，采用原子吸收分光光度法或电感耦合等离子体质谱法测定轻矿物样品中金的含量。

4.2.3 按照附录 A.3.3 给出的计算公式，计算样品中金的含量。

4.2.4 重砂分离-分析方法检出限为 $w(\text{Au})/10^{-6} = 0.3$ 。

5 试验方法（加工流程）

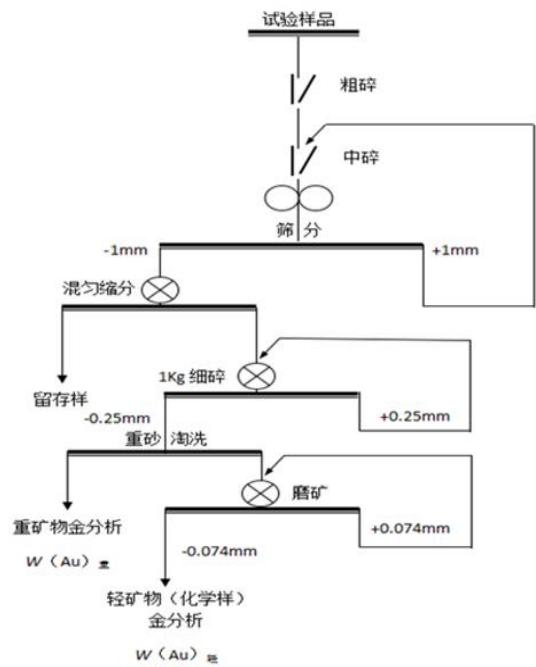


图1 样品加工流程

5.1 设施、设备和工具

5.1.1 制样室（包括制样、存样、干燥等房间）应宽大敞亮，要有除尘设备，地面为水泥地面，推掺缩分区还需要在水泥地面上铺以厚度 3 mm 以上的橡胶垫。

5.1.2 分析天平，感量 1 mg

5.1.3 天平，感量 0.1 g。

5.1.4 颚式破碎机，出料粒径小于 5 mm

5.1.5 对辊破碎机，出料粒径小于 1 mm。

5.1.6 圆盘破碎机，出料粒径小于 0.25 mm。

- 5.1.7 棒磨机或环击振荡破碎机，最小加工粒径小于 0.074 mm。
- 5.1.8 二分器，满足 GB 474-2008 中 7.4.1 的要求。
- 5.1.9 圆形铝制淘洗盘，直径和深度分别为 50 cm 和 7 cm
- 5.1.10 空气压滤机。
- 5.1.11 控温范围 100 °C ~ 105 °C。
- 5.1.12 金属套筛：粒径分别为：0.25 mm，0.425 mm，0.074 mm。
- 5.1.13 称量瓶，50 mL。

5.2 加工试验

- 5.2.1 实验室对收到的样品应核对并称量记录样品质量。
- 5.2.2 按图 1 所示流程进行样品的加工。将样品（5.2.1）用颚式破碎机（5.1.4）加工（粗碎）至粒径小于 10 mm 后，再用对辊破碎机（5.1.5）将样品加工（中碎）至粒径小于 1 mm。
- 5.2.3 采用堆锥法混匀（堆锥 5 次 ~ 7 次）样品（5.2.2），混匀后的样品多次通过二分器（5.1.8）缩分，使最终获得 2 份大于 1 kg 的样品（1 份用于基本分析，另 1 份作为内检或外检样品的备份）；样品每次通过二分器（5.1.8）后，应交替从两侧接收器中，收取留样，合并留样作为副样保存；缩分时应使样品呈柱状沿二分器长度来回摆动均匀倒入格槽，并控制速度。
- 5.2.4 取 1 份样品（5.2.3）采用圆盘破碎机（5.1.6）加工至粒径全部通过 0.25 mm。准确计量（精确至 1 g）用于重砂分离的样品质量 M (g)。
- 5.2.5 将重砂样品（5.2.4）全部置于圆形铝制淘洗盘（5.1.9），在装有水的盆中仔细掏出重矿物，必要时再进行 1 次-2 次的精淘，重矿物的样品量宜小于 30 g。也可采用其他经验证能满足分离要求的机械分离方法。
- 5.2.6 用水将重矿物样品小心转移入称量瓶中（5.2.13），倒出多余水分，盖上盖（留一小缝）置于干燥箱（5.1.11）中，于 60°C ~ 80°C 的条件下将样品 A（重矿物样品）烘至恒重，用天平（5.1.2）称量，精确至 0.01g，记录样品 A 的质量 M_1 (g)，样品 A 全部用于金含量的分析。
- 5.2.7 将余下的样品溶液用空气压滤机（5.1.10）过滤，滤饼置于干燥箱（5.1.11）中 60°C ~ 80°C 的条件下烘至质量不再发生变化，得样品 B（轻矿物样品），用天平（5.1.3）称量，精确至 1 g，得样品 B 的质量为 M_2 (g)。
- 5.2.8 将样品 B 混匀缩分，分取不少于 200 g 样品置于棒磨机或环击振荡破碎机（5.2.7）中，加工至样品粒径小于 0.074 mm，得轻矿物化学分析样。

5.3 试验记录

- 5.3.1 样品加工记录主要信息。
 - a) 样品质量 (g)；
 - b) 样品加工至粒径小于 5 mm 时的质量 (g)；
 - c) 样品加工至粒径小于 1 mm 时的质量 (g)；
 - d) 缩分次数、待加工重砂样品质量 (g)、缩分误差、加工后样品质量；
 - e) 加工至 1 mm 时，样品质量；
 - f) 分离后重砂样品的质量；
 - g) 分离后轻矿物样品的质量；
 - h) 各加工环节的损失率。
- 5.3.2 参照附录 B 提供的记录表中的信息保留试验记录

6 加工样品均匀性验证

- 6.1 样品加工重复性检验比例及金含量检测结果的相对偏差应满足 DZ/T130.3 的要求。
- 6.2 重砂分离-分析方法的再现性限 $R=0.3059X^{0.9045}$

附录 A

(资料性)

重砂分离分析方法金含量的测定

A.1 样品 A 溶液制备

A.1.1 将样品A (5.2.6) 全部转入250 mL锥形瓶中, 加入30 mL~50 mL王水溶液(1+1), 加盖于电热板加热煮沸1h, 取盖, 继续加热至溶液总体积15 mL~20 mL, 冷却后加入100 mL水及1 mL~5 mL聚氧化乙烯溶液(5 g/L)使硅胶絮凝, 搅匀。

A.1.2 将样品溶液(A.1.1) 倒入已制备好的活性炭纸浆吸附柱上的布氏漏斗中, 抽滤, 用热盐酸溶液(1+19)洗涤锥形瓶及残渣 4 次~5 次, 取下布氏漏斗, 用热氟化氢铵溶液(250 g/L)洗涤吸附柱7 次~8 次, 再用热盐酸溶液(1+19)洗涤 7 次~8 次, 热水洗 7 次~8 次。停止抽滤, 将活性炭纸浆移入 40 mL瓷坩埚中, 用小张滤纸擦净残留的活性炭, 合并于坩埚中。

A.1.3 将坩埚(A.1.2) 置于电炉上, 待坩埚中物料干燥炭化后, 移入 700 °C马弗炉中灼烧至完全炭化并保温 20 min, 取出坩埚冷却。于坩埚中加入10 mL王水溶液(1+1), 低温加热溶解并蒸至 2 mL~3 mL时取下, 移入 25 mL比色管中, 用水稀释至刻度, 混匀。得样品溶液 A, 待原子吸收光谱法或氢醌容量法测定金的质量分数。

A.2 样品 B 溶液制备

A.2.1 将样品B (5.2.8) 置于马弗炉中, 室温升至 750°C, 保温2 h。冷却后转入 250 mL锥形瓶中, 加入 50 mL王水溶液(1+1) (样品中含铁少时, 加入 3 mL三氯化铁溶液(5.1.6)), 摇匀加盖。

A.2.2 将锥形瓶置于电热板上加热煮沸 1 h, 取下盖子, 继续加热至溶液总体积 15 mL~20 mL, 冷却后加入 60 mL水及 1 mL - 5 mL聚氧化乙烯溶液(5 g/L)使硅胶絮凝, 加入 1 块泡沫塑料, 塞紧锥形瓶塞, 用力摇 20 次~30 次, 将锥形瓶放入振荡器中, 于 180 r/min ± 20 r/min的频率振荡1 h。

A.2.3 取出泡沫塑料, 用水洗掉矿渣, 挤干水分, 置于 40 mL瓷坩埚中, 在电炉上加热炭化, 再移至 650°C马弗炉中灰化并灼烧 30 min, 取出冷却。

A.2.4 于坩埚中加入1滴氯化钠溶液(200 g/L)、5 mL王水溶液(1+1), 于沸水浴锅上蒸至湿盐状, 取下, 加入5 mL盐酸溶液(1+19), 加热溶解盐类, 冷后移入 25 mL比色管中, 用盐酸溶液(1+19)稀释至刻度, 混匀。得样品溶液B, 待原子吸收光谱法或电感耦合等离子体质谱法测定金的质量分数。

A.3 原子吸收光谱仪的校准

A.3.1 金校准溶液系列的配制

移取 0 mL、0.50 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、20.00 mL 金标准溶液(10 µg/mL), 分别置于一组 50 mL 容量瓶中, 用王水溶液(1+9)稀释至刻度, 摇匀, 得到一组金校准工作溶液系列: 0 µg/mL、0.10 µg/mL、0.40 µg/mL、1.0 µg/mL、2.0 µg/mL、4.0 µg/mL。

A.3.2 校准曲线绘制

按照仪器操作程序，调节仪器各参数至最佳状态，用原子吸收光谱仪测定金校准系列溶液中金的吸光强度，以金含量为横坐标，吸光强度值为纵坐标，绘制校准曲线。

A. 4 测量

A. 4. 1 按照原子吸收光谱仪校准曲线绘制测量程序（A. 2. 2），分别测定样品溶液A（A. 1. 3）和样品溶液B（A. 2. 3），中金的吸光强度值，由校准溶液曲线计算金的质量分数。

A. 4. 2 样品A或样品B中金含量以质量分数 $w(\text{Au})$ 计，数值以（ 10^{-6} ）表示，按（1）式计算：

$$w(\text{Au})_{\text{A 或 B}} = \frac{(\rho_1 - \rho_0)V}{m} \dots\dots\dots (\text{A. 1})$$

式中：

- ρ_1 ——测定样品溶液（A 或 B）中的金的质量分数，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）；
- ρ_0 ——测定空白试验溶液中的金的质量分数，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）；
- V ——样品溶液总体积，单位为毫升（ mL ）；
- m ——样品量，单位为克（ g ）；

A. 4. 3 试验样品中金的含量

样品中金含量以质量分数 $w(\text{Au})$ 计，数值以（ 10^{-6} ）表示，按（2）式计算：

$$w(\text{Au}) = [M_1 \times w(\text{Au})_A + M_2 \times w(\text{Au})_B] / (M_1 + M_2) \dots\dots\dots (\text{A. 2})$$

式中：

- M_1 ——重砂分离得到的重矿物质量，单位为克（ g ）；
- $w(\text{Au})_A$ ——重矿物中金的含量，单位为微克每克（ $\mu\text{g}/\text{g}$ ）；
- M_2 ——分离重砂后尾砂质量，单位为克（ g ）；
- $w(\text{Au})_B$ ——尾砂中金的含量，单位为微克每克（ $\mu\text{g}/\text{g}$ ）；

计算结果表示为：0.XX $\mu\text{g}/\text{g}$ 、X.XX $\mu\text{g}/\text{g}$ 、XX.X $\mu\text{g}/\text{g}$ 。

附 录 B
(资料性)
含粗粒金矿石样品重砂分析试验记录

B.1 重砂样品加工记录见表 B.1

表 B.1 样品加工记录表

样品编号	样品质量 (g)	样品粒径<5mm		样品粒径<1mm		缩分次数			样品粒径<0.25mm	
		质量 (g)	损耗%	质量 (g)	损耗%	质量1 (g)	质量2 (g)	缩分误差	损耗%	质量 (g)

样品加工负责：时间：

样品加工检查：时间：

样品加工人员：时间：

B.2 重砂样品分离记录见表 B.2

表 B.2 重砂分离分析记录表

样品 编号	分离前 样品质量 (g)	重矿物 样品质量 M ₁ (g)	轻矿物 样品质量 M ₂ (g)	损耗%	重矿物中 金含量 w(Au) _A /10 ⁻⁶	轻矿物中 金含量 w(Au) _B /10 ⁻⁶	样品中 金含量 w(Au)/10 ⁻⁶

样品加工负责：时间：

样品加工检查：时间：

样品加工人员：时间：

