

某矿山金矿石样品加工及分析方法优化研究

夏珍珠 林翠芳

(紫金矿业集团股份有限公司,福建 上杭 364200)

摘要 某矿山金矿石样品中存在中粗颗粒金,颗粒金的存在将对分析样品的均匀性和代表性产生影响。通过棒磨、密封粉碎及盘磨等方式研究,选择出最优的样品加工方式,同时通过分析方法比对,选择出最优的样品分析方法。实验确定金矿石采用圆盘细碎机加工至样品粒度不大于 0.074 mm,混匀后即获得分析试样。分析试样经王水消解后采用泡沫吸附进行富集,火焰原子吸收光谱法测定。通过研究,取得最优的金矿样品加工和分析方案,为某矿山提供了高品质的金储量评估数据。

关键词 中粗粒级金矿石;样品加工;最优条件

中图分类号:O652.4 文献标志码:A 文章编号:2095-1035(2020)01-0006-04

The Research of Optimization of Gold Ore Samples' Preparation and Analysis Method in a Mine

XIA Zhenzhu, LIN Cuifang

(Zijin Mining Group Co., Ltd, Shanghang, Fujian 364200, China)

Abstract There is medium and coarse grain gold in the gold ore sample of a mine. The presence of gold particles will affect the uniformity and representativeness of the sample. Through the research of rod grinding, sealing pulverization and disc grinding, the optimal sample processing method is selected, and the optimal sample analysis method is selected through comparison of analytical methods. Then samples are processed into less than 0.074 mm by disc mill. After mixing, the analytical sample is obtained. Samples are enriched by foam enrichment and determined by flame atomic absorption spectrometry after being digested by aqua regia. Through research, the optimal gold ore sample processing and analysis plan was obtained, which provided high-quality gold reserve evaluation data for this mine.

Keywords medium and coarse-grained gold ore; preparation of samples; optimum condition

前言

某矿山金矿石属于金-硅钾化蚀变岩石型、金-多金属硫化物型、原生矿石,金品位相对较低,以中

粗颗粒自然金为主。由于该矿区金矿石属性的特殊性,拟通过试验研究,取得最优的金矿样品加工和分析方案,为某矿山提供高品质的金储量评估数据。

在样品加工方面,样品中的基岩母质与金粒不

收稿日期:2019-05-28 修回日期:2019-11-09

作者简介:夏珍珠,女,教授级高级工程师,主要从事分析方法应用研究和实验室管理。E-mail: xia_zhenzhu@zijinmining.com。

本文引用格式:夏珍珠,林翠芳. 某矿山金矿石样品加工及分析方法优化研究[J]. 中国无机分析化学,2020,10(1):6-9.

XIA Zhenzhu, LIN Cuifang. The Research of Optimization of Gold Ore Samples' Preparation and Analysis Method in a Mine [J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2020, 10(1): 6-9.

能同步破碎,如将样品全部细碎,将极大增加样品加工工作量;如简单依据切乔特公式缩分,则样品的代表性无法保证^[1]。根据自然金在样品中粒度分布情况,通过制定该矿区试样适用的制样流程,在满足质量要求的同时优化流程,提高效率,解决了大批量地勘金矿石样品制备的瓶颈问题。

在样品分析前处理方面,样品检测的前处理起到不可替代的作用,它包括在分析之前对试样进行分解、提取和准备,此步骤为限速步骤,需要消耗分析过程约60%的时间,并占总分析误差的30%^[2]。目前矿石中金检测前处理主要分为火法富集和湿法消解。火法样品量大,干扰小,但工作劳动强度大,有铅尘污染,且流程长。湿法样品量较少、流程简单,所需时间较短。

在分析测定方法方面,金量测定的主要方法有电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法^[3]、电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)法^[4]、X射线荧光光谱法^[5]和原子吸法光谱收^[6]、滴定法^[7]、火试金法^[8]。每一种方法的精密度不尽相同,所面对的干扰因素也不一致,但是对测定方法的选择主要依据是对数据质量的控制要求。

由于本矿区金矿石金含量较低,通过棒磨、密封细碎及盘磨等方式研究,选择出最优的样品加工方式,即本矿区金矿石试验样通过颚式破碎机、对辊破碎机、圆盘中碎机全部加工,样品粒度不大于0.42 mm;混匀缩分至不低于250 g,缩分时无须采用切乔特公式进行缩分;试样采用圆盘细碎机加工,样品粒度不大于0.074 mm;混匀后即获得分析试样;同时通过分析方法比对,选择出在保证检测质量的前提下大幅缩短检测时间的分析方法,即采用王水消解,泡沫吸附进行富集,火焰原子吸收光谱仪在242.8 nm处测定金的吸光度,通过计算得出试样的金品位。

1 实验部分

1.1 主要仪器

TJCT[#]1AL 颚式破碎机(加拿大 TM 公司)、MPG-Φ400250 对辊机(武汉探矿机械厂)、XPF-Φ175 圆盘中碎机(南昌通用化验制样机厂)、XPF-Φ150 圆盘细碎机(贵阳探矿机械厂)、LM2_P 密封细碎机(澳大利亚 ESSA 公司)、ZN 棒磨细碎机(黄石昂泰机电有限公司)、220FS 原子吸收光谱仪(美国瓦里安)、MX5 电子天平(梅特勒(上海)有限公司)。

1.2 实验方法

本矿区金矿石试验样通过颚式破碎机、对辊破碎机、圆盘中碎机全部加工,样品粒度不大于0.42 mm;混匀缩分至不低于250 g,试样采用圆盘细碎机加工,样品粒度不大于0.074 mm;混匀后即获得分析试样。由于本矿区金矿石金含量较低,通过流程考察,在保证检测质量的前提下,缩短检测时间的检测方法为:采用王水消解,泡沫吸附进行富集,火焰原子吸收光谱仪在242.8 nm处测定金的吸光度,通过计算得出试样的金品位。

2 结果与讨论

2.1 矿石属性

金矿石自然类型按矿物组合划分为金-石英脉型、金-硅钾化蚀变岩型;按金属矿物种类划分为金-黄铁矿型、金-多金属硫化物型;按矿物结构构造划分为块状矿石、浸染状矿石、角砾状矿石等类型;按氧化程度划分为原生矿石和氧化矿石。通过岩矿鉴定等试验,本矿区金矿石属于金-硅钾化蚀变岩石型、金-多金属硫化物型、原生矿石,金品位相对较低。

对于矿石工业类型,主要载金矿物为黄铁矿、方铅矿、石英,其次为黄铜矿、闪锌矿、钾长石等。金属矿物在矿石中含量较低,属贫硫化物型,金主要以中粗粒为主,裂隙金、晶隙金占80%,选矿回收率较高。本矿区金矿石工业类型为贫硫化物易选冶矿石。

2.2 切乔特公式应用的局限性

从20世纪50年代应用至今,在中国地区岩矿样品的缩分均采用切乔特经验公式: $Q = K \times d^2$,其中Q为样品最低可靠重量(kg),d为样品中最大颗粒的直径(mm),K为根据矿石特效确定的缩分系数。随着科学实践的深入发展,该公式存在一定的局限性。为此,进行了相关试验确认。

将该矿区具有代表性的2 kg金矿石1#样品全部加工至0.42 mm,混匀。使用二分器进行连续缩分,得到样品A、样品B、样品C,具体见图1。采用统一的检测方法检测样品A、样品B、样品C中金含量,数据见表1。结果表明样品A、样品B、样品C的结果保持一致。但根据切乔特公式,当d为0.42 mm,金矿石的K值取2,金矿石的最低可靠重量为0.36 kg,这与样品C检测结果反映出的结论不一致。因此,切乔特公式针对该金矿石缩分应用时存在局限性。

与此同时结果表明该样品加工至0.42 mm后连续缩分至不低于0.25 kg,检测结果质量符合要求。

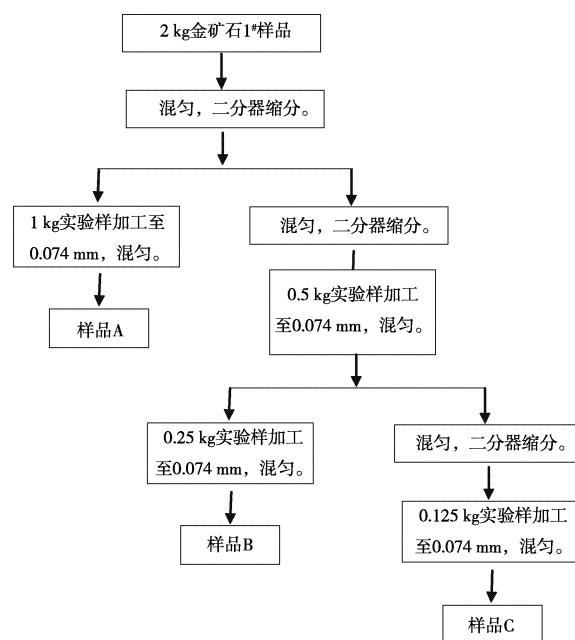


图 1 最小留样量试验流程

Figure 1 Minimum sample retention test procedure.

表 1 不同留样量的样品中金

Table 1 Au content of samples with different sample retention

序号	样品	Au/(g·t ⁻¹)
1	样品 A	0.91
2	样品 B	0.89
3	样品 C	0.82

表 2 细碎设备的选择
Table 2 Selection of equipment for milling

金矿石样品	细碎设备	Au/(g·t ⁻¹)					RSD/%
		结果 1	结果 2	结果 3	平均值	极差	
2#	圆盘细碎机	1.16	0.98	0.92	1.02	0.24	12.2
2#	密封细碎机	0.84	1.26	1.10	1.07	0.42	19.9
2#	棒磨细碎机	0.70	1.02	1.14	0.95	0.44	23.9
3#	圆盘细碎机	0.95	0.96	0.89	0.93	0.07	4.1
3#	密封细碎机	1.60	0.94	0.74	1.09	0.86	41.2
3#	棒磨细碎机	1.30	0.84	1.25	1.13	0.46	22.3

表 3 分析试样粒度的确认
Table 3 Particle size of the sample

金矿石样品	加工方法	Au/(g·t ⁻¹)			
		结果 1	结果 2	结果 3	平均值
4#	分析样细碎至 0.074 mm	1.08	1.03	1.06	1.06
4#	分析样细碎至 0.061 mm	0.92	1.03	0.93	0.96
4#	分析样细碎至 0.048 mm	0.89	0.93	0.90	0.91

2.5 分析方法的优化选择

金的检测准确性取决于试样加工合理性、取样代表性、样品分离富集情况。目前矿山实验室通常采用湿法和火法来测定金矿石中金含量。为此,选择该矿区 2# 金矿石样品、3# 金矿石样品按火试金法、泡塑吸附-原子吸收光谱法进行检测,数据见表 4。两种方法检测结果一致。但是火试金法工作劳

2.3 细碎设备的选择

在样品粗碎、中碎设备选型方面提高质量或效率存在较大难度,目前主要集中在细碎设备的选型方面提高质量或效率。针对该矿区的金矿石,为选择最优细碎设备进行了相关实验。选择该矿区粒度不大于 0.42 mm 且均匀的金矿石 2#、金矿石 3#,试样分别采用圆盘细碎机、密封细碎机、棒磨细碎机加工,样品加工粒度不大于 0.074 mm;混匀后即获得分析试样。采用统一的检测方法检测样品中金含量,每份样重复分析 3 次,数据见表 2。结果表明圆盘加工的样品金检测结果 RSD 较小,主要原因因为圆盘细碎机工作时圆盘可以对延展性好的金产生良好的切割力,保证了样品均匀性。为保证加工质量,选择圆盘细碎机作为细碎设备。

2.4 分析试样粒度的确认

虽然该矿区金矿石金品位相对较低,但是金以中粗颗粒自然金为主。为验证分析实验样粒度 0.074 mm 具有代表性进行了相关实验。将 4# 金矿石分析副样(0.074 mm)采用圆盘细碎机分别将样品加工至 0.061 mm 和 0.048 mm,采用统一的检测方法检测样品中金含量,结果未见明显差异,数据见表 3。考虑加工效率,选择分析样加工粒度为 0.074 mm 可以满足分析测试的要求。

动强度大,含铅尘,且流程长,而泡沫吸附法流程简单,所需时间短,无污染。样品中金主要以中-粗粒为主,裂隙金、晶隙金占 80%,经破碎后自然金基本裸露,经王水处理,完全进入溶液。在保证检测质量的前提下,优先选择经济性强的泡塑吸附-原子吸收光谱法作为该矿区的金检测分析方法。

表4 分析方法的优化选择
Table 4 Selection of analysis methods

金矿石样品	检测方法	Au/(g·t ⁻¹)					RSD/%
		结果1	结果2	结果3	平均值	极差	
2#	火试金法	1.16	0.98	0.92	1.02	0.24	12.2
	泡沫法	1.12	1.06	1.10	1.09	0.06	2.8
3#	火试金法	0.95	0.96	0.89	0.93	0.07	4.1
	泡沫法	1.09	1.13	1.13	1.12	0.04	2.1

选择该矿区5#、6#、7#金矿石样品采用泡塑吸附-原子吸收光谱法检测,结果RSD<6%,具有较好的精密度。同时选择国家一级标准物质GBW(E)

070012(标准值0.30 g/t)、GBW07230(标准1.33 g/t)、GBW07297(标准值18.3 g/t)为监控样,准确度符合要求(表5)。

表5 精密度和准确度实验结果

Table 5 The results for the test of precision and accuracy

试样	测试值 Au/(g·t ⁻¹)							平均值	RSD/%
	结果1	结果2	结果3	结果4	结果5	结果6	结果7		
5#	0.80	0.82	0.75	0.88	0.78	0.85	0.87	0.82	5.9
6#	1.25	1.20	1.19	1.28	1.13	1.16	1.26	1.21	4.6
7#	1.53	1.42	1.56	1.48	1.46	1.51	1.45	1.49	3.3
GBW(E)070012	0.30	0.32	0.31	0.29	0.30	0.28	0.33	0.30	5.7
GBW07230	1.29	1.30	1.35	1.28	1.35	1.29	1.36	1.32	2.6
GBW07297	17.96	18.34	18.46	17.86	18.50	17.88	18.38	18.20	1.6

3 结论

本矿区金矿石通过颚式破碎机、对辊破碎机、圆盘中碎机全部加工,样品粒度不大于0.42 mm;混匀缩分至不低于250 g,即无须采用切乔特公式进行缩分。试样采用圆盘细碎机加工,样品粒度不大于0.074 mm,混匀后即获得分析试样。分析试样王水消解后采用泡沫吸附进行富集,火焰原子吸收光谱仪测定,具有耗时短、无铅尘污染的优点,具有一定的推广价值。

参考文献

- [1] HELMECZI W, HELMECZI E, BAKER L A, et al. Development of a general acid method for the digestion of gold ore samples together with a comparison of extraction solvents for gold and determination by microwave-induced plasma-atomic emission spectrometry (MIP-AES) [J]. Journal of Analytical Atomic Spectrometry, 2018, 33(8): 1336-1344.
- [2] NABIL Ramadan Bader. Sample preparation for flame atomic absorption spectroscopy: an overview [J]. RASA-YAN, 2011: 49-55.
- [3] 龙海珍,孔会民,岳萍,等.电感耦合等离子体发射光谱法测定铜阳极泥中的金含量[J].中国无机分析化学,2019,9(5):49-51.
LONG Haizhen, KONG Huiming, YUE Ping, et al. Determination of gold content in copper anode mud by inductively coupled plasma emission spectrometry [J].
- Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2019, 9(5):49-51.
- [4] 于立华.电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)法测定地球化学样品中金时样品前处理条件的优化[J].中国无机分析化学,2019,9(2):46-49.
YU Lihua. Optimization of pretreatment conditions and operational notices for preconcentration of gold samples by foam plastic and inductively coupled plasma mass spectrometry[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2019, 9(2):46-49.
- [5] ZUBER A, PURDEY M, SCHARTNER E P, et al. Detection of gold nanoparticles with different sizes using absorption and fluorescence based method[J]. Sensors and Actuators B-chemical, 2016: 117-127.
- [6] 周芳. 泡塑富集-原子吸收光谱法测定矿石样品中的金元素[J]. 世界有色金属, 2018(19):153-156.
ZHOU Fang. Determination of gold in ore samples by the foam enrichment-atomic absorption spectrometry[J]. World Non-ferrous Metals, 2018(19):153-156.
- [7] 谭力红. 硫酸亚铁-重铬酸钾滴定法测定氯金酸中的金[J]. 黄金, 2004, 25(7):46-47.
TAN Lihong. Determination of gold content in chloroauric acid by ferrous sulfate-potassium dichromate titration[J]. Gold, 2004, 25(7):46-47.
- [8] 王皓莹,刘秋波. 火试金法测定铅冶炼渣中的金、银含量[J]. 中国无机分析化学, 2019, 9(5):63-66.
WANG Haoying, LIU Qiubo. Determination of gold and silver in silver separating residue from lead smelting by fire assay [J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2019, 9(5):63-66.