

高等学校教材

# 岩石矿物分析

张毅 主编



地质出版社

高等学校教材

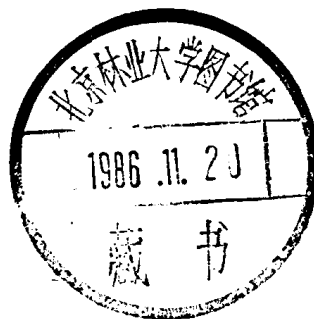
1477/25

# 岩石矿物分析

张毅主编



北林图 A00069685



地质出版社

309234

## 内 容 提 要

本教材较全面地、系统地阐述了岩石矿物试样的制备和分解方法，分离与富集、掩蔽与解蔽方法，同时以铁矿石、铜矿石、稀土元素、金、银、铂、钯贵金属元素等矿种及硅酸盐岩石为实例，论述岩石矿物的分析方法。并简要地介绍了文献查阅和方法试验的一般知识。

本书是高等地质院校岩石矿物分析课程的教材，也可供地质、冶金等岩矿分析工作部门的分析技术工作者作为技术培训用书或参考用。

※ ※ ※

本书由张良彩、赵容端主审，经地质矿产部岩矿分析教材编审委员会岩矿分析编审小组于84年5月在成都召开的扩大会议审稿，同意作为高等学校教材出版。

※ ※ ※

### 高等学校教材 岩石矿物分析 张毅 主编

责任编辑：刘永庆

地质出版社出版

(北京西四)

地质出版社印刷厂印刷

(北京海淀区学院路29号)

新华书店北京发行所发行·各地新华书店经售

开本：787×1092<sup>1</sup>/<sub>16</sub> 印张：24 字数：561,000

1986年5月北京第一版·1986年5月北京第一次印刷

印数：1—5,560册 定价：3.70元

统一书号：13038·教247

# 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

一九八五年七月

# 目 录

第一章 绪 论	1
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	6
三、求 $K$ 值的实验方法	7
第三节 一般样品的加工程序	9
一、来样要求及加工程序	9
二、破碎	10
三、过筛及标准筛号与孔径的关系	11
四、混匀	12
五、人工缩分及缩分器的使用	14
第四节 特殊样品的处理	14
第五节 样品的玷污及加工质量的要求	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、用盐酸、氢溴酸或氢碘酸分解试样	18
二、用氢氟酸、氟硼酸或氟硅酸分解试样	19
三、用硝酸、王水分解试样	21
四、用硫酸分解试样	22
五、用磷酸分解试样	23
六、用过氯酸分解试样	24
第三节 熔融分解试样	25
一、用碱金属碳酸盐熔融	25
二、用碱金属氢氧化物熔融	26
三、用过氧化钠熔融	27
四、用焦硫酸钾熔融	28
五、用硼酸或硼酸盐熔融	28
六、用铵盐熔融	29
第四节 半熔烧结分解试样	29
一、过氧化钠半熔	30
二、用碳酸钠加过氧化钠半熔	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
第六节 分解用容器的选择 .....	32
第七节 分解试样带来的误差 .....	34
<b>第四章 定量分离法</b> .....	<b>36</b>
第一节 概述 .....	36
第二节 沉淀分离法 .....	36
一、常量组份分离法 .....	37
二、共沉淀分离法和微量组份富集法 .....	41
第三节 溶剂萃取分离法 .....	44
一、基本原理 .....	44
二、萃取过程的实质 .....	48
三、重要的萃取体系 .....	49
四、螯合物的萃取平衡及萃取条件的选择 .....	53
五、离子缔合物的萃取平衡 .....	57
六、影响萃取速度的主要因素 .....	61
七、溶剂萃取的方法和操作 .....	61
第四节 离子交换分离法 .....	64
一、离子交换树脂的分类和性质 .....	64
二、离子交换反应的基本原理 .....	68
三、柱式离子交换法的操作技术 .....	74
四、离子交换分离法的应用 .....	79
第五节 色谱分离法 .....	81
一、色谱分离法的分类 .....	81
二、纸色谱法 .....	82
三、萃取色谱分离法 .....	88
四、高压液相色谱法 .....	91
第六节 蒸馏、挥发、升华分离法 .....	94
实验部分 .....	95
<b>第五章 掩蔽和解蔽</b> .....	<b>101</b>
第一节 概述 .....	101
第二节 掩蔽作用的主要类型 .....	102
一、沉淀掩蔽 .....	103
二、氧化还原掩蔽 .....	103
三、络合掩蔽 .....	103
四、动力学掩蔽 .....	104
第三节 影响掩蔽作用的因素 .....	104

第四节	解蔽方法 .....	106
第五节	掩蔽剂的选择及常用的掩蔽剂和解蔽剂 .....	107
一、	掩蔽剂的选择 .....	107
二、	掩蔽剂的分类 .....	108
三、	常用的掩蔽剂 .....	108
四、	常用掩蔽剂和解蔽剂的应用 .....	114
<b>第六章</b>	<b>铁矿石分析 .....</b>	<b>122</b>
第一节	铁在自然界中的存在 .....	122
一、	铁在地壳中的分布 .....	122
二、	铁矿物和铁矿石 .....	122
第二节	铁的分析化学性质 .....	124
一、	氧化还原性质 .....	124
二、	酸碱性质 .....	125
三、	络合性质 .....	126
第三节	铁矿石中铁的测定方法 .....	127
一、	氯化亚锡还原—重铬酸钾滴定法 .....	127
二、	无汞盐重铬酸钾滴定法 .....	129
第四节	铁矿石中亚铁的测定 .....	131
第五节	铁矿石分析 .....	134
一、	一般铁矿石分析 .....	134
二、	钒钛磁铁矿石分析 .....	138
第六节	化学物相分析基本原理 .....	141
一、	概述 .....	141
二、	选择性溶解 .....	142
三、	提高溶剂对矿物选择溶解性能的途径 .....	143
四、	化学物相分析的误差 .....	144
第七节	铁矿石的化学物相分析 .....	146
一、	一般铁矿石化学物相分析的常测项目及意义 .....	146
二、	常测项目的一般分析方法 .....	146
第八节	金属铁的测定 .....	150
实验部分	.....	151
<b>第七章</b>	<b>铜矿石分析 .....</b>	<b>154</b>
第一节	铜在自然界中的存在 .....	154
一、	铜在地壳中的分布 .....	154
二、	铜矿物和铜矿石 .....	154
第二节	铜的分析化学性质 .....	156
一、	氧化还原性质 .....	156
二、	络合性质 .....	157
第三节	铜矿石中铜的测定方法 .....	158
一、	碘量法 .....	158
二、	铜试剂光度法 .....	161

三、极谱法 .....	161
四、原子吸收分光光度法 .....	162
第四节 铜矿石分析 .....	163
一、试样的分解 .....	163
二、常测项目及其测定方法 .....	165
第五节 铜矿石的化学物相分析 .....	168
一、常测项目 .....	168
二、常测项目的分析方法 .....	169
实验部分 .....	172
<b>第八章 硅酸盐分析</b> .....	<b>176</b>
第一节 概述 .....	176
一、硅酸盐在自然界的存在及其分析的目的和意义 .....	176
二、硅酸盐矿物岩石的组成及分析项目 .....	177
三、硅酸盐矿物岩石试样的分解方法 .....	178
第二节 硅酸盐经典分析系统 .....	181
一、概述 .....	181
二、二氧化硅的分离和测定 .....	184
三、二三氧化物组元素的沉淀和测定 .....	188
四、钙、镁的分离和测定 .....	193
五、钾、钠的测定 .....	198
第三节 硅酸盐快速分析系统 .....	200
一、酸溶快速分析系统 .....	201
二、熔融快速分析系统 .....	204
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 .....	206
第四节 硅酸盐矿物和岩石中主要组成成分测定方法 .....	209
一、二氧化硅 .....	209
二、三氧化二铝 .....	217
三、三氧化二铁 .....	222
四、氧化亚铁 .....	224
五、二氧化钛 .....	225
六、氧化钙、氧化镁 .....	229
七、氧化锰 .....	233
八、五氧化二磷 .....	234
九、氧化钾、氧化钠 .....	237
十、水份 .....	238
十一、二氧化碳 .....	240
十二、灼烧减量 .....	245
十三、硫 .....	246
十四、氟 .....	247
十五、氯 .....	250
第五节 硅酸盐岩石全分析结果的表示方法和计算 .....	251
一、分析报告 .....	251



二、分析结果的审查和校正 .....	251
三、岩石全分析总量的计算 .....	254
第六节 硅酸盐岩石分析的现状 .....	255
实验部分 .....	259
<b>第九章 稀土元素分析</b> .....	269
第一节 概述 .....	269
一、稀土元素的定义和分组 .....	269
二、稀土元素在自然界的存在 .....	269
第二节 稀土元素的分析化学性质 .....	271
一、氧化物 .....	271
二、氢氧化物 .....	272
三、草酸盐 .....	273
四、卤化物 .....	274
五、硫酸盐 .....	274
六、碳酸盐 .....	275
七、有机络合物 .....	275
第三节 稀土元素的分离方法 .....	282
一、沉淀分离 .....	282
二、萃取分离 .....	286
三、离子交换色谱分离 .....	294
四、纸色谱及其它色谱分离 .....	296
第四节 稀土元素的测定 .....	299
一、试样的分解 .....	299
二、稀土总量的测定 .....	301
三、单一稀土元素的测定 .....	308
实验部分 .....	310
<b>第十章 金、银、铂、钯分析</b> .....	315
第一节 金、银、铂、钯在自然界的存在 .....	315
一、金在自然界的存在 .....	313
二、银在自然界的存在 .....	313
三、铂、钯在自然界的存在 .....	313
第二节 金、银、铂、钯的分析化学性质 .....	314
一、金的分析化学性质 .....	314
二、银的分析化学性质 .....	317
三、铂的分析化学性质 .....	320
四、钯的分析化学性质 .....	320
第三节 贵金属的分离和富集 .....	321
一、干法分离和富集—火法试金 .....	321
二、湿法分离和富集 .....	327
三、钯的选择分离 .....	329
第四节 金的测定方法 .....	329

一、滴定法 .....	329
二、光度法 .....	330
三、催化分光光度法 .....	331
四、导数脉冲极谱阳极溶出法 .....	332
五、原子吸收分光光度法 .....	333
六、发射光谱分析法 .....	333
<b>第五节 银的测定方法 .....</b>	<b>333</b>
一、重量法 .....	333
二、滴定法 .....	334
三、分光光度法 .....	335
四、电化学分析法 .....	335
五、原子吸收分光光度法 .....	335
六、发射光谱法 .....	336
<b>第六节 金、铂、钯的测定方法 .....</b>	<b>336</b>
一、重量法 .....	336
二、分光光度法 .....	336
三、催化极谱法 .....	338
四、快速火法试金—原子吸收分光光度法测定金、铂、钯 .....	338
五、发射光谱法测定金、铂、钯 .....	339
<b>实验部分 .....</b>	<b>340</b>
<b>第十一章 文献查阅和方法研究的一般程序 .....</b>	<b>344</b>
<b>第一节 文献查阅 .....</b>	<b>344</b>
一、分析化学文献简介 .....	344
二、文献资料的使用 .....	347
<b>第二节 试验方案的安排 .....</b>	<b>355</b>
一、试验方案的初步拟定 .....	355
二、具体试验项目的确定 .....	355
三、试验设计 .....	356
<b>第三节 试验结果的整理 .....</b>	<b>363</b>
一、置信度和置信范围 .....	365
二、可疑值的取舍 .....	367
三、测试结果的数值表示法 .....	368
四、测试结果的图形表示法 .....	368
五、方法的评价 .....	372
六、试验报告 .....	373

# 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份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，它与祖国的四个现代化建设事业有着十分密切的关系。

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，要求分析的项目多样，所以分析方法也必须随试样的不同而相应的有所变化。分析化学的所有方法原理几乎都可以在岩矿分析中找到应用的例证。

此外，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样品可以多至几公斤甚至几十公斤。由于样品的复杂性、多样性和不均匀性，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他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，应该逐步养成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不断地扩大和复杂化，从而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份的定量分析；要求用极少量试样甚至不破坏样品的多组份定量分析；要求尽可能的现场分析；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。

面对这种态势，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、灵敏度和分析速度；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。更突出的是，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。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的分析技术。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，可在光片上的微区（几个微米平面积）范围内进行分析工作，对含 $10^{-14}$ g数量级的组份可进行定量分析和结构分析。电子光谱法的灵敏度可达 $10^{-18}$ g。其他还有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，了解这种势态是很有必要的，他们应该懂得，在学习阶段，除必须占有上面提出的基础知识外，还应该尽可能的拓宽自己的知识范围，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\*

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。一般都要通过机械加工制成分析试样。（第二章中有详细讲述）。

#### 2. 定性和半定量分析

分析人员收到试样以后，为了拟定分析方案，可以先作定性或半定量的予测试验，目前一般都是利用发射光谱分析提供这方面的资料。对于例行的或常见类型的样品，其所含成份已经基本掌握，则这种工作可以不作。

#### 3. 拟定分析方案

定量分析方案的拟定，应该结合上述定性或半定量分析结果，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，待测组份的分析方案主要是选择一个适当的方法。一般地说：如果待测组份的含量在常量范围，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，还应根据其他共存组份的情况来选择方法。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，因为要求测定的组份较多，应当尽量考虑综合性的连续测定的方案。

拟定分析方案，是一个十分重要而又复杂的环节。它涉及各组份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，目前都有比较实际可行的分析方案。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，方案也要随之而变。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，都只能是相对地稳定，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

---

\* 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，都称做为“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的记录，并应按照《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，应当按照地质矿产部颁发的《岩石矿物分析质量检查制度》和《岩石矿物分析允许偶然误差范围》的规定进行审查。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而定。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 双份平行测定是由同一分析人员，用相同的试样两份，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。

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40%。对某些分析质量很稳定，或含量普遍低于边界品位的测定项目，可以酌量减少检查分析的数目，但最少不得低于20%。对于新的分析人员和全分析、特殊样品及新方法、新项目等，应增加检查分析数量到60%以上。如果每批试样中有30%的结果超出允许偶然误差，则应查明原因，适当处理。如果查不出产生误差的原因，则应斟酌情况，将基本分析或检查分析的部分试样交由第三者进行返工。第三者的分析结果若与原基本分析一致，即可发出报告；第三者的分析结果，若与原检查结果一致，则未被检查到的部份试样应予返工。

(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 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其它单位进行分析，然后将这些分析结果与本单位原已作出的分析结果进行对照。这种检查方法，一般称为“室外检”。地质队在送样品时，根据需要，选送部份重份样品，送交另一实验室进行分析，这种检查，称为“队外检”。

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，计算分析结果的总和是一种有效的检查方法。虽然分析结果的总和接近100%时，结果的准确度不一定高，但离开100%太远时，则可以肯定其结果不准确。

有关全分析结果的计算方法，详见本书第八章第五节。

## 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。其作法是在试样中加入一定量的待测组份，然后再进行该组份的测定。将所得的结果与未加入待测组份的结果相比较，两者的差值即所加组份的回收量。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，加入待测组份的量应接近试样中该组份原来的含量，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、全分析以及单矿物分析、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、有害组份的含量，是圈定矿体，划分矿石类型和品级、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份的测定；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份以及冶炼过程的有害组份和造渣组份。当经过一定数量的简项分析后，证实某种组份含量低于工业指标，而只能作为伴生有益组份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而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份，或影响矿产选冶性能的有害组份（包括选冶组份）的含量。组合分析结果可用于伴生有益组份的储量计算，并使人们对矿体中有害组份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。只有需要了解伴生组份与主要组份之间的相互关系，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。

组合分析的样品是根据有益、有害组份含量变化的大小，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。通常是用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克。

全分析是指对岩石、矿物组份的全面分析，它的目的是全面了解岩石、矿物中各种组份的含量，通常在进此分析工作之前，先做光谱全分析。根据光谱分析结果，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。如为了确定矿物的名称，只需测定其主要组份及含量就够了，如为了确定新矿物的组成，则需对其化学成份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他技术手段。然而，为了了解这些不同矿物在试样中各自的含量，这就需要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

岩矿分析样品的加工，有其特有的工艺流程，我国地质系统已有规定。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以代表原始样品组成的分析试样。如果加工过程中不遵循科学方法或者操作不当，不仅浪费人力物力，甚至即使分析结果本身很准确，也不能反映原始样品的组成及其含量，这将会给普查找矿、地质勘探、储量计算等地质工作环节带来错误的依据，使国家建设造成损失，有时甚至是严重损失。因此样品加工人员应严格遵守样品加工的工艺流程，有关的技术人员也应提供技术指导。

地质人员根据各阶段地质工作的要求，采用各种手段所采集的样品称原始样品。原始样品的重量自几克至几十公斤，甚至几吨不等，颗粒大小相差也很悬殊，而用于分析的试样一般只要几克或几十克，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，如用全部样品都制成分析试样，既无必要，实际上也难以做到，所以要经过加工处理。从原始样品到分析试样这一处理过程称为试样的制备或样品加工。试样制备是地质实验工作的重要一环，是保证实验工作质量的第一关。试样制备的主要工艺包括破碎、过筛、拌匀、缩分等步骤，每一步骤又有自己的细节。

原始样品经过加工处理，最后制得300~500g。根据分析项目的要求，分取100~200g进行分析，余下的保存作为副样，以备进行检查分析和组合分析使用。

### 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

为了省工，要从样品中取出少量能够代表其组成的样品，这是个较复杂的问题。需要考虑决定样品最低可靠重量的因素，主要有以下几个方面：

- (1) 样品粒度：颗粒愈大，样品的最低可靠重量愈大。
- (2) 样品比重：比重愈大，样品的最低可靠重量愈大。
- (3) 被测组份的含量：含量愈小，样品的最低可靠重量愈大。
- (4) 均匀程度：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，被测组份的含量和试样的比重等，可以认为是固定的因素(常数)，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证明，总结出了一个缩分公式：

$$Q = K_0 d^a$$

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

$a$ 和 $K_0$ 一般由实验求得。 $a$ 的数值介于1.5和2.7之间； $K_0$ 值对一般样品为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，仅由实验以求 $K$ 的数值，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（ $d = 0.83\text{mm}$ ）后，根据缩分公式得出：

$$Q = K d^2 = 0.2 \times 0.83^2 = 0.138, \text{ kg}$$

所以这个样品最低允许缩分到138g，不得小于138g。如果需要再进行缩分，必须进一步粉碎，使样品通过更小号筛，然后才能进一步缩分。

### 三、求 $K$ 值的实验方法

求 $K$ 值的实验方法有连续缩分法和不同 $K$ 值缩分法。

#### （一）连续缩分法

采取能代表矿区基本储量的一个样品，一般用全巷法。当矿石均匀时，可在探槽里采取。先将采取的矿石全部破碎到颗粒直径为10mm。考虑到安全系数，可采用大一些的 $K$ 值，如采用0.5进行缩分。此时样品可缩分到50kg（ $K d^2 = 0.5 \times 10^2$ ）。假若采取的样品总重量为1000kg，破碎到颗粒直径为10mm后，分成2份。其中一份进一步分成8个样品。另一份如上述方法连续再分，如图2—1的顺序分成6组或更多组样品。每组不经过破碎再分成8个样品。每组样品进一步的加工程序应当一致，以便比较和计算化学分析结果的平均偏差。将每个样品都破碎至最小粒度，需要的工作量很大。可将每组的每个样品破碎至颗粒直径至1mm后，缩分到2kg，即 $K$ 值为0.5时所需要重量 $Q$ 的4倍，这样就不致因缩分而引入误差。最后将2kg的样品粉碎到通过100~150号筛，用四分法缩分成分析试样后，进行分析。进行分析的条件应当相同，并且应由有经验的分析人员进行。

根据分析结果，算出每组样品的平均含量和平均偏差。第一组的平均含量和平均偏差应当是最佳和最可靠的，以它为准进行比较。

例如，各组样品中硫的分析结果及其平均偏差，列于表2—1中。

用表2—1中试样重量对平均偏差作图，即可得图2—2。从图2—2可以确定最小样品重量为20kg。以20kg计算出 $K$ 值为0.2，计算方法：

$$K = \frac{Q}{d^2} = \frac{20}{100} = 0.2$$

在这里平均偏差的来源可能有三方面：一是分析技术的缺陷，二是各组内样品中矿物分布不均匀，这是由各组内的缩分情况决定的；三是因最初采用的 $K$ 值不当，在样品分组