

Обмен опытом

УДК 543.423:546.59

УСОВЕРШЕНСТВОВАНИЕ ПОДГОТОВКИ ГЕОЛОГИЧЕСКИХ ПРОБ К АТОМНО-ЭМИССИОННОМУ ОПРЕДЕЛЕНИЮ ЗОЛОТА

Статья поступила 6 марта 2015 г.

В работе предложена схема подготовки геологических проб для атомно-эмиссионного определения золота: материал геологической пробы дробят до крупности зерна 1 мм и сокращают до массы 0,5 – 1,0 кг, затем из измельченной пробы отбирают аналитическую пробу массой 40 – 60 г, которую истирают до крупности зерна 0,071 мм. Из измельченной аналитической пробы берут аналитическую навеску без предварительного перемешивания.

Ключевые слова: пробоподготовка; атомно-эмиссионный анализ; аналитическая проба; аналитическая навеска; золото; определение; геологические пробы.

Подготовка материала к анализу — важнейшее звено, от которого в значительной степени зависят правильность результатов анализа материала и достоверность конечных итогов изучения геологических и технологических объектов [1]. Одна из задач пробоподготовки — это сокращение массы пробы, поступившей в лабораторию, до минимального значения с целью проведения основного и контрольного анализа пробы, которая представительно отражает среднее содержание определяемых компонентов в объекте. При этом должны быть сохранены существенные признаки материала, взятого от объекта [1].

В соответствии с предлагаемыми геологическими службами схемами обработки проб всю пробу массой 0,5 – 3,5 кг дробят до крупности зерна 1 мм, сокращают до 0,5 – 1,0 кг, затем истирают до 0,071 мм и из измельченной пробы отбирают аналитическую пробу (40 – 60 г) для атомно-эмиссионного определения золота [2]. Кроме того, при взятии навески рекомендуется перемешать пробу 25 раз. Это увеличивает трудоемкость пробоподготовки, энергозатраты на истирание пробы и, соответственно, стоимость анализа.

В лаборатории ОАО «Камчатгеология» усовершенствовали существующую схему обработки проб [3]: весь материал геологической пробы (0,3 – 3,5 кг) дробят до крупности зерна 1 мм, сокращают до массы 0,5 – 1,0 кг, затем отбирают аналитическую пробу массой 40 – 60 г, которую истирают до крупности зерна 0,071 мм и из измельченной пробы отбирают аналитическую навеску.

Предложенная схема была опробована в ходе следующих экспериментов.

1. Анализировали партию геологических проб золотосодержащих месторождений Камчатского края. Весь материал геологических проб массой 0,5 – 3,5 кг измельчали до крупности зерна 1 мм с использовани-

ем щековой и валковой дробилок. Геологические пробы массой 1,5 кг и более сокращали с помощью делителя Джонсона до массы 0,5 – 1,0 кг. Из материала геологической пробы отбирали две аналитические пробы. Первую массой 40 – 60 г отбирали шпателем методом «квадратования» из пробы, измельченной до крупности зерна 1 мм (масса пробы 0,5 – 1,0 кг). Отобранную аналитическую пробу истирали в вибрационном истирателе до крупности зерна 0,071 мм. Затем всю геологическую пробу массой 0,5 – 1,0 кг истирали до крупности зерна 0,071 мм и методом «квадратования» [2] отбирали вторую аналитическую пробу массой 40 – 60 г.

В первой аналитической пробе золото определяли атомно-эмиссионным методом. Вторую аналитическую пробу анализировали двумя методами: в диапазоне определяемых содержаний золота 0,002 – 0,5 г/т — атомно-эмиссионным, в диапазоне 0,5 – 10,0 г/т — пробирным. Расчеты проводили в соответствии с рекомендациями [4]. Для анализа использовали навески массой 25 г, результаты определения золота в первой и второй аналитических пробах приведены в табл. 1.

Из эксперимента следует, что результаты атомно-эмиссионного определения золота в диапазоне содержаний 0,002 – 0,5 г/т, полученные для аналитической пробы, которая была отобрана из геологической пробы с крупностью зерна 1 мм, удовлетворительные. Значимая систематическая погрешность при определении 0,5 – 10 г/т золота в аналитических пробах, отобранных из фракции –0,071 мм и –1 мм, объясняется разными категориями точности применяемых методов анализа (пробирный анализ выполняется по III категории точности анализа, атомно-эмиссионный — по IV категории точности) и массой навески,

Таблица 1. Результаты определения золота в аналитических пробах, отобранных из фракций –0,071 мм (C_1) и –1,0 мм (C_2)

Диапазон определяемых содержаний золота, г/т	Количество проб	Среднее содержание золота, г/т		Значение t -критерия	
		C_1	C_2	Расчетное	Табличное
0,002 – 0,009	30	0,004	0,004	0	2,04
0,01 – 0,019	30	0,014	0,015	1,18	2,04
0,02 – 0,049	30	0,036	0,035	0,29	2,04
0,05 – 0,099	30	0,068	0,069	0,48	2,04
0,1 – 0,19	30	0,145	0,142	0,75	2,04
0,2 – 0,49	30	0,336	0,322	1,42	2,04
0,5 – 1,9	159	1,396	1,261	5,30	1,98
2,0 – 4,9	160	2,954	2,594	8,38	1,98
5,0 – 9,9	53	7,059	6,710	2,46	2,02

Таблица 2. Результаты определения золота в аналитических навесках, отобранных из аналитических проб с перемешиванием (C_1) и без перемешивания (C_2)

Диапазон определяемых содержаний золота, г/т	Количество проб	Среднее содержание золота, г/т		Значение t -критерия	
		C_1	C_2	Расчетное	Табличное
0,002 – 0,0049	180	0,0021	0,0021	0,53	1,98
0,005 – 0,0099	98	0,0064	0,0063	0,58	2,0
0,01 – 0,019	138	0,0132	0,0132	0,06	1,98
0,02 – 0,049	200	0,0296	0,0298	0,28	1,98
0,05 – 0,099	160	0,0681	0,0676	0,39	1,98
0,1 – 0,19	99	0,1413	0,1354	1,77	1,98
0,2 – 0,49	101	0,3069	0,3076	0,09	1,98
0,5 – 0,99	125	0,6742	0,6546	1,96	1,98

используемой в атомно-эмиссионном методе (10 г). Таким образом, доказано, что аналитическую пробу массой 40 – 60 г для определения золота атомно-эмиссионным методом можно отбирать из геологической пробы, измельченной до крупности зерна 1 мм, не истирая всю геологическую пробу до крупности зерна 0,071 мм.

2. Возможность исключения операции перемешивания аналитической пробы перед взятием аналитической навески для атомно-эмиссионного определения золота подтверждали следующим экспериментом.

Первую аналитическую навеску отбирали из аналитической пробы, не перемешивая последнюю. Вторую аналитическую навеску отбирали из аналитической пробы, которую предварительно перемешали шпателем 25 раз. Взвешивание проводили на весах GR-120 с точностью $\pm 0,01$ г. В обеих навесках определяли золото атомно-эмиссионным методом. Результаты приведены в табл. 2.

Из табл. 2 видно, что результаты определения золота атомно-эмиссионным методом из аналитической навески, отобранной из аналитической пробы без предварительного перемешивания, удовлетворительные. Поэтому операцию перемешивания пробы перед отбором навески для атомно-эмиссионного определения золота можно исключить, так как перемешивание происходит во время истирания пробы.

Таким образом, отбор аналитической пробы возможен из материала геологической пробы массой

0,5 – 1,0 кг, измельченной до крупности зерна 1 мм; взятие аналитической навески из материала аналитической пробы не требует ее предварительного перемешивания, что позволяет значительно снизить затраты на пробоподготовку.

ЛИТЕРАТУРА

1. Методические основы исследования химического состава горных пород, руд и минералов / Под ред. Г. В. Остроумова. — М.: Недра, 1979. — 400 с.
2. ОСТ 41-08-249-85. Управление качеством аналитической работы. Подготовка проб и организация выполнения количественного анализа в лабораториях Мингео СССР. — М.: ВИМС, 1985. — 32 с.
3. Пахомова В. В., Труш Л. П., Пендрак Н. А. СТП 13-009-13. Способ подготовки проб к атомно-эмиссионному определению золота с экстракционным концентрированием золота органическими сульфидами. — Петропавловск-Камчатский: ОАО «Камчатгеология», 2013. — 57 с.
4. ОСТ 41-08-214-04. Управление качеством аналитических работ. Внутренний лабораторный контроль точности (правильности и прецизионности) результатов количественного химического анализа. — М.: ВИМС, 2004. — 92 с.
5. Инструкция НСАМ № 354-С. Атомно-эмиссионное определение золота в геохимических пробах с экстракционным концентрированием органическими сульфидами. — М.: ВИМС, 1995. — 12 с.
6. Швецов В. А., Пахомова В. В. СТП 13-008-09. Определение золота и серебра в золотосеребряных рудах и продуктах их переработки пробирным методом. — Петропавловск-Камчатский: ОАО «Камчатгеология», 2009. — 17 с.

REFERENCES

1. Ostroumov G. V. (ed.). Metodicheskie osnovy issledovaniya khimicheskogo sostava gornykh porod, rud i mineralov [Methodological basis for chemical composition of rocks, ores and minerals study]. — Moscow: Nedra, 1979. — 400 p. [in Russian].

2. OST 41-08-249-85. Upravlenie kachestvom analiticheskoi raboty. Podgotovka prob i organizatsiya vypolneniya kolichestvennogo analiza v laboratoriyakh Mingeo SSSR [Industry Standard 41-08-249-85. Quality control of analytical work. Sample preparation and organization of quantitative analysis implementation in the laboratories of the Ministry of Geology of the USSR]. — Moscow: Izd. VIMS, 1985. — 32 p. [in Russian].
3. **Pahomova V. V., Trush L. P., Pendrak N. A.** STP 13-009-13. Sposob podgotovki prob k atomno-émissionnomu opredeleniyu zolota s ékstraktsionnym kontsentrirovaniem zolota organicheskimi sul'fidami [Enterprise Standard 13-009-13. The method of sample preparation for atomic-emission determination of gold with extractive concentration it by organic sulphides]. — Petropavlovsk-Kamchatsky: Izd. JSC "Kamchatgeologiya," 2013. — 57 p. [in Russian].
4. OST 41-08-214-04. Upravlenie kachestvom analiticheskikh rabot. Vnutrennii laboratornyi kontrol' tochnosti (pravil'nosti i pretsizionnosti) rezul'tatov kolichestvennogo khimicheskogo analiza [Industry Standard 41-08-214-04. Management of the analytical work quality. Internal laboratory accuracy control (correctness and precision) of quantitative chemical analysis results]. — Moscow: Izd. VIMS, 2004. — 92 p. [in Russian].
5. Instruksiya NSAM No. 354-S. Atomno-émissionnoe opredelenie zolota v geokhimicheskikh probakh s ékstraktsionnym kontsentrirovaniem organicheskimi sul'fidami [Manual SCAM No. 354-S. Atomic-emission determination of gold in geochemical samples with extractive concentration by organic sulfides]. — Moscow: Izd. VIMS, 1995. — 12 p. [in Russian].
6. **Shvetsov V. A., Pahomova V. V.** STP 13-008-09. Opredelenie zolota i serebra v zolotoserebryanykh rudakh i produktakh ikh pererabotki probirnym metodom [Enterprise Standard 13-008-09. Definition of gold and silver in gold-silver ores and products of their processing by the assay method]. — Petropavlovsk-Kamchatsky: Izd. JSC "Kamchatgeologiya, 2009. — 17 p. [in Russian].

© **В. В. Пахомова, ОАО «Камчатгеология»,
г. Петропавловск-Камчатский, Россия**
**В. А. Швецов, В. А. Пахомов, О. А. Белавина,
Камчатский государственный технический университет,
г. Петропавловск-Камчатский, Россия;**
e-mail: oni@Kamchatgtu.ru