

中华人民共和国地质矿产行业标准

DZ/T ×××××—××××

固体矿产选冶试验样品配制规范

Specifications for sample proportioning of mineral processing

(报批稿)

××××—××—××发布

××××—××—××实施

目 次

前言	III
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 总体要求	2
4.1 化学成分	2
4.2 矿物组成	2
4.3 矿物粒度形态特征	2
4.4 岩石性质	2
5 配样步骤及方法	2
5.1 准备工作	2
5.2 制定配样方案	2
5.3 样品制备	4
5.4 样品检验	4
5.5 样品存放	4
6 配样记录	5
附录 A (规范性) 技术方法	6

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。

本文件由全国自然资源与国土空间规划标准化技术委员会（SAC/TC93）提出并归口。

本文件起草单位：中国地质科学院郑州矿产综合利用研究所。

本文件主要起草人：冯安生、张亮、曹飞、曹进成、吴彬、刘长淼、赵军伟、吕振福、周文雅。

固体矿产选冶试验样品配制规范

1 范围

本文件规定了固体矿产选冶试验样品配制的术语、基本要求、配样步骤及方法、配样记录等。
本文件适用于固体非能源矿产选冶试验代表性样品的配制。

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 13908 固体矿产地质勘查规范总则

GB/T 25283 矿产资源综合勘查评价规范

GB/T 33444 固体矿产勘查工作规范

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

配样 *sample proportioning*

根据矿石选冶工艺技术要求，将采集的样品按照合理的方案、程序、手段配制出充分代表研究对象（矿床、矿段或矿体等，下同）矿石性质的样品的过程。

3.2

废石混入率 *waste in-ore rate*

矿样中废石所占的质量分数。

3.3

编号样品 *serial number samples*

按照确定的编号规则，被赋予特定编号的矿石样品。

3.4

试验正样 *testing samples*

按照试验要求配制出的用于选冶试验的样品。

3.5

试验副样 *duplicate testing samples*

与试验正样一同制备的、具有同样代表性的备用样品。

3.6

有用组分 *valuable components*

经过选矿能够回收利用的，或虽不能够单独出产品（精矿）但可以富集于精矿中计价的组分。

4 总体要求

4.1 化学成分

配制样品的有用组分、有害组分品位应能代表研究对象，样品配制过程中避免引入污染。

4.2 矿物组成

配制样品中矿物组成应能代表研究对象。

4.3 矿物粒度形态特征

配制样品中主要矿物和其他矿物粒度组成、形态特征应能代表研究对象。

4.4 岩石性质与矿石结构构造特征

样品中不应含有不符合矿床中岩石矿物特征的组分，样品与研究对象中矿石结构构造特征保持一致。

5 配样步骤及方法

5.1 准备工作

5.1.1 查阅地质报告和采样说明书，了解研究对象的矿石质量及矿物组成、围岩性质等。对照检查样品编号与样品的基本信息，重点了解每个编号样品所代表的资源储量，计算每个编号样品代表的资源储量占全部编号样品总资源储量的比例。其计算公式见式（1）。

$$r_i = \frac{Q_i}{Q_{\text{总}}} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

r_i ——编号样品*i*代表的资源储量占总资源储量的比例，单位为百分数（%）；

Q_i ——编号样品*i*代表的资源储量，单位为吨（t）；

$Q_{\text{总}}$ ——全部编号样品代表的总资源储量，单位为吨（t）。

5.1.2 检查编号样品、近矿围岩及夹石与采样说明书载明信息的一致性，以及样品包装的破损和外来污染情况。

5.2 制定配样方案

5.2.1 确定配制样品质量

5.2.1.1 配制样品质量应符合选冶试验程度要求。

5.2.1.2 应结合矿石工业类型、矿物组成、矿石入选品位、粒度、选矿方法、工艺流程、设备规格等实际情况确定配样质量，同时留足试验副样。

5.2.1.3 配制样品总质量、试验正样质量及试验副样质量的关系应满足式(2)。

$$W_{\text{总}} = W + W_{\text{副}} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$W_{\text{总}}$ ——配制样品总质量,单位为千克(kg);

W ——试验正样质量,单位为千克(kg);

$W_{\text{副}}$ ——试验副样质量,单位为千克(kg)。

5.2.2 选择配样方案

5.2.2.1 为优化矿山生产所进行的选冶试验,其配样方案应与合同要求相一致。

5.2.2.2 以评价矿石质量为目的的矿石选冶试验,可采用不含采矿贫化的配样方案。这种情况下,各编号样品配入质量应与其代表的资源储量成正比。配样质量应符合式(3)。

$$W_i = W_{\text{总}} \times r_i \dots\dots\dots (3)$$

式中:

W_i ——编号样品*i*配入质量,单位为千克(kg)。

5.2.2.3 作为矿床技术经济评价或矿山建设设计依据的选冶试验,应采用含采矿贫化率的配样方案。这种情况下,应结合采矿贫化实际配入一定数量的近矿围岩或夹石。各编号样品配入质量应符合式(4)~(6)。

$$W_i = W_{\text{总}} \times (1 - \rho_{\text{平均}}) \times r_i + G_i \dots\dots\dots (4)$$

$$G_i = W_{\text{总}} \times \rho_i \times r_i \dots\dots\dots (5)$$

$$\rho_{\text{平均}} = \sum_{i=1}^n (r_i \times \rho_i) \dots\dots\dots (6)$$

式中:

W_i ——考虑围岩配入时编号样品*i*配入质量,单位为千克(kg);

ρ_i ——编号样品*i*所代表的废石混入率,单位为百分数(%) ;

$\rho_{\text{平均}}$ ——平均废石混入率,单位为百分数(%) ;

G_i ——编号样品*i*所代表的围岩混入量,单位为千克(kg);

n ——参与配样的编号样品数。

5.3 样品制备

5.3.1 样品制备应在专门的空间中进行，不应受风雨及外来灰尘的影响，避免样品污染，必要时应有防尘、除尘措施。每次工作前后，应将相关设备、工具、场地清理干净。

5.3.2 应制定合理的制样流程，确定破碎、混匀、缩分等作业程序。

5.3.3 破碎与筛分

5.3.3.1 脆性样品破碎前应进行预先筛分；样品中细粒较少时，可不进行预先筛分。破碎后应进行检查筛分，不合格的粗粒样品应返回破碎作业。

5.3.3.2 不同编号样品应根据实际进行破碎、筛分、取样和检测，若检测结果与采样说明书相差较大，应补充或重新采集样品。

5.3.4 混匀

混匀作业宜优先采用机械混匀，人工混匀时应保证足够的混匀作业次数，作业方法可参照附录 A。

5.3.5 缩分

5.3.5.1 宜优先采用机械缩分，人工缩分时可参照附录 A。

5.3.5.2 缩分出的样品应保证样品质量与其粒度关系符合切乔特经验公式，见式（7）。

$$Q = k \times d^2 \dots\dots\dots (7)$$

式中：

Q ——最低可靠质量，单位为千克（kg）；

k ——样品加工系数，根据岩矿样品特性经试验确定，一般介于0.02~0.5之间， k 值选取参照可见附录 A.3；

d ——样品的最大颗粒直径，单位为毫米（mm）。

5.4 样品检验

5.4.1 样品均匀性检验

5.4.1.1 通常可通过检查样品中主组分含量，判断样品的均匀性。

5.4.1.2 判断矿石样品的混匀效果可采用方差分析法、不均匀性标准偏差法、t 检验法、极差分析法、平均值一致性检验等方法检验，参见附录 A.4。

5.4.2 对配制样品取样分析，检查化学成分、矿物组成、矿物粒度特征、岩石性质等代表性。如果样品代表性检验不合格，应查找问题，重新配样。

5.4.3 均匀性检验方法准确度和灵敏度一般不应低于预定测试方法和设备的准确度和灵敏度，通常随机抽取不少于 10 个样品进行验证。

5.5 样品存放

5.5.1 制备好的试验样品（试验正样和试验副样）应在适宜环境中存放，避免在储存过程中氧化变质、混入杂质等。

5.5.2 试验正样与试验副样应分别标记，分开保存。

5.5.3 试验副样保存时间应符合约定。

6 配样记录

6.1 收到样品后应按来样标签逐项核对，并将收样人、收样时间、矿种、采样地点、样品编号、包装情况、质量等登记在原始记录本上。

6.2 应记录制样人、配样方案和流程、制样时间、采用的破碎、混匀、缩分方法、样品检验结果、设备型号、试验正副样等相关信息。

附录 A (规范性) 技术方法

A.1 混匀

A.1.1 机械混匀

机械混匀是利用相关设备将样品混合,使样品中的每一部分性质均匀的过程。其工作原理是运用机械设备使样品机械的翻动、搅拌、翻滚,最终使样品达到均匀,常见混匀设备有机械筒形混匀器、双锥混匀器、V形混匀器等。

A.1.2 人工混匀

A.1.2.1 堆锥法

适用于大量物料的混匀。利用工具将样品反复堆锥。操作时,样品应从锥顶部中心给入,使样品能从锥顶大致等量地流向四周。铲取矿石时,应沿锥底四周逐渐转移铲样的位置。反复堆锥5或7次。

A.1.2.2 圆锥法

按照堆锥法堆成第一个圆锥后,由中心向四周耙(或铲取)成环形料堆,再沿环周铲样,堆成新的圆锥,重复操作5-7次。

A.1.2.3 翻滚法

适于少量细粒物料的混匀。将试样置于漆布(胶布、油布等)上,轮流地提起布的每一角或相对的两角,使试样翻滚达到混匀。通常试样翻滚15次以上。

A.2 缩分

A.2.1 机械缩分

机械缩分是运用机械缩分器以切割试样的方式从试样中取出一部分或若干部分,机械缩分可采用定质量缩分或定比缩分两种方式。常用机械缩分器包括:定比缩分器(如旋转容器缩分机、旋转圆锥缩分机、回旋式缩分器等)和定量缩分器(如转换溜槽式、切割式缩分机等)。

A.2.2 人工缩分

A.2.2.1 堆锥四分法

将样品混匀并堆成圆锥后,再用薄板切入矿堆一定深度,旋转薄板将矿堆展成平截头圆锥,压成饼状,然后用十字板(或分样板)通过中心点分隔为四份,取互为对角的部分合并为一份。按照此步骤重复循环取样直至符合所需质量为止。

A.2.2.2 二分器法

适于细粒物料或砂矿试样缩分。按GB 474要求进行缩分。

A.2.2.3 方格法

将样品混匀后摊平为一薄层，划分为若干等大的方格，然后用工具按照相应规则逐格取样。缩分时方格划分要均匀，每个方格要取完。

A.2.2.4 环割法

将堆锥法、圆锥法混匀的试样，耙（或铲取）成圆环，沿环周依次连续割取小份试样。割取时每一个单份试样均应取自环周上相对的两处，铲样时应从上到下、从外到里铲到底。

A.3 切乔特公式K值的选取

对矿石样品而言，影响K值大小的因素有：

- (1) 矿石中 useful 矿物分布的均匀程度，分布越不均匀，K值越大；
- (2) 矿石中 useful 矿物颗粒的嵌布粒度，嵌布粒度越粗，K值越大；
- (3) 矿石中 useful 矿物密度越大，K值越大；
- (4) 矿石中 useful 组分的含量越低（如贵金属矿石），K值越大。

某一具体样品的K值可借助于类比法或通过试验来确定。通常实践中可参照表A.1，A.2选取。

表A.1 矿石的均匀性与K值的选取

均匀性级别	矿石和精矿种类		
	有色金属	铁	锰
极均匀	0.06		
均匀	0.10	0.025	0.1
中等均匀	0.15	0.05	0.1
不均匀	0.20	0.1	0.1

表A.2 金矿石性质与K值的关系

矿石性质	K值
I：以微粒金（<0.01mm）为主的极均匀矿石	0.20
II：含中等颗粒金（<0.6mm）的不均匀矿石	0.40
III：含粗颗粒金（>0.6mm）的极不均匀矿石	0.8-1.0

A.4 样品检验方法

A.4.1 方差分析法

随机抽取10个以上样品，对每个样品重复化学分析2次以上。（此公式是每个样品测量次数相同 $n_1 = n_2 = \dots = n$ ），按式(A.1)和式(A.2)计算组间离差平方和 Q_1 、组内离差平方和 Q_2 。

组间离差平方和：

$$Q_1 = n \sum_{i=1}^m (\bar{x}_i - \bar{x})^2 \dots\dots\dots (A. 1)$$

组内离差平方和:

$$Q_2 = \sum_{i=1}^m \sum_{j=1}^n (x_{ij} - \bar{x}_i)^2 \dots\dots\dots (A. 2)$$

组间自由度:

$$v_1 = m - 1 \dots\dots\dots (A. 3)$$

组内自由度:

$$v_2 = m(n - 1) \dots\dots\dots (A. 4)$$

式中:

Q_1 ——组间离差平方和;

Q_2 ——组内离差平方和;

v_1 ——组间自由度;

v_2 ——组内自由度;

n ——每组被检验证样均匀性测定的次数;

m ——被检验证样的总组数;

x_{ij} ——第*i*组第*j*次测定的结果;

\bar{x}_i ——第*i*组测定结果的平均值, $\bar{x}_i = \frac{1}{n} \sum_{j=1}^n x_{ij}$, $i=1, 2, 3, \dots, m$;

$j=1, 2, 3, \dots, n$, 每组被检验证样测定次数的序号;

$\bar{x} = \frac{1}{m} \sum_{i=1}^m \bar{x}_i$, 总平均值。

按式 (A. 5) 计算F统计量:

$$F = (Q_1 / v_1) / (Q_2 / v_2) \dots\dots\dots (A. 5)$$

F统计量求出后, 由显著度 α (取0.01或0.05, 一般采用0.05, 则置信概率为 $P=1-\alpha=0.95=95\%$)、分子自由度 v_1 、分母自由度 v_2 , 查F检验法临界值 (详见GB/T 15000.5-1994), 得临界值 F_α , 然后加以判断。

若 $F \leq F_\alpha$, 则验证样内和验证样间无显著差异, 均匀性检验合格; 若 $F > F_\alpha$, 则验证样内和验证样间有显著差异, 均匀性检验不合格。

A.4.2 不均匀性标准偏差法

如果标准偏差目标值 σ 为已知，则验证样之间不均匀性的标准偏差 S_s 可用式(A.6)进行计算：

$$S_s = \sqrt{\left(\frac{Q_1}{v_1} - \frac{Q_2}{v_2}\right) / n} \dots\dots\dots (A.6)$$

因目标值 σ 为已知，若计算得到的 $S_s \leq 0.3\sigma$ ，则在本能力验证计划中所使用的验证样是均匀的，反之，验证样不均匀。

A.4.3 t检验法

如果在制备好的验证样中，抽取m个验证样进行均匀性检验，则也可使用t检验法。

从m个验证样中随机抽取一个，重复测定n次，一般 $n \geq 10$ ，其平均值为 \bar{x}_1 ，经统计标准偏差为 S_1 。然后，对余下的m-1个验证样各测定一次，即(m-1)次，平均值为 \bar{x}_2 ，标准偏差经统计计算为 S_2 ，上述测定是在完全相同的条件下进行的，所以属于等精度测量，统计量t值由式(A.7)计算：

$$t = [\bar{x}_1 - \bar{x}_2] / [S_D] \dots\dots\dots (A.7)$$

式中：

S_D 是两个平均值 \bar{x}_1 与 \bar{x}_2 之差的标准偏差，它可通过并合标准偏差 $S_{\text{并}}$ 最后由 S_1 和 S_2 以及相应的测定次数(n_1, n_2)、自由度(f_1, f_2)等求出。

$$S_D = S_{\text{并}} \sqrt{\frac{n_1 + n_2}{n_1 n_2}} \dots\dots\dots (A.8)$$

式中：

n_1 为 \bar{x}_1 的测试次数 $n_1 = n$ ； n_2 为 \bar{x}_2 的测试次数 $n_2 = m - 1$ ； $S_{\text{并}}$ 为并合标准偏差，由式(A.9)计算：

$$S_{\text{并}} = \sqrt{\frac{f_1 S_1^2 + f_2 S_2^2}{f_1 + f_2}} \dots\dots\dots (A.9)$$

式中：

S_1 为n次测试的标准差(均值为 \bar{x}_1)； S_2 为(m-1)次测试的标准差(均值为 \bar{x}_2)；自由度 $f_1 = n_1 - 1 = n - 1$ ； $f_2 = n_2 - 1 = (m - 1) - 1$ ； $f = f_1 + f_2 = n - 1 + m - 2 = m + n - 3$ 。将式(A.8)代入式(A.7)则：

$$S_D = \sqrt{\frac{(n - 1)S_1^2 + (m - 2)S_2^2}{m + n - 3}} \sqrt{\frac{m + n - 1}{n(m - 1)}} \dots\dots\dots (A.10)$$

从式(A.10)即可由已知的 S_1, S_2, n 和 m 等值求出 S_D 值,再由 \bar{x}_1 和 \bar{x}_2 ,根据式(A.7)求出统计量 t 之值。最后,由显著度 α (一般采用0.05,则置信概率 $P=1-\alpha=95\%$)和自由度 $f=m+n-3$,查 t 分布的临界值 $t_{\alpha, f}$ 表获得 $t_{\alpha, f}$ 值来进行判断。若 $t \leq t_{\alpha, f}$,则所检验证样是均匀的;反之,若 $t > t_{\alpha, f}$,则所检验证样是不均匀的。

A.4.4 极差检验法

随机抽取 m 个验证样,对每个验证样在相同条件下,重复测量了 n 次,则允许的均值极差为:

$$R_0 = A \times \bar{r} \dots\dots\dots (A.11)$$

式中:

A 是与 m, n 以及显著水平 α 有关的常数,可查极差法检验 A 值表; \bar{r} 是验证样组内极差的平均值。

$$\bar{r} = \frac{1}{m} (r_1 + r_2 + \dots\dots + r_m) = \frac{1}{m} \sum_{i=1}^m r_i \dots\dots\dots (A.12)$$

式中:

r_i 是第 i 组(个)验证样 n 次重复测定中最大值与最小值之差,即第 i 组或第 i 个(化学分析适用)验证样的极差。

每个验证样都进行 n 次重复测定都有一个平均值, m 个验证样有 m 个平均值,其中的最大平均值减去最小平均值称之为验证样的均值极差 R ,求出 R 值并与 R_0 值进行比较。若 $R \leq R_0$,则验证样经检验是均匀的。若 $R > R_0$,则验证样经检验是不均匀的。

A.4.5 平均值一致性检验法

如果抽取验证样的数量为 m 个(适宜于化学分析验证样),重复测定 n 次,于是获得了 m 组数据,任取其中的两组数据来进行比较,假设这两组数据的平均值分别为 \bar{x}_1 和 \bar{x}_2 ,这两组数据的标准偏差分别是 S_1 和 S_2 , \bar{x}_1 与 \bar{x}_2 遵从 t 分布则所检验证样是均匀的,否则验证样为不均匀。

$$|\bar{x}_1 - \bar{x}_2| \leq \sqrt{\left(\frac{t_1 S_1}{\sqrt{n_1}}\right)^2 + \left(\frac{t_2 S_2}{\sqrt{n_2}}\right)^2} \dots\dots\dots (A.13)$$

式中:

注意式(A.13)中, n_1 与 n_2 可以相等,也可以不相等。 t_1 和 t_2 之值可根据显著度 α (一般 $\alpha=0.05$)和自由度 $f_1=n_1-1, f_2=n_2-1$,可由 t 分布临界值表查得。