

包装钨精矿取样、制样方法

Methods of sampling and sample preparation  
of tungsten concentrates in bags

本标准适用于包装黑钨精矿（钨锰铁矿、钨锰矿及钨铁矿）和白钨精矿（钨酸钙矿）的化学成分和水分测定用样的采取和制备。

1 术语解释

1.1 批和批量 以一次交货同一规格的包装钨精矿为一批，构成一批钨精矿的量叫做批量。

1.2 包差 以包为单位取样测定其品质特性，各包间结果之差称为包差，其中最高与最低结果之差称为最大包差。

1.3 份样和份样量 由一批包装钨精矿的一包中，按规定重量取出的样品，称为份样。每个份样的重量叫做份样量。

1.4 副样 由一批钨精矿中的部分份样组成的样品。

1.5 大样 由一批钨精矿的全部份样或全部副样组成的样品。

1.6 制备样品 按规定制样方法从每个份样、副样或大样所制备的样品。

1.7 成分样品 从制备样品中取出的供成分分析用样品。

1.8 水分样品 由大样或副样制备的供水分测定用样品。

1.9 最大粒度 95%以上能通过的最小筛孔尺寸。

1.10 误差 测得值与真实值之差。

1.11 偏差 测得值与一组测得值的平均值之差。

1.12 方差  $S^2$  各次测得值  $X_i$  与平均值  $\bar{X}$  之差的平方和除以测定次数  $n$  减1之差。

$$S^2 = \frac{\sum (X_i - \bar{X})^2}{n - 1}$$

$$= \frac{n \sum X_i^2 - (\sum X_i)^2}{n(n - 1)} \dots\dots\dots (1)$$

1.13 标准偏差  $S$  方差的平方根。

1.14 品质波动标准偏差  $S_w$  指批内份样间品质特性波动的标准偏差，根据  $S_w$  值大小可将钨精矿划分为品质波动大、中、小三种类型。品质波动试验方法见附录 A。

1.15 精确度  $\beta$  测得值互相一致的程度，概率为95%时，精确度用二倍的标准偏差表示  $\beta = 2S$ 。

总精确度  $\beta_{SDM}$  包括取样精确度  $\beta_s$ 、制样精确度  $\beta_D$  和测定精确度  $\beta_M$ ：

$$\beta_{SDM} = 2\sqrt{S_s^2 + S_D^2 + S_M^2} \dots\dots\dots (2)$$

式中： $S_s$ ——取样标准偏差；

$S_D$ ——制样标准偏差；

$S_M$ ——测定标准偏差。

校核精确度试验方法见附录 B。

## 2 一般规定

2.1 本标准规定总精确度 $\beta_{SDM}$ 为 $\pm 0.6\%$ ，取样精确度 $\beta_S$ 为 $\pm 0.4\%$ ，以三氧化钨计。

2.2 包装钨精矿必须严格按照本标准规定的方法取样、制样。遇有条件或情况变化时应进行精确度校核试验。采用机械取样时，必须按附录B、C进行试验，证明符合标准规定的要求。

2.3 如品质明显不均匀，包差大于2%，最大粒度超过9mm或混入外来杂质，必须经加工整理后再行取样。

2.4 包装钨精矿如需并批，对同级品三氧化钨含量之差在0.5%之内的批次可以并批。并批后货品不能分批。

2.5 成分样品应妥善保管以备核查，保管期可根据贸易需要规定，但不得少于6个月。

2.6 取样、制样所用设备，工具和盛样容器必须保持洁净，牢固耐用。

2.7 在整个取样、制样过程中注意安全操作。

2.8 品质波动试验方法、精确度校核试验方法及取样偏差校核试验方法分别按照附录A、B、C执行。

## 3 取样

### 3.1 取样工具

a. 取样铲（见图1）；

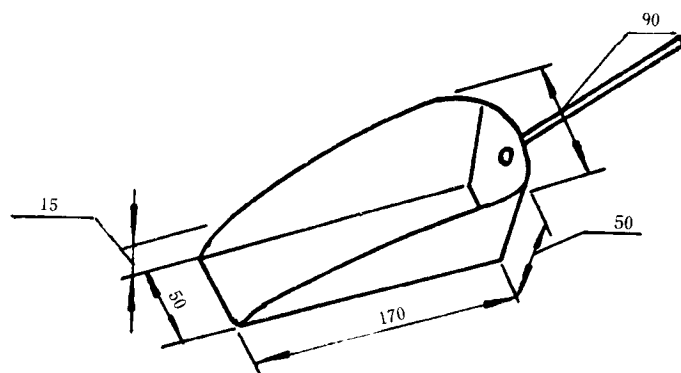


图1 取样铲

b. 样杆（见图2）；

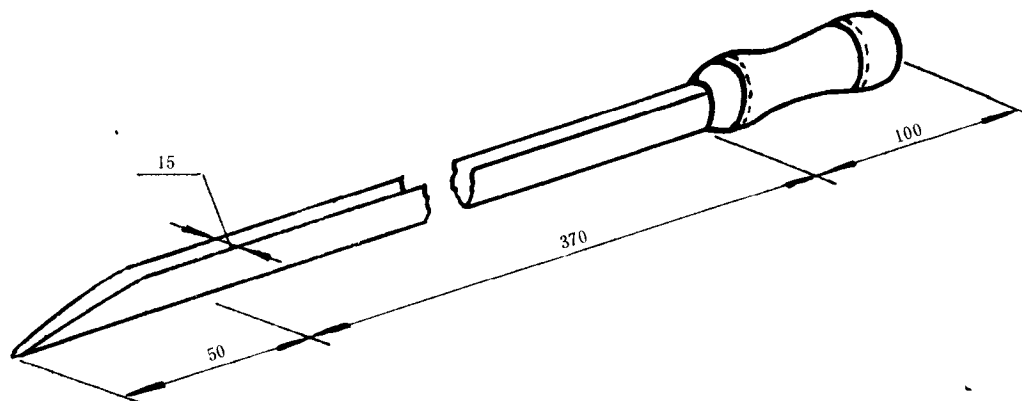


图2 取样杆

- c. 取样勺 直径为11.5cm的半圆形金属勺；
- d. 带盖盛样桶；
- e. 钢锤。

3.2 份样数（取样包数）应取最少份样数见表1。不同批量的份样数（ $n_1$ ）按式（3）计算：

$$n_1 = n \sqrt{\frac{\text{实际批量}}{\text{基本批量}}} \dots\dots\dots (3)$$

式中：基本批量为10t（200包）， $n$ 为基本批量的应取最少份样数（见表1）。

按上式计算所得最少份样数，如有小数时进为整数。

表1 一批包装钨精矿中应取份样最少个数

批量, t	品质波动 $S_w$	份样数 $n$		
		小	中	大
		$S_w < 0.4$	$0.4 < S_w < 0.6$	$S_w \geq 0.6$
100	2000	32	65	95
80	1600	30	60	85
60	1200	25	50	75
50	1000	23	45	67
40	800	20	40	60
30	600	18	35	52
20	400	15	30	45
10	200	10	20	30
最大包差 ( $WO_3$ )		<1.0%	<1.5%	<2.0%

注：① 品质波动大小不明确时，应按附录A“品质波动试验方法”求出  $S_w$  值，否则份样数应按品质波动大的取样。

② 最大包差试验可按日常取样方法，随机抽取适量包件，不得少于5包；若在装包过程中取样，可在批的首尾5包内各取一包，中间取若干包，但不得少于3包，将各包所取样品分别制样，测定三氧化钨含量。

3.3 份样量 按表2取份样量，所取每个份样的重量应大致相等，其相对误差不超过20%。

表2 最少份样量

取 样 方 法	份 样 量, kg
逐包取样法	1
倒包三铲法	5
倒包缩分法	50 <sup>注</sup>
扦子对角线法	0.2

注：整包混和缩分。

### 3.4 取样方法

**3.4.1 逐包取样法** 在装包过程中，每包用取样勺取约1kg份样。在取样前，包件必须是未经搬运移动的，否则包内钨精矿容易发生偏析。

**3.4.2 倒包缩分法** 根据表1规定份样数随机抽取样包，全部倒于平整洁净的铁板上，将超过9mm的颗粒击碎，按4.4缩分至不少于30kg。若每个份样分别制样时，则每包货品先破碎至全部通过4目，然后缩分至不少于8kg。

**3.4.3 倒包三铲法** 根据批量和品质波动类型按表1规定的份样数（即包数）随机抽取样包，逐包倒于平整洁净的铁板或水泥地上，使成圆锥形，将样铲分别从圆锥底部外圈120°角的三条母线插至圆心，然后垂直向上提起共取出3铲，这样每包共取份样约5kg。

**3.4.4 扦子对角线法** 仅适用于最大粒度不超过4mm的钨精矿。按表1规定的份样数加倍抽取样包，敞开袋口，将钢扦从对角线自顶插入，直至底部，将扦子旋转180°取出样品各约100g，二扦共取份样量约200g。

**3.4.5 水分样品**应在衡重时取样，可与品质样兼用，置于洁净密封的容器内，注意勿使水分在测定前发生变化。当批量较大，装卸时间长或大雨、气温高时，须将批货分成几个部分，将每一部分的份样制备成副样测定水分。

## 4 制样

### 4.1 制样工具

- a. 铁铲；
- b. 对辊破碎机；
- c. 圆盘粉碎机；
- d. 密封式振荡研磨机或三头研磨机（附玛瑙研钵）；
- e. 二分器（规格见GB 2007—80《散装矿产品取样、制样方法》的4.1.5）；
- f. 9×9mm方孔筛，4目（筛孔5mm）、10目（筛孔1.6mm）、80目（筛孔0.18mm）和200目（筛孔0.075mm）筛；
- g. 不锈钢十字分样板；
- h. 样铲和档板；
- i. 白铁面混样台或玻璃面混样台；
- j. 磁铁；
- k. 盛样器；
- l. 毛刷；

m. 磨砂塞广口玻璃瓶 (容量约100ml)。

4.2 制样要求

4.2.1 在制样全过程中应防止样品有任何变化和污染。

4.2.2 样品过于潮湿不能筛分、破碎、缩分时,可在105℃进行预先干燥,使达到适于筛分和制样的程度,需要将干燥前后样品称重,并计算预先干燥水分(A)% (取二位小数)。

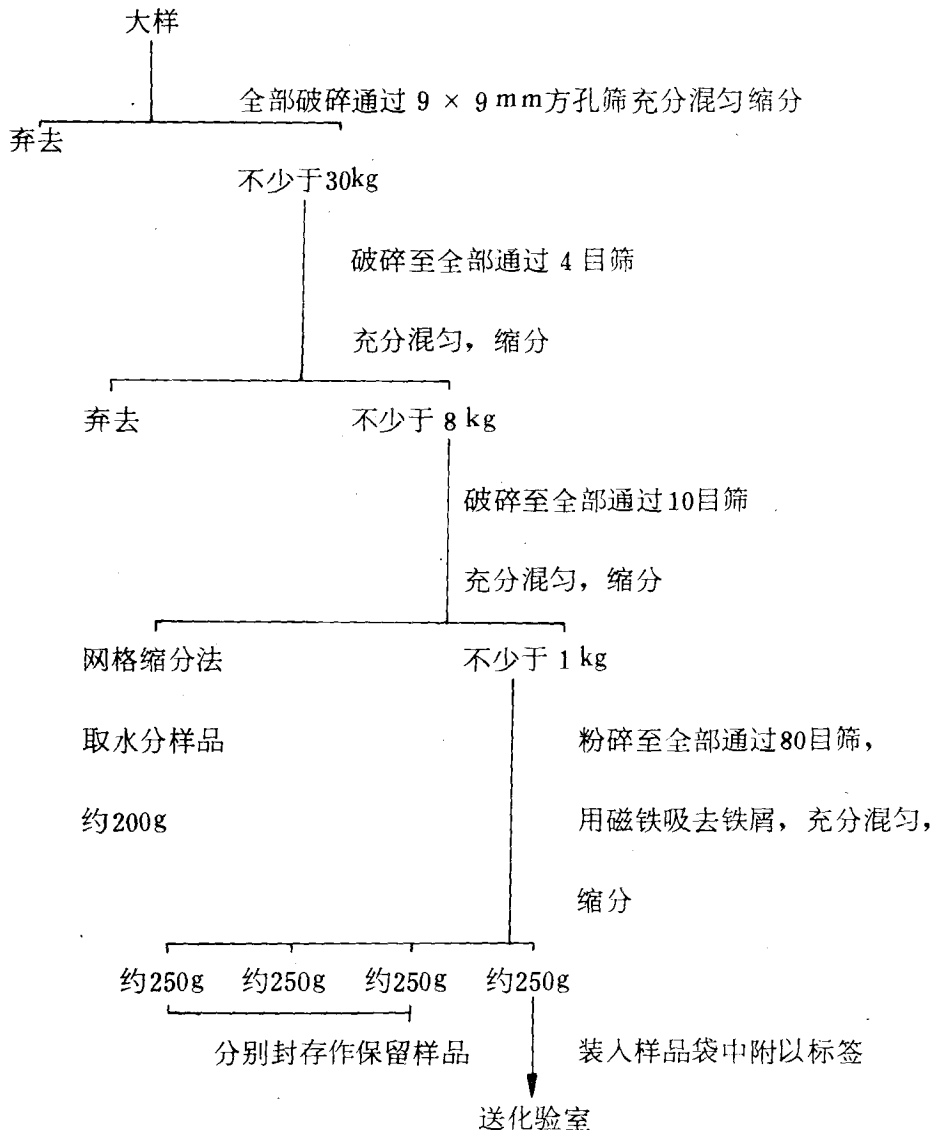
$$A (\%) = \frac{W - W_1}{W} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

式中: W——干燥前样品总重量 (kg);

W<sub>1</sub>——干燥后样品总重量 (kg)。

4.2.3 样品的破碎 将全部样品用适当的破碎机破碎至规定的全量通过的粒度(根据破碎条件可适当减少制样程序中的破碎步骤)。制样前必须将破碎机内部清扫干净。制样后残留在破碎机内部的样品,必须注意全部取出。

4.3 制样程序: 可根据需要参照以下程序同时或单独制备水分和成分样品。



注: 含氯化钙的白钨精矿极易吸潮, 水分样可不经破碎, 直接称样。

把通过80目筛的约250g样品充分混匀，缩分出约20g，研磨至全部通过200目筛，加磨后装入样品袋中附以标签作为成分分析样品。

4.4 缩分方法：可使用下列的一个或几个方法并用。

4.4.1 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等于样品全量通过的最大粒度的2~3倍，并需经过精确度校核试验证明是符合要求的。

使用前必须将二分器内各个部位清理干净，沟槽内须平滑不得有锈，使用过程中要一直保持沟槽畅通无阻。

先将全部样品通过二分器二次，混匀后再行缩分，务必使样品均匀地落入每个沟槽中，将盛样容器对准出口，勿使样品撒落在外，将已分成二份的样品，随机选定一份作为缩分样品，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

样品全量通过的最大粒度	二分器沟槽宽度
5~10	20
3~5	10
3以下	6

4.4.2 二开二合四分法：将样品用铁铲堆成圆锥形，每铲都须从锥的顶尖垂直倾下使均匀地沿锥尖散落。待锥形堆成后再将此锥形用铁铲逐次分成2~4堆，此为一开，再将此2~4个圆锥用交替铲合成一堆，此为一合，连续二次即为二开二合。各次成堆过程，每铲均须从锥的顶尖垂直倾下，然后将圆锥顶尖压平，用十字板自上压下，分成四等分，任取二个对角的等分，重复操作数次，缩分至不少于该粒度的最少留量。

4.4.3 网格缩分法：将样品置于平整洁净的铁板上，铺成长方形平堆，然后将平堆划成等分的网格，缩分大样时不得少于20格；缩分副样时不得少于12格；缩分份样时不得少于4格。用档板及样铲插至底部，从每一格取等量的一铲，集合为缩分样品，当大样数量多时，可将大样分成几个等份，分次按上述操作缩分。

表4 样品粒度、样品层厚度及份样铲尺寸

样品粒度 mm	样品层厚度 mm	份样铲尺寸 mm					份样铲 容积 ml
		a	b	c	d	材料厚度	
9以下	25~35	60	35	60	50	1	约125
5以下	20~30	50	30	50	40	1	约75
2以下	15~25	40	25	40	30	0.5	约40
1以下	10~15	30	15	30	25	0.5	约15
0.18以下	5~10	15	10	15	12	0.5	约2

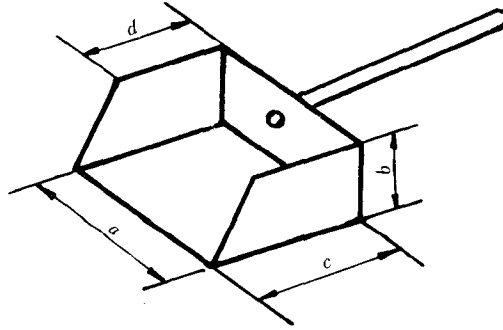


图3 份样铲

**4.4.4 圆锥四分法：**将样品置于平整洁净的铁板上，成圆锥形，每铲自圆锥顶尖落下，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，分成四等分，任取二个对角的等分。重复操作数次，缩分至不少于该粒度的最低留量。

#### 4.5 样品容器和标签

**4.5.1** 送化验室的水分样品（约200g）应装入磨砂塞广口玻璃瓶或密闭的容器中，并附以标签。

**4.5.2** 送化验室的成分样品（约250g）应装入样品袋中，并附以标签。

**4.5.3** 标签上注明以下各项：

- a. 编号；
- b. 品名、等级、类别、产地；
- c. 批量或副批量，t；
- d. 船名或车号；
- e. 取样、制样人员；
- f. 取样、制样地点、日期及天气。