**发布**

中华人民共和国国家市场监督管理总局

中国国家标准化管理委员会

**201X-XX-XX实施**

**201X-XX-XX发布**

**金块矿取样和制样方法 手工方法**

**Gold lump ores-Increment sampling**

**and sample preparation-Manual method**

**（讨论稿）**

**GB/T 13449—201X**

 **代替GB/T 13449-92**



**中华人民共和国国家标准**

**UDC 549.283：620.11**

**D 46**

**前 言**

本标准按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本标准代替GB/T 13449-92《金块矿取样和制样方法 手工方法》，与GB/T 13449-92相比，主要变化如下：

——增加了品质波动类型与份样数关系；

——增加了样品最大粒度与份样量关系；

——增加了料场卸车平行取样方法；

——增加了袋装金块矿取样方法；

——研磨细度由“-150目”修订为“74μm”。

本标准由中国有色金属工业协会提出。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC243）归口。

本标准起草单位：山东恒邦冶炼股份有限公司、紫金矿业集团股份有限公司、江西悦城科技有限公司、江西铜业集团有限公司、云南铜业西南铜业分公司、济源市万洋冶炼（集团）有限公司、郴州市产商品质量监督检验所、中恒诺贵金属检测有限公司、贵研铂业股份有限公司、河南金利金铅集团有限公司、铜陵有色金属集团有限公司、中条山有色金属集团公司、烟台出入境检验检疫局检验检疫技术中心、连云港出入境检验检疫局、国投金城冶金有限责任公司、山东黄金冶炼有限公司、阳谷祥光铜业有限公司、河南豫光金铅集团有限公司、烟台市质量技术监督局。

本部分主要起草人：XXX、XXX。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

—GB/T 13449-92。

**金块矿取样和制样方法 手工方法**

**1 范围**

本标准规定了冶金用金块矿取样和制样的基本原则、工艺流程、工具、操作的基本要求和精密度。

本标准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**

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 2007.1 散装矿产品取样、制样通则 手工取样方法

GB/T 2007.2 散装矿产品取样、制样通则 手工制样方法

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

**3 术语和定义**

 下列术语和定义适用于本文件。

**3.1**

**手工取样 manual sampling**

 用人力操作取样工具（包括使用机械辅助工具）来采集份样以组成副样和大样的方法。

**3.2**

**批 lot**

 在假定相同条件下，加工或生产的一定质量的矿石。

**3.3**

**交货批 the delivery batch**

 以一次交货的同一规格的散装矿石为一交货批，交货批可由一批或多批组成。

**3.4**

**批量或交货批量 batch**

 构成一批或一交货批的矿石的质量。

**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**

 由一交货批矿石中的1个点或1个部位按规定质量取出的样品。

**3.7**

 **副样 subsample**

 由一交货批矿石中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**

由一交货批的全都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**

 接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**

**分层取样 stratified random sampling**

 将交货批分成几层，从不同层中按质量比例取样。

**3.12**

**系统取样 systematic sampling**

从一交货批中以一定的时间或质量间隔取份样，最初的份样从第一间隔内随机取样。

**3.13**

**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（δw）表示。根据δw值可将金块矿产品划分成品质波动大、中、小三种类型。

**3.14**

**精密度(β) precision**

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(β=2δ)。总精密度(βSPM)包括取样精密度(βS)、制样精密度(βP)和测定精密度(βM)，按公式（1）计算。

 ....................(1)

式中：

δS—取样标准偏差，用标准偏差表示；

δP—制样标准偏差，用标准偏差表示；

δM—测定标准偏差，用标准偏差表示；

**3.15**

**变异系数（CV） coefficient of variation**

用标准偏差除以测定值的平均值（）的百分率表示：

 ....................(2)

**4 一般规定**

4.1 按本标准所取样品供测定水分、化学成分所需样品。

4.2 取样和制样所用设备、工具、盛样容器必须保持清洁，坚固耐用。水分样品的容器必须是密封、用非吸潮性材料制成。

4.3 当冶金用金块矿粒度不符合标准要求时，必须加工处理至不大于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CV≤20%。当CV＞20%时，应单独制样或对份样量大致相等，再合并成大样或副样。

4.5 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。

4.6 当冶金用金块矿中金颗粒大于等于0.1 mm时，供需双方协商取样方法。

4.7 基本批量规定为50 t，当交货批量大于50 t时，则以50 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。

**5 取样**

**5.1** 确定冶金用金块矿总精密度为±2%。

**5.2** 确定冶金用金块矿取样精密度为1.62%。

**5.3 取样工具**

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 称量交货批金块矿重量。

5.2.2 制定取样方案：

a） 确定取样单元重量；

b） 根据交货批量、品质波动类型，确定应取的份样数；

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 品质波动类型与份样数关系**

|  |  |
| --- | --- |
| 交货批量M/t | 品质波动类型 |
| 小(δw＜0.80) | 中(0.8≤δw＜1.5) | 大(δw≥1.5) |
| 最少份样数（Nmin） |
| M≤50 | 20 | 40 | 60 |
| 50＜M≤200 | 40 | 80 | 120 |
| 200＜M≤400 | 60 | 120 | 180 |

**表2 样品最大粒度与份样量关系**

|  |  |
| --- | --- |
| 样品最大粒度 d/mm | 份样量 kg |
| d≤20 | 10.0 |
| d≤15 | 7.5 |
| d≤10 | 5.0 |
| d≤5 | 2.5 |
| d≤2 | 1.0 |

**5.7取样方法**

**5.7.1 系统取样**

5.7.1.1 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。

5.7.1.2 按照公式（3）计算取样间隔：

 ……………………………（3）

式中：

 T——取样质量间隔，单位为吨（t）；

 Q——批量，单位为吨（t）；

 N——表1中规定的最小份样数，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）。

5.7.1.3 人工装卸车过程中，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，在其上面接棋盘式布点采取份样。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。

5.7.1.4 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（4）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。

 …………………………（4）

式中：

n——每抓斗或铲斗应采取的份样数，单位为个；

 N——表1中规定的最小份样数，单位为个；

 m——抓斗或铲斗铲取块矿的重量，单位为（t）；

 M——基本批量块矿的重量，单位为吨（t）。

5.7.1.5 皮带运输机装卸时，根据本标准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。

**5.7.2分层取样**

将冶金用金块矿按车厢上、中、下分为等高的三层，在每层上按棋盘式布点法采取所规定份样总数的1／3，在取上层份样前需用取样工具剥去表层矿石100 mm后，再采取份样。每份样量应大致相同。份样采完后，卸去上层矿石再继续采取中层份样，卸去中层矿石再采取下层份样。将三次采取份样合成大样。

**5.7.3 料场卸车平行取样**

5.7.3.1 将金块矿卸载在一片干净清洁、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，摊平矿堆使其高度不大于200 mm，使其保持高度平整。金块矿粒度应确保小于20 mm（如大于20 mm，需搅拌先取水份样，再进行机械加工破碎）。

5.7.3.2 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，将所有份样合成大样为-1（取样量不少于40kg）。

5.7.3.3 将金块矿分别进行平行搅拌俩遍后再按5.7.3.2方法再取两份大样，为-2、-3。

5.7.3.4 三份大样分别制样、化验化学成分并报出结果，若三个大样的化验结果差异不超过GB/T 7739（所有部分）金精矿化学分析方法中规定的再现性限或双方约定的再现性限，则三个大样化验结果的平均值作为该检验批金块矿的最终化验结果。

5.7.3.5若三个大样的化验结果差异超过GB/T 7739（所有部分）金精矿化学分析方法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。

**5.7.4袋装取样**

5.7.4.1在不明确品质波动类型时，每袋至少采取三个份样。

5.7.4.2为避免袋装金块矿重量、密度及成分不均匀导致所取样品不具有代表性，需要割开包装袋后，按照5.7.3方法采取份样。

**6 制样**

**6.1 制样设备及工具**

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 制样要求**

6.2.1 制样前应认真核实矿石种类，发现矿石中有外来杂物要认真清理。

6.2.2 制样过程中应防止样品污染。

6.2.3 制样前必须将设备清扫干净。

6.2.4 样品过湿过粘时，必须经预先干燥后再进行加工。

6.2.5 制备水分样品时，应尽快进行。如不能立即制备水分样品，必须将水分样品装在密闭容器内以防发生变化。

6.2.6 整个制样过程，必须严格按照本标准规定的制样程序进行。

**6.3 制样程序**

6.3.1 将大样按图1程序进行破碎、混合、缩分同时，或单独制备水分及成分样品。

6.3.2 将大样充分混合均匀，继续破碎至10 mm以下，用四分法缩分，留量不少于20 kg。同时先采用网格缩分法12点取水分样品2kg进行水分测定。将-l0 mm的余样继续破碎至-3 mm，再混合缩分，留量不少于5 kg。然后继续破碎至-l mm，充分混合，缩分留量不少于600 g。将全部样品用密封式振动研磨机粗磨至-100目，在用棒磨机细磨至-200目全通过，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。

-150目

不少于600g

大样

-10mm

不少于20kg

不少于2kg

-3mm

不少于5kg

-1mm

约150g

约150g

约150g

约150g

分析样品 供方样品 备用样品 仲裁样品

74μm

破碎

网格缩分法取水分样品

混合缩分

破碎

混合缩分

破碎

混合缩分

粗磨

细磨

细磨

混合

**图1 制样程序**

**6.3.3 缩分方法**

**6.3.3.1 二分器缩分法**

 按表3选用合适的二分器。所选用的二分器，其沟槽宽度约为样品全量通过的最大粒度的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。再将分成二份的样品，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量。

**表3样品最大粒度及适用的二分器**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 样品全部通过的最大粒度mm | 二分器沟槽宽度mm | 二分器沟槽数个 |
| 15～＜20 | 50 | 12 |
| 10～＜15 | 30 | 14 |
| 5～＜10 | 20 | 16 |
| 3～＜5 | 10 | 18 |
| ＜3 | 6 | 20 |

**6.3.3.2网格缩分法**

将样品置于洁净平整的平板上，根据破碎粒度按表2所列厚度铺成长方形平堆，然后将样品平堆成等份的网格（图2），缩分样品不得少于4格，用挡板及分样铲（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。

b

d

a

图2

c

 图3 分样铲

**表4 样品粒度、样品层厚度和分样铲尺寸**

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品粒度（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 |
| 10～＜20 | 35～45 | 80 | 45 | 80 | 70 | 2 | 约300 |
| 5～＜10 | 25～35 | 60 | 35 | 60 | 50 | 1 | 约125 |
| 3～＜5 | 20～30 | 50 | 30 | 50 | 40 | 1 | 约75 |
| 1～＜3 | 15～25 | 40 | 25 | 40 | 30 | 0.5 | 约40 |
| ＜1 | 10～15 | 30 | 15 | 30 | 25 | 0.5 | 约15 |

**6.3.3.3圆锥四分法**

将样品置于洁净、平整的平板上，堆成圆锥形，每铲自圆锥顶落下，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 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。

**8 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。

**9 水分测定**

 金块矿水分测定方法按GB/T 2007.6进行。

**10 粒度测定**

金块矿粒度的测定方法按GB/T 2007.7进行。

**11 样品保存与标识**

11.1 成分分析试样应装入样袋中，并附标签，保存期3个月。

11.2 样品标签上应标明：

a）试样编号；

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。

**12 其他**

本标准未尽事宜，由供需双方议定。