

铜精矿水分检测的常见原因及误差控制建议

刘华扬

福建中检矿产品检验检测有限公司 福建 福州 350015

摘要: 铜精矿水分检测结果直接影响矿产贸易结算与品质评定,重量法是国标规定的仲裁检测方法。本文依托GB/T 14263-2010等相关标准,系统梳理检测工作中的系统误差、偶然误差与过失误差类型,从取样制样、实验操作、设备环境、数据处理四大维度剖析误差核心成因,并针对性提出全流程精准管控、设备运维、人员规范、数据审核等优化控制策略,为提升铜精矿水分检测精度、保障检测数据可靠性提供实操参考。

关键词: 铜精矿水分检测; 常见原因; 误差控制建议

引言: 铜精矿是有色金属冶炼的核心原料,水分含量是判定其品质、核算贸易结算价格的关键指标,检测数据的精准度对工矿企业生产与国际贸易至关重要。当前行业检测中,受操作不规范、设备偏差、环境干扰等多重因素影响,检测误差频发,易引发贸易纠纷与品质误判。为规范检测流程、降低检测偏差,本文结合国标检测标准与实际实操场景,全面排查检测各环节误差来源,制定科学可行的误差控制方案,助力行业检测标准化、促进贸易公平。

1 铜精矿水分检测标准与核心原理

1.1 主流检测标准规范

(1) GB/T 14263-2010规定采用重量法作为仲裁方法,烘箱温度控制在 $105^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$,恒重标准为两次连续称量差值不超过试样质量的0.05%,试样质量不少于1000g,根据经验干燥时间不少于4h,趁热立即称量或者在干燥箱中冷却至室温后称量以确保结果准备性。(2) 行业贸易补充规范包括:伦敦金属交易所(LME)规定水分含量超过8%需启动扣款条款,每超出0.1%扣减相应结算金额;国际贸易普遍采用ISO 10251作为等效引用标准;中国有色工业协会推荐快速水分仪用于生产在线控制,但需定期与重量法比对验证,比对周期不超过3个月,偏差超过0.2%时需重新校准^[1]。(3) 标准检测流程适用于铜精矿所有运输贸易批次,边界条件限定为环境湿度 $\leq 80\%$ 、样品粒度 $\leq 0.15\text{mm}$;不适用于含挥发性物质(如浮选药剂残留)超过0.1%的特殊矿种,此类样品需预先进行挥发分校正处理或改用真空干燥法。

1.2 重量法检测核心原理与流程

(1) 基本原理:利用水在 105°C 下的汽化特性,通过测定样品加热前后质量差计算水分含量,前提是该温度下铜精矿中其他组分不发生热分解或氧化反应,从而确保失重量真实反映水分含量。(2) 完整检测流程包含六

步骤:按GB/T 14263-2010从批量物料中采取不少于5kg原始样品;经破碎、缩分获得1000g分析试样;称量并记录称量盘质量;置于 105°C 恒温干燥箱中加热4h;取出放入干燥箱中冷却至室温;重复烘干冷却称量直至恒重。

(3) 水分含量计算公式: $w = (m_1 - m_2) / m_1 \times 100\%$,其中 m_1 为烘干前试样质量, m_2 为烘干后试样质量。精度判定要求两次恒重测定结果差值不超过0.1%(绝对差值),取算术平均值作为最终报告值。

1.3 检测误差分类与评价指标

(1) 系统误差源于烘箱温度偏差、天平未校准等固定因素,具有单向性和累积性,可通过校准消除;偶然误差由环境温湿度波动等随机因素引起,服从正态分布,不可消除但可估算;过失误差包括样品编号混淆、记录错误等人为失误,应通过规范操作和复核制度剔除。(2) 评价指标:重复性限 $r = 0.15\%$ (相同条件下同一样品两次测定差值上限);再现性限 $R = 0.30\%$ (不同实验室间测定差值上限);偏差允许范围要求标准物质测定值在标准值 $\pm 0.2\%$ 以内。(3) 合格误差阈值界定:单一结果与仲裁值偏差 $\leq 0.2\%$ 为合格;偏差在 $0.2\% \sim 0.5\%$ 需复查验证并排查误差来源;偏差 $> 0.5\%$ 判定不合格,应启动仲裁复检程序,以复检结果作为最终结算依据。

2 铜精矿水分检测常见误差及成因分析

2.1 取样与制样环节误差

(1) 取样代表性不足主要表现在布点方案不科学和取样量未达标准要求。实际操作中人员倾向从运输车表层或包装袋上部取样,忽视底部和四角位置,导致粗粒级矿石占比偏高而细粒级水分富集部分被遗漏;取样量低于GB/T 14263-2010规定的下限时,样品均匀性无法保证,单次检测结果与批次真实水分之间偏差可达 $0.3\% \sim 0.5\%$ 。(2) 制样操作误差包括破碎粒度控制不

严,大于0.15mm颗粒占比超标时内部水分在烘干过程中释放不彻底,导致结果偏低;缩分环节未严格采用四分法或机械缩分器,凭经验随意取样造成缩分偏差;制样设备清洁不到位,前一高水分样品残留混入低水分样品,引入交叉污染。(3)样品转运与储存阶段,非密封包装在运输途中受烈日暴晒导致表面水分蒸发损失;样品抵达实验室后未及时检测,在湿度高于80%的环境中放置过久发生吸潮增重;冷藏保存的样品取出后未平衡至室温即开启包装,温差引发冷凝水混入样品。

2.2 实验操作环节误差

(1)称量误差源自天平精度低于0.1mg要求,无法满足水分微量变化测定;操作者徒手拿取称量瓶,指纹汗渍残留使质量增加0.5mg~1.0mg,换算为水分误差约0.05%~0.10%;未严格按恒重判定标准反复烘烤至质量恒定,提前终止干燥使残留水分导致结果偏低。(2)烘干误差表现为烘箱温度超出 $105^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ 控制范围,偏低时结晶水和吸附水脱除不净,偏高超过 110°C 时部分硫化物发生氧化增重,表观水分损失减小;烘干时长不足4h导致样品中心水分未完全逸出;样品在烘盘内堆积过厚超过10mm,表层受热过度而内层未干透^[2]。(3)冷却误差表现为干燥箱内硅胶失效未及时再生,密封性下降使热样品在冷却过程中主动吸收空气中水分;冷却时间不足时样品温度高于环境,热空气对流使天平读数波动;冷却过度且干燥器频繁开启,外界湿气进入导致样品返潮增重。

2.3 环境与设备因素误差

(1)实验室湿度超过80%时,称量过程中样品表面持续吸湿,30min内增重可达0.05%~0.10%;温度剧烈波动导致电子天平传感器零点漂移,同一标准物质不同时段测定差值可达0.15%以上;空调出风口直吹天平造成读数不稳定。(2)烘箱加热元件老化使实际温度与设定值偏离 $\pm 3^{\circ}\text{C}$ 以上而未及时发现;天平内部传感器疲劳导致重复性变差;温度计、热电偶超校准周期未送检,累积系统偏差难以追溯和修正。(3)烘箱门密封条老化开裂使热空气逸出、冷空气窜入,箱体内外温差达 $5^{\circ}\text{C}\sim 8^{\circ}\text{C}$,不同层位样品烘干程度不一致;干燥箱磨砂接口涂油不均或密封圈老化失效,硅胶在2h内由蓝色变为粉红色,样品暴露于湿气中无法维持恒重。

2.4 人为与数据处理误差

(1)不同操作人员对标准理解存在差异,恒重判定有人以差值不超过0.05%即停止,有人坚持三次称量稳定;称量盘拿取手法、冷却计时起始点判定等细节不统一,使同一批样品不同人员测定结果可相差

0.15%~0.20%。(2)数据记录环节原始数据未即时登记,事后凭记忆补录产生错漏;数值修约未按GB/T 8170执行,0.345%误修为0.3%而非0.4%;计算公式中分母误用烘干后质量代替原始质量,造成水分结果系统性偏低约1%~2%;平行样数据抄写颠倒未复核,导致报告值与实测值不符。(3)平行样偏差超出重复性限 $r=0.15\%$ 时,人员未及时排查原因并重新检测,直接取平均值上报;双人比对结果超出允许范围时未追溯操作记录,导致过失误差混入最终报告数据而未被识别剔除。

3 铜精矿水分检测误差控制优化建议

3.1 取样制样全流程精准管控

(1)制定标准化取样方案,规范布点、取样量与取样频次。依据GB/T 14263-2010要求,水分测定试样量不少于1000g,电子天平感量不大于0.01g。取样时应覆盖运输车厢或包装袋的四角、中部及底部,避免仅采集表层样品导致细粒级与粗粒级比例失真;遇降雨天气应暂停露天取样或采取有效遮挡措施,防止外来水分混入;批量超过一定规模时应按标准规定增加取样单元数,确保样品代表性。(2)严格执行制样流程,统一破碎粒度、缩分比例与操作手法。破碎后样品粒度应控制在0.15mm以下,确保水分在烘干过程中能够充分释放;缩分操作须严格遵循四分法或机械缩分器规范;不同批次样品制样前应对破碎、研磨设备进行彻底清洁,杜绝交叉污染;制样完成后应立即装入密封容器,避免样品在空气中暴露过久导致水分变化^[3]。(3)优化样品转运储存方式,采用密封防护措施隔绝环境干扰。运输过程中应采用双层密封袋包装,外层辅以防水编织袋防护;样品抵达实验室后应优先安排水分检测,避免长时间存放;若无法立即检测,应将样品置于阴凉干燥处密封保存,防止高温季节水分挥发损失或潮湿环境吸潮增重。

3.2 实验操作规范化优化措施

(1)规范称量操作,定期校准天平,落实恒重称量标准流程。称量前应检查天平水平状态并预热30min以上,使用标准砝码进行日常核查;称量过程中须佩戴手套拿取称量瓶,避免指纹污染引入额外质量;恒重判定应严格执行两次连续称量差值不超过样品湿重0.05%的标准。(2)精准控制烘干参数,严格遵循标准烘干温度与时长要求。烘箱温度应控制在 $105^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$,使用经过校准的温度计或热电偶实时监测;烘干时长不少于4h,且每30min称量一次直至恒重;样品在烘箱内应摊铺成薄层,厚度不超过10mm,确保受热均匀,避免局部过热导致硫化物氧化或未干透造成水分残留^[4]。(3)统一冷却规范,保障干燥环境密闭性,固定冷却时长。干燥箱内硅

胶干燥剂应保持有效状态（蓝色），变色后及时更换或再生；冷却时间统一为30min，确保样品降至室温后再行称量；干燥箱磨砂接口应涂抹适量真空脂，每次开启后及时闭合，减少外界湿气进入。

3.3 设备与检测环境管控策略

（1）建立设备定期校准、维护、核查管理制度。电子天平校准周期不得超过半年，烘箱温度计校准周期不得超过一年；每次检测前应对天平进行零点核查和标准砝码校验，偏差超过允许范围应立即停止使用并安排维修；所有校准、维护记录应完整留存，实现设备状态可追溯。（2）调控实验室温湿度，搭建恒温恒湿标准化检测环境。称量室环境湿度应控制在80%以下，温度波动不超过 $\pm 2^{\circ}\text{C}$ ，避免样品在称量过程中吸潮或失水；有条件的实验室应配备恒温恒湿空调系统；干燥器应放置在远离窗户和热源的位置，避免阳光直射导致内部温度升高影响冷却效果。（3）排查设备密封缺陷，及时更换老化配件，降低设备误差。定期检查烘箱门密封条完整性，老化开裂应及时更换；干燥器密封圈和磨砂接口应定期维护保养；烘箱加热元件老化致使实际温度与设定值偏差超过 $\pm 3^{\circ}\text{C}$ 时应及时更换；温度计、热电偶超过校准周期应强制送检，杜绝累积系统偏差^[5]。

3.4 人员管理与数据质量管控

（1）开展操作人员专项培训，规范实操流程，减少人为误差。培训内容应覆盖GB/T 14263-2010标准全流程操作要点；重点强化恒重判定标准、称量手法、冷却计时等细节规范；定期组织技能考核和标准物质比对试验，确保不同操作人员之间测定结果一致性；新进人员须通过理论和实操考核后方可独立上岗。（2）完善数据记录、核算、复核三级审核制度。原始数据应现场即时记录，杜绝事后誊抄；鼓励引入电子天平数据自动采集系统，实现称量数据实时传输、恒重条件自动判定、平

行样稳定性自动校验，消除手工记录和计算中的人为失误风险；水分百分比数值结果应严格按照GB/T 8170-2008修约到小数点后第2位；每一批次检测结果须经复核人核对、审核人签字后方可出具报告。（3）严格执行平行样检测标准，建立误差超标溯源机制。同一单元应制备两个平行样同时测定，稳定性应满足偏差不大于0.2%的要求；平行样偏差超标时，应立即排查当天设备状态、环境条件、操作记录等可能因素；建立误差溯源台账，详细记录每次偏差超标的成因分析与整改措施；对重复出现同类误差的操作人员，应安排专项复训和考核。

结束语

铜精矿水分检测误差贯穿取样、制样、实验、设备运维及数据处理全流程，各类细微操作偏差与环境、设备问题均会影响检测结果准确性。本文全面分析各类误差的产生原因，配套完善了全流程误差控制优化措施。后续检测工作需严格落实国标规范，强化设备常态化校准维护、人员实操培训与数据多级审核，持续规避各类误差风险，稳定提升检测结果的重复性与再现性，为铜精矿贸易及品质检测提供精准数据支撑。

参考文献

- [1]朱明伟.矿产品不同水分测定方法的对比研究及误差分析[J].质量与认证,2024,7(1):65-69.
- [2]刘健,陈晨.铜精矿水分检测关键影响因素及质量控制措施[J].中国口岸科学技术,2024,9(11):56-60.
- [3]王佳慧,李军.硫化铜精矿湿存水分测定的误差溯源与不确定度评定[J].理化检验(化学分册),2023,59(7):821-825.
- [4]张宇轩.铜精矿水分检测过程操作偏差及整改对策[J].世界有色金属,2023,23(12):189-191.
- [5]侯雨佳,吴峰.进出口铜精矿水分检测标准化操作与误差防控[J].检验检疫学刊,2022,32(4):78-80.