

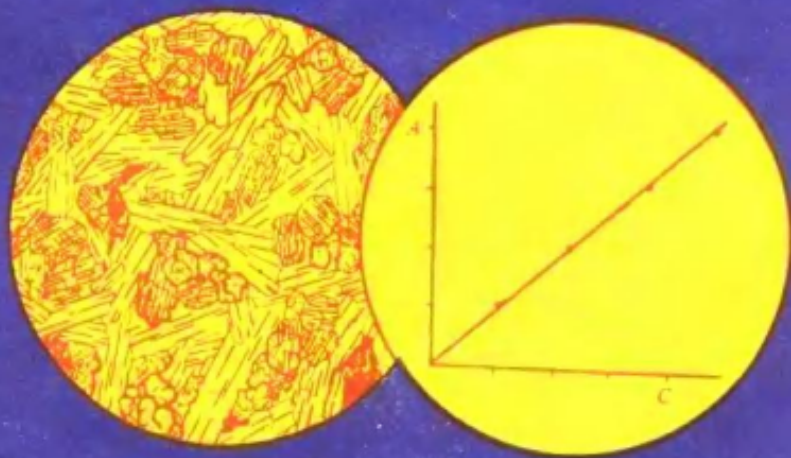


普通高等教育地质矿产类规划教材

岩石矿物分析

(第二版)

张毅 主编



石油大学出版社

地质出版社



058496

普通高等教育地质矿产类规划教材

53/09/08

岩石矿物分析

(第二版)

张毅 主编



200390415



地质出版社



前 言

本书第一版自1986年出版发行以来，通过一段时间的使用，已收到了一定的效果。但是，随着岩石矿物分析测试工作的不断发展和教学计划、教学大纲、以及课程任务的变动，本书第一版的有些内容已不能很好地适应新形势的需要。为此，在1990年11月地质矿产部岩矿分析专业课程教学指导委员会工作会议上决定对本书进行修编。鉴于本书第一版在各院校使用过程中一致认为在体系和章节安排上基本符合教学计划和教学大纲的要求，故此次修编仍保持原书的体系和章节，仅在部分内容上作了一些必要的修改和补充。具体情况如下：

一、根据地质矿产部近年来颁发的有关规定，对原书中的试样制备、分析结果的审查、以及矿石工业要求等内容进行了修正。

二、《仪器分析》课程教学大纲、教材修编计划，在内容上增加了“色谱分析”部分，故删去了原书第四章定量分离法中高压液相色谱法一节。

三、“定量分离法”一章是本书的重点，根据几年来教学工作中的情况，在删去高压液相色谱法后，充实了沉淀分离法，使这种经典方法保持其完整性。对萃取分离法和离子交换分离法的内容也进行了修改和补充。同时删简了与操作技术有关的叙述。这样可以使学生在理论上学深一些，学透一些，并进一步扩大知识面。

四、贵金属元素，尤其是铂族元素，学生了解甚少，有关的参考资料也不多。此次修编时将原书第十章“金、银、铂、钯的分析”扩改为“贵金属元素分析”。但在内容上仍以金为重点，对铂族元素仅侧重于分析化学性质的讨论，概述其测定方法。

五、根据近年来岩矿测试工作的发展情况，在有关章节中适当地介绍了一些当前研究和应用的新技术和新方法。

六、按照国务院的要求，从1986年起出版的书刊中，必须使用法定计量单位的规定，本书原使用的有关溶液浓度表示方法的当量浓度“N”、摩尔浓度“M”，全部改用mol/表示。

本书仍由中国地质大学（武汉）、成都地质学院、长春地质学院共同修编。原书主编中国地质大学（武汉）张毅任主修，成都地质学院谭龙华，长春地质学院凤优游参加修编。第一、六、七、十一章由谭龙华修编，第二、三、四、十章由凤优游修编（长春地质学院王洪艳提供第十章修编初稿），第五、八、九章由张毅修编。

本书在编写过程中，得到全国许多单位，特别是有关院校的同志们们的热情支持和具体帮助，在此谨致谢忱。

由于编者水平有限，加以时间仓促，故本书还会存有缺点和错误，希望读者批评指正。

编 者

1991年5月

(1986年版) 前 言

1980年由武汉、长春、成都三地质学院合编的《岩石矿物分析教程》试用教材,解决了地质院校岩矿分析专业,《岩矿分析》课程教材的有无问题,也为地质部门一些实验室的技术培训提供了方便。经过试用,一般认为该教材基本上能满足当时的教学需要,但毫无疑问,也明显地存在着一些问题。为此,1982年3月,地质矿产部岩矿分析教材编审委员会在成都召开了《岩矿分析》课程教材使用情况和教学经验座谈会,会上一致认为教材在内容上应作适当的调整和补充,质量也需进一步提高,并相应制订出重编教材的编写大纲。会后,编者根据编写大纲并结合近年来的教学实践,写成了重编教材初稿。

重编本与试用版相比,有着以下几方面的改进和提高:1.“试样分解”是岩矿分析工作的重要环节,也是后续各章的先导。在试用版中,这部分仅作为一节处理,内容简陋,与全书相比,份量较轻,互不协调。重编时经过扩写,使其独立成章(第三章)使所含知识面更加系统、全面;2.在第四章“定量分离法”中增加了色谱分离法的部分内容,从而由试用版中侧重单级分离,发展到单级与多级分离并重的章节构型;3.“掩蔽和解蔽”是岩矿分析中消除干扰的重要方法之一,试用版中由于时间仓促而漏编,此次重编作为一章收录进来,弥补了原书的失误;4.岩矿分析不仅是一门成分分析的学科,而且也涉及到形态分析的理论和研究方法。重编第六章“铁矿石分析”时,增添了“物相分析原理”一节,使铁矿石和铜矿石中物相分析方法的讲述有了理论的先导;5.为了培养学生科学研究和索取岩矿分析科研信息的能力,重编中增写了“文献查阅和方法研究的一般程序”一章于书末。本章可结合毕业论文进行初步实践;6.为了避免与《分析化学》等课程重复,重编本删去了试用版中“岩矿定量分析的误差”一章,将其中有关岩矿分析质量检查部分并入“绪论”中讨论;7.其它各章也都在试用教材的基础上作了若干补充和修正,有的还作了较大的改写并增添了近年来本学科中的一些新知识、新方法。重编本基本上符合地质矿产部教育司颁发的《岩矿分析》专业教学计划和《岩矿分析》课程教学大纲的要求。

重编本仍由武汉、长春、成都三地质学院共同编写,武汉地质学院张毅任主编。其中:第一、十一章由成都地质学院张长陵编写;第二、三、十章由长春地质学院田斌编写;第四章由长春地质学院张静如编写;第五、九章由武汉地质学院张霞娟编写;第六、七章由成都地质学院谭龙华编写;第八章由张毅编写。全书由河北地质学院张良彩、赵容端任主审。初稿于1984年5月在成都召开的地质矿产部岩矿分析教材编审委员会会议上讨论审议通过。西安地质学院刘永庆担任本书的责任编辑。

本书在重编过程中引用了国内一些地质和冶金实验室、研究所及高等院校的操作规程、研究试验报告、教材或专著中的部分内容,在此,谨向这些单位和编著者致谢意。

由于编者水平有限,书中缺点和错误在所难免,恳切希望读者批评指正。

编 者

1985年7月

目 录

| | |
|----------------------------|--------|
| 第一章 绪 论 | (1) |
| 一、岩矿分析的任务、意义和特点 | (1) |
| 二、岩矿分析的发展概况 | (1) |
| 三、岩矿分析的基本程序 | (2) |
| 四、分析结果的审查 | (3) |
| 第二章 试样的制备 | (6) |
| 第一节 概 述 | (6) |
| 第二节 试样加工工作的依据 | (6) |
| 一、决定样品最低可靠重量的因素 | (6) |
| 二、样品缩分公式 | (7) |
| 第三节 一般样品的加工程序 | (8) |
| 一、来样要求及加工程序 | (8) |
| 二、破碎 | (9) |
| 三、过筛及标准筛号与孔径的关系 | (10) |
| 四、混匀 | (12) |
| 五、缩分 | (13) |
| 第四节 特殊样品的处理..... | (13) |
| 第五节 样品的玷污控制及对加工质量的要求 | (14) |
| 第三章 试样的分解 | (16) |
| 第一节 概 述 | (16) |
| 第二节 酸溶分解试样 | (17) |
| 一、盐酸、氢溴酸或氢碘酸分解试样 | (18) |
| 二、氢氟酸、氟硼酸或氟硅酸分解试样 | (19) |
| 三、硝酸、王水分解试样 | (21) |
| 四、硫酸分解试样 | (22) |
| 五、磷酸分解试样 | (23) |
| 六、过氯酸分解试样 | (24) |
| 第三节 熔融分解试样 | (24) |
| 一、碱金属碳酸盐熔融 | (25) |
| 二、碱金属氢氧化物熔融 | (26) |
| 三、过氧化钠熔融 | (27) |
| 四、焦硫酸钾熔融 | (27) |
| 五、硼酸或硼酸盐熔融 | (28) |
| 六、铵盐熔融 | (29) |
| 第四节 半熔烧结分解试样..... | (29) |
| 一、过氧化钠半熔 | (30) |

| | |
|------------------------------|-------|
| 二、碳酸钠加氧化剂混合物半熔 | (30) |
| 三、碳酸钠和氧化镁或氧化锌混合物半熔 | (30) |
| 四、碳酸钙和氯化铵混合物半熔——斯密思法 | (31) |
| 第五节 其它分解方法 | (31) |
| 一、热分解法 | (31) |
| 二、在气流中热分解法 | (32) |
| 三、湿热分解法 | (32) |
| 四、升华法 | (32) |
| 五、溶剂的选择性溶解法 | (32) |
| 六、微波炉湿法分解 | (32) |
| 第六节 分解用容器的选择 | (33) |
| 第七节 分解试样带来的误差 | (35) |
| 第四章 定量分离法 | (37) |
| 第一节 概述 | (37) |
| 第二节 沉淀分离法 | (37) |
| 一、无机沉淀剂分离法 | (37) |
| 二、有机沉淀剂分离法 | (41) |
| 三、均匀沉淀法在定量分离中的应用 | (44) |
| 四、共沉淀分离和富集微量组分 | (45) |
| 第三节 溶剂萃取分离法 | (50) |
| 一、基本原理 | (50) |
| 二、萃取过程的实质 | (54) |
| 三、重要的萃取体系 | (55) |
| 四、螯合物的萃取平衡及萃取条件的选择 | (59) |
| 五、离子缔合物的萃取平衡及萃取条件的选择 | (64) |
| 六、影响萃取速度的主要因素 | (67) |
| 七、溶剂萃取的操作方法及其在岩矿分析中的应用 | (68) |
| 第四节 离子交换分离法 | (70) |
| 一、离子交换树脂的分类和性质 | (70) |
| 二、离子交换反应的基本原理 | (75) |
| 三、柱式离子交换法的操作技术 | (80) |
| 四、离子交换分离法的应用 | (85) |
| 第五节 色谱分离法 | (87) |
| 一、色谱分离法的分类 | (87) |
| 二、纸色谱法 | (89) |
| 三、萃取色谱分离法 | (95) |
| 第六节 蒸馏、挥发、升华分离法 | (99) |
| 实验部分 | (100) |
| 第五章 掩蔽和解蔽 | (106) |
| 第一节 概述 | (106) |
| 第二节 掩蔽作用的主要类型 | (108) |

| | |
|-----------------------------|-------|
| 一、沉淀掩蔽 | (108) |
| 二、氧化还原掩蔽 | (108) |
| 三、络合掩蔽 | (108) |
| 四、动力学掩蔽 | (109) |
| 第三节 影响掩蔽作用的因素 | (109) |
| 第四节 解蔽方法 | (111) |
| 第五节 掩蔽剂的选择及常用的掩蔽剂和解蔽剂 | (113) |
| 一、掩蔽剂的选择 | (113) |
| 二、掩蔽剂的分类 | (113) |
| 三、常用的掩蔽剂 | (114) |
| 四、常用掩蔽剂和解蔽剂的应用 | (119) |
| 第六章 铁矿石分析 | (127) |
| 第一节 铁在自然界中的存在 | (127) |
| 一、铁在地壳中的分布 | (127) |
| 二、铁矿物和铁矿石 | (127) |
| 第二节 铁的分析化学性质 | (129) |
| 一、氧化还原性质 | (129) |
| 二、酸碱性质 | (130) |
| 三、络合性质 | (131) |
| 第三节 铁矿石中铁的测定方法 | (132) |
| 一、氯化亚锡还原-重铬酸钾 滴定法 | (132) |
| 二、无汞盐还原-重铬酸钾 滴定法 | (134) |
| 第四节 铁矿石中亚铁的测定 | (136) |
| 第五节 铁矿石分析 | (139) |
| 一、一般铁矿石分析 | (139) |
| 二、钒钛磁铁矿石分析 | (144) |
| 第六节 化学物相分析基本原理 | (147) |
| 一、概述 | (147) |
| 二、选择性溶解 | (148) |
| 三、提高溶剂对矿物选择溶解能力的途径 | (149) |
| 四、化学物相分析的误差 | (150) |
| 第七节 铁矿石的化学物相分析 | (152) |
| 一、一般铁矿石化学物相分析的常测项目及意义 | (152) |
| 二、常测项目的一般分析方法 | (152) |
| 第八节 金属铁的测定 | (156) |
| 实验部分 | (157) |
| 第七章 铜矿石分析 | (159) |
| 第一节 铜在自然界中的存在 | (159) |
| 一、铜在地壳中的分布 | (159) |
| 二、铜矿物和铜矿石 | (159) |
| 第二节 铜的分析化学性质 | (161) |

| | |
|--------------------------------------|-------|
| 一、氧化还原性质 | (161) |
| 二、络合性质 | (162) |
| 第三节 铜矿石中铜的测定方法 | (163) |
| 一、碘量法 | (163) |
| 二、铜试剂光度法 | (166) |
| 三、极谱法 | (166) |
| 四、原子吸收分光光度法 | (167) |
| 第四节 铜矿石分析 | (168) |
| 一、试样的分解 | (168) |
| 二、常测项目及其测定方法 | (170) |
| 第五节 铜矿石的化学物相分析 | (173) |
| 一、常测项目 | (173) |
| 二、常测项目的分析方法 | (174) |
| 实验部分 | (177) |
| 第八章 硅酸盐分析 | (181) |
| 第一节 概述 | (181) |
| 一、硅酸盐在自然界的存在及其分析的目的和意义 | (181) |
| 二、硅酸盐矿物和岩石的组成及分析项目 | (182) |
| 三、硅酸盐矿物和岩石试样的分解方法 | (183) |
| 第二节 硅酸盐经典分析系统 | (186) |
| 一、概述 | (186) |
| 二、二氧化硅的分离和测定 | (189) |
| 三、二三氧化物组元素的沉淀和测定 | (193) |
| 四、钙、镁的分离和测定 | (198) |
| 五、钾、钠的测定 | (203) |
| 第三节 硅酸盐快速分析系统 | (205) |
| 一、酸溶快速分析系统 | (206) |
| 二、熔融快速分析系统 | (208) |
| 三、以原子吸收分光光度法为主要测定方法的快速分析系统 | (211) |
| 第四节 硅酸盐矿物和岩石中主要组成成分测定方法 | (214) |
| 一、二氧化硅 | (214) |
| 二、三氧化二铝 | (222) |
| 三、三氧化二铁 | (227) |
| 四、氧化亚铁 | (230) |
| 五、二氧化钛 | (230) |
| 六、氧化钙、氧化镁 | (234) |
| 七、氧化锰 | (238) |
| 八、五氧化二磷 | (240) |
| 九、氧化钾、氧化钠 | (242) |
| 十、水分 | (243) |
| 十一、二氧化碳 | (245) |
| 十二、灼烧减量 | (250) |

| | |
|------------------------------|--------------|
| 十三、硫 | (251) |
| 十四、氟 | (252) |
| 十五、氯 | (255) |
| 第五节 硅酸盐岩石全分析结果的表示方法和计算 | (256) |
| 一、分析报告 | (256) |
| 二、分析结果的审查和校正 | (256) |
| 三、岩石全分析总量的计算 | (259) |
| 第六节 硅酸盐岩石分析的现状 | (260) |
| 实验部分 | (264) |
| 第九章 稀土元素分析 | (275) |
| 第一节 概述 | (275) |
| 一、稀土元素的定义和分组 | (275) |
| 二、稀土元素在自然界的存在 | (275) |
| 第二节 稀土元素的分析化学性质 | (277) |
| 一、氧化物 | (277) |
| 二、氢氧化物 | (278) |
| 三、草酸盐 | (279) |
| 四、卤化物 | (280) |
| 五、硫酸盐 | (280) |
| 六、碳酸盐 | (281) |
| 七、有机络合物 | (281) |
| 第三节 稀土元素的分离方法 | (287) |
| 一、沉淀分离 | (287) |
| 二、萃取分离 | (291) |
| 三、离子交换色谱分离 | (300) |
| 四、纸色谱及其它色谱分离 | (302) |
| 第四节 稀土元素的测定 | (305) |
| 一、试样的分解 | (305) |
| 二、稀土总量的测定 | (307) |
| 三、单一稀土元素的测定 | (314) |
| 实验部分 | (316) |
| 第十章 贵金属元素分析 | (319) |
| 第一节 概述 | (319) |
| 第二节 贵金属元素在自然界的存在 | (319) |
| 一、金在自然界的存在 | (319) |
| 二、银在自然界的存在 | (320) |
| 三、铂族元素在自然界的存在 | (320) |
| 第三节 贵金属元素的分析化学性质 | (320) |
| 一、金的分析化学性质 | (320) |
| 二、银的分析化学性质 | (325) |
| 三、铂族元素的分析化学性质 | (327) |

| | |
|----------------------------------|--------------|
| 第四节 贵金属元素的分离和富集 | (329) |
| 一、干法分离和富集——火法试金 | (329) |
| 二、湿法分离和富集 | (335) |
| 三、钯的选择分离 | (338) |
| 第五节 贵金属元素的测定方法 | (339) |
| 一、金的测定方法 | (339) |
| 二、银的测定方法 | (343) |
| 三、铂族元素的测定方法 | (346) |
| 实验部分 | (349) |
| 第十一章 文献查阅和方法研究的一般程序 | (353) |
| 第一节 文献查阅 | (353) |
| 一、分析化学文献简介 | (353) |
| 二、文献资料的使用 | (356) |
| 第二节 试验方案的安排 | (364) |
| 一、试验方案的初步拟定 | (364) |
| 二、具体试验项目的确定 | (364) |
| 三、试验设计 | (365) |
| 第三节 试验结果的整理 | (372) |
| 一、置信度和置信范围 | (374) |
| 二、可疑值的取舍 | (376) |
| 三、测试结果的数值表示法 | (377) |
| 四、测试结果的图形表示法 | (377) |
| 五、方法的评价 | (381) |
| 六、试验报告 | (382) |

第一章 绪 论

一、岩矿分析的任务、意义和特点

岩矿分析是分析化学在应用上的一个分支学科。它以岩石、矿物为研究对象。它的任务是确定岩石、矿物的化学组成及有关组分在不同赋存状态下的含量。

岩矿分析是整个地质工作中的一个重要组成部分。在地质普查阶段，需要完成大量的简项分析，以确定矿的有无与矿的类别；在勘探阶段，更需要大量简项分析和全分析，以便了解其赋存状态及共生元素的情况，确定矿石品位和开采价值，从而拟定出合理的开采方案；同时，岩矿分析的数据也是各种地质研究成果中的重要组成部分。所以，岩矿分析在地质工作中占有十分重要的地位。

岩石、矿物均系天然产物，种类繁多，成分和结构复杂，含量有高有低，要求分析的项目多种多样，所以分析方法也必须随试样的不同而相应地有所变化。分析化学的所有方法原理几乎都可以应用于岩矿分析的实践中。

岩矿分析称取的试样一般为几百、几十甚至几毫克，而地质工作所采集的岩石矿物样品可以多至几公斤甚至几十公斤；并且样品复杂、多样、不均匀。因此，必须有一套特定的样品加工工艺；在分析前将样品制成有代表性的分析试样。

岩矿分析的成果，直接关系到国家矿产资源的储量计算，也是将来开采、冶炼、设计工作的重要依据。因此，分析工作的全过程，必须要有一套严格的工作规范，分析结果必须符合国家规定的允许误差范围。

根据岩矿分析的任务和特点，在学习这门课程之前，必须牢固地掌握分析化学（包括仪器分析）的基础知识和实验技能；掌握一定的地质基础知识和其它有关基础理论课的基本原理。岩矿分析是一门实践性很强的学科，在教学过程中，必须重视实验课教学，树立实践第一的观点，坚持理论联系实际的原则。对于实验操作，必须按规定严格要求，培养严谨的科学实验态度，提高分析问题和解决问题的能力。

二、岩矿分析的发展概况

随着地质事业的不断发展，分析对象和分析任务的不断扩大和复杂化，对岩矿分析工作的要求也日益增多和提高。从发展趋势来看：除常量分析外，还要求在同一试样中进行多种痕量组分的定量分析；要求用极少量试样甚至不破坏样品的多组分定量分析；要求尽可能地现场分析；甚至还要求对井下不经采样而进行遥控分析以及可能遇到的宇宙天体的采样分析等。

面对这种势态，岩矿分析技术必须要有相应的发展。其发展的总趋势是：力求提高分析方法的准确度和分析速度，降低检出限；力求能够进行极少量试样的分析以及进行不破坏试样的分析；探索自动分析和遥控分析的新技术等。

目前，在经典分析方法方面，如新的分析试剂的合成、某些仪器性能的改进以及一些化学原理在分析方面的应用等都有新的突破。在利用物理的及物理与化学相结合的原理所开拓的新的仪器分析技术在岩矿分析方面的应用尤为突出。其速度之快，真可谓一日千

里。原子吸收分光光度法和各种类型的极谱分析法已经成为广泛使用的普及性分析技术。经典的发射光谱分析，已经发展到等离子多道直读光谱，同时由原来的多元素半定量分析提高到高速度的多元素痕量定量分析。电子探针技术，可以测定原子序数3—92的各种元素，进行光片上的微区（几个微米平方面积）分析，对含 10^{-14} g数量级的组份进行定量分析和结构分析。电子光谱法的检出限可达 10^{-18} g。其它还有X射线荧光光谱分析、高速色谱分析等等，都在岩矿分析方面有所应用。

显而易见，作为即将从事岩矿分析事业的学生来说，了解这种态势是很有必要的，他们应该懂得，在学习阶段，除必须具有上面提出的基础知识外，还应该尽可能地拓宽自己的知识面，以便适应发展着的各种新形势。

三、岩矿分析的基本程序

1. 制备试样^①

通常送到实验室的样品，重量很大且多呈块状，不能满足分析工作的要求。对这些样品一般都要通过机械加工制成分析试样（详见第二章）。

2. 定性和半定量分析

分析人员收到试样以后，为了拟定或选择正确的分析方案，可以先作定性或半定量的预测试验；目前一般都是利用发射光谱分析提供这方面的资料。若对于例行的或常见类型的样品，其所含成分已经基本掌握，则这种工作可以不做。

3. 拟定或选择分析方案

定量分析方案的拟定或选择，应该结合上述定性或半定量分析结果，同时综合考虑试样的分解方法、干扰元素的消除和具体的测定方法等几个方面来进行。

对于简项分析来说，待测组分的分析方案主要是选择一个适当的方法。一般地说，如果待测组分的含量在常量范围，宜采用重量法或滴定法；如在微量范围，宜采用吸光光度法或其它仪器分析法。此外，还应根据其它共存组分的情况来选择方法。例如，铜矿中铜的测定，当了解到试样中钙、镁含量不高时，则选用氨水分离碘量法或碘氟法，如果已知钙、镁含量很高，就应该改用六偏磷酸钠碘量法来进行分析。

对于组合分析或全分析，因为要求测定的组分较多，应当尽量考虑综合性的连续测定方案。

拟定或选择分析方案，是一个十分重要而又复杂的环节。它涉及各组分的测定方法和分离方法之间的相互影响和相互配合问题。因此，必须多方考虑，认真研究。

多数矿种，目前都有切实可行的分析方案。但是，必须注意，任何分析方案，都是有局限性的，当条件发生变化时，方案也要随之改变。同时随着分析化学学科的发展，新的分离手段和分析方法不断问世，那些旧的方案必然会被代替。所以，现有的或今后出现的分析方案，都只能是相对的稳定，而且在使用时切不可生搬硬套。

4. 进行分析操作

在分析方案确定以后，即应严格遵守方案规定的有关操作规程进行分析。

5. 整理数据、计算结果

^① 在岩矿分析学科中，对于“样品”与“试样”这两个术语的使用范围，一般没有严格的界限。本书的用法是：将经过机械加工后可以直接用于分析的加工成品称为“试样”或“分析试样”；在此以前的加工过程中的各阶段产物及原始样品，都称为“样品”。

要得到准确的分析结果，不仅需要细心地操作和准确地测量，而且对于各种数据还要正确地记录，并按照《分析化学》讲过的运算法则细心地进行运算。

四、分析结果的审查

岩矿分析的结果，应当按照全国矿产储量委员会制定的《地质矿产实验测试质量管理规定》和《岩矿分析允许偶然误差要求》进行审查。其目的在于发现问题，保证分析质量。审查分析结果是实验工作的一个重要环节。具体的审查方式应该根据分析人员熟练程度和分析任务的不同要求加以确定。一般情况下，可以采用以下几种方法进行审查。

1. 对照试验

(1) 双份平行测定 双份平行测定就是由同一分析人员，用相同的两份试样同时作平行测定。如果两份结果相差很大，则表明其分析结果的精密度不高。这种对照方法，在生产上常用于水样、煤样和物相分析中。

(2) 基本分析和检查分析 基本分析是指一般实验室进行的日常生产分析工作。检查分析是指在基本分析任务中按一定比例抽出部分试样同时交由另外的分析人员进行分析，以此来对照检查基本分析的质量。此种检查分析又叫内部检查分析。

在生产中，一般十个以上的试样，应交由不同的分析人员进行基本分析和检查分析。检查分析的试样数量规定为30%。如果全分析和某些项目分析质量稳定，则可酌情减少检查数量，但最少不得低于20%。对于新的分析人员和特殊样品以及新方法、新项目等，检查数量应增至50%以上，以后视情况再逐渐降低。

将检查分析的结果与同样品基本分析的对应结果对比时，应按《岩矿分析允许偶然误差要求》计算合格率。计算误差时应以基本分析结果为基础。每批基本分析结果合格率达到80%者，即认为基本合格，但仍须将超差的试样进行复验至全部合格；每批基本分析结果合格率小于80%者，应认真查明原因。如查不出原因，应首先将检查分析试样复验。第三次结果若与原基本分析结果一致，即可将基本分析结果报出。第三次结果若与原基本分析结果不一致，则说明基本分析质量可能存在问题，该批试样是否应该扩大抽查或返工，由实验室技术负责人提出意见，报请上级主管部门审定。

(3) 应用标准试样或管理试样 a. 标准试样和管理试样：标准试样是具有得到公认的可靠分析结果的试样。它是将一批具有代表性的试样，分送给有丰富实践经验的单位，分别采用可靠的分析方法进行多次分析，并用统计方法对各单位得出的分析结果进行分析整理，从而得到公认的分析结果。显然，标准试样的结果也不是真实值，但是可以认为它是比较接近于真实值的。标准试样的成本较高，一些生产单位常制备自己的管理试样以代替标准试样。管理试样的结果是由本单位或外单位多次测定，并与标准试样核对而得到的。一般说来，管理试样的结果也是可靠的。 b. 标准试样或管理试样的应用：在生产实验室中，当发出成批试样进行分析时，其中都要加入若干标准试样或管理试样。收到分析结果后，对照检查这些已知结果的标准试样或管理试样的分析结果，如果没有超差，则说明这批分析结果是可靠的。

(4) 采用不同的分析方法 它是利用国家标准方法或公认的、可靠的经典方法与选用的分析方法对同一试样进行分析，如果分析结果符合允许误差要求，则说明所选用的分析方法是切实可行的。

(5) 外部检查 生产实验室在做完一批试样的分析后，为了确保分析质量，常抽

出部分试样送交局（公司）级以上的实验室进行分析。

所送同一矿区的外检样分析结果累计30个，与同一试样基本分析结果相比较，超差个数大于30%时，双方应查明原因。如查不出原因，则由外检单位将试样送到担任互检的实验室进行分析。当互检的分析结果有异议时，则由外检单位报请部级实验测试主管部门，请求指定第三者进行仲裁分析。如仲裁结果证明被检查结果不超差，则认为被检查结果是正确的。反之，要详细研究误差原因并全部返工。

在外部检查或内部检查分析中，凡试样累计30个中有四分之三的结果系统偏高或偏低者为系统误差。属于系统误差的整批试样，低于边界品位者或四分之三以上的分析结果的误差不超过规定允许偶然误差的二分之一者，可不返工；高于边界品位的试样，其四分之三以上的结果超过规定允许偶然误差的二分之一者，应查明原因，酌情处理。

各实验室在分析外检试样时，应采用最准确的分析方法，并由经验丰富的分析人员进行100%的检查分析。

2. 全分析结果总和

在全分析中，各组分除按允许误差检查外，其各项目百分结果的总和可按两级检查（如有不合理相加的组分存在时，可不受此限制）：

I级：99.30—100.70%

II级：98.70—101.30%

选用何种检查级别，主要根据送样单位的需要和实验室的分析方法、仪器设备等情况来确定。一般情况下，岩矿化学全分析的总和可按II级检查。但是，新矿物和贵金属、稀有金属矿石的化学全分析总和，应按I级检查。

有关全分析结果的计算方法，详见第八章第五节。

3. 加入标准试验

加入标准试验，一般主要用于检查分析方法的质量。其做法是在试样中加入一定量的待测组分，虽后再进行该组分的测定。将所得的结果与未加入待测组分的结果相比较，两者的差值即为所加组分的回收量。回收越完全，则认为测定方法的可靠性越大。这种方法在光度分析法及极谱分析法中使用较广泛。但应注意，加入待测组分的量应接近试样中该组分原来的含量，若相差太大，则会失去检查作用。

* * *

岩矿分析工作由于分析的目的与任务的不同，一般常分为简项分析、组合分析、化学全分析及单矿物分析、化学物相分析等。

简项分析是了解矿石中一种或几种主要的有益、有害组分的含量，是圈定矿体，划分矿石类型和品位、进行储量计算的主要依据。例如，对于碳酸盐岩石，这种分析只包含氧化钙、氧化镁和酸不溶物三种组分的测定；对于铁矿石，则通常要求测定铁、硫、磷、砷和二氧化硅等主要组分以及冶炼过程的有害组分和造渣组分。当经过一定数量的简项分析后，证实某种组分含量低于工业指标，而只能作为伴生有益组分综合利用或有害元素含量低，不影响矿体圈定时，而不再列入简项分析项目并归入组合分析项目中。

组合分析的目的是了解矿体内具有综合利用价值的有益组分，或影响矿产选冶性能的有害组分（包括选冶组分）的含量。组合分析结果可用于伴生有益组分的储量计算，并使人们对矿体中有害组分的分布情况有全面的了解。分析项目一般根据光谱全分析或化学全分析的结果并结合地球化学元素共生组合规律确定。一般在简项分析中做过的项目，不再列入组合分析。只有在需要了解伴生组分与主要组分之间的相互关系，或需要用组合分析结果来划分矿石类型时，才包括简项分析中的某些项目。

组合分析的样品需要根据有益、有害组分含量变化的大小，由若干个简项分析的副样组合而成。参予同一个组合分析样品的各个简项分析样，不得分布在不同储量计算块段。所以通常由同一工程或相邻工程构成的同一矿体、同一块段、同一类型品级的简项分析副样组成。组合原则是根据简项分析样品的采样长度按比例进行组合。送交化验的每个组合样品一般重量约为 100—200 g。

化学全分析是指对岩石、矿物组分的全面分析，它的目的是全面了解岩石、矿物中各种组分的含量，通常在进行此项分析工作之前，要先做光谱全分析。然后根据光谱分析结果，再确定化学全分析的项目。

化学全分析的样品，可利用组合分析的副样或单独采集有代表性的样品，用以全面了解矿床中各种类型，不同品级矿石的详细化学成分和研究矿物成分的全分析，大致每种矿石类型可作 1—2 个这样的分析。某些利用物理性能确定工业价值的矿种，如石棉等，只能用个别化学全分析了解其化学成分，借以判定矿物的种属。

岩矿分析工作中，有时需要把某一种矿物单独挑选出来进行分析，这种分析称为单矿物分析。它的目的是：研究矿物的组成；查明某些元素的赋存状态；确定矿物名称及其化学式等。因目的不同，对分析准确度的要求也不一致。如果只是为了确定矿物的名称，那么仅测定其主要组分及含量就够了，如果为了确定新矿物的组成，则需对其化学成分作全面而准确的分析。

因为许多细小矿物很难挑选，所以，为单矿物分析提供试样的挑选工作量是很大的。因此，进行单矿物分析，应尽可能选用耗样量少的分析方法。

化学物相分析是赋存状态研究（或物质成分研究）工作中的一种化学分析方法。在岩石、矿石中，一种元素往往以多种矿物形式存在。对于矿物的辨认。可以通过显微镜下鉴定或其它技术手段。然而，为了了解这些不同矿物在试样中各自的含量，就需要用化学物相分析方法来进行测定。

化学物相分析的意义是重大的。它所提供的分析数据，对于矿床评价、开采、选冶、综合利用等方面都是不可缺少的。本书第六、七章都有这种分析方法的讲述。

第二章 试样的制备

第一节 概 述

岩矿分析试样是经过正确的采样及合理的加工制备而得到的。地质工作者根据不同的情况，从对采样准确度要求、对矿体中各类岩石、矿物的均匀程度及品位的高低考虑，经过必要的计算，确定出合理的采样规格、采样长度和采样重量，利用各种手段所采集的样品，称为原始样品。原始样品具有数量多，重量大，组成不均一，颗粒大小悬殊的特点。而实验室分析的样品一般只需几克或几十克，最多不过几百克，同时为了便于试样的分解，要求试样必须有足够的细度。这样，在分析前必须对原始样品进行加工处理，缩减数量，并使之成为组成均匀（能代表整个原始样品的物质组成）、粒度很细（易于被分解）的试样。把原始样品处理成分析试样的过程称为试样的制备或样品加工。样品的采集及试样的制备都是保证地质实验工作质量的重要环节。本章讨论试样制备。

岩矿分析样品的加工，有其特有的工艺流程，应当按照地质矿产部颁发的《岩矿分析碎样规程》的规定进行。制定工艺流程的原则是，用最小的工作量，即用最经济的手段获得能完全代表原始样品组成的分析试样。根据不同矿种、不同分析要求、采取相应的加工方法。如果加工过程中不遵循科学方法或者操作不当，加工后的样品不均匀或没有代表性，就会使岩矿分析失去实际意义，就难以给地质矿产勘查提供可靠的资料，甚至造成对矿产储量的错误估算或对地质工作的错误判断，给国家带来损失。因此，在操作过程中，必须严格执行碎样规程、确保加工质量。

试样制备包括破碎、过筛、混匀、缩分四个工序的反复进行。原始样品经过加工缩分，通过100号筛（筛孔直径为0.149mm）后，重量通常不超过300—500g。此时，每一样品都须留一个副样，以备进行可能的检查分析和组合样品。

加工至最后分析试样的粒度按地质系统的统一规定，多数矿种需小于0.088mm（170号筛孔径）。

第二节 试样加工工作的依据

一、决定样品最低可靠重量的因素

依照试样制备应遵循的原则，要从样品中取出少量能够代表其组成的试样。首先需要考虑决定样品最低可靠重量的因素，这些因素包括：

- （1）样品粒度：颗粒愈大，样品的最低可靠重量愈大。
- （2）样品密度：密度愈大，样品的最低可靠重量愈大。
- （3）被测组分的含量：含量愈小，样品的最低可靠重量愈大。

(4) 均匀程度：样品愈不均匀，其最低可靠重量愈大。

(5) 分析的允许误差：允许误差愈小，样品的最低可靠重量愈大。

二、样品缩分公式

在上述因素中，分析的允许误差，被测组分的含量和试样的密度等，可以认为是固定的因素，因为它们在同一种样品的粉碎和缩分过程中是固定不变的。在粉碎过程中，粒度变小，均匀程度增大，使样品的最低可靠重量减小。切乔特等根据上述关系并根据实践验证，总结出缩分公式为：

$$Q = K_0 d^a$$

式中： Q 为样品的最低可靠重量 (kg)； d 为样品的最大颗粒直径 (mm)； K_0 为根据样品的岩矿特性确定的缩分系数。

a 和 K_0 一般由实验求得。 a 的数值介于1.5和2.7之间； K_0 值与岩矿种类、岩矿石中元素的品位变化和分布均匀程度等因素有关，凡变化愈大、愈不均匀者，其 K_0 值愈大。一般样品 K_0 值为0.02—0.5，对特殊样品可达到1或大于1。

切乔特等人把 a 规定为2，省略由实验求 a 的麻烦，仅由实验求 K 的数值^①，于是上式可简化为：

$$Q = K d^2$$

此式称为经验缩分公式。这个公式是样品缩分时的依据，样品每次缩分时保留的重量不得小于 $K d^2$ 。例如，某样品的 K 值为0.2，粉碎到全部样品通过20号筛($d=0.84$ mm)后，根据缩分公式得出：

$$Q = K d^2 = 0.2 \times 0.84^2 = 0.141 \text{ kg}$$

所以该样品最低允许缩分到141 g，不得小于该值。如果需要再进行缩分，则必须进一步

主要岩矿石的缩分系数(K值)

表 2—1

| 岩 矿 石 种 类 | K 值 |
|-------------------------------------|----------|
| 铁、锰(接触交代、沉积、变质型) | 0.1—0.2 |
| 铜、钨、钨 | 0.1—0.5 |
| 镍、钴(硫化物) | 0.2—0.5 |
| 镍(硅酸盐)、铝土矿(均一的) | 0.1—0.3 |
| 铝土矿(非均一的、如黄铁矿化铝土矿、钙质铝土角砾岩等) | 0.3—0.5 |
| 铬 | 0.3 |
| 铅、锌、锡 | 0.2 |
| 铋、汞 | 0.1—0.2 |
| 菱镁矿、石灰岩、白云岩 | 0.05—0.1 |
| 铌、钽、锆、钨、锂、铷、铯、钪及稀土元素 | 0.1—0.5 |
| | 一般用0.2 |
| 磷、硫、石英岩、高岭土、粘土、硅酸盐、萤石、滑石、蛇纹石、石墨、盐类矿 | 0.1—0.2 |
| 明矾石、长石、石膏、砷矿、硼矿 | 0.2 |
| 重晶石(萤石重晶石、硫化物重晶石、铁重晶石、粘土重晶石) | 0.2—0.5 |

① 求 K 值的实验方法有连续缩分法和不同 K 值缩分法。具体的确定方法可参阅岩石矿物分析编写小组，《岩石矿物分析》，1973年5月版32—36页。