

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN : 2018

Xuất bản lần 1

**PHƯƠNG PHÁP GIA CÔNG MẪU CHO PHÂN TÍCH QUẶNG
CHỨA VÀNG THÔ**

(Method of processing fo the analysis of crystal gold)

HÀ NỘI - 2018

Lời nói đầu

TCVN: 2018 do Tổng Cục Địa chất và Khoáng sản Việt Nam xây dựng trên cơ sở phương pháp đã được nghiên cứu triển khai tại Trung tâm phân tích Thí nghiệm Địa chất, Bộ Tài nguyên và Môi trường đề nghị Tổng Cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Phương pháp gia công mẫu cho phân tích quặng chứa vàng thô.

Method of processing to the analysis of crystal gold

1. Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định các phương pháp gia công, phân tích xác định hàm lượng vàng trong đất đá và khoáng sản chứa vàng thô (kích thước hạt vàng $d \geq 70 \mu\text{m}$), lượng cân lấy để phân tích không dưới 25 gam, lượng cân mẫu gửi đến để gia công $\geq 1\text{kg}$.

2. Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi, bổ sung (nếu có).

TCVN 1-1: 2015, *Bố cục TCVN*.

TCVN 1-2: 2015, *Hình thức thể hiện*

TCVN 7870: 2010 (ISO 8000), *Đại lượng và đơn vị*

3. Nguyên tắc chung

Gia công mẫu quặng chứa vàng thô thực chất là quá trình tách mẫu quặng chứa vàng thô thành hai phần, một phần nhỏ chứa toàn bộ lượng vàng thô có trong mẫu, phần còn lại chỉ chứa vàng mịn.

Bằng phương pháp phân tích định lượng thích hợp, có thể xác định hàm lượng vàng của phần chứa vàng thô và phần chứa vàng mịn, từ đó biết được hàm lượng vàng có trong mẫu.

Quy trình gia công mẫu quặng chứa vàng thô phải được lựa chọn phù hợp các bước gia công sao cho giảm đến mức tối thiểu các sai số về gia công mẫu và phần mẫu nhận được dùng cho phân tích sau này phải đảm bảo tính đại diện cho mẫu ban đầu.

4. Thiết bị - dụng cụ gia công mẫu

4.1 Thiết bị

4.1.1 Búa đập tay

4.1.2 Máy đập hàm đến kích thước khác nhau

4.1.3 Máy đập trục

4.1.4 Máy xiết đĩa có khả năng điều chỉnh các cỡ hạt

4.1.5 Máy nghiền rung một cối (lò xo đỡ)

4.1.6 Máy nghiền bi + cối nghiền có đặc điểm: cối có chất liệu là mã nã, thể tích cối nghiền là 250ml; kích thước mẫu đầu vào < 10mm; độ mịn cuối cùng là 0,075 mm

4.1.7 Máy trộn hai nón

4.1.8 Máy hút bụi

4.1.9 Cân phân tích có độ chính xác 0,02 g

4.1.10 Cân phân tích có độ chính xác 0,10 g

4.1.11 Cân phân tích có độ chính xác 0,20 g

4.2 Dụng cụ

4.2.1 Bộ rây modul

4.2.2 Kính lúp phóng đại 12 lần

4.2.3 Phễu tạo nón

4.2.4 Dụng cụ chia mẫu rãnh

4.2.5 Dụng cụ chia mẫu hình chữ thập

4.2.6 Tấm kính 20 x20, 40 x 40 cm²

4.2.7 Giấy dùng để gói mẫu

4.2.8 Xẻng tôn

4.2.9 Cối chà agat, sứ, đồng, sắt

4.2.10 Thau men, thau nhựa

4.2.11 Chổi quét mẫu

4.1.12 Bút dạ

4.1.13 Túi nilon để đựng mẫu

5. Chuẩn bị mẫu gia công

Mẫu quặng chứa vàng thô để phân tích định lượng vàng phải được lấy ngoài thực địa theo đúng “Quy chế lấy mẫu địa chất và khoáng sản”.

Tùy theo kích thước, mẫu phải có khối lượng theo công thức $Q = K.d^2$. Mẫu phải được đánh số thứ tự, có lý lịch mẫu nguyên khai hoặc mẫu được bảo quản theo đúng “Quy chế gửi mẫu đi phân tích thí nghiệm”

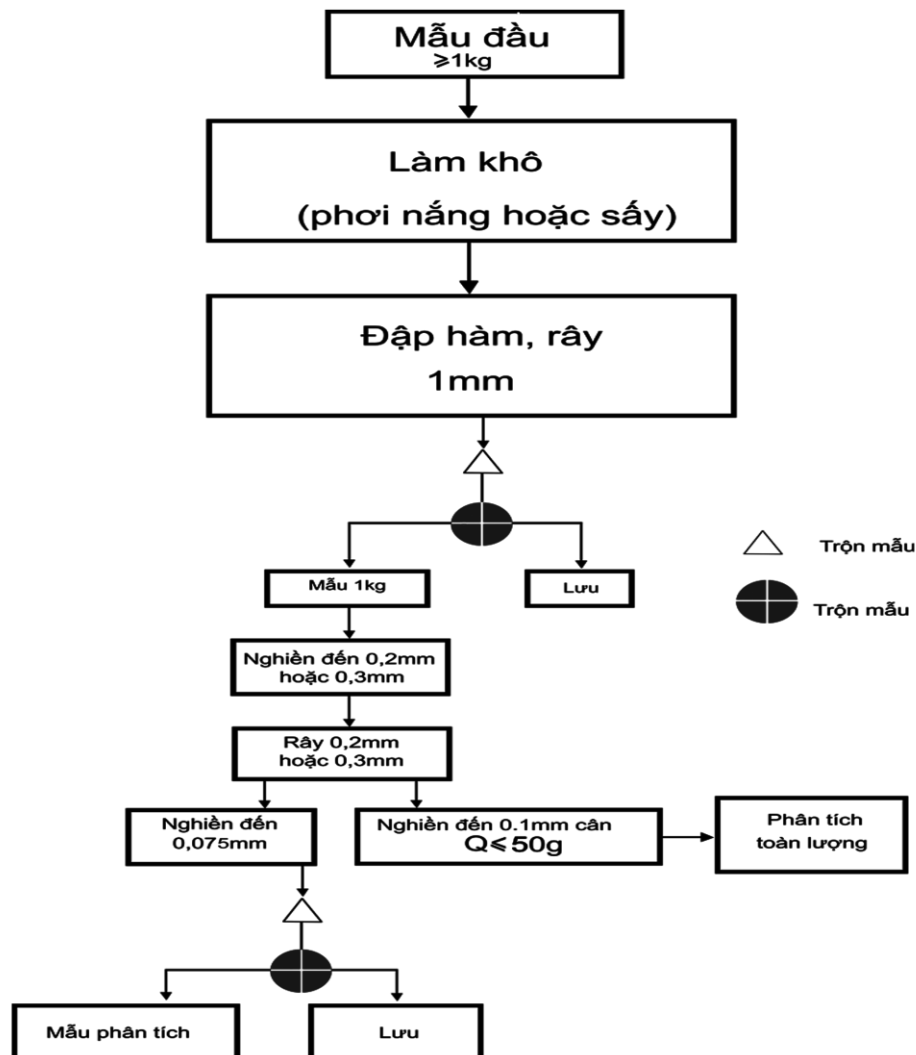
6. Tiến hành gia công mẫu

Mẫu được gửi đến gia công cần phơi khô hoặc sấy mẫu, đập hàm, rây đến 1mm. Sau đó trộn đều mẫu bằng các phương pháp (6.4.1); (6.4.2); (6.4.3); (6.4.4), và giản lược mẫu (6.5) lấy 1kg mẫu để nghiền tiếp đến cỡ hạt +0,2mm hoặc +0,3 mm (phần còn lại lưu vào kho). Rây mẫu ở cỡ hạt vừa nghiền 0,2mm hoặc 0,3 mm được 2 phần: phần trên rây và phần dưới rây.

Tùy theo phương pháp xác định vàng là hấp thụ nguyên tử, hay nung luyện mà khi gia công phải đảm bảo sao cho phần cỡ hạt trên rây +0,2 mm hoặc +0,3 mm thu được sau khi rây có khối lượng không vượt quá 50 hoặc 100 gam. Phần trên rây nghiền đến 0,1mm trên máy nghiền rung (hoặc nghiền tay) cân để phân tích toàn lượng ($Q \leq 50g$). Phần dưới rây, cỡ hạt -0,2 mm hoặc -0,3 mm trộn đều theo các phương pháp (6.4) và giản lược mẫu (6.5), lấy mẫu nghiền tiếp đến cỡ hạt -0,075 gói để phân tích theo phương pháp thích hợp, phần còn lại lưu.

Tất cả những mẫu gửi phân tích và mẫu lưu được đóng gói theo (mục 7).

Sơ đồ gia công mẫu cho quặng chứa vàng thô được như sau:



Hình 1: Sơ đồ gia công mẫu quặng chứa vàng thô

6.1 Làm khô mẫu

Khi lượng mẫu lớn, làm khô ngoài không khí bằng cách rải đều mẫu thành một lớp có bề dày bằng 1-2 lần kích thước hạt lớn nhất của mẫu trên tấm bê tông rộng, tấm tôn hoặc tấm gỗ. Không rải mẫu trên nền đất. Phơi khô mẫu ngoài trời hoặc dưới mái che.

Khi lượng mẫu nhỏ (cỡ vài kg trở lại) làm khô trong tủ sấy hoặc sấy mẫu trên bếp điện, bếp lò. Nhiệt độ làm khô không được vượt quá 50-60°C. Khi làm khô phải kê mẫu ở độ cao thích hợp so với mặt bếp điện hoặc bếp lò và phải đảo mẫu.

6.2 Đập, nghiền mẫu

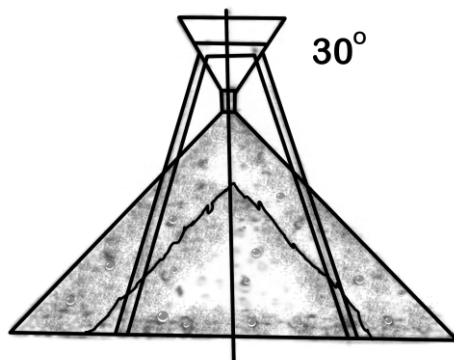
Khi cục mẫu hoặc đá lớn dùng máy đập hàm cỡ to tới -10mm, -5 mm sau đó dùng máy đập hàm cỡ nhỏ hoặc máy đập trục nghiền thô tới cỡ hạt -1mm, -0,2 mm hoặc 0,3 mm. Tùy theo khối lượng mẫu lấy để phân tích trên 250 gam, 25gam, 30 gam mà nghiền tiếp tới cỡ hạt phân tích trên máy xiết đĩa, máy lắc hoặc cối agat một cách tương ứng.

6.3 Rây mẫu

Rây mẫu nhờ đó thu được cỡ hạt đồng đều giúp cho việc trộn mẫu dễ dàng, giản lược, phân chia mẫu chính xác. Rây không để mất những hạt rắn còn lại trên rây hoặc văng mất bụi mẫu khi nghiền, rây mẫu.

6.4 Trộn mẫu

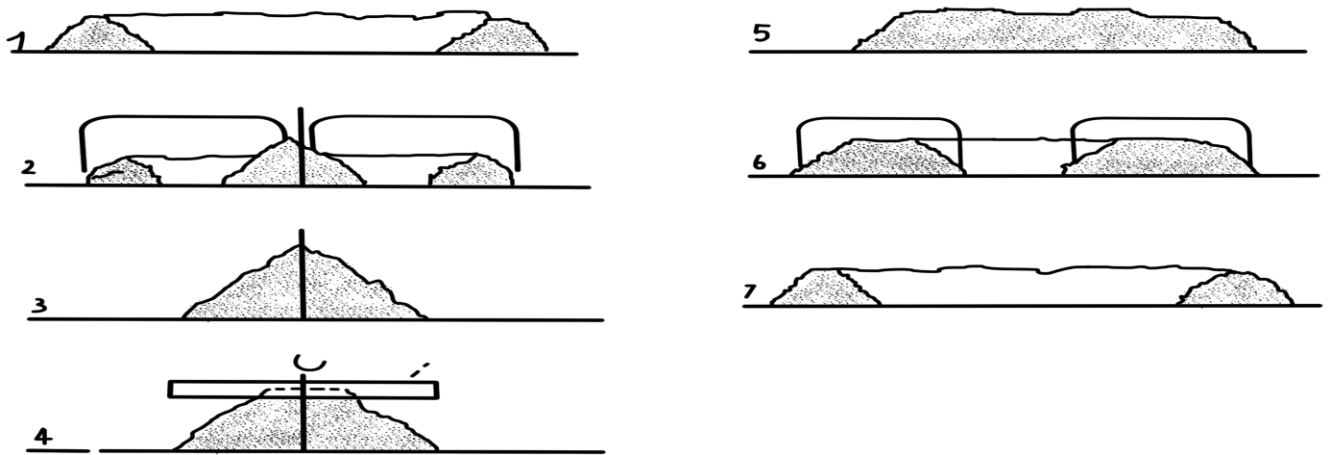
6.4.1 Phương pháp đổ đồng



Hình 2: Phễu để đổ nón

Đổ mẫu trên nền bê tông, trên các tấm tôn hoặc tấm kính, dùng xẻng xúc đổ từ đồng này sang đồng khác sao cho mẫu luôn rơi vào đỉnh đồng tạo thành hình nón. Khi khối lượng mẫu dưới 20kg có thể đổ mẫu qua phễu nón để tạo đồng hình nón. Để mẫu đều trộn không dưới 10 lần.

6.4.2 Phương pháp vành và nón



Hình 3: trộn theo phương pháp vành nón

- | | |
|-------------------------|-------------|
| 1. Vành | 5. Đĩa |
| 2. Tạo nón | 6. Tạo vành |
| 3. Nón | 7. Vành |
| 4. Chuyển nón thành đĩa | |

Đổ mẫu trên nền bê tông, trên các tấm tôn hoặc tấm kính thành một vòng tròn có đường kính gấp 2 lần đường kính đồng hình nón. Sau đó di chuyển theo vòng tròn, dùng xẻng đổ mẫu vào tâm. Đổ mẫu chính xác lên đỉnh nón, phải giữ sao cho trục của nón không bị dịch chuyển khỏi vị trí thẳng đứng ban đầu, để mẫu lăn một cách đều nhau về tất cả mọi vùng xa tâm của nón.

Khi đã chuyển hết mẫu từ vành lên nón, đặt một tấm kính hoặc một tấm gỗ phẳng có chiều dài lớn hơn hai lần đường kính nón lên đỉnh nón, vừa ấn khế vừa xoay tròn từ trên xuống theo phương thẳng đứng để chuyển nón thành dạng một cái đĩa.

Xúc mẫu từ đĩa đổ ra vạch vòng tròn để có vành mẫu mới, lại xúc đổ mẫu từ vành vào tâm của nón để tạo nón mới. Cứ làm như vậy từ 8-10 lần hoặc nhiều hơn tùy theo độ cứng của mẫu.

Trộn mẫu theo phương pháp này và phương pháp đổ đồng chỉ dùng khi giảm lượng mẫu theo phương pháp chia tư, ở đáy có sự phân tụ cỡ hạt của mẫu trong nón không ảnh hưởng tới tính đại diện của mẫu rút gọn.

6.4.3 Phương pháp lăn, lật mẫu

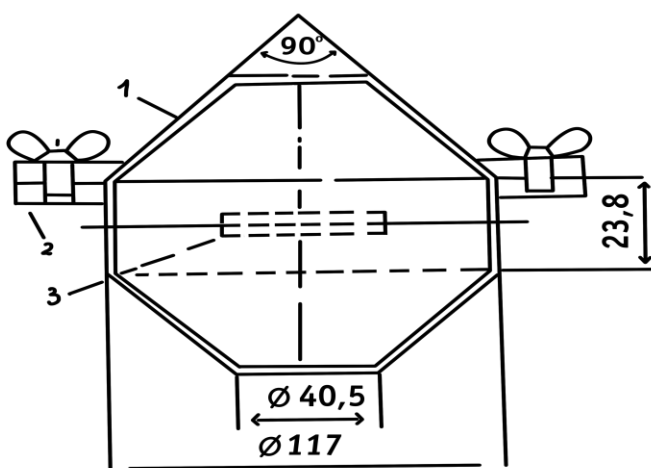
Phương pháp này sử dụng cho gia công mẫu mịn 0,075 mm kết hợp với các phương pháp trước khi chia mẫu để có sự đồng nhất.

Đổ mẫu cần trộn lên một mảnh nilon hoặc một mảnh giấy dai, khế nhấc một góc của mảnh nilon cho mẫu lăn tới góc đối diện, lại nhấc góc đối diện cho mẫu lăn ngược lại. Nhấc đủ cả 4 góc được coi là đã lật mẫu một lần.

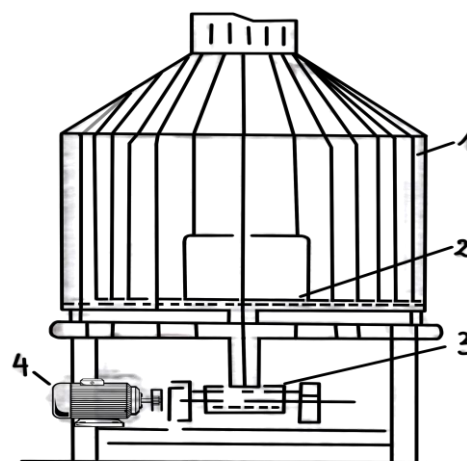
Để tránh sự tích tụ mẫu ở phần giữa của khối mẫu, sau hai lần lật mẫu từ phần nhỏ mẫu ở giữa đổ rải đều ra rìa thành một vành, rồi túm bốn góc ụp lại thành đống, lại lật tiếp. Việc trộn mẫu đạt yêu cầu sau khi đã lật, lật xúc rải đổ đống ít nhất 10-15 lần.

6.4.4 Phương pháp trộn máy

Trộn trong máy trộn dạng hai nón hoặc dạng bàn quay. Nếu không có hai dạng máy trên có thể trộn mẫu đã nghiền tới cỡ hạt -0,075mm hoặc 0,1mm trong máy nghiền tán trộn. Với lượng mẫu 200 gam, 500 gam, 1000 gam thời gian nghiền thích hợp là 10 phút, 15 phút, 20 phút tùy theo độ cứng của mẫu.



Hình 4: Máy trộn mẫu dạng hai nón



Hình 5: Máy trộn mẫu dạng bàn quay

6.5 Giản lược mẫu

Giản lược mẫu để giảm bớt chi phí gia công mẫu khi khối lượng mẫu đầu Q (kg) quá lớn. Mẫu sau khi giản lược có khối lượng Q (kg) phù hợp với kích thước hạt lớn nhất d (mm) của mẫu:

$$Q = K \cdot d^2$$

Trong đó:

Q: Khối lượng mẫu (kg)

K: Hệ số tương ứng với loại quặng chứa vàng thô (K=1)

d: Kích thước hạt

(Hệ số K lấy tiêu chuẩn được ban hành cho gia công phân tích của ngành Địa chất)

Giản lược mẫu phục vụ cho phương pháp phân tích, khi khối lượng mẫu ban đầu quá lớn.

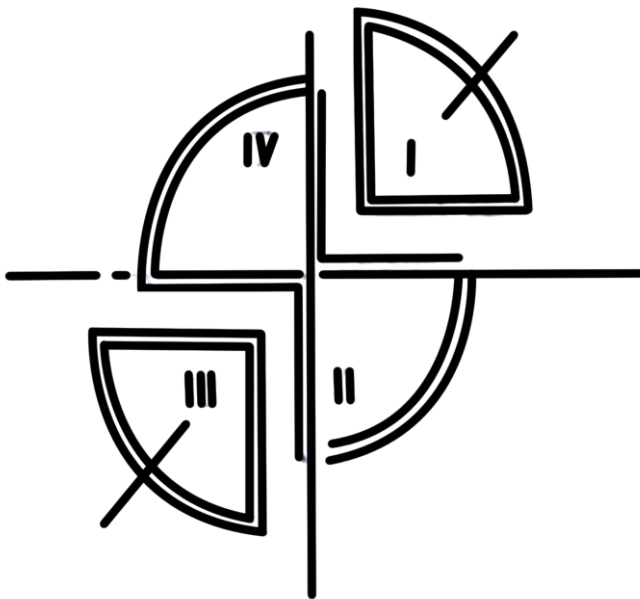
Có thể giản lược mẫu bằng phương pháp chia tư, lấy đối xứng hoặc bằng dụng cụ chia mẫu rãnh sau khi đã trộn mẫu theo các phương pháp (6.4.1) đến (6.4.4) đạt đến độ đồng đều, đồng nhất đáng tin cậy bằng phương pháp chia giản lược dần.

Chỉ được phép giản lược, phân chia mẫu khi đã trộn đều mẫu bằng các phương pháp đã nêu ở trên.

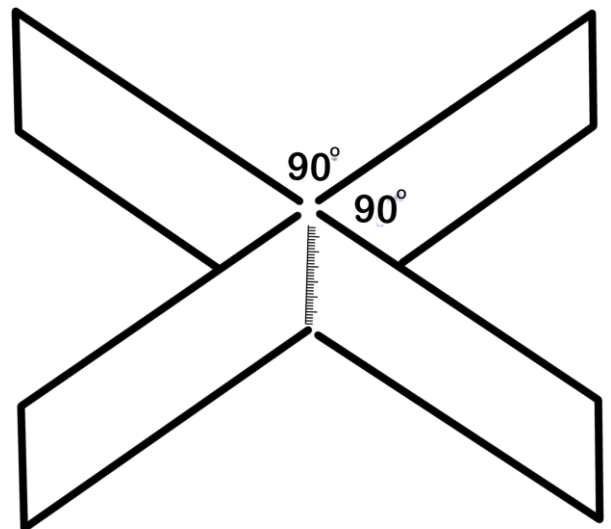
6.5.1 Phương pháp chia tự nhiên

Chuyển nón thành đĩa, dùng dụng cụ chia mẫu hình chữ thập để chia tư đĩa mẫu. Lấy hai phần đối đỉnh nhập làm một, hai phần kia bỏ. Lại trộn và giản lược tiếp đến khối lượng mong muốn.

Cách làm này đơn giản, thuận tiện, nhưng dễ mắc phải sai số lớn nếu đổ mẫu để tạo nón không đúng hoặc chia tư không đều.



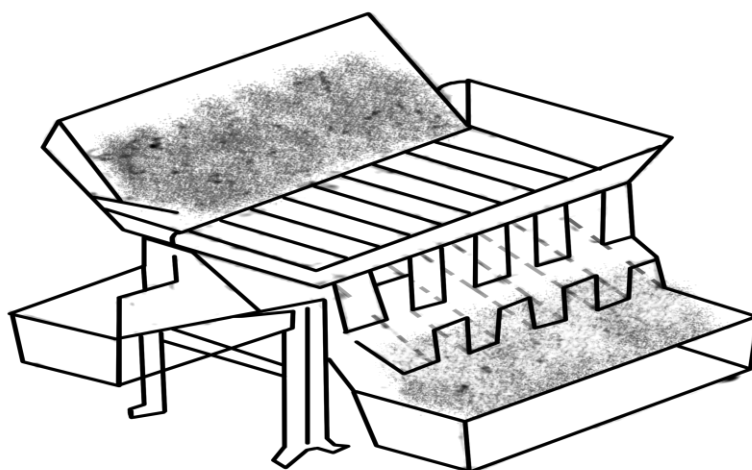
Hình 6: Cách chia tư mẫu



Hình 7: Dụng cụ hình chữ thập để chia tư mẫu

6.5.2 Giản lược bằng dụng cụ chia mẫu rãnh

Đổ mẫu thành một dải trong khay, đặt nghiêng đều khay trên mặt dụng cụ chia mẫu và cho mẫu chảy xuống từ từ sao cho mỗi lần đổ mẫu thu được hai phần khối lượng bằng nhau, lại đổ mẫu về khay và cho mẫu chảy xuống dụng cụ, lặp lại 10 lần thì mẫu đều và có thể giản lược mẫu. Phương pháp có độ chính xác cao thường dùng để giản lược mẫu quặng có tính dễ chảy.



Hình 8: Dụng cụ chia mẫu rãnh

7. Đóng gói mẫu

Sau khi gia công đến cỡ hạt phân tích và giảm lượng đến khối lượng cần thiết, cân khối lượng thu được sau trên cân kỹ thuật có độ chính xác 0,02g. Mẫu được đóng gói bằng giấy chuyên dụng hoặc đựng trong túi nilon hay lọ polyetylen. Mỗi mẫu đều phải có lý lịch mẫu dán nhãn trên đó ghi: tên mẫu, kí hiệu mẫu và tên phiếu mẫu. Các mẫu của cùng một phiếu mẫu được đặt chung vào một túi nilon to, trong đó có phiếu mẫu ghi đầy đủ các thông tin sau:

- a) Đơn vị gửi mẫu
- a) Nơi lấy mẫu.
- b) Loại mẫu.
- c) Số lượng mẫu.
- d) Yêu cầu phân tích.
- e) Ngày gửi mẫu.

8. Báo cáo quá trình gia công

Báo cáo gia công bao gồm các thông tin sau:

- a) Viện dẫn tiêu chuẩn này;
- b) Nhận dạng mẫu gia công;
- c) Tên và địa chỉ phòng gia công;
- d) Ngày tiến hành gia công;
- e) Ngày báo cáo kết quả gia công;
- f) Bất kỳ các đặc điểm đã ghi nhận trong quá trình gia công, các thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này có thể ảnh hưởng đến kết quả của mẫu thử

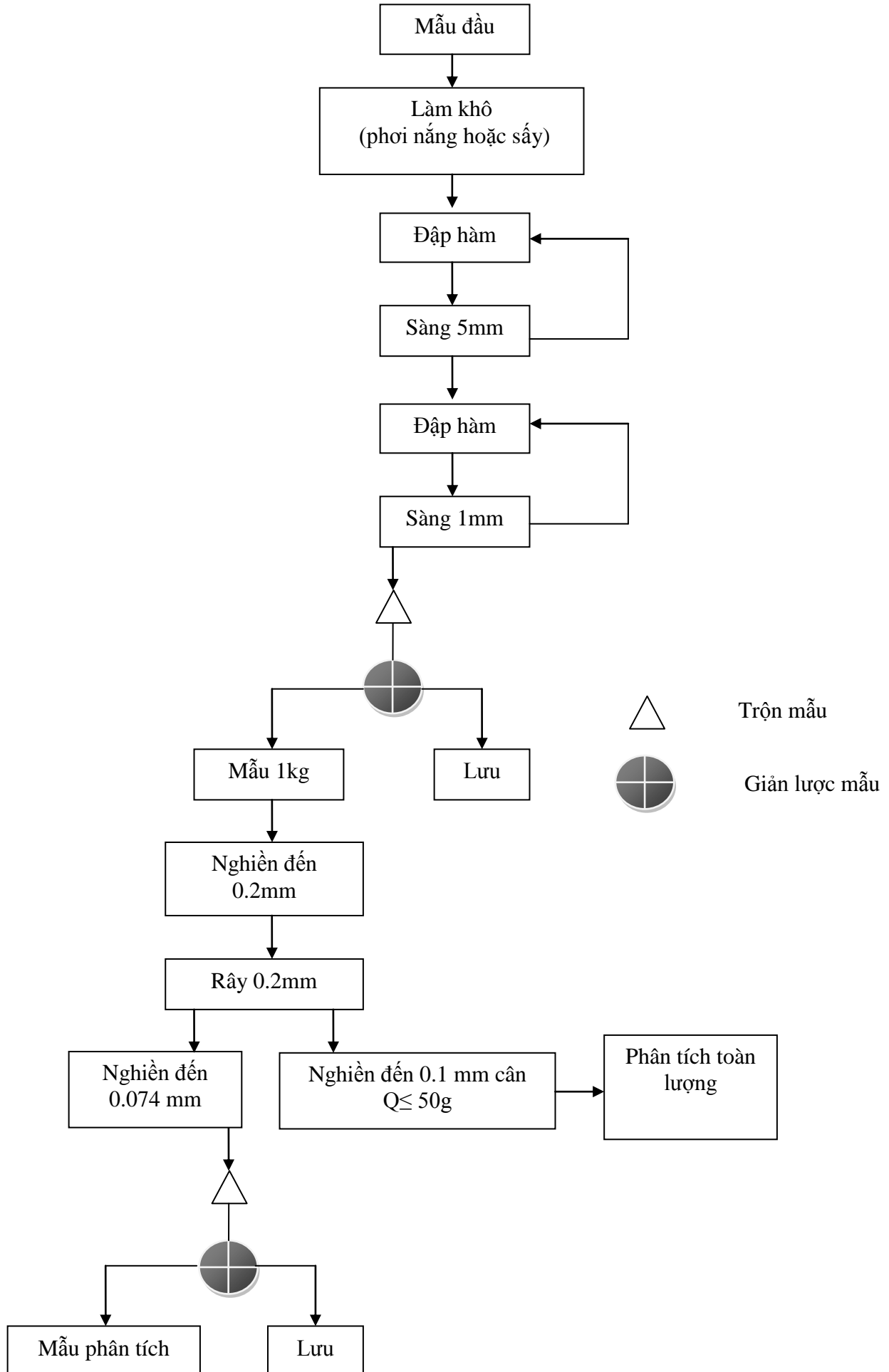
THƯ MỤC TÀI LIỆU THAM KHẢO

[1]. TCVN 9924:2013, *Tiêu chuẩn về gia công mẫu cho phân tích Hoá học*

.....

Phụ lục A
(Quy định)

Sơ đồ gia công mẫu quặng chứa vàng thô



Phụ lục B
(Tham khảo)

Khối lượng mẫu theo từng công đoạn gia công được ghi kết quả và tổng hợp theo bảng sau:

STT	SHM	Khối lượng mẫu nguyên khai (g)	Công đoạn	KL mẫu trước khi rây (g)	KI mẫu (g)	
					Trên rây	Dưới rây.
1	BM_Mnh	8500	Rây 5mm	8500	0	8500
2			Rây 1mm	8500	0	8500
3			Rây 0,2mm	1000	44	866
4	K39_Mnh	13500	Rây 5mm	13500	0	13500
5			Rây 1mm	13500	0	13500
6			Rây 0,2mm	1000	49.1	850.9
7	B45_Mnh	9000	Rây 5mm	9000	0	9000
8			Rây 1mm	9000	0	9000
9			Rây 0,2mm	1000	46.67	843.33

Kết quả phân tích hàm lượng vàng mẫu trên rây và dưới rây:

STT	STN	KHM	Hàm lượng chỉ tiêu phân tích (g/t)	Ghi chú
			Au	
<i>Ký hiệu tiêu chuẩn sử dụng</i>			TCN 03- V HTNT/01	
1	744	BM-Mnh Dưới rây	10,0	P Thành, P Sơn, Q Nam
	744	BM-Mnh Trên rây	501,6	P Thành, P Sơn, Q Nam
2	745	K39-Mnh Dưới rây	6,2	P Hòa, P Sơn, Q Nam
	745	K39-Mnh Trên rây	34,4	P Hòa, P Sơn, Q Nam
3	746	B45-Mnh Dưới rây	0,4	P Đức, P Sơn, Q Nam
	746	B45-Mnh Trên rây	1,1	P Đức, P Sơn, Q Nam

Hàm lượng vàng trung bình của các mẫu:

STT	SHM	Khối lượng (g)	Au (g/T)
1	BM-Mnh Dưới rây	866	10
2	BM-Mnh Trên rây	44	501.6
3	BM-Mnh	910	33.77
4	K39-Mnh Dưới rây	850.9	6.2
5	K39-Mnh Trên rây	49.1	34.4
6	K39-Mnh	900	7.74
7	B45-Mnh Dưới rây	843.33	0.4
8	B45-Mnh Trên rây	46.67	1.1
9	B45-Mnh	890	0.44

