维普资讯 http://www.cqvip.com

2008 年 8 月 岩 矿 测 试 Vol. 27, No. 4
August 2008 ROCK AND MINERAL ANALYSIS 279 ~ 283

文章编号：0254 - 5357(2008)04 - 0279 - 05

自然铜矿石样品的加工及分析测试方法

黄晓林
（国土资源部昆明矿产资源监督检测中心，云南省地质矿产勘查开发局中心实验室，云南 昆明 650218）

摘要：对滇东北地区典型自然铜矿石样品的试验采取、粒度分级过筛、缩分及均匀性试验，认为样品在经过粗碎、中碎后，将颗粒大于 2 mm 的矿物（95% 以上为自然铜）用 2 mm 隔筛分离后，余下样品经过棒磨，过 0.246 mm（60 目）筛后进行缩分至常量细碎样品量，再进行 0.074 mm（200 目）样品加工的工艺流程是可行的。样品中铜元素分析方法（原子吸收光谱法、碘量法和碘氟法）的选择符合矿区实际，其经济性、可靠性、准确性能满足地质工作的实际需要。

关键词：样品加工；分级制样；分析测试方法；自然铜矿石
中图分类号：O6 - 331；P578.11；P575 **文献标识码**：B

Processing and Analysis of Native Copper Ore Samples

HUANG Xiao-lin
(Yunnan Testing and Quality Supervision Center for Geological and Mineral Products, The Ministry of Land and Resources, The Center of Laboratory, Yunnan Exploration & Development Bureau of Geology & Mineral Resources, Kunming 650218, China)

Abstract: Through the experiments of sampling, size-grading, screening, splitting and homogeneity test for the native copper ore samples from northeast Yunnan province, a sample processing procedure was established. After rough and medium crushing and screening out the grains with grain size 2 mm screen (>95% is native copper), the sample was rod grinded, passing through 0.246 mm(60 mesh) screen, splitting and prepared to 0.074 mm (200 mesh). Atomic absorption spectrometry, iodimetry and iodine-fluorine methods were selected for copper analysis with good accuracy, reliability and economical efficiency.

Key words: sample processing; sample preparation by grading; determination method; native copper ore

自然铜存在于岩石矿石中，这些矿物种类繁多，其组分和赋存状态较为复杂，给自然铜样品的加工制备带来极大的困难。采用常规的样品制备方法[1-4]进行铜矿石样品的加工制备显然不能代表原始样品的组分或原地质（矿区）的矿物组成，也不可能获得满意的检测结果；采用全溶法一是检测成本高，二是检测周期长，无法满足于大量的地质找矿样品的检测需要。

云南及滇东北地区的自然铜主要存在于玄武岩、灰岩、变质岩及夹杂于沥青中[5-6]，通过对待测样品的岩矿物性研究，其赋存状态、嵌布特征、嵌布粒度及组分较为复杂，国内外均无成熟方法可以借鉴，采用常规的制样方法难以获得满意的分析试样和准确的检测结果。本文对不同地区、不同类型的自然铜矿样品进行了针对性、探索性的样品加工工艺和分析方法试验，取得了明显的成效。

1 样品的采取

将原始质量为 27.33 kg、编号为 DSY - 1 和原始质量为 14.69 kg、编号为 DSY - 2 的两件样品准确称重后，为确保分样后备份样品的代表性，本文考虑用一安全系数，即含粗粒铜的极不均匀铜矿，

收稿日期：2007-10-30；**修订日期**：2008-01-14
作者简介：黄晓林（1959 - ），男，四川乐山市人，高级工程师，工业分析专业，长期从事岩矿测试与技术管理工作。E-mail：yndksys@126.com。

维普资讯 http://www.cqvip.com

其安全缩分系数 K 值为 0.8 作为缩分系数 d 为 2 mm，确保分样后备份样品的代表性，之后分别进行粗中碎，破碎后最大粒径 4 mm 左右，主要粒径在0.2～1 mm，用 2 mm 隔筛将筛上物、筛下物进行分离，其中筛上物（95% 以上为自然铜）全量准确称量，准确至 0.01 g 后保留，另行加工经多点取样后作为第一个分析样进行铜含量分析，其目的是在于避免过度破碎将粒径大于 2 mm 的金属铜击碎后混入筛下，加大筛下物的不均匀性，影响下步的中、细碎结果。筛下物经混匀后，按四分法进行分样，破碎后的样品分配情况见表 1 和表 2。

表 1 原样 2 mm 粗重碎筛上物、筛下物分配情况

Table 1 Particle distribution of samples up and down of the sieve with 2 mm pore

原样品编号	m/kg 原始样品	破碎后样品	破碎后筛上物	破碎后筛下物	损失率/%	w(筛上物 Cu)/%	备注
DSY-1	27.33	26.46	0.032	26.43	3.2	95.40	筛上物 Cu 的含量将参加以后各试验样品中铜含量的计算
DSY-2	14.69	14.10	0.090	14.01	4.0	95.38	

表 2 破碎混均后筛下物平均分配情况

Table 2 Average distribution of samples for different usage

原样品编号及样品原始质量	破碎后筛下物样品编号	平均分样质量 m/kg	样品用途
DSY-1 (26.43 kg)	DSY-1-1	4.86	用作粒度分级试验样
	DSY-1-2	4.86	用作粒度分级试验样
	DSY-1-3	3.20	用作连续缩分样品均匀度试验样
	DSY-1-4	3.20	筛下物经细碎后全部过 0.074 mm（-200 目）筛化验结果对比试验
	DSY-1-5		副样
DSY-2 (14.01 kg)	DSY-2-1	4.86	用作粒度分级试验样
	DSY-2-2	4.86	用作粒度分级试验样
	DSY-2-3	3.20	用作连续缩分样品均匀度试验样
	DSY-2-4	3.20	筛下物经细碎后全部过 0.074 mm（-200 目）筛化验结果对比试验
	DSY-2-5		副样

2 样品加工方法试验

2.1 样品的粒度分级过筛试验

取上述 4.86 kg 筛下物试样 DSY-1-1、4.86 kg 试样 DSY-2-1 分别装入棒磨密封筒中，用 DZS 棒磨机研磨 2 h，取出，分别用孔径 0.84 mm（-20 目）、0.42 mm（40 目）、0.25mm（60 目）、0.18 mm（80 目）、0.0149 mm（100 目）、0.125 mm（120 目）、0.097 mm（160 目）、0.074 mm（200 目）等 8 个分级振动筛进行样品的分级过筛试验。每个样品分级后获得不同粒级的样品 9 个，其中 20 目筛上物一个，并分别对每一级样品的筛上物、筛下物进行称量，制样后进行化学分析，同时做平行试验样各一件。样品分级过筛试验及平行试验流程见图 1～图 4。

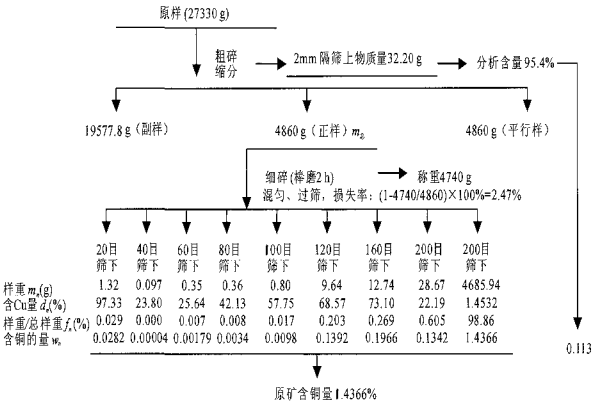


图 1 DSY-1 号样（多沥青）分级过筛试验样流程

Fig. 1 Grading procedure of sample DSY-1

$$\text{损失率} = 1 - \frac{\text{碎样后总质量}}{\text{碎样前总质量}} \times 100\%。$$

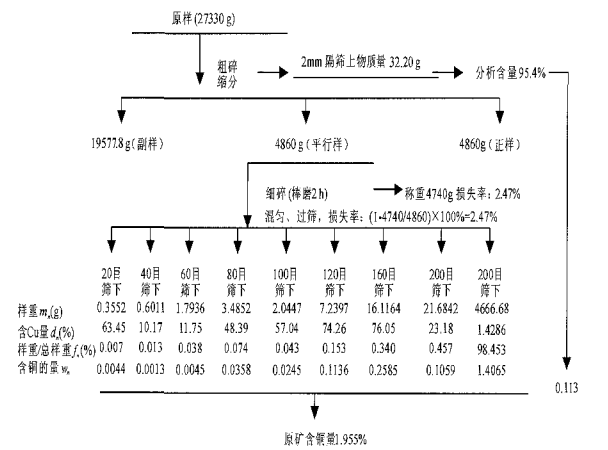


图 2 DSY-1 号样（多沥青）分级过筛试验（平行样）流程

Fig. 2 Grading test procedure of duplicate sample DSY-1

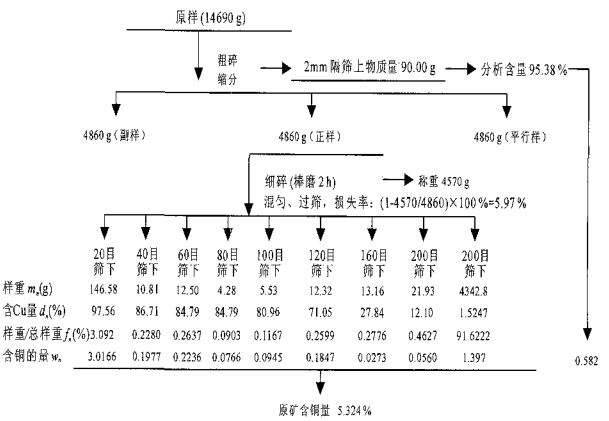


图 3 DSY-2 号样（少沥青）分级过筛试验样流程

Fig. 3 Grading procedure of sample DSY-2

维普资讯 http://www.cqvip.com

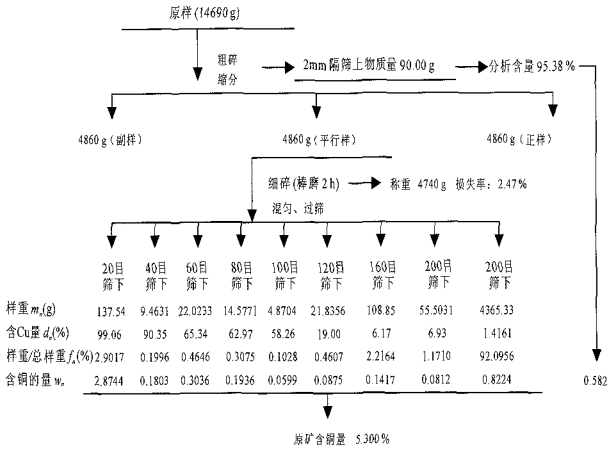


图4　DSY－2号样(少沥青)分级过筛试验(平行样)流程

Fig. 4　Grading test procedure of duplicate sample DSY-2

$w_n = d_n f_n = d_n m_n / m_{总}$；$w = w_1 + w_2 + \cdots + w_n$。

通过对上述两件样品粒度分级试验及对各级样品的观察、分析后，作者认为，细碎时间的长短将会导致自然铜在各级样品中的分布量发生一定的变化，其中试样DSY－2由于自然铜大多为较坚实的粒状结构，在各级样品中的分布量相对受细碎时间的影响不大，其筛上物的含铜量呈一定规律变化；而试样DSY－1中自然铜多为薄弱的层状结构，在各级样品中的分布量受细碎时间长短的影响相对较大；但对这两个试样全铜含量的测定不会产生大的影响。

2.2　样品的缩分及均匀性试验(K值的确定)

样品的缩分试验是本文研究的关键，也是将几千克、甚至几十千克样品进行破碎缩分后，能否保持最后分析试验真正代表原始样品的组成的关键所在。若缩分方法不正确，使最后的分析试验不能代表原矿区(地段)样品的组成，则分析工作便失去了意义，因此加工、缩减后的样品组成应完全符合原始样品的组成，而加工过程中所用的工作量则应尽可能得小。遵循这一原则，本文进行了两个方面的缩分试验。

2.2.1　样品的连续缩分及均匀性试验

在样品连续缩分及均匀性试验流程(图5)中，将每组试样未经破碎的再缩分成5个样，并将每组所得的5个样品分别装入密封棒磨，棒磨1 h取出，过0.074 mm筛，分别对筛上物、筛下物进行化学分析测定铜的含量，以检查连续缩分后的代表性和均匀性。按《地质矿产实验室测试质量管理规范》[7]，第一组试样的分析结果作为各组结果的对比标准。

为了正确计算化学分析结果和分析碎样误差，每一组样品进行加工的程序应当一致，考虑到不致于因缩减而引入误差，在第一组的加工中将样品破碎至1 mm后再缩分到3.4 kg，为K值0.5所需质量Q值的6.8倍。

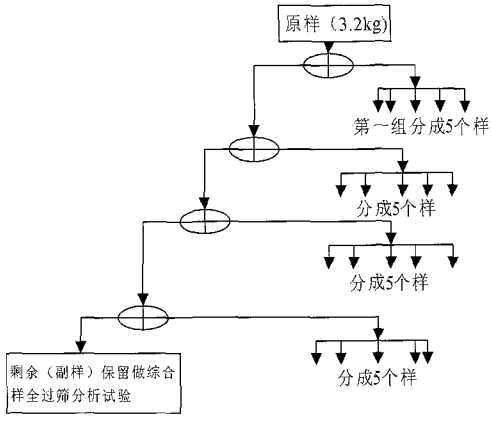


图5　样品的连续缩分及均匀性试验流程

Fig. 5　Procedure for continuous sample splitting and sample homogeneity test

2.2.2　样品的破碎及样品的均匀性试验

分取多沥青试样3200 g，分别装入8个棒磨密封筒中，每筒400 g，棒磨30 min，取出，称总质量为3190 g，损失0.3125%，过60目筛，筛上物称量为38 g，筛下物称量为3 152 g。将筛下物充分混匀后，任意取5个点，每点20 g，用碾钵分别将各点试样研磨至－160目，进行均匀性试验。

余下的样品充分混匀，分别取1600 g，分装4个筒子，每筒400 g，棒磨10 min，取出称量为1596 g，过－80目筛，筛上物称量为0.5410 g。筛下物充分混匀后，任意取5个点，每点20 g，用碾钵分别将各点试样研磨至－160目，供均匀性分析。余下试样混匀，分取800 g，分装2个筒，每筒400 g，棒磨10 min，称量为790 g，用碾钵磨至－160目后进行均匀性试验。

余下样品690 g，碎10 min，过120目筛，无筛上物，总质量为682 g，任意取5个点进行均匀性试验，剩余样(副样)即综合样全部过筛后进行铜含量的分析，分析结果与试验流程图右侧各组分析结果进行对比，检查各组样品铜含量的准确性、代表性和均匀性。分析结果详见表3。

少沥青样品的碎样及均匀性试验步骤与多沥青样品的碎样及均匀性试验步骤相同，即：

维普资讯 http://www.cqvip.com

表3 样品碎样均匀性试验筛上物分析结果对照

Table 3 Composition of the analytica results of Cu in samples with different size

DSY-1样品	w/%		DSY-2样品	w/%	
	分析Cu含量	Cu金属量①		分析Cu含量	Cu金属量①
+60目筛上	16.05	0.016	+60目筛上	98.77	3.97
+80目筛上	91.41	0.016	+80目筛上	34.40	0.010
+100目筛上	76.99	0.014	+100目筛上	26.70	0.002
+120目筛上	无筛上物		+120目筛上	无筛上物	
	1.63	1.62		0.90	0.85
	1.69	1.68		1.00	0.96
-60目	1.61	1.60	-60目	1.02	0.98
	1.61	1.60		0.88	0.84
	1.65	1.64		0.94	0.90
	1.58	1.57		0.88	0.84
	1.56	1.55		0.96	0.92
-80目	1.59	1.58	-80目	0.90	0.86
	1.59	1.58		0.89	0.93
	1.63	1.62		0.92	0.88
	1.54	1.53		0.90	0.86
	1.45	1.44		0.90	0.86
-100目	1.56	1.55	-100目	0.90	0.86
	1.61	1.60		0.87	0.83
	1.61	1.60		0.91	0.87
	1.51	1.50		0.91	0.87
	1.49	1.48		0.87	0.83
-120目	1.58	1.57	-120目	0.91	0.87
	1.54	1.53		0.91	0.87
	1.53	1.52		0.91	0.87

① Cu金属量 = $\frac{\text{分析Cu含量} \times \text{筛上自然铜的质量}}{\text{样品总质量}} \times 100\%$。

+60目筛上样质量128 g,分析含量;-60目筛下样质量3071 g,任取5个点样分析含量;+80目筛上样质量0.94 g,分析含量;-80目筛下样质量1570 g,任取5个点样分析含量;+100目筛上样质量0.24 g,分析含量;-100目筛下样质量787 g,任取5个样分析含量;-120目筛下样质量683 g,任取5个样分析含量;-160目筛下样质量398 g,分析铜含量。表3结果可见,试样DSY-1(多沥青)中Cu含量平均值1.58%,最高值1.69%,最低值1.45%;Cu金属量平均值1.57%,最高值1.68%,最低值1.44%。试样DSY-2(少沥青)中Cu含量平均值0.92%,最高值1.02%,最低值0.87%;Cu金属量平均值0.88%,最高值0.98%,最低值0.83%。

过60目筛后,可以适当进行缩分,通过对上述DSY-1(多沥青)和DSY-2(少沥青)两件样品的连续缩分及均匀性流程试验,及对各组试验样品的分析结果对照,认为样品在通过-60目筛前,自然铜在样品中的分布仍然是不均匀的,通过-60目筛后,样品中自然铜的分布已基本均匀,此时可以进行缩分,但缩分必须遵照$Q=Kd^2$的规定进行,即取K值为0.5,-60目前应严禁或尽可能不缩分。为确保样品的均匀性和代表性,应尽可能将样品碎至-80目后再缩分,此时缩分K值可定为0.3。

3 样品的加工流程

样品加工流程见图6。

通过试验认为样品经过破碎后,用2 mm隔筛

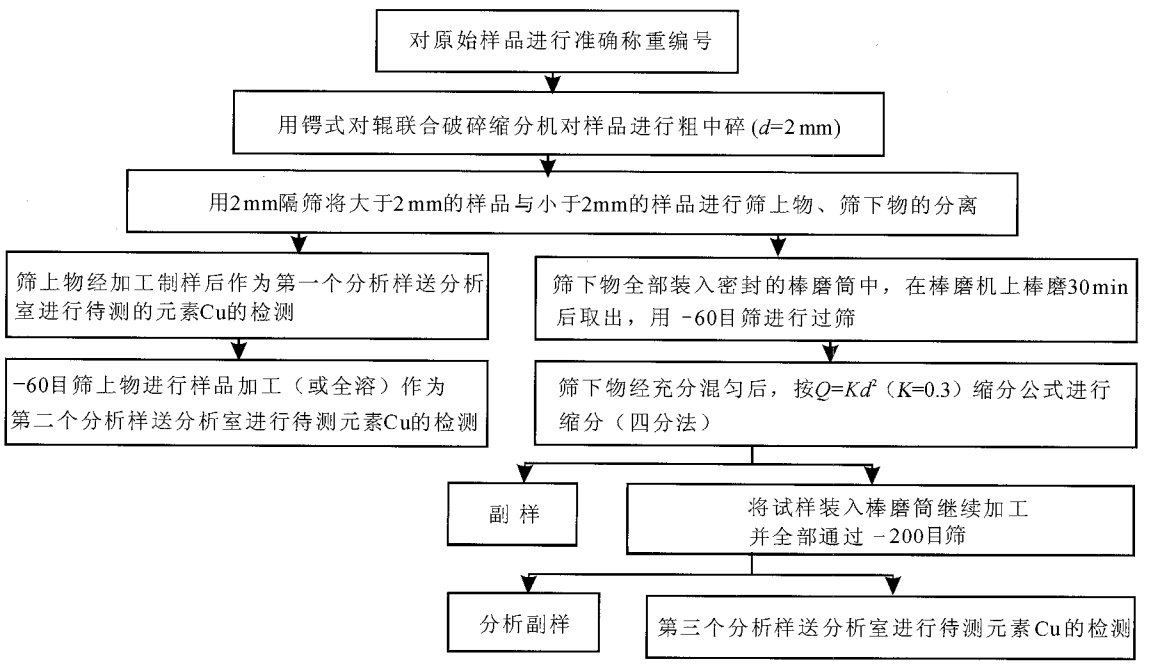


图6 样品加工流程

Fig. 6 Procedure of sample processing

维普资讯 http://www.cqvip.com

将筛上物、筛下物进行分离(其中筛上物95%以上为自然铜),筛下物进行细碎后全部通过-60目筛,样品的过筛量仍然很大,而且一个样品Cu含量的确定将由三个样品的检测数据来确定:① 2 mm筛上物一个样品的检测数据;② +60目筛上物一个检测数据;③ -60目以下全部通过-160目筛一个检测数据。这样分析检测的工作量将有所增加。

通过试验认为就含自然铜铜矿样品而言,目前要采取比上述试验更为便捷的样品加工方法,只分析一个数据就能代表整个样品中铜的含量是不可行的。为保证样品分析的准确性和可靠性,建议采用图6的样品加工流程及分析测试方法。

4 样品的分析测试方法

取不同含量的铜矿样10件,分别用原子吸收光谱法、碘量法、碘氟法进行测定[8-9],由表4结果可见,三种方法结果良好,无系统偏差,均能满足分析测试质量的要求;而从经济性和提高分析测试效率的角度上考虑,中低含量的样品采用原子吸收光谱法为佳;当铜含量大于10%时用碘氟法进行测定为最佳,以确保各个含量范围内铜含量测定结果的准确性。

表4　不同方法测定结果对照

Table 4　Analytical results of copper by different methods

样品编号	w(Cu)/%		
	原子吸收光谱法	碘量法	碘氟法
1	0.32	0.29	0.27
2	0.39	0.41	0.45
3	0.92	0.89	0.88
4	1.58	1.61	1.65
5	2.31	2.37	2.31
6	2.39	2.49	2.46
7	6.29	6.37	6.39
8	9.27	9.19	9.22
9	14.26	14.33	14.37
10	18.58	18.40	18.33

5 结论与建议

通过实际试验证明,滇东北地区含自然铜的矿石,矿物主要为自然铜,脉石矿物主要为斜长石、绿纤石、沥青等,自然铜颗粒较大,而且分布不均匀,不可能采用常规的样品制备方法进行样品的制备加工,否则会给分析实验室的分析样品加工带来极大的困难,样品加工难度增加和成本增大。

通过试验认为,滇东北含自然铜铜矿样品在未通过60目筛前,不能进行样品缩分;通过60目筛后的样品中自然铜的分布已基本均匀,此时可以进行正常的样品缩分,但必须遵循$Q=Kd^2$缩分原则,以确保样品的代表性。

由于自然铜矿物组分和类型常复杂而多样,建议野外工作送样时,对所送样品进行必要的野外岩石矿物性质描述,并填入送样单,以便分析实验室对样品有一个初步的了解,从而准确、科学地确定样品的加工工艺和分析测试方法,减少过60目筛后缩分样品的数量,以求减少样品制备工作量,使检测工作能够反映样品的真实情况,进而节省开支,提高经济和社会效益。

6 参考文献

[1] 岩石矿物编写组. 岩石矿物分析(第一分册)[M]. 3版. 北京:地质出版社,1991:12-18.

[2] 董英,王吉坤,冯桂林. 常用有色金属资源开发与加工[M]. 北京:冶金工业出版社,2005:225-347.

[3] 李长根. 蒙古国额尔登内特铜钼选矿厂[J]. 国外金属矿选矿,2006(2):32,40-41.

[4] 张裕书,洪秉信. 西藏某有色多金属矿产资源特点及利用探讨[J]. 矿冶,2002(z1):623-634.

[5] 谈树成. 个旧锡-多金属矿床成矿系列研究[D]. 昆明:昆明理工大学,2004:26-34.

[6] 孟宪民. 中国铜矿的分布情况及勘探方向[J]. 地质学报,1953,35(1):33-56.

[7] DZ/T 0103—2006,地质矿产实验室测试质量管理规范[S].

[8] 岩石矿物分析编写组. 岩石矿物分析(第一分册)[M]. 3版. 北京:地质出版社,1991:409-421.

[9] 叶青,刘林海,肖莉红. 湿法消解和微波消解微量滴定法测定铜试验样中铜含量[J]. 岩矿测试,2007,26(6):493-494.