



中华人民共和国国家标准

GB/T 13449—2021

代替 GB/T 13449—1992

金块矿取样和制样方法

Method for sampling and sample preparation of gold lump ores

2021-04-30 发布

2021-11-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

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 13449—1992《金块矿取样和制样方法手工方法》，与 GB/T 13449—1992 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 删除了引用标准 GB/T 2007.1 和 GB/T 2007.2(见 1992 年版第 2 章)；
- 增加了引用标准 GB/T 2007.3、GB/T 7739、GB/T 14260(见第 2 章)；
- 删除了术语“手工取样”“分层取样”(见 1992 年版 3.1、3.11)；
- 增加了术语“检验批”“品质波动”“精密度”“变异系数”(见 3.2、3.11、3.12、3.13)；
- 增加了品质波动类型与份样数关系(见 4.4)；
- 增加了样品最大粒度与份样量关系(见 4.5)；
- 增加了料场卸车平行取样方法(见 5.3.2)；
- 增加了袋装金块矿取样方法(见 5.3.3)；
- 删除了“确定冶金用金块矿总精密度为 $\pm 2\%$ ”“确定冶金用金块矿取样精密度为 1.62% ”(见 1992 年版的 5.1、5.2)；
- 删除了“分层取样”(见 1992 年版 5.7.1)；
- 更改了研磨细度，将 150 目更改为 0.074 mm(见 6.2.1，1992 年版的 6.3.2)。

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。

本文件由中国有色金属工业协会提出。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本文件起草单位：山东恒邦冶炼股份有限公司、江西铜业股份有限公司、有色金属技术经济研究院有限责任公司、云南铜业股份有限公司西南铜业分公司、紫金矿业集团股份有限公司、江西悦城科技有限公司、米特拉检测技术(天津)有限公司、郴州市产商品质量监督检验所、铜陵有色金属集团控股有限公司、北方铜业股份有限公司、连云港海关综合技术中心、国投金城冶金有限责任公司、河南金利金铅集团有限公司、济源市万洋冶炼(集团)有限公司、山东黄金矿业科技有限公司选冶实验室分公司、阳谷祥光铜业有限公司、河南豫光金铅股份有限公司、烟台市产品质量监督检验所。

本文件主要起草人：曲胜利、张俊峰、张艳峰、向磊、杨国洮、潘玉喜、江滔、赵莉、万婧、颜虹、李玉东、夏珍珠、罗荣根、沈金海、黄丽霞、杨东、张卓佳、汪龙、彭康、廉惠萍、刘恋、王恒、范兢克、黄宪涛、颜平平、刘广州、李光胜、万双、李先和、孔建敏、陈旭伟。

本文件及所代替文件的历次版本发布情况为：

- 1992 年首次发布为 GB/T 13449—1992；
- 本次为第一次修订。

金块矿取样和制样方法

1 范围

本文件规定了冶金用金块矿取样和制样的要求、取样、制样、试验方法、样品保存与标识。

本文件适用于冶金用金块矿技术标准所规定的条件下,以手工方法为主的取样和制样方法。

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 2007.3 散装矿产品取样、制样通则评定品质波动试验方法

GB/T 2007.4 散装矿产品取样、制样通则偏差、精密度校核试验方法

GB/T 2007.6 散装矿产品取样、制样通则水分测定方法热干燥法

GB/T 2007.7 散装矿产品取样、制样通则粒度测定方法手工筛分法

GB/T 7739(所有部分) 金精矿化学分析方法

GB/T 14260 散装重有色金属浮选精矿取样、制样通则

3 术语和定义

GB/T 14260 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

批 lot

在假定相同条件下,加工或生产的一定质量的矿石。

3.2

检验批 lot sample

为测定品位而划定的取样单元。

[来源:GB/T 14260—2010,3.1]

3.3

交货批 delivery lot

一次交付同一规格一定数量的矿石,可由一个或多个检验批组成。

3.4

批量 batch

构成一检验批或一交货批矿石的质量。

3.5

基本批量 basic lot

取样标准中所规定的一批货的最小质量。可以以货车单车矿石为一基本批量。

3.6

份样 sample

由一检验批矿石中的 1 个点或 1 个部位按规定质量取出的样品。

3.7

副样 subsample

由一检验批矿石中 2 个或 2 个以上的份样或逐个经过破碎和缩分后组成的样品。

3.8

大样 general sample

由一检验批的全部份样或全部副样或将其逐个进行了破碎和缩分后组成的样品。

3.9

试样 test sample

按规定制样方法从每个份样、副样或大样所制备的供测定水分含量、化学成分或物理性能的样品。

3.10

最大粒度 the largest size

经过筛分,筛余量是 5% 时的筛孔尺寸,单位为毫米(mm)。

3.11

系统取样 systematic sampling

从一交货批中以一定的时间或质量间隔抽取份样,最初的份样从第一间隔内随机取样。

3.12

品质波动 the evaluation of quality

金块矿中品质特性的不均匀程度,用批内份样间的标准偏差(δ_w)表示。根据 δ_w 值可将金块矿产品划分成品质波动大、中、小三种类型。

[来源:GB/T 14260—2010,3.13]

3.13

精密度 precision

(β)

测得值互相一致的程度。概率为 95% 时,精密度用二倍的标准偏差表示($\beta=2\delta$)。总精密度(β_{SPM})包括取样精密度(β_S)、制样精密度(β_P)和测定精密度(β_M),按公式(1)计算。

$$\beta_{SPM} = 2 \sqrt{\delta_S^2 + \delta_P^2 + \delta_M^2} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

β_{SPM} ——总精密度,用二倍的标准偏差表示;

δ_S ——取样标准偏差,用标准偏差表示;

δ_P ——制样标准偏差,用标准偏差表示;

δ_M ——测定标准偏差,用标准偏差表示。

[来源:GB/T 14260—2010,3.14]

3.14

变异系数 coefficient of variation

(C_V)

用标准偏差除以测定值的平均值(\bar{x})的百分率表示,按公式(2)计算。

$$C_V = \frac{\delta}{\bar{x}} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中：
 C_v —— 变异系数，用百分率表示；
 δ —— 测定数据组的标准偏差，用标准偏差表示；
 \bar{x} —— 金块矿的平均品位，用测定值的平均值表示。
[来源：GB/T 14260—2010，3.15]

4 要求

- 4.1 本文件所取试样可用于水分、化学成分的测定。
- 4.2 取样和制样所用设备、工具、盛样容器，应保持清洁且坚固耐用。应用非吸潮性材料制成且具有密封性的容器，盛装水分样品。
- 4.3 当金块矿粒度大于 20 mm 时，应继续加工处理至不大于 20 mm 后再进行取样。
- 4.4 采取份样时，应根据交货批的最大粒度，每个份样量应大体一致，即份样量的误差其变异系数 $C_v \leq 20\%$ 。当 $C_v > 20\%$ 时，应单独制样或对份样进行缩分至份样量大致相等，再合并成大样或副样。样品最大粒度与份样量关系见表 1。
- 4.5 所得试样的质量在规定质量以下时，应增大份样量或增加份样数，品质波动类型与份样数关系见表 2。也可按公式(3)计算样品最小可靠质量：

$$Q_{\min} = kgd^2 \dots\dots\dots (3)$$

式中：
 Q_{\min} —— 为样品最小可靠质量，单位为千克(kg)；
 k —— 为样品加工系数，决定于金块矿的性质和均匀程度，数值一般在 0.05~1.0，本文件选取 1.0，单位为千克每平方毫米(kg/mm²)；
 d —— 为样品的最大颗粒直径，单位为毫米(mm)。

表 1 样品最大粒度与份样量关系

样品最大粒度(d) mm	份样量(Q_{\min}) kg
>15~20	10.0
>10~15	7.5
>5~10	5.0
>2~5	2.5
≤2	1.0

表 2 品质波动类型与份样数关系

检验批量(M) t	份样数 ^a (n_{\min})		
	小($\delta_w < 1.0$)	中($1.0 \leq \delta_w < 2.0$)	大($\delta_w \geq 2.0$)
≤30	20	40	60
>30~90	40	80	120
>90~180	60	120	180
^a 如品质波动不大，能够达到规定精密度时，可按 $n_{\min} = \left(\frac{2\delta_w}{\beta_s}\right)^2$ 计算份样数。			

4.6 当金块矿中含有明金颗粒时，供需双方协商取样方法。

4.7 基本批量规定不大于 30 t,当交货批量大于 30 t 时,则以 30 t 作为一个取样单元,分别取样、制样、测定,并将各个取样单元测定结果加权平均后,作为交货批的结果。

4.8 取样前应认真核实金块矿种类,发现矿石中有外来夹杂物要认真清理。制样时,如发现有不能磨碎部分,应重新取样。

5 取样

5.1 取样工具

取样工具可采用以下任意一种:

- a) 平头钢锹;
- b) 尖头取样铲;
- c) 带盖盛样桶(箱)或内衬塑料薄膜的盛样袋。

5.2 取样程序

5.2.1 称量金块矿交货批量。

5.2.2 制定取样方案:

- a) 确定取样单元质量;
- b) 根据交货批量、品质波动类型,确定应取的份样数(表 2);
- c) 确定取样方法,选择取样工具;
- d) 确定份样组合方法,组成大样或副样。

5.2.3 确定份样数,并根据矿石最大粒度确定份样量(表 1)。

5.3 取样方法

5.3.1 系统取样

5.3.1.1 在加工、装卸或称量的移动过程中,按一定的质量或时间间隔采取份样,直到移动结束。应均匀分布取样点,取样时应自上而下,不能只取表层。取样点的直径至少应为块矿最大粒度的 3 倍。

5.3.1.2 按照公式(4)计算取样间隔:

$$T = \frac{M}{n_{\min}} \text{ 或 } T' = \frac{60M}{n_{\min}G} \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

T ——取样质量间隔,单位为吨(t);

M ——批量,单位为吨(t);

n_{\min} ——表 1 中规定的份样数,单位为个;

T' ——取样时间间隔,单位为分(min);

G ——块矿流量,单位为吨每小时(t/h)。

5.3.1.3 人工卸车过程中,露出新鲜面上随机分三次进行。第一次是在矿石落地量占总矿量的三分之一时,将落地矿石摊平同车厢底板面积大小的平面,在其上面接网格式布点采取份样。第二次、第三次同第一次方法。每次所取份样量大致相同,最后将所采取份样合成大样。当规定的份样数少于货车数量时,每个货车至少取一个份样,货车装载量不同时,份样量的分配应与装载量成正比。

5.3.1.4 抓斗、铲车装卸车时,根据抓斗、铲斗的容量和矿石总量,按公式(5)计算出每抓斗、铲斗块矿应采取的份样个数,然后在抓斗内随机采取份样,最后将所采取份样合成大样。

$$n' = \frac{n_{\min} \cdot m}{M} \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中：

- n' ——每抓斗或铲斗应采取的份样数,单位为个；
- n_{\min} ——表 1 中规定的份样数,单位为个；
- m ——抓斗或铲斗铲取块矿的质量,单位为吨(t)；
- M ——检验批金块矿的质量,单位为吨(t)。

5.3.1.5 带式输送机装卸时,根据本文件规定的大样量和份样数计算出采取份样的时间间隔,采取份样,截取块矿全截面,最后将所采份样合成大样。

5.3.2 料场卸车平行取样(仲裁法)

5.3.2.1 将金块矿卸载在一片清洁、平整不会带来外部污染的料场,用机械堆锥法搅拌数遍至均匀,平铺矿堆保持厚度 200 mm~400mm。

5.3.2.2 按网格布点法用标准取样铲采取足够数量的份样(不少于 40 个点),取样铲应插入底部,保证取样量基本一致,将所有份样合成 1[#] 大样(取样量不少于 40 kg)。

5.3.2.3 将金块矿分别进行平行搅拌两遍后再按 5.3.2.2 方法再取两份大样,为 2[#]、3[#]。

5.3.2.4 三份大样分别制样并检验,若三份大样的检验结果差异,不超过 GB/T 7739(所有部分)中规定的再现性限或双方约定的再现性限,则三份大样检验结果的平均值,作为该检验批金块矿的最终检验结果。

5.3.2.5 若三份大样的检验结果差异,超过 GB/T 7739(所有部分)中规定的再现性限或双方约定的再现性限,则双方协商解决。

5.3.3 袋装取样

为避免袋装金块矿质量、密度及成分不均匀导致所取样品不具有代表性,应割开包装袋后,按照 5.3.2 方法采取份样。

6 制样

6.1 制样设备及工具

根据需要选用以下制样设备：

- a) 颚式破碎机；
- b) 双辊破碎机；
- c) 圆盘粉碎机；
- d) 棒磨机或密封式振动研磨机；
- e) 二分器或十字分样板；
- f) 样铲和挡板；
- g) 分样筛；
- h) 盛样容器；
- i) 毛刷；
- j) 磁铁；
- k) 干燥箱。

6.2 制样程序

6.2.1 制样方法

将大样按图 1 中制样程序进行处理。首先,继续破碎至 10 mm 以下,用四分法缩分,留量不少于

20 kg。先采用网格缩分法(图 2)点取水分样品不少于 2 kg,进行水分测定。将小于 10 mm 的余样继续破碎至小于 3 mm,再混合缩分,留样量不少于 5 kg。然后继续破碎至小于 1 mm,充分混合,缩分留样量不少于 600 g。将全部样品用密封式振动研磨机粗磨至 0.15 mm,再用棒磨机细磨至 0.074 mm,可全量通过 0.074 mm 分样筛,混合缩分各 150 g 四份样品,将四份样品分别装在有标签的袋中,即为成分分析样、供方样、保留样和仲裁样。

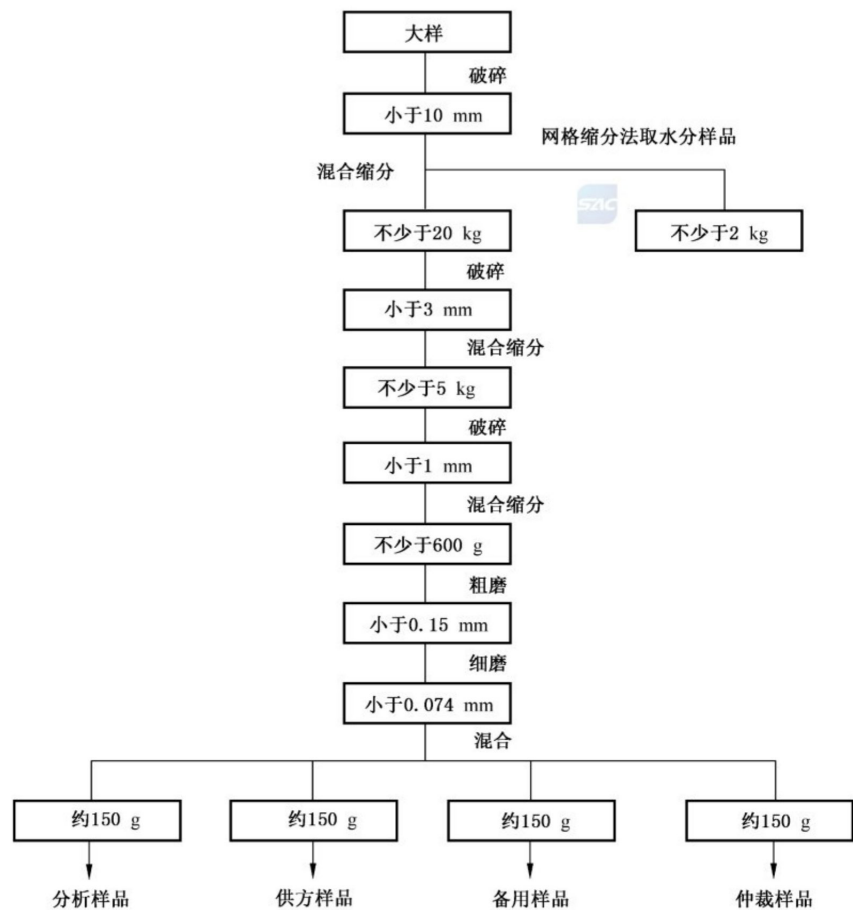


图 1 制样程序

6.2.2 缩分方法

6.2.2.1 二分器缩分法

按表 3 选用合适的二分器。二分器沟槽宽度约为样品最大粒度的 2 倍~3 倍。先将样品全部通过二分器,进行三次混匀后,再继续缩分。缩分时务必使样品均匀地落入每个沟槽中。将盛样容器对准出沟槽,以防样品散落在外。再将分成两份的样品,随意选一份作为缩分样品。重复操作至不少于该粒度的最少留样量。

表 3 样品最大粒度及适用的二分器

样品最大粒度(d) mm	二分器沟槽宽度 mm	二分器沟槽数 个
$>15\sim20$	50	12
$>10\sim15$	30	14
$>5\sim10$	20	16
$>2\sim5$	10	18
≤ 2	6	20

6.2.2.2 网格缩分法

将样品置于洁净平整的平板上,铺成长方形平堆,样品层厚度按表 4 根据样品最大粒度范围确定;然后将样品平堆分成等份的网格(如图 2),缩分样品不得少于 4 格;用挡板及分样铲(见图 3)插至底部,每格取等量的一铲,集合为缩分样品。当大样量多时,可将大样分成几个等份,分次按上述方法操作进行缩分。

表 4 样品最大粒度、样品层厚度和分样铲尺寸

样品最大粒度(d) mm	样品层厚度 mm	分样铲尺寸 mm				分样铲材料厚度 mm	分样铲容积 mL
		a	b	c	d		
$>15\sim20$	35~45	80	45	80	70	2	≈ 300
$>10\sim15$	25~35	60	35	60	50	1	≈ 125
$>5\sim10$	20~30	50	30	50	40	1	≈ 75
$>2\sim5$	15~25	40	25	40	30	0.5	≈ 40
≤ 2	10~15	30	15	30	25	0.5	≈ 15

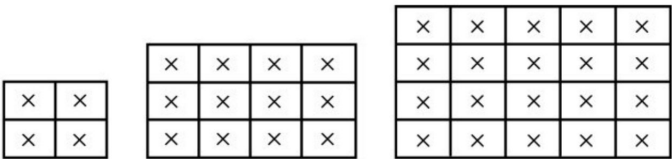


图 2 网格法

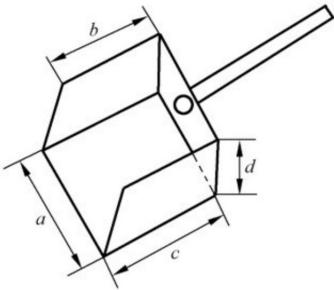


图 3 分样铲

6.2.2.3 圆锥四分法

将样品置于洁净、平整的平板上,每铲样品自锥顶部落下,堆成圆锥形,使均匀地沿锥尖散落,注意勿使圆锥中心错位,如此反复至少转堆三次,使充分混匀,然后将圆锥顶尖压平,用十字板自上压下,分成四等份,任取两个对角的等份,重复操作至不少于该粒度规定的最小留量。

7 试验方法

7.1 品质波动试验方法

金块矿品质波动试验方法按 GB/T 2007.3 进行。

7.2 精密度校核试验方法

金块矿精密度校核试验方法按 GB/T 2007.4 进行。

7.3 水分测定

金块矿水分测定方法按 GB/T 2007.6 进行。

7.4 粒度测定

金块矿粒度的测定方法按 GB/T 2007.7 进行。

8 样品保存与标识

8.1 成分分析试样应装入样袋中,并附标签,保存期 3 个月。

8.2 样品标签上应标明:

- a) 样品编号;
- b) 品名、产地;
- c) 车号或船号;
- d) 取样和制样人员姓名;
- e) 取样和制样日期;
- f) 分析项目。

