

ICS 19.020

D 00

DZ

# 中华人民共和国地质矿产行业标准

DZ/T 0130.1-2006

代替 DZ 0130.0-1994

---

## 地质矿产实验室测试质量管理规范 第1部份：总则

The Specification of testing quality management  
For geological laboratories——  
Part 1: General rules

2006-06-05

2006-09-01 实施

中华人民共和国国土资源部 发布

## 前 言

DZ/T0130-2006《地质矿产实验室测试质量管理规范》由16部分组成。本部分是DZ/T0130-2006中的第1部分。

本部分自实施之日起代替DZ 0130.1-1994《地质矿产实验室测试质量管理规范 1.总则》。

本部与DZ 0130.1-1994相比主要变化如下：

——增加了前言、引言、术语、规范性引用文件、基本原则、附录和参考文献等条款；

——增加了数据控制、资源保证、记录控制、结果报告、抱怨受理和实验室信息系统（LIS）管理等内容；

——采用了测量不确定度的概念；

——将DZ0130.1-1994中1.3~1.8的内容归纳在“5.基本要求”章节中；

——不再采用“双差”这一概念。

本部分的附录A为资料性附录。

本部分由中华人民共和国国土资源部提出。

本部分由全国国土资源标准化技术委员会地质矿产实验测试分技术委员会归口。

本部分由国家地质实验测试中心、武汉综合岩矿测试中心负责起草。

本部分主起草人：尹明、王苏明、叶家喻、王祖荫、周金生。

本部分于1994年3月首次发布，本次为第一次修订。

# 地质矿产实验室测试质量管理规范

## 第1部分：总则

### 1 范围

本部分规定了地质矿产实验室测试质量管理的相关术语、基本原则和通用基本要求。

本部分适用于地质矿产实验室测试质量管理。

本标准可以作为地质报告和科学研究报告中实验室样品测试质量检查和验收的依据。

注：地质报告是一种全面总结地质勘查工作成果的技术文件，是在指定任务阶段性完成或全部完成后，将各种地质资料综合研究并系统整理编写而成的。其内容包括文字报告、图件、表格和附件等。按地质工作的项目可分为区域地质调查报告，普查评价报告、矿区勘探报告、物化探报告、水文地质工程地质报告等。各类报告需经有关部门审查、批准后，才能提交使用。

实验室的客户、上级或法定管理机构可以使用本标准对实验室的测试质量进行确认。

本标准可以供其他行业或部门进行类似工作时参考使用。

### 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本部分，然而，鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本部分。

ISO 5725 测试方法与结果的准确度（正确度和精密度）

ISO 指南 32 分析化学中的校准及有证标准物质的应用

ISO 指南 33 有证标准物质的应用

GB/T1250 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T4650 工业用化学产品采样词汇

GB/T8170 数值修约规则

GB/T11822 科学技术档案案卷构成的一般要求

GB/T15481 检测和校准实验室能力的通用要求

GB/T15483 利用实验室间比对的能力验证

GB/T19000 质量管理体系基础和术语

GB/T19022 测量管理体系 测量过程和测量设备的要求

JJF 1001 通用计量语及定义

JJF 1059 测量不确定度评定与表示

### 3 术语

本部分采用下列术语。在术语后面的方括号内给出了所引用的有关标准（或文件）号。

#### 3.1

**标准** Standard

为在一定的范围内获得最佳秩序，对活动或其结果规定共同的和重复使用的规则、导则或特性的文件。该文件协商一致制定并经公认机构批准。

[GB/T3935.1-1996]

注：标准应以科学、技术和经验的综合成果为基础，以促进最佳社会效益为目的。

#### 3.2

### **质量** quality

一组固有特性满足要求的程度。

注 1：“质量”可使用形容词如差、好或优秀来修饰。

注 2：“固有的”（其反义是“赋予的”）就是指在某事或某物中本来就有的，尤其是那种永久的特性。

[GB/T 19000-2000]

### 3.3

#### **质量管理** quality management

在质量方面指挥和控制组织的协调活动。

注：在质量方面指挥和控制活动，通常包括制定质量方针和质量目标以及质量策划、质量控制、质量保证和质量改进。

[GB/T19000-2000]

### 3.4

#### **检测实验室** testing laboratory

从事检测工作的实验室。检测是指按照规定程序，由确定给定产品的一种或多种特性、进行处理或提供服务所组成的技术操作。

[GB/T 15481]

### 3.5

#### **实验室样品** laboratory sample

为送往实验室供检验或测试而制备的样品。

[GB/T4650]

### 3.6

#### **试样** test sample

由实验室样品制备的从中抽取试料的样品。

[GB/T4650]

### 3.7

#### **试料** test portion

从试样中取得的（如试样与实验室样品两者相同，则从实验室样品中取得），并用以进行检验或观测的一定量的物料。

[GB/T4650]

### 3.8

#### **测量结果** result of a measurement

由测量所得到的赋予被测量的值

注 1：在给出测量结果时，应说明它是示值、未修正测量结果或已修正测量结果，还应表明它是否为几个值的平均。

注 2：在测量结果的完整表述中应包括测量不确定度，必要时还应说明有关影响量的取值范围。

[JJF 1001-1998]

### 3.9

#### **测量准确度** accuracy of measurement

测试结果与被测量真值之间的一致程度。

注 1：不要用术语精密度代替精确度。

注 2：准确度是一个定性概念。

[JJF 1001-1998]

### 3.10

#### **精密度** Precision

在规定条件下，相互独立的测试结果之间的一致程度。

[ISO 5725-1]

### 3.11

**重复性条件** repeatability conditions

在同一实验室，由同一操作者使用相同设备，按相同的测试方法，并在短时间内从同一被测对象取得相互独立测试结果的条件。

[ISO 5725-1]

### 3.12

**重复性** repeatability

在重复性条件下，相对独立的测试结果之间的一致程度。

[ISO 5725-1]

### 3.13

**重复性限** repeatability limit

一个数值，在重复性条件下，两次测试结果的绝对差值不超过此数的概率为 95%。

注：重复性限符号为  $r$ 。

[ISO 5725-1]

### 3.14

**再现性条件** reproducibility conditions

在不同的实验室，由不同的操作者使用不同的设备，按相同的测试方法，从同一被测对象取得测试结果的条件。

[ISO 5725-1]

### 3.15

**再现性** reproducibility

在再现性条件下，测试结果之间的一致程度。

[ISO 5725-1]

### 3.16

**再现性限** reproducibility limit

一个数值，在再现性条件下，两次测试结果的绝对差值不超过此数的概率为 95%。

注：再现性限符号为  $R$ 。

[ISO 5725-1]

### 3.17

**测量不确定度** uncertainty of measurement

用以表征合理地赋予被测量之值的分散性，它是测量结果相关的一个参数。

注 1：此参数可以是诸如标准差（或其倍数），或说明了置信水准区间半宽度。

注 2：测量不确定度一般包含若干分量，其中一些分量可用测量列结果的统计分布评定，并以实验标准差表征。另外一些分量由基于经验或其他信息的取定概率分布评定，并也可以标准差表征。

注 3：应理解测量结果为被测量的最佳估计值，全部不确定度分量贡献给了分散性，包括那些由系统效应产生的分量，如修正值或参考标准带有的分量。

[JJF 1059]

### 3.18

**溯源性** traceability

通过一条具有规定不确定度的不间断的比较链，使测量结果或测量标准的值能够与规定的参考基准（通常是国家测量基准或国际测量基准）联系起来的特性。

注 1：此概念常用形容词“可溯源的”表示。

注 2：这条不间断的比较链称为溯源链。

[GB/T 19022.1]

### 3.19

#### **标准物质** reference material (RM)

具有一种或多种足够均匀和很好地确定了特性，用以校准测量装置、评价测量方法或给材料赋值的一种材料或物质。

[JJF1011]

### 3.20

#### **有证标准物质** certified reference material (CRM)

附有证书的标准物质，其一种或多种特性值用建立了溯源性的程序确定，使之可溯源到准确复现的表示该特性值的测量单位，每一种出证的特性值都附有给定置信水平的不确定度。

[JJF 1011]

## 4 基本原则

4.1 以 GB/T 15481 和 GB/T 19000、GB/T19001、GB/T19004 为依据，遵循八项质量管理基本原则，满足客户的需求和期望，以测试的实施过程为基础架构进行质量管理。

4.2 体现地质矿产行业特点，控制对测试结果质量有影响的所有因素，特别是技术要素，规范和提升实验室能力和质量管理水平。

## 5 基本要求

### 5.1 实验室样品

#### 5.1.1 验收

5.1.1.1 接收客户实验室样品时，应根据客户的要求对样品编号、数量、质量（体积）、性质（特性）、包装和可检性等逐项查对、验收、登记。

注：可检性指样品应符合测试项目的要求。

5.1.1.2 接收客户实验室样品时，应记录不符合情况和对可检性的偏离及商定的解决方法。

5.1.1.3 实验室应建立合同评审程序。对于新的（第一次）、复杂的、重要的或先进的测试任务，实施合同评审并保存所有记录。

##### 5.1.1.3.1 合同评审内容：

——客户的要求；

——实验室是否有能力和资源满足客户要求，是否涉及分包；

——实验室选择适当的能满足客户要求的测试方法和质量控制方案。

##### 5.1.1.3.2 合同实施中的任何偏离应通知客户。

5.1.1.3.3 合同签订后，无论是客户提出，还是实验室提出修改合同，应重新评审，并将修改内容及时通知所有相关人员。

#### 5.1.2 标识

实验室应具有样品标识系统。样品在实验室的整个期间应保留该标识。样品标识系统的设计和运作应确保样品实物和所有涉及到样品的记录在实验室流转过程中不会混淆。

#### 5.1.3 制备

实验室样品制备应根据样品性质、测试要求选用相关标准或规范的制备方法，确保试样的代表性和一致性。

#### 5.1.4 存储

5.1.4.1 实验室应有适当的程序和设施，避免实验室样品在待检、制备、测试和存储过程中发生退化、变质、丢失或损坏。

5.1.4.2 对测试之后的实验室样品，在规定的保存期内，应确保样品不补破坏和损失。

5.1.4.3 当某此样品有规定的存放条件时，应维持、监控和记录这些条件。

5.1.4.4 实验室应对客户的实验室样品及相关资料的保密承担责任。

## 5.2 测试方法

5.2.1 测试方法是为进行测试工作所规定的技术依据和程序，实验室应使用适合的方法进行测试工作并给出所使用全部方法和程序的一览表。

5.2.2 选择测试方法应考虑：

- 满足客户的需求；
- 相应法规、标准或规范的要求；
- 适合于被检样品；
- 本实验室人员、设备能力和环境条件；
- 安全、成本和时间。

5.2.3 选择测试方法首选标准方法，其次是通过确认的非标准方法。使用非标准方法应征得客户同意。

5.2.4 对测试方法的偏离，只有在该偏离已有文件规定，经过技术确认、授权和客户同意的情况下才允许发生。

5.2.5 新制定的测试方法、非标准方法、超出预定范围使用的标准方法、扩充和修改过的标准方法等应进行确认，以证实该方法适用于预期用途和目的。确认可采用下列一种或多种方法：

- 使用参考标准或标准物质进行校准；
- 与其他标准方法所得结果进行比对；
- 实验室间比对；
- 对所得结果不确定进行评定；

1) 实验室应有评定测量不确定度的程序，不确定评定执行 JJF 1059《测量不确定度评定与表示》；

2) 当不能进行精确的统计时，实验室至少应努力找出确定的所有不确定度分量并进行合理评定。

- 对影响结果的因素作系统性评审。

## 5.3 测试过程的质量控制

5.3.1 实验室应结合具体工作特点编制控制其所有领域测试过程有效性的质量控制程序或方案。

5.3.2 可以选用的质量控制技术方法有：

- 使用标准物质或控制样品进行内部质量控制；
- 参加实验室间的比对或能力验证活动；
- 使用相同或不同方法（或不同人）进行重复测试；
- 对留存样品进行再测试；
- 分析实验室样品不同特性结果的相关性；
- 其他有效的技术核查办法。

### 5.3.3 质量控制指标

#### 5.3.3.1 准确度控制指标

5.3.3.1.1 标准物质的单项单次测试结果应在规定的允许限内；

5.3.3.1.2 单个试样（或组分）的加标回收率应在规定的允许限内；

#### 5.3.3.2 精密度控制指标

5.3.3.2.1 依据客户要求或相应规定；

5.3.3.2.2 依据使用标准方法的重复性限或再现性限作为控制指标；

5.3.3.2.3 依据统计方法或经验制定控制指标。

5.3.3.3 实验室间比对结果依据 GB/T 15483 或相关方法的再现性限作为控制指标。

5.3.3.4 如可行的话，应使用统计技术对测试结果进行监控，并用以发现趋势和预测未来、预防问题的发生。

5.3.3.5 一般进行三级质量审查，分级负责，各有侧重。

## 5.4 数据控制

### 5.4.1 数据采集

数据采集一般为手工采集和自动采集两种方式，对所采集的数据应实施有效地验证和控制。

### 5.4.2 数据处理

5.4.2.1 数据处理应首先确认使用的常数、数表、计算公式、图表和曲线及有效数字等。

5.4.2.2 数据修约应执行 GB/T 8170 的有关规定。

### 5.4.3 数据判定

5.4.3.1 合格数据的依据 DZ/T 0130 中相应部分的规定。

注：合格数据是指满足规定条件的测量结果。

5.4.3.2 极限数据的判定依据 GB/T 1250 的规定。

注：极限数据是指测量得到值已接近或可能超过了标准规定的值。

5.4.3.3 可疑数据应采取下列步骤来确定或排除测量的可疑因素：

注：可疑数据是指偏离约定值或估计值的测量结果。

——用期间核查方法，使用核查标准来检查测量仪器校准状态的可信度；

——检查测试方法和步骤；

——对已测试样进行重复测试；

——检查环境和消耗品的影响；

5.4.3.4 重复数据按允许限判定是否合格，不合格者，应采取下列步骤进行验证：

注：重复数据是指 2 次或 2 次以上的测试结果。

——实验操作细节；

——使用仪器的操作细节；

——对环境和影响量的控制；

——原始数据的记录和计算细节；

——使用有效的“核查”方法。

——如能用以上排除方法找到原因，应针对存在问题实施纠正。

——如使用上述排除方法仍不能找到存在问题的原因，则应组织相关人员实施有效的验证方法来确定存在的数据不一致原因。

### 5.4.4 数据转移

数据在转移中不可以进行数据修约、计算、变更，并应保存数据转移前的原始数据凭证备查。

### 5.4.5 数据核查

应对数据的计算和转换进行系统地 and 适当的校核。

### 5.4.6 数据更正

数据更正，应标明更改原因。如需对客户手中保存的数据进行更正，应向需要更正数据的所有客户发出正式书面文件。

## 5.5 资源保证



### 5.5.1 人员

实验室应

5.5.1.1 配备与测试能力和工作量相适应的人员。

5.5.1.2 确保各类人员的能力，对特殊岗位的人员应进行资格确认。

5.5.1.3 明确有关人员的岗位职责、对专门人员授权。实验室应由熟悉测试方法、程序、目的和结果评价的人员对测试人员包括在培人员进行足够的质量监督。

5.5.1.4 制定人员培训计划，培训计划应与实验室当前和预期目标适应。

### 5.5.2 设备

实验室应

5.5.2.1 按照测试能力配置所需要的仪器设备及辅助装置和设施。

5.5.2.2 用于测试的仪器设备应符合相应测试规范中对质量参数的要求。

5.5.2.3 仪器设备应由授权的人员操作，应制定使用和维护的作业指导书。

5.5.2.4 有仪器设备管理程序。

### 5.5.3 溯源

实验室应

5.5.3.1 制定量值溯源计划和校准程序

5.5.3.2 所有的测试仪器设备（包括用于环境监测的辅助设备），只要它们对测试结果的准确度和有效性有显著影响的，投入使用前都应按规定定期进行检定或校准。

5.5.3.3 使用外部校准服务时，应选择能够证明资格、有测量能力并满足溯源性要求的实验室。

5.5.3.4 目前尚无法溯源到国际单位制基准时，实验室应能够追溯到有证标准物质、约定方法或协议标准。

5.5.3.5 制定标准物质的溯源、核查和管理程序，确保标准物质的溯源性；实验室还应 有对内部制备和配置的标准进行核查的规定。

### 5.5.4 环境

实验室应

5.5.4.1 建立符合测试标准要求、满足仪器设备使用条件和样品对环境条件的要求以及操作人员本身需要的测试环境条件，应有助于测试工作的正确实施，确保环境条件不会使测试结果无效或产生不良影响。

5.5.4.2 测试方法标准、仪器设备或样品对环境条件有明确要求或虽无明确规定，但某些环境条件因素对测试结果确有影响时，实验室应制定控制程序，监测、控制和记录环境条件参数。当环境条件危及测试结果时，应停止测试工作。

注：环境条件包括温度、湿度、微生物、通风、采光、供水、供电、振动、噪声、电磁辐射干扰、粉尘等。

5.5.4.3 有措施防止交叉污染、环境受控区应有标识。

5.5.4.4 符合有关健康、安全和环保的要求。

### 5.5.5 后勤保障

实验室应

5.5.5.1 建立对测试工作质量有影响的外部支持服务和供应品以及消耗材料和试剂的选择、购置、验收和存储的程序。

5.5.5.2 确保所使用的外部服务和购买的消耗材料、试剂等只有在经过验证符合测试方法中规定的要求之后允许投入使用。实验室应保存所采取的符合性验证活动的记录。

### 5.6 记录控制

5.6.1 实验室应建立和维持识别、收集、索引、存取、存档、存放、维护和清理记录的管理程序。

注：记录是阐明所取得的结果或提供所完成的活动的证据的一种文件。GB/T 15481 将记录分为两种：

第一种为质量记录，包括内部审核、管理评审、纠正措施和预防措施记录、人员培训教育考核记录、评价采购活动记录、质量管理体系活动记录等的记录。

第二种为技术记录，包括原始观察、抽样记录、导出数据、开展跟踪审核的足够信息、校准记录、人员（签字）记录、已发出的每份测试报告的复印件等。

5.6.2 记录的载体可以有不同的形式，不同类别的记录应有相应的保存方式和时间。应注意安全性和保密性。

5.6.3 记录归档执行 GB/T 11822 和《地质矿产实验测试档案》的规定。

5.6.4 测试原始记录是出具测试报告的依据，是测试过程的记录，应能够复现测试工作的全部过程。实验室应当根据测试项目或测试方法制定原始记录格式，原始记录至少应包括以下内容：

- 原始记录的标题；
- 原始记录的唯一编号和每页及总页数的标识；
- 测试样品的状况；
- 测试依据和方法；
- 使用的仪器设备名称和编号；
- 记录观察得到的数据、计算公式和导出的结果；
- 测试时的环境条件；
- 测试中意外情况和描述和记录（如果有）；
- 测试日期；
- 测试人员和相关人员的签名；
- 附以分包测试的报告及相关资料（如果有）。

5.6.5 记录应按规定的格式填写，应做到客观、真实、准确、全面和及时，不应漏记、补记、追记。

5.6.6 记录的更正应采用杠改方法，更改后的值应在被更改值附近，并有更改人标识。电子存储记录更改也应遵循上述更改原则，避免原始数据丢失或不清楚。

注：被更改的原记录仍应清楚可见，不允许消失或不清楚。

## 5.7 结果报告

5.7.1 实验室应准确、清晰、明确和客观的报告每一项或一系列的测试结果，并符合测试方法中的规定。

5.7.2 测试结果应以测试报告的形式出具，并且应包括客户要求的、说明测试结果所必需的和所用方法要求的全部信息。这些信息通常是 5.7.3 和 5.7.4 中要求的内容。

5.7.3 测试报告应至少包括下列信息：

- 标题；
- 实验室名称和地址，进行测试的地点（如果与实验室的地址不同）；
- 客户的名称和地址及联系人；
- 所用方法的标识；
- 测试样品的描述、状态和明确的标识；
- 抽样说明（如果必要）；
- 实验样品接收日期和进行测试日期；
- 测试结果；
- 测试报告批准人的姓名、职务、签字或等同标识；
- 相关之处，结果仅与被测试样品有关的声明。

5.7.4 除 5.7.3 中所列的要求，测试报告中还可以包括下列内容：

- 对测试方法的偏离、增添或删除，以及特殊测试条件的信息（如环境条件）；

——需要时，符合或不符合相关标准、规范或客户要求的声明；  
——适用时，评定测量不确定度的信息。当不确定度与测试结果的有效性或应用有关，或客户有明确要求，或测试结果接近规范限定的临界值时，测试报告中应包括不确定度的信息。

——适用且需要时，提出意见和解释。测试报告中包含的意见和解释可以包括（但不限于）下列内容：

- 1) 关于测试结果符合或不符合要求的声明意见；
- 2) 合同要求的履行；
- 3) 如何使用测试结果的建议；
- 4) 用于改进的指导意见。

——特定方法、客户或客户群体要求的附加信息。

——从分包方获得部分测试结果的说明。

——有关抽样信息（如果有）。抽样信息可以包括下列内容：

- 1) 抽样日期；
- 2) 抽样地点（包括任何简图、照片等）；
- 3) 抽取样品的标识；
- 4) 所用抽样计划和程序的说明；
- 5) 抽样过程在可能影响测试结果解释的环境条件的详细信息；
- 6) 与抽样方法或程序有关的标准或规范，以及对这些规范的偏离、增添或删除。

5.7.5 在为内部客户进行测试或与客户有书面协议的情况下，可用简化的方式报告结果。对于上述未向客户报告的信息，应能方便地从实验室中获得。

#### 5.7.6 测试报告的修改

5.7.6.1 对已发出的测试报告进行修改时，应以一份新的或补充报告替代，同时应将不正确的报告收回或注明作废。

5.7.6.2 发布全新的测试报告时，应注以唯一性标识，并注明所替代的原件。

5.7.7 测试报告的格式应尽可能标准化。

5.7.8 测试报告应一式两份，客户持正本，副本随原始记录归档。

### 5.8 抱怨受理

实验室应有以下程序：

- 处理所有抱怨的系统过程；
- 对不合格工作的回顾和纠正；
- 确保问题不再发生的纠正措施。

**附录 A**  
**（资料性附录）**  
**实验室信息系统（LIS）的管理**

**A.1 总则**

测试结果是实验室的产品，相关原始资料是实验室技术档案的重要部分。由于计算机系统可能会出现各种各样的故障和意外，因此应制订相应制度以确保客户和实验室不会因为资料的丢失而遭受损害。

本要求不适用于：

- 台式计算器；
- 小型可编程的计算机；
- 购买的服务或外购品；
- 仅用于进行文字处理、制作表格的计算机，或类似的单一用户功能的计算机；
- 作为某一测试仪器整体的一部分的、具有专门用途的微处理器。

**A.2 环境**

**A.2.1** 应将计算机设备及其他设施放置于符合标准的位置，妥善维护并保持通风、清洁。

**A.2.2** 应在计算机部件及其存放区域内配备适宜的防火设备，并易于拿到。

**A.2.3** 如果电线和计算机线缆穿过人行通道，应给予妥善防护。

**A.2.4** 应具备不间断电源供应（UPS）。

**A.2.5** 应保护信息设备，尽可能放置于专门房间，不得让无关人员进入。

**A.3 程序文件**

**A.3.1** 所有经授权的计算机用户均应得到一套完整的计算机程序文件（可以是电子形式的文件）。

**A.3.2** 实验室的计算机程序文件应由实验室负责人或被指定专门负责此事的人员定期复核、审批。

**A.3.3** 应就出现火灾时或硬件/软件出现故障及其他意外事故时，为保护资料或计算机设备而必须采取的措施做出书面规定，并制定有效的实施办法。

**A.4 系统安全性**

**A.4.1** 计算机系统自身应建立严密、高效的安全防范和实时监控体系，防止有害程序的侵入。

**A.4.2** 应对计算机程序加以有效的保护，严格禁止非相关业务的操作，以防止由于操作疏忽或非法侵入而更改的破坏计算机程序。

**A.4.3** 应制订严格的制度，规定计算机使用权限。应明确规定分级授权，明确规定哪些计算机用户有权审核结果、更改结果、或改变计算机程序，并明确记录更改时间、内容及更改人。

**A.4.4** 如果通过实验室信息系统（LIS）可以接触到其他计算机系统的数据，应制定适

当的计算机防护措施，防止未经授权的用户通过 LIS 进入这些系统。LIS 不应危及其他系统内数据的安全性。

## **A. 5 数据输入和报告**

A. 5.1 应将在报告及视频材料中所显示的数据与最初的原始输入值相比较，以保证资料传输的完整准确，并定期检查资料的传输、储存以及处理过程中可能出现的错误。

A. 5.2 如果某一系统内保留有表格的多份副本（如存放于实验室信息系统），应定期对这些副本进行比较，以保证所使用的各副本之间的一致性。应建立相应的复制或比较程序。

A. 5.3 应建立规定，定期就计算机对原始数据的计算过程进行审核。

A. 5.4 LIS 输出的原始记录中应包括有直接用于测试的资料，实验室负责人应对实验室报告的内容和格式进行审批，以保证这些报告能够很好反映实验室的测试结果，并符合客户的需要。

A. 5.5 应定期对以人工或自动化的方式输入计算机的资料进行审核，在计算机最终接受并报告这些资料之前，验证它们的正确性。

A. 5.6 在计算机最终接受及发出报告之前，应该按照一个预设的数值范围对所有输入的测试结果进行核查，以发现异常的测试结果。

A. 5.7 报告系统中应提供关于样品质量中可能会影响测试结果准确性方面的备注，同时提供关于测试结果解释的备注。

A. 5.8 应建立一套审核机制，使实验室可以识别所有接触或修改原始资料、控制文件或计算机程序的每个人。

## **A. 6 资料检索与储存**

A. 6.1 实验室应规定在不同时限内，有关人员可检索查询所储存的相关客户测试结果及原始资料等。

A. 6.2 计算机应可以复制存档的全部测试结果。包括测试结果所附的任何标志、脚注或解释性备注，及当时所进行的测量不确定度评定等内容。

A. 6.3 有条件时，实验室应在网上提供查询检索实验室有关资料。

A. 6.4 数据存储媒体时，如磁带、磁盘、光盘等应正确标注、妥善保存，并预防各种损坏或未经授权的擅用。

A. 6.5 应建立有效的备份，防止在出现硬件或软件故障时丢失测试结果。

A. 6.6 应对计算机警报系统（通常是指监测硬件和软件运行的主机控制台）进行监视，并定期检验，以保证其正常工作。

## **A. 7 硬件与软件**

A. 7.1 实验室应指定专人维护计算机硬件与软件。

A. 7.2 对于计算机的每一硬件的维护保养，应有书面程序并保留完全的检修记录，以备随时查询。

A. 7.3 在每次备份/或储存资料文档后，均应对系统进行检查，以确保不会意外地改变系统参数。

A. 7.4 在系统备份的错误码应记录，同时注明所采取的纠正措施，并向实验室内有关负责人员报告。

A. 7.5 所有关于系统硬件及软件的变更均应进行检查、确认并全部记录归档，以确定

这些变更是可以接受的和适当的。

A. 7. 6 由实验室负责人或指定负责此项工作的有关人员，对向客户报出的测试结果的准确性、有效性负责；同时对审批计算机系统内任何可能影响结果准确的变更负责。

A. 7. 7 初次安装后，以及每次变更或修改后，均应检查程序是否正常运行，并验证其正确性。

A. 7. 8 程序的目、运行的方式以及与其他程序的相互关系等，均应给予清晰的说明。所做说明的详细程序，应足以支持计算机操作人员进行各种故障检查、系统修改或编程（如可能）。

A. 7. 9 应对接触计算机的人员进行培训，教会他们如何应用新的系统，以及如何修改旧的系统。

A. 7. 10 实验室应指派专人，在计算机出现明显故障时应立即向此人汇报。

## A. 8 系统维护

A. 8. 1 对暂时中止系统运行进行维护的时间安排，应以尽量不干扰为客户服务为准；

A. 8. 2 对于全部或部分系统进行关机或再启动的操作应有成文的程序，以保证资料的完整性和实验室服务的不间断性，并在再次启动后记录系统是否正常运行。

A. 8. 3 针对其他系统如 **internet** 和 **intranet** 等信息系统的中止运行期间，应有成文的应对程序，以确保检测资料的完整性。应有程序可以验证其他系统是否恢复运行并对资料文件进行升级更新。

A. 8. 4 对于系统所有计划外的中止运行，系统的退化时间（反应时间），以及其他的计算机总是应予以记录，包括故障原因和所采取的纠正措施。

A. 8. 5 应制定书面的突发事件处理计划，以规定在计算机系统发生故障时如何继续提供服务，保证及时有效地报告客户测试结果。

A. 8. 6 应保留常规维护记录，以备操作人员随时追踪有关计算机系统的任何操作。

## 参 考 文 献

- [1]ISO/DIS 15189.2-2002 医学实验室 质量和能力的具体要求
  - [2]GB/T 1.1-2000 标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写规划
  - [3]GB/T 20001.4-2001 标准编写规则 第4部分：化学分析方法
  - [4]JJF 1033-2001 计量标准考核规范
  - [5]JJF 1069-2000 法定计量检定机构考核规范
  - [6]JJF 1071-2000 国家计量校准规范编写规则
-

ICS 19.020

D 00

DZ

# 中华人民共和国地质矿产行业标准

DZ/T 0130.2-2006

代替 DZ 0130.13-1994

---

## 地质矿产实验室测试质量管理规范 第2部份：岩石矿物分析试样制备

The Specification of testing quality management  
For geological laboratories——  
Part 2: Preparation of rock and mineral samples

2006-06-05

2006-09-01 实施

中华人民共和国国土资源部 发布



## 前 言

DZ/T 0130-2006《地质矿产实验室测试质量管理规范》由 16 部分组成，本部分是 DZ/T 0130-2006 的第 2 部分。

本部分自实施之日起代替 DZ 0130.13-1994《地质矿产实验室测试质量管理规范 13. 岩矿分析试样制备规程》。

本部分与 DZ 0130.13-1994 相比主要变化如下：

——本部分名称改为“地质矿产实验室测试质量管理规范 第 2 部分：岩石矿物分析试样制备”；

——磷灰石的烘样粒度和烘样温度引用 GB/T 1868-1995 替代 GB 1869-1980；

——黄铁矿的烘样粒度和烘样温度引用 GB/T 2460-1996 替代 GB 2460-1981；

——编写“5. 金矿和铂族矿分析试样的制备”替代 DZ 0130.13-1994 的“13.4 金矿分析试样的制备”；

——在正文中，删除了“金矿制样流程图”和“制样过程及检查流程图”，在附录 A 中给出了“金矿样品碎样流程图”。

本部分的附录 A 为资料性附录。

本部分由中华人民共和国国土资源部提出。

本部分由全国国土资源标准化技术委员会地质矿产实验测试分技术委员会归口。

本部分主要起草人熊及滢、史本寿

本部分于 1994 年 3 月首次发布，本次为第一次修订。

# 地质矿产实验室测试质量管理规范

## 第 2 部分：岩石矿物分析试样制备

### 1 范围

本部分规定了地质矿产实验室岩石矿物分析试样制备质量管理的基本要求。

本部分适用于地质矿产实验室岩石矿物分析试样制备的质量管理。

### 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 1361 铁矿石分析方法总则及一般规定

GB/T 1868-1995 磷矿石和磷精矿 采样与样品制备方法

GB/T 2460-1996 硫铁矿和硫精矿 采样与样品制备方法

### 3 岩石矿物分析试样制备原则和样品的验收

#### 3.1 试样制备原则和要求

试样制备工作原则就是采用最经济有效的方法，将实验室样品破碎、缩分，制成具有代表性的分析试样。制备的试样应均匀并达到规定要求的粒度，保证整体原始样品的物质组分及其含量不变，同时便于分解。根据不同地质目的、不同矿种、不同测试要求，应采取不同的制样方法，确保试样制备的质量。

#### 3.2 样品缩分公式

将实验室样品制备成具有代表性的分析试样，需要进行多次破碎和缩分。缩分应遵循切乔特（Чечотт）经验公式，即：

$$Q = Kd^2$$

式中：

$Q$ ——样品最低可靠质量，单位为千克，kg；

$D$ ——样品中最大颗粒直径，单位为毫米，mm；

$K$ ——根据岩矿样品特性确定的缩分系数。

样品的  $K$  值应该由试验确定。它与岩石矿物种类、待测元素的品位和分布均匀程度以及对分析精密度、准确度的要求等因素有关。元素的品位变化愈大、分布愈不均匀、分析精密度要求越高者，则  $K$  值愈大。各种主要岩石矿物的  $K$  值见表 1，各种筛孔直径（ $d$ ）及不同  $K$  值情况下的  $Q$  值，参见表 2。

#### 3.3 样品的验收

3.3.1 客户送样时应填写委托书一式两份，委托书内容应包括送样编号、样品名称、样品状态、分析项目、 $K$  值、要求完成日期和其他应明确的约定事项，并有客户签字。物相分析样品应附相应的岩矿鉴定资料。

表 1 主要岩石矿物的缩分系数（ $K$  值）

| 岩石矿物种类   | K 值        |
|--|------------|
| 铁、锰（接触交代、沉积、变质型）                               | 0.1 ~ 0.2  |
| 铜、钼、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、钨、钼、锂、铯、钷及稀土元素                             | 0.1 ~ 0.5  |
| 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                                | 0.02       |
| 重晶石（萤石重晶石、硫化物重晶石、铁重晶石、粘土晶石）                    | 0.2 ~ 0.5  |
| 注 1：金和铂族分析样品执行本规范“5 金矿和铂族矿物检测试样的制备”            |            |
| 注 2：表 1 中未列入的岩石矿物，在未进行或不必要进行试验时，可以按照 K=0.2 执行。 |            |

表 2 d、Q 与 K 的对应值

| 筛号（网目） | d/mm  | Q 值/kg |       |       |        |        |        |
|--------|-------|--------|-------|-------|--------|--------|--------|
|        |       | 0.05   | 0.1   | 0.2   | 0.3    | 0.4    | 0.5    |
| 3      | 6.35  | 2.016  | 4.032 | 8.065 | 12.097 | 16.129 | 20.161 |
| 4      | 4.76  | 1.133  | 2.266 | 4.532 | 6.798  | 9.063  | 11.329 |
| 5      | 4.00  | 0.800  | 1.600 | 3.200 | 4.800  | 6.400  | 8.000  |
| 6      | 3.38  | 0.571  | 1.142 | 2.285 | 3.427  | 4.570  | 5.712  |
| 7      | 2.83  | 0.400  | 0.801 | 1.602 | 2.403  | 3.204  | 4.004  |
| 8      | 2.38  | 0.283  | 0.566 | 1.133 | 1.699  | 2.266  | 2.832  |
| 10     | 2.00  | 0.200  | 0.400 | 0.800 | 1.200  | 1.600  | 2.000  |
| 12     | 1.68  | 0.141  | 0.282 | 0.564 | 1.847  | 1.129  | 1.411  |
| 14     | 1.41  | 0.099  | 0.199 | 0.398 | 0.596  | 0.795  | 0.994  |
| 16     | 1.19  | 0.071  | 0.142 | 0.283 | 0.425  | 0.566  | 0.708  |
| 18     | 1.00  | 0.050  | 0.100 | 0.200 | 0.300  | 0.400  | 0.500  |
| 20     | 0.84  | 0.035  | 0.071 | 0.141 | 0.212  | 0.282  | 0.353  |
| 25     | 0.71  | 0.025  | 0.050 | 0.101 | 0.151  | 0.202  | 0.252  |
| 30     | 0.59  | 0.017  | 0.035 | 0.070 | 0.104  | 0.139  | 0.174  |
| 35     | 0.50  | 0.013  | 0.025 | 0.050 | 0.075  | 0.100  | 0.125  |
| 40     | 0.42  | 0.009  | 0.018 | 0.035 | 0.053  | 0.071  | 0.088  |
| 50     | 0.297 | 0.004  | 0.009 | 0.018 | 0.026  | 0.035  | 0.044  |
| 60     | 0.250 | 0.003  | 0.006 | 0.013 | 0.019  | 0.025  | 0.031  |
| 70     | 0.210 | 0.002  | 0.004 | 0.009 | 0.013  | 0.018  | 0.022  |
| 80     | 0.177 | 0.002  | 0.003 | 0.006 | 0.009  | 0.013  | 0.016  |
| 100    | 0.149 |        |       |       |        |        |        |
| 120    | 0.125 |        |       |       |        |        |        |
| 140    | 0.105 |        |       |       |        |        |        |
| 150    | 0.100 |        |       |       |        |        |        |
| 160    | 0.097 |        |       |       |        |        |        |
| 200    | 0.074 |        |       |       |        |        |        |

|                          |  |  |  |  |  |  |  |
|--------------------------|--|--|--|--|--|--|--|
|                          |  |  |  |  |  |  |  |
| 注：本表引自《岩石分析碎样规程（试行）》表 3。 |  |  |  |  |  |  |  |

- 3.3.2 实验室接收样品人员应按委托书逐一对照验收样品。凡样品与送样单不符、样品规格不符合要求、实验要求不明确或不合理、编号不清楚、出现缺样或样品编号重复等情况，接受人员应向客户（或客户代理人）提出，协商解决，并在两份送样单上注明。送样单修改处应有客户（或客户代理人）的签名。
- 3.3.3 用布袋或纸袋包装的样品，在袋上应有清晰的编号，并在袋内装有样品标签。样品在运送途中因震动、挤压、受潮而使包装袋破碎，样品互相混杂或样品编号不清者，不能验收。
- 3.3.4 经过清点验收，样品符合要求，由实验室样品接受人员在两分送样单上签名并注明收样日期，一份交客户保存，另一份留存实验室。
- 3.3.5 样品经验收后，实验室管理人员应在送样单上编写批号和各样品的实验室分析编号，并进行登记。实验室的批号和分析编号应具不可重复性。

4 一般岩石矿物分析试样的制备

分析试样的制备原则上可分为三个阶段：即粗碎、中碎和细碎。每个阶段又包括破碎、过筛、混匀和缩分四道工序。根据实验室样品的粒度和样品质量的情况，试样制备过程中应留存相应的副样。样品的烘样温度和最终破碎粒度见表 3，一般岩石矿物分析试样的制备流程见图 1。

实验室可以根据用户送来的实验室样品的粒度、样品的质量大小以及自身碎样设备的具体情况，确定分析试样制备的阶段和工序。样品质量较小，粒度较细或者自身碎样设备具有连续破碎缩分功能时，实验室也可以省略上述三个阶段中的粗碎或中碎阶段或省略某个阶段中的缩分工序。但是无论采用哪几个步骤和工序制备分析试样，均必须保证分析试样对实验室样品的代表性，采用自动缩分时，必须保证符合切乔特缩分公式的要求。

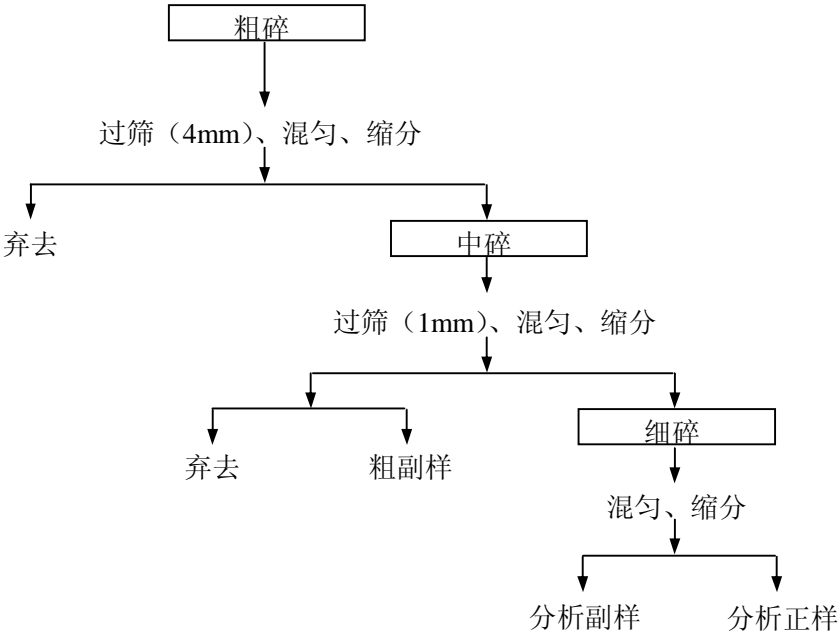


图 1 一般岩矿分析试样制备流程图

表 3 各类岩石矿物样品烘样温度和分析样品粒度要求

| 岩矿样品种类    | 碎后粒度/mm     | 烘样温度/℃ | 备注 |
|-----------|-------------|--------|----|
| 花岗岩等各种硅酸盐 | 0.097~0.074 | 105    |    |

|             |             |                      |                                  |
|-------------|-------------|----------------------|----------------------------------|
| 石灰石、白云石、明矾石 | 0.097       | 105                  | GB/T 1868-1995<br>GB/T 2460-1996 |
| 石英岩         | 0.074       | 105                  |                                  |
| 高岭土、粘土      | 0.097-0.074 | 不烘样、校正水分             | GB/T 1361-1978                   |
| 磷灰石         | 0.125       | 105~110              |                                  |
| 黄铁矿         | 0.149       | 100~105 或不烘样校正水分     | GB/T 1361-1978                   |
| 硼矿          | 0.097       | 60                   |                                  |
| 石膏          | 0.125       | 55                   | GB/T 1361-1978                   |
| 芒硝          | 0.250-0.177 | 不烘样、校正水分             |                                  |
| 铁矿          | 0.097-0.074 | 105~110              | GB/T 1361-1978                   |
| 锰矿          | 0.097       | 不烘样、校正水分             |                                  |
| 铬铁矿、钛铁矿     | 0.074       | 105                  | GB/T 1361-1978                   |
| 铜矿、铜锌矿      | 0.097       | 60~80                |                                  |
| 铝土矿         | 0.097-0.074 | 105                  | GB/T 1361-1978                   |
| 钨矿、锡矿       | 0.097-0.074 | 105                  |                                  |
| 铋矿、锑矿、钼矿、砷矿 | 0.097       | 60~80                | GB/T 1361-1978                   |
| 镍矿、钒矿、钴矿    | 0.097       | 105                  |                                  |
| 汞矿          | 0.149       | 不烘样                  | GB/T 1361-1978                   |
| 金、银、铂族      | 0.074       | 60~80（金和铂族测试样品可以不烘样） |                                  |
| 铀矿          | 0.097-0.074 | 105                  | GB/T 1361-1978                   |
| 油页岩         | 0.250-0.177 | 不烘样                  |                                  |
| 地球化学样品      | 0.097-0.074 | 60 <sup>a</sup>      | GB/T 1361-1978                   |
| 物相分析、亚铁测定   | 0.149       | 不烘样                  |                                  |
| 稀有元素矿       | 0.097       | 105                  | GB/T 1361-1978                   |
| 金红石         | 0.097       | 105                  |                                  |
| 蛇纹岩、滑石、叶腊石  | 0.097       | 105                  | GB/T 1361-1978                   |
| 天青石、重晶石、萤石  | 0.097       | 105                  |                                  |
| 岩盐样品        | 0.149       | 不烘样、校正水分             | GB/T 1361-1978                   |
| 单矿物样品       | 0.074       | 105                  |                                  |
| 炭质页岩        | 0.097       | 105                  | GB/T 1361-1978                   |
| 混质页岩        | 0.125       | 105                  |                                  |

a 不允许超过此温度。

## 5 金矿和铂族矿分析试样的制备

### 5.1 金矿样品的特性

金在矿石中往往可能以自然金状态存在，嵌布极不均匀，且富有延展性，所以给试样制备造成困难。

### 5.2 金矿样品的缩分

由于金矿样品中基岩母质与金粒不能同步破碎，用基岩的最大颗粒直径代替金粒最大颗粒直径是不适合的。除微细粒级型金矿样品外，样品缩分不应该采用切乔特公式，每一矿区的样品，应经试验确定金粒度级别后，再确定其缩分程序。

### 5.3 金矿分析试样的制备流程

金矿试样的制备应根据自然金在样品中粒度的分布情况，制定不同流程式，并兼顾不同的分析取样量。流程中的关键是确定第一次缩分时的试样粒度，有条件的矿区，应通过试验研究求得。

#### 5.3.1 微细粒型金矿样品、普查捡块和零星金矿样品

制样流程应当采用一般岩矿样品制样流程， $K$ 值选用 0.8，第一次缩分试样的粒度应小

于 0.84mm。

5.3.2 其他金矿样品

可以根据样品中金的赋存状态和金颗粒大小，参考资料性附录 A3，制定具体的试样制备方法。如采用人工重砂，筛上筛下分别测试金品位的方法时，重砂尾矿和筛下物的破碎按照一般金矿的制备方法进行。

5.3.3 金粒度级别的划分

为了金矿试样制备的需要，根据样品中自然金的不同粒度而划分为加工难易不一的不同级别，具体划分见表 4。

表 4 金粒度级别划分表

| 自然金粒度/mm                                      | 按粒级分 | 按加工难易分 |
|---|------|--------|
| 全部 < 0.07                                     | 微粒金矿 | 极易碎    |
| 全部 < 0.07                                     | 细粒金矿 | 易碎     |
| < 0.07 占 80%以上，0.07~0.3 占 20%以内               | 中粒金矿 | 可碎     |
| < 0.07 占 70%左右，0.07~0.3 占 20%左右，0.3~0.5 占 10% | 粗粒金矿 | 难碎     |
| < 0.07 占 70%以内，> 0.3 占 30%以上                  | 巨粒金矿 | 极难碎    |

注：上述统计是按自然金的颗粒数计算的，若换算为质量比，则粗粒所占的比例更大。

5.3.4 金粒度的判定可以根据实验室的具体情况制定适宜的办法，也可以参考附录 A 推荐的方法制定。

5.4 金矿制样质量的简易判别

金矿分析试样制备的是否均匀和具体代表性，除按总的制样质量检查办法进行外，还可利用分析副样进行简易判别制样质量如何。

取金含量为  $(10\sim50)\times 10^{-6}$  的试样几件，每件样分析测定三份以上，全部分析测定由一人在条件一致的情况下平行进行。最后统计每件样品的三份以上分析结果精密度，如分析结果极差值超差，应查找原因和改进制样流程。

对于零星拣块样，应采用不少于三份样品分析结果的平均值作为分析结果报出。

5.5 铂族矿分析试样的制备

铂族矿分析试样的设备，同金矿试样的制备。

6 特殊岩石矿物分析试样的制备

6.1 黄铁矿和测定亚铁分析试样的制备

将中碎后通过 1.00mm 筛的试样直接用棒磨细碎机细碎。如采用圆盘细碎机时，不能将磨盘调得太紧，以免磨盘发热引起试样在磨样过程中氧化变质。如磨样时间长，引起磨盘发烫时，必须将磨盘冷却后再继续加工。要求制备的分析试样最后粒度只需通过 0.149mm（100 目）筛，黄铁矿副样应装入玻璃瓶中蜡封保存。测定亚铁的分析试样不烘样。铬铁矿中 FeO 的测定样品，应粉碎到 0.074mm。

6.2 铬铁矿分析试样

破碎铬矿时，应避免铁质混入，可用高强度锰钢磨盘或镶合金磨盘加工，然后分取少量试样用三头研磨机玛瑙研细至 0.074mm。

6.3 玻璃及陶瓷原料所用的石英砂、石英岩、高岭土、粘土、瓷土等分析试样

这类试样制备过程中不能使用铁制工具，以免引进铁质。对石英岩，若较致密、坚硬不易破碎，可将样品在 800℃ 以上的烧约 1h，然后迅速将灼热的样品放入冷水中骤冷，使试样疏松，易于破碎，样品从水中取出风干后，再进行粗碎。

6.4 岩盐、芒硝、石膏分析试样

芒硝、岩盐和含有芒硝、岩盐的石膏样品，各项分析结果均应以湿基原样为计算标准。为避免样品中水分的损失，样品应尽可能就地、及时制样和分析。若送样路途较远，送样时间较长，样品应瓶装、密封、尽快送出，实验室收样开瓶后，应立即粗碎，迅速装入干净的

搪瓷盘中，称重，然后放入干燥箱中，于（40~50）℃烘 6h-8h（样品很湿时还可以延长），烘干后称重，计算样品在此过程中失去的水分。即

$$w(H_2O) = \frac{\text{原样质量} - \text{烘干后样质量}}{\text{原样质量}}$$

此后，继续按一般样品加工制备，但在破碎和缩分过程中，也应防止水分变化而尽可能将工作在短时间内连续进行，试样制好后应尽快装瓶，以免吸收水分。

石膏样品的制样粒度为 0.125mm（120 目），对不含芒硝、岩盐的于 55℃烘样 2h；对含有芒硝、岩盐的则不烘样，立即装入瓶内。

岩盐样品，制样粒度为 0.149mm（100 目）。

上述样品均应留粗副样，装入玻璃瓶中，盖严蜡封保存。

### 6.5 云母、石棉分析试样

云母、石棉试样制备时，可先用剪刀剪碎，然后在玛瑙研钵中磨细，也可以先灼烧使云母变脆，然后粉碎、混匀，但不烘样。纯度不高的石棉、云母样品，可按一般岩矿分析试样进行制备，采用棒磨细碎机细碎至 0.125mm。

### 6.6 沸石分析试样

沸石样品经中碎全部通过 0.84mm 后，需留 800g 左右试样，缩分出一半作为副样保存，另一半再缩分为两份，一份 A 样过筛后作为吸钾分析试样，另一份 B 样加工后作为阳离子总交换容量及化学分析用试样。

吸钾分析试样因分析需用 0.84mm-0.42mm（20-40 目）的试样，将 A 样过 0.42mm 筛，筛上试样一次不要放得太多，以免筛上留存小于 0.42mm 细粒试样，最后筛上 0.84mm-0.42mm 的试样应小于过筛试样的 10%，取筛上试样供吸钾分析用，筛下试样弃去。不烘样。

阳离子总交换容量分析试样，将 B 样细碎至全部通过 0.105mm（140 目）筛，缩分为两份，一份样品为测定阳离子总交换容量的分析试样，另一份为化学分析试样。化学分析试样继续粉碎通过 0.074mm 筛，不烘样，分析后校正水分。沸石吸水性很强，副样应装瓶封或放在塑料袋中密封保存。

### 6.7 膨润土分析试样

样品粗碎前，应在干燥箱内于 105℃烘干，然后取出尽快地进行粗碎和中碎。通过 1.00mm 筛后，留副样，装入塑料瓶（袋）中密封保存。正样倒入干净的搪瓷盘中，再于 105℃烘干，继续进行细碎通过 0.074mm 筛，备作可交换阳离子和交换总量、脱色率、吸蓝量、胶质价、膨胀容、pH 值等测试项目用。

### 6.8 物相分析试样

物相分析对试样的粒度要求较严，颗粒应尽量均匀一致。在制样时不能一次磨细，磨盘不可调得太紧，应逐步破碎，多次过筛，以免试样产生过细颗粒。一般物相分析试样过 0.149mm（100 目）筛，不烘样。如含硫化物高时，应用手工磨细或用棒磨细碎机细碎。

金红石、硅灰石的物相分析试样应过 0.097mm（160 目）筛。

### 6.9 单矿物分析试样

单矿物样品质量很小（特别是稀有元素单矿物），所以在破碎时不能玷污，不能损失，必须在玛瑙研钵中压碎和磨细至 0.074mm（200 目）。

### 6.10 组合分析试样

每个勘探矿区采样分析进行到一定程序后，需要提出一定数量的组合分析样，测定其基本分析项目中未测定的有益元素和有害杂质。组合样是由几件或几十件样组合而成，组合的方法我为按采样长度比计算出每件单样应称取的量。计算方法为：

单样（g）=[单样长度（cm）/组合长度（cm）]×组合样质量（g）

一般组合样的质量不少于 200g。由于试样是由粒度细和件数较多的单样所组合，量又

较大，仅在橡皮布上不易混匀，有的试样因存放过久会有结块现象，为此，可采用将圆盘细碎机磨盘调的较松一些，把组合后的试样先细碎一次，然后选用比原样粒度粗一点筛子过筛，使试样松散，再充分混匀、缩分、粉碎至分析所需粒度，另一简单方法是将组合好的试样直接进入或烘干后装入棒磨筒中，棒磨至分析所需粒度。如不需对组合样继续粉碎，也可用棒磨磨样约半小时初步混匀。

#### 6.11 水系沉积物和土壤试样

水系沉积物和土壤样细碎加工的粒度要求达到-0.074mm（200目）。符合粒度要求的试样质量应不少于加工前试样质量的90%，凭手感检查试样是否达到-0.074mm（200目）的粒度，不需过筛。

### 7 分析试样制备的质量检查

#### 7.1 制样损耗率的要求

分析试样在制样全过程中，应尽量减少样品损失。但是粗碎时的样品的蹦跳，细碎时排风除尘和制样机粘结残留都可能使一部分试样损耗，样品损耗将影响试样质量。

按粗碎、中碎、细碎三个阶段分别计算损耗率，要求粗碎阶段损耗率低于3%、中碎阶段低于5%和细碎阶段低于7%。

计算式为：

$$\text{损耗率}(\%) = \frac{\text{原样样或最后缩分留样}(g) - \text{碎筛筛后重}(g)}{\text{原样样或最后缩分留样}(g)} \times 100$$

各个阶段的制样损耗率不得低于上述要求，如低于此标准应从制样过程中查找原因，特别注意排风量的大小。细碎时排风量过大，造成密度较高的金属矿物部分相对富集，降低了制样的代表性。

#### 7.2 制样中质量差的要求

试样缩分时，每次缩分后两部分试样之质量差不得大于缩分前试样质量的3%。缩分质量差的计算如下式：

$$\text{缩分质量差}(\%) = \frac{|\text{留样重}(g) - \text{弃样重}(g)|}{\text{缩分前样重}(g)} \times 100\%$$

#### 7.3 试样制备的内部抽查制样质量和样品的过筛检查

对于普查，详查和勘探矿区的分析试样，在第一批试样制时，应抽取20~30件的试样进行内部检查。大型矿，样品抽相映成趣应不少于30件；中型矿，应不少于20件。

制备检查试样应在基本样碎完后再通知进行，以防止将基本样与抽查样合在一起重新混匀后再加工。

抽查制样质量的方法为：由测试管理人员确定检查的样号，样品应于第一次缩分后，在原要弃去的一半样品中抽取，每30~50件试样抽查一个。待基本样碎完后，测试管理人员通知制样组抽查的样品编号，未被抽查的试样弃去，抽查的试样按正样要求的制样流程进行加工，并将此份抽查的分析试样和正样分析试样一同送交进行主要分析项目的测定。依相应的允许限判断单项分析质量，之后统计抽查试样分析项目的合格率（合格率计算方法见DZ/T 0130.3中附录B），分矿区进行统计，合格率应不低于90%。合格率低于90%时，应停止试样制备工作，检查试样制备过程中各个环节，排除造成试样制备不合格的因素，并重新抽查制样质量直至合格率达到要求。

对普查、详查和勘探矿区的分析试样在整个制样过程中，应抽取3~5%的试样进行各粒级副样或分析正样的过筛检查，抽查试样应不少于30件。

试样粒度检查应在试样制备完成后，由测试管理人员通知制样组抽查试样的编号，提取各粒级副样或分析正样，按照规定的筛号（网目）过筛，过筛率达到95%为合格。



$$\text{过筛率}/(\%) = \frac{\text{通过规定网目的样品质量}}{\text{过筛前样品总质量}} \times 100\%$$

#### 7.4 岩矿分析试样制备原始记录要求

试样制备的全过程，应随时填写“岩石矿物分析试样制备原始记录”（见附录 A 表 A.1），填写应认真、数据正确、情况真实、称量准确，不允许事后补记。如无试样制备原始记录，应视为制样质量不合格。

制样完成后，制样原始记录和分析原始记录一同归档保存，以便核查。

## 附录 A

### (资料性附录)

#### A.1 岩石矿物分析试样制备原始记录表 (见表 A.1)

表 A.1 分析试样制备原始记录

批次\_\_\_\_\_ K 值\_\_\_\_\_ 烘样温度\_\_\_\_\_℃ 年 月 日

| 实验室<br>编号 | 原样<br>编号 | 送样<br>单位 | 样品<br>名称 | 原样<br>质量 /<br>% | 粗碎（目）           |                    |                     |               |                     |               |                 |                    |                     |               |                     |               |                     |               |          |  |                      | 粗<br>副样<br>包装 | 细碎（目）           |                    |                          | 制样人<br>签名 |  |  |  |  |  |  |
|-----------|----------|----------|----------|-----------------|-----------------|--------------------|---------------------|---------------|---------------------|---------------|-----------------|--------------------|---------------------|---------------|---------------------|---------------|---------------------|---------------|----------|--|----------------------|---------------|-----------------|--------------------|--------------------------|-----------|--|--|--|--|--|--|
|           |          |          |          |                 | 筛后<br>质量 /<br>% | 损<br>耗<br>率 /<br>% | 一次<br>缩分            |               | 二次<br>缩分            |               | 筛后<br>质量 /<br>% | 损<br>耗<br>率 /<br>% | 一次<br>缩分            |               | 二次<br>缩分            |               | 三次<br>缩分            |               | 四次<br>缩分 |  | 粗<br>副样<br>质量 /<br>% |               | 筛后<br>质量 /<br>% | 损<br>耗<br>率 /<br>% | 分<br>析<br>样<br>质量 /<br>g |           |  |  |  |  |  |  |
|           |          |          |          |                 |                 |                    | 留<br>样<br>质量 /<br>% | 误<br>差 /<br>% | 留<br>样<br>质量 /<br>% | 误<br>差 /<br>% |                 |                    | 留<br>样<br>质量 /<br>% | 误<br>差 /<br>% | 留<br>样<br>质量 /<br>% | 误<br>差 /<br>% | 留<br>样<br>质量 /<br>% | 误<br>差 /<br>% |          |  |                      |               |                 |                    |                          |           |  |  |  |  |  |  |
|           |          |          |          |                 |                 |                    |                     |               |                     |               |                 |                    |                     |               |                     |               |                     |               |          |  |                      |               |                 |                    |                          |           |  |  |  |  |  |  |
|           |          |          |          |                 |                 |                    |                     |               |                     |               |                 |                    |                     |               |                     |               |                     |               |          |  |                      |               |                 |                    |                          |           |  |  |  |  |  |  |
|           |          |          |          |                 |                 |                    |                     |               |                     |               |                 |                    |                     |               |                     |               |                     |               |          |  |                      |               |                 |                    |                          |           |  |  |  |  |  |  |
|           |          |          |          |                 |                 |                    |                     |               |                     |               |                 |                    |                     |               |                     |               |                     |               |          |  |                      |               |                 |                    |                          |           |  |  |  |  |  |  |
|           |          |          |          |                 |                 |                    |                     |               |                     |               |                 |                    |                     |               |                     |               |                     |               |          |  |                      |               |                 |                    |                          |           |  |  |  |  |  |  |
|           |          |          |          |                 |                 |                    |                     |               |                     |               |                 |                    |                     |               |                     |               |                     |               |          |  |                      |               |                 |                    |                          |           |  |  |  |  |  |  |
|           |          |          |          |                 |                 |                    |                     |               |                     |               |                 |                    |                     |               |                     |               |                     |               |          |  |                      |               |                 |                    |                          |           |  |  |  |  |  |  |

#### A.2 金粒度的判定

##### 1 重砂法

本方法即通常的人工重砂方法。将颚式破碎机破碎原样全部通过 1.00mm (18 目) 筛后, 缩分一半继续加工为分析试样; 另一半作人工重砂, 进行试样中自然金粒度分布情况的测定, 每一个矿区或矿点多做几件样品, 以提高金粒度测定结果的代表性。对重要的零星样品也可采用此方法, 以判断分析结果的可信度。

##### 2 筛上残金比法

对已有分析结果的原分析副样 (0.074mm), 按不同金的含量即  $30 \times 10^{-6}$  以上高含量的 ( $5 \sim 30$ )  $\times 10^{-6}$  中等含量的和 ( $1 \sim 5$ )  $\times 10^{-6}$  低含量的试样各抽取 3 件发言权上, 准确称取此试样 40g~80g, 采用震动筛机过筛或水析过筛, 待筛上残留试样量尚剩余 1.5g~3.5g 范围时, 将筛上试样取下烘干称重, 称重后筛上试样一次并全部进行分析, 然后按下式计算筛上残金比。

设: [筛上试样量 (g) / 准确称取的试样量 (g)]  $\times 100 = A$

[筛上试样全部金量 ( $\mu g$ ) / (准确称取试样量 (g)  $\times$  试样分析结果 ( $\times 10^{-6}$ ))]  $\times 100 = B$

根据表 A.2 的 B/A 比值, 判定试样中金的粒度。

表 A.2 金矿筛上残金比表

| B/A                                      | 金粒级的判定 | 加工难易  |
|--|--------|-------|
| <1.5                                     | 微、细粒级  | 易碎    |
| 1.5~4.0                                  | 中粒级    | 可碎    |
| >4.0                                     | 粗或巨粒级  | 难或极难碎 |
| 注: 应根据试验样品的多数比值趋势而判定, 不可就低不就高或简单平均计算而判定。 |        |       |

### A.3 金矿样品碎样流程图（见图 A.1）

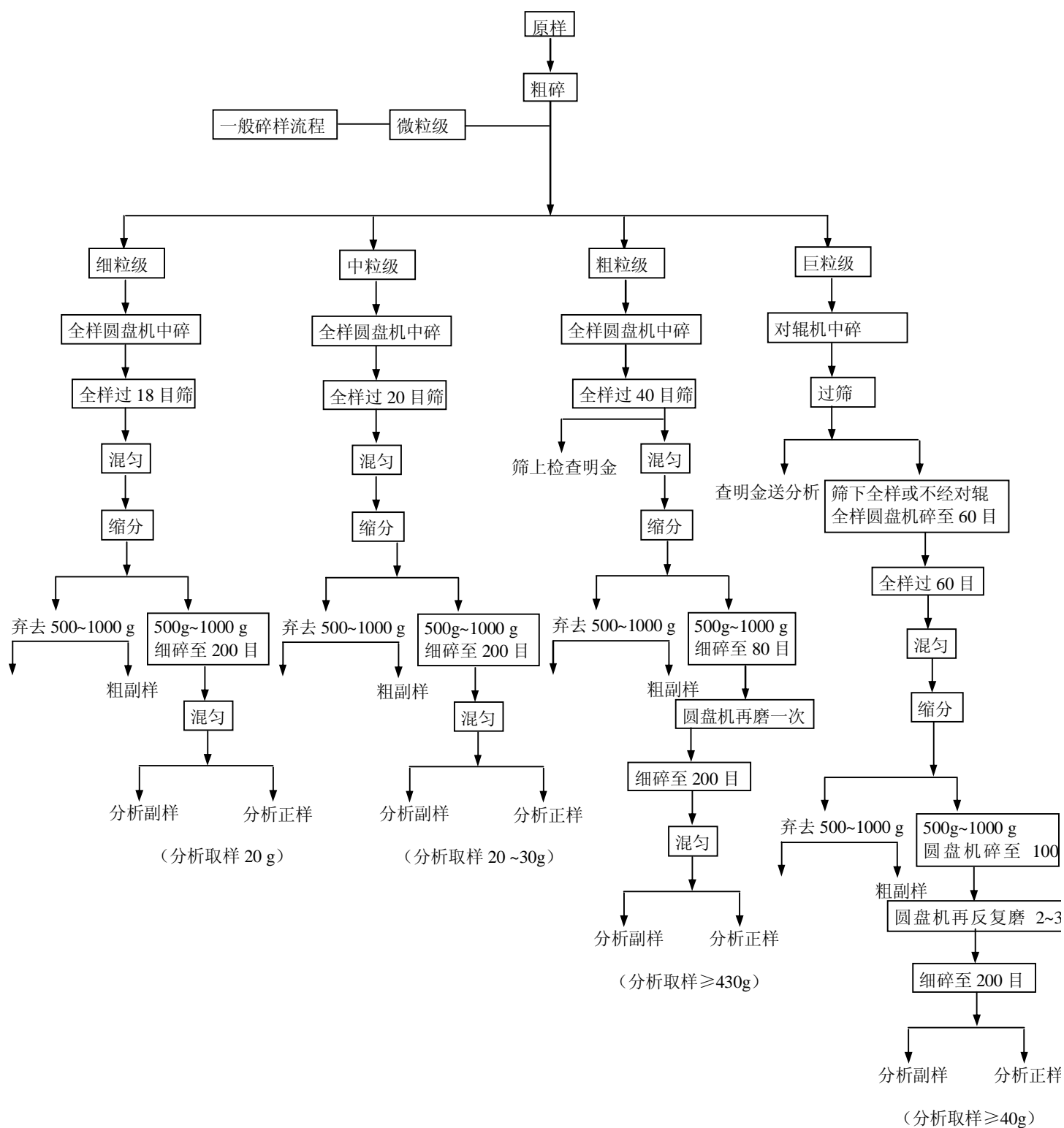


图 2 金矿样品碎样流程图

# 中华人民共和国地质矿产行业标准

DZ/T 0130.3-2006

代替 DZ 0130.13-1994

---

## 地质矿产实验室测试质量管理规范 第3部份：岩石矿物样品化学成分分析

The Specification of testing quality management  
For geological laboratories——  
Part 3: Chemical components analysis of rock and mineral samples

2006-06-05

2006-09-01 实施

中华人民共和国国土资源部 发布

前 言

DZ/T0130-2006《地质矿产实验室测试质量管理规范》由16部分组成。本部分是DZ/T0130-2006的第3部分。

本部分自实施之日起代替DZ0130-1994《地质矿产实验室测试质量管理规范 3.0 岩矿分析质量要求和检查办法》。

本部分与DZ0130.3-1994相比主要变化如下：

——本部分名称改为“地质矿产实验室测试质量管理规范第3部分：岩石矿物样品化学成分分析”；

——增加了前言、术语和定义及符号、规范性引用文件等内容；

——在“4.基本要求”章节中涵盖了DZ0130.3-1994中3.2~3.6的内容；

——依据全国矿产储量委员会制订的《地质矿产实验测试质量管理暂行规定》，在DZ0130.3-1994中3.5.2.2“岩石矿物允许相对双差计算公式”的基础上，建立了“岩石矿物试样化学成分重复分析相对偏差允许限”数学模型，贵金属矿物试样单独建立了重复分析相对偏差允许限的数学模型；

——应用了测量不确定度的概念；

——不再采用“双差”这一概念；

——不再使用“岩石矿物允许相对双差计算方式”。

本部分的附录A和附录B为规范性附录，附录C为资料性附录。

本部分由中华人民共和国国土资源部提出。

本部分由全国国土资源标准化技术委员会地质矿产实验测试分技术委员会归口。

本部分由国家地质实验测试中心、武汉综合岩矿测试中心和成都岩矿测试中心负责起草。

本部分主要起草人：尹明、王苏明、叶家喻、王祖荫、周金生、杨乐山、熊及滢

本部分于1994年3月首次发布，本次为第一次修订。

# 地质矿产实验室测试质量管理规范

## 第 3 部分：岩石矿物样品化学成分分析

### 1 范围

本部分规定了地质矿产实验室岩石矿物样品化学成分分析质量管理的基本要求。

本部分适用于地质矿产实验室岩石矿物样品化学成分分析的质量管理。

### 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本部分，然而，鼓励根据本部达成协议各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本部分。

ISO 5725 测量方法与结果的准确度（正确度和精密度）

ISO 指南 32 分析化学中的校准及有证标准物质的应用

ISO 指南 33 有证标准物质的应用

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用试剂及制品的制备

GB/T 4091 常规控制图

GB/T 6682 分析实验室用水规格的试验方法

GB/T 14505 岩石和矿石化学分析方法 总则及一般规定

JJF 1059 测量不确定度评定与表示

### 3 术语、定义及符号

#### 3.1

**检出限** detection limit

检出限（L）是指某特定方法在给定的置信度内可以从试样中检出待测物质的最小浓度或最小量。

#### 3.2

**测定限** determination limit

测定限为定量分析的两端，分别为测定下限和测定上限。

测定下限是指在测定误差能满足预定要求的前提下，用特定方法能够准确地定量测定待测试样的最小浓度或量。

测定上限是指在限定误差能满足预定要求的前提下，用特定方法能够准确地定量测定待测试样的最大浓度和量。

注 1：有效测量范围亦称量佳测量范围，系指在限定误差能满足预定要求的前提下，特定方法的测定下限至测定上限之间的浓度范围。在此范围内能够准确定量测定待测试样的浓度或量。

注 2：方法适用范围是指某一特定方法的测定下限至测定上限之间的浓度范围。显然，有效测量范围应小于方法适用范围。

#### 3.3

**空白试验** blank test

空白试验又叫空白测定。不加试样，使用与试样相同量的相同试剂，按照相同的分析步骤进行试验。

#### 3.4

**基本效应** matrix effect

试样中所有共存组分对待组分干扰效应的总和。

#### 3.5 校正曲线 calibration curve

校正曲线是用于描述待测试样中某组分的浓度或量与相应的测量仪器的响应量或其他指示量之间的定量关系的曲线。

注 1: 校准曲线包括“工作曲线”(绘制工作曲线的标准溶液的分析步骤与样品分析步骤完全相同)和“标准曲线”(绘制曲线制的标准溶液的分析步骤与样品分析步骤相比有所省略,如省去样品的前处理)。

注 2: 测量中常用校准曲线的直线部分。某一方法的标准曲线的直线部分所对应的待测试样的浓度或量的变化范围,称为该方法的线性范围。

### 3.6

#### **加标回收率** recovery ratio of standard addition

在测定试样的同时,于同一试样的子样中加入一定量的已知标准进行测定,将其测定结果扣除样品的测定值,计算回收率。

回收率(%)=[(加标试样测得量-试样测得量)/加标量]×100%

### 3.7

#### **平均值** average

平均值( $\bar{X}$ )为n次测量数据的算平均值。
$$\bar{X} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n X_i$$

### 3.8

#### **误差** error

误差(E)表示测定结果(X)与真实值( $X_T$ )之间的差值。

单次测定结果的误差为:  $E_i = X_i - X_T (i=1, 2, \dots, n)$

注 1: 由于真值不能确定,实际上用的是约定真值。

注 2: 当有必要与相对误差相区别时,此术语有时称为绝对误差,注意不要与误差的绝对值相混淆,后者为误差的模。

### 3.9

#### **相对误差** relative error

相对误差(RE)表示误差(E)在真实值( $X_T$ )中所占的百分率。

$$RE = \frac{E}{X_r} \times 100\% (i=1, 2, \dots, n)$$

### 3.10

#### **偏差** deviation

偏差(D)表示在多次重复测定中,单次测定结果( $X_i$ )与各次平均结果( $\bar{X}$ )之间的差值:

$$D_i = X_i - (\bar{X}) (i=1, 2, \dots, n)$$

注: JJF1001-1998 定义为一个值减去其参考值。

### 3.11

#### **相对偏差** relative deviation

相对偏差(RD)表示单次测定结果的偏差在平均值中所占的百分率。

$$RD = \frac{D}{\bar{X}} \times 100\% = \frac{X_i - \bar{X}}{\bar{X}} \times 100\% (i=1, 2, \dots, n)$$

### 3.12

#### **控制图** control chart

控制图是对过程质量加以测定、记录,并进行控制管理的一种用统计方法设计的图。图

上有中心线 (CL, control line)、上控制限 (UCL, upper control limit) 和下控制限 (LCL, lower control limit), 并有按时间顺序抽取的样本统计量数值的描点序列, UCL、CL 与 LCL 统称为控制线 (control limit)。

3.13

#### **允许限**

允许限 (Y) 为规定的界限值。

$Y_B$ ——标准物质分析结果相对误差允许限;

$Y_C$ ——岩石矿物试样化学成分重复分析相对偏差允许限;

$Y_G$ ——贵金属试样化学成分重复分析相对偏差允许限。

注: 允许限的确定方法一般为统计方法或主管部门根据需要制定。

### **4 基本要求**

#### **4.1 实验室样品验收和制备**

执行 DZ/T 0130.1 和 DZ/T 0130.2 的规定。

#### **4.2 分析方法选择**

执行 DZ/T 0130.1 中 5.2 的规定, 还应考虑:

1) 根据岩石矿物种类和特性选择分析方法。

2) 同一组分有两个或两个以上分析方法时, 应根据试样的基体组成和待测组分含量大致范围选择适宜的分析方法。测量值应在使用分析方法的有效测量范围之内。

3) 物相分析的分析方法, 应根据采样矿区的具体特点, 进行方法试验后确定。方法确认执行 DZ/T 0130.1 中 5.2.5 的规定。

4) 在能确保分析质量和客户要求的前提下, 应当使用准确、快速、先进的分析方法。

5) 校准曲线点数、各点浓度水平、空白试验等均应合理、有效。

6) 对基体效应和干扰影响, 应采用有效的消除方法。

#### **4.3 分析过程的质量控制**

##### **4.3.1 控制原则**

准确度控制与精密度控制并重; 标准物质控制与重复分析控制及空白试验控制相结合。

##### **4.3.2 控制方法**

试样的每个分析批次, 均应插入标准物质、重复试样, 同时进行空白试验。

##### **4.3.2.1 准确度控制方法**

###### **4.3.2.1.1 标准物质**

每分析批试样数为 10 个以下时, 应插入 1~2 个标准物质控制; 10 个以上时, 插入 2~3 个标准物质监控; 特殊试样或质量要求较高的试样可酌情增加加标准物质的监控数量。插入标准物质应:

——在每个分析批试样中的位置随机或均匀分布。

——同一标准物质不能既用作校准曲线又用于同一测试过程的质量监控。

——选择标准物质应:

1) 标准物质的含量水平与预期应用的水平相适应;

2) 标准物质的基体与待测试样的基体应尽可能接近;

3) 标准物质应以与待测试样相同的形态使用;

4) 标准物质的数量应满足整个实验计划的使用;

5) 标准物质的使用应在其注明的有效期限之内, 并符合贮存条件;

6) 标准值的不确定度应满足客户对分析质量的预期。

###### **4.3.2.1.2 加标回收**

如没有合适的标准物质时, 应采用加标回收方法。加标回收就:

——每次分析 2~3 个。



——加标物质和待测浓度应控制在精密度相等的范围内。

4.3.2.2 精密度控制方法

4.3.2.2.1 重复分析数量应根据客户对质量的总体要求来确定，一般情况下为：

——采用随机抽样方法，重复分析数量为每批次试样数的 20%~30%；

——每批次分析试样数不超过 5 个时，重复分析数为 100%；

——光谱半定量分析，随机抽取试样的数量为每批次分析试样数的 5%~10%；

——特殊试样或质量要求较高的试样可酌情增加抽取试样的数量直到 100%分析；

4.3.2.2.2 随机抽取的重复分析试样应编成密码，交由不同人员进行分析；试样数量少时，也可由同一人承担。

4.3.2.3 空白试验控制方法

每次分析至少插入 2 个空白试验，与试样同时分析。

4.3.2.4 数据控制

执行 DZ/T0130.1 中 5.4 的规定

4.3.3 控制指标

4.3.3.1 准确度控制指标

4.3.3.1.1 标准物质（或标准物质中某组分）的分析结果相对误差允许限（ $Y_B$ ）为：

$$Y_B = \frac{1}{\sqrt{2}} Y_C = \frac{1}{\sqrt{2}} C \times (14.37 X_0^{-0.1263} - 7.659)$$

式中：

$Y_C$ ——重复分析试样中某组分的相对偏差允许限，%；

$X_0$ ——标准物质（或标准物质中某组分）的标准值；

$C$ ——某矿种某组分重复分析相对偏差允许限系数，见附录 A。

当标准物质（或标准物质中某组分）的分析结果与标准值的相对误差小于等于允许限（ $Y_B$ ）时为合格；大于允许限（ $Y_B$ ）时为不合格。

4.3.3.1.2 试样中某组分的加标回收率允许限见表 1。当回收率在允许限以内时判定合格，超出允许限为不合格。

表 1 回收率允许限

|        |                     |            |
|--------|---------------------|------------|
| 被测组分含量 | $10^{-6} - 10^{-4}$ | $>10^{-4}$ |
| 加标加收率% | 10~110              | 95~105     |

4.3.3.1.3 同一分析批次样中插入的标准物质（或标准物质中某组分）的合格率应达到 100%；试样中某组分的加标回收率的合格率应达到 95%。合格率计算见附录 B。合格率未达到要求时，应查找原因，妥善处理。

4.3.3.2 精密度控制指标

4.3.3.2.1 依据客户要求或相应规定执行。

4.3.3.2.2 依据使用标准方法的重复性限（ $r$ ）或再现性限（ $R$ ）作为精密度的允许限（ $Y_{Cr}$  或  $Y_{CR}$ ）；重复（或再现）分析结果之差的绝对值小于等于允许限（ $Y_{Cr}$  或  $Y_{CR}$ ）时为合格；大于允许限（ $Y_{Cr}$  或  $Y_{CR}$ ）时为不合格。

4.3.3.2.3 依据岩石矿物试样化学成分重复分析相对偏差允许限的数学模型作为重复分析结果精密度的允许限（ $Y_c$ ）。重复分析结果的相对偏差小于等于允许限（ $Y_c$ ）时为合格；大于允许限（ $Y_c$ ）时为不合格。

注：此数学模型不包括贵金属矿物，贵金属矿物化学成分重复分析相对偏差允许限的数学模型见下款。

岩石矿物试样化学成分重复分析相对偏差允许限的数学模型为：

$$Y_c = C \times (14.37 \bar{X}^{-0.1263} - 7.659)$$

式中：

$Y_c$ ——重复分析试样中某组分的相对偏差允许限，%；

$X$ ——重复分析试样中某组分平均质量分数，%；

$C$ ——某矿种某组分重复分析相对偏差允许限系数，见附录 A。

——岩石矿物中各种重复分析相对偏差允许限系数  $C$  值表，见附录 A。

注：附录 A 中没有列出的岩石矿物种类，可参照相近类型或客户对质量的要求自行确定。

—— $C=1$  时重复分析相对偏差允许限（ $Y_c$  值）的计算表见附录 C。

——当  $Y_c$  的计算值  $>30\%$  时，一律按  $30\%$  执行。

——矿石分析中主要成矿元素低于边界品位以下一般不计偏差，如客户有要求，由双方协商确定。

——痕量有色金属、稀有、分散元素相对偏差允许限的系数为 1。含量低于  $5 \times 10^{-6}$  相对偏差允许限执行。

——光谱半定量重复分析相对偏差允许限为小于或等于  $30\%$ 。

——物相对析除铁外，其余矿种的各项重复分析的相对偏差允许限可放宽  $50\%$  执行。当该元素物相分析总量（ $X$ ）分别大于  $3\%$ 、 $0.2\% \sim 3\%$  和小于  $0.2\%$  时，其分量总和与单独分析的总量相对偏差允许限（ $Y_c$ ）分别不得超过  $10\%$ 、 $20\%$  和  $30\%$ 。即

当  $X > 3\%$  时， $Y_c < 10\%$ ；

当  $0.2\% < X < 3\%$  时， $Y_c < 20\%$ ；

当  $X < 0.2\%$  时， $Y_c < 30\%$ 。

4.3.3.2.4 贵金属样品化学成分重复分析相对偏差允许限的数学模型为：

$$Y_c = 14.43 C \bar{X}_G^{-0.3012}$$

式中：

$Y_c$ ——贵金属矿物重复分析某组分的相对偏差允许限，%；

$X_G$ ——贵金属矿物重复分析试样中某组分某次测定的质量分数， $10^{-6}$ ；

$C$ ——贵金属矿物重复分析相对偏差允许限系数，见附录 A。

——该数学模型的适用范围。

Au 适用于  $(0.2 \sim 100) \times 10^{-6}$ 。大于  $10 \times 10^{-6}$  按  $4.33\%$  执行，小于  $0.2 \times 10^{-6}$  按  $33.4\%$  执行。

Ag 适用于  $(5 \sim 100) \times 10^{-6}$ 。大于  $10 \times 10^{-6}$  按  $7.21\%$  执行，小于  $5 \times 10^{-6}$  按  $33.4\%$  执行。

Pt、Pd、Os、Ir、Rh 和 Ru 适用于  $(0.2 \sim 5) \times 10^{-6}$ 。大于  $5 \times 10^{-6}$  按  $12.4\%$  执行，小于  $0.2 \times 10^{-6}$  按  $33.4\%$  执行。

——在贵金属矿物分析中，当试样极不均匀时，应采用重矿——化学分析方法或筛上收金——化学分析方法进行分析，以加权平均值报出分析结果。重复分析相对偏差允许限仍按本部分的 4.3.3.2.4 的规定作为判定依据。

4.3.3.2.5 在准确度判定合格后，统计批次试样重复分析的合格率（指室内一次合格率），当合格率大于等于  $95\%$  时，判定该批次合格；当合格率小于  $95\%$  时，判定该批次不合格，应查找原因，妥善处理。

#### 4.3.3.3 空白试验

4.3.3.3.1 在痕量或超痕量组分的分析中，当空白试验值与试样分析值接近时，该试样的分析结果无效。应采用检出限更低的分析方法或更有效的富集手段；或采用行之有效的方法将空白降至可以忽略不计的程度。

4.3.3.3.2 当空白试验值与试样分析值接近时，如客户认可或能满足检出限要求可以报出。

4.3.3.3.3 当空白试验值基本稳定时，如有必要，可以校正。

4.3.3.3.4 当空白试验值波动大时，难以进行校正，应查找原因，妥善处理。

#### 4.3.3.4 加和

岩石、矿石、矿物全分析各组分除按重复分析相对偏差允许限检查外，其主要组分各项结果的百分数加和可分两级检查：

第1级：99.3%~100.7%；

第2级：99.0%~101.0%。

各项百分数加和的检查级别，依据试样的特性和客户的要求确定。

注1：一般情况下，可按2级检查。

注2：如有不合理相加组分存在时，应通过合理计算后再加和。

### 4.4 质量评估

#### 4.4.1 试样加工质量评估

4.4.1.1 实验室应定期（建议至少半年）从粗副样中（粒度为20目），<0.84mm）抽取部分实验室样品，重新加工成分析试样，进行检查分析，检查项目应与原分报告的项目相同。

4.4.1.2 两次加工试样、同一方法某组分两次测定结果之差的绝对值与其扩展不确定度的比值应小于等于1，即

$$\text{当 } \frac{|X_1 - X_2|}{\sqrt{2}U} \leq 1 \text{ 时，为合格。}$$

式中：

$X_1$  和  $X_2$ ——两次分析结果；

$U$ ——分析方法的扩展不确定度（ $P=95\%$ ）。

4.4.1.3 两次加工试样质量检查的总体合格构造湖率应不低于80%。

#### 4.4.2 不同分析方法、不同仪器（同类开明或不同类型）的评估

4.4.2.1 实验室应根据需要安排采用不同原理的分析方法、不同仪器进行分析结果比对。

4.4.2.2 两种分析方法、两种仪器的两次测定结果之差的绝对值与其扩展不确定度的比值应小于等于1，即

$$\text{当 } \frac{|X_1 - X_2|}{\sqrt{U_1^2 + U_2^2}} \leq 1 \text{ 时，为合格。}$$

式中：

$X_1$  和  $X_2$ ——两人的两次分析结果；

$U_1$  和  $U_2$ ——不同分析方法的扩展不确定度（ $P=95\%$ ）。

4.4.2.3 不同方法、不同仪器检查的总体合格率应不低于90%。

#### 4.4.3 不同人的评估

4.4.3.1 实验室应根据需要安排不同人采用同一分析方法进行分析结果比对。

4.4.3.2 同一方法不同人两次测定结果之差的绝对值与其扩展不确定度的比值应小于等于1，即

$$\text{当 } \frac{|X_1 - X_2|}{\sqrt{2}U} \leq 1 \text{ 时，为合格。}$$

式中：

$X_1$  和  $X_2$ ——两次分析结果；

$U$ ——分析方法的扩展不确定度（ $P=95\%$ ）。

4.4.3.3 同一方法不同人检查的总体合格率应不低于90%。

#### 4.4.4 实验室外检评估

4.4.4.1 实验室可以定期不定期或根据需要安排外检。

4.4.4.2 当客户或相关规范要求要求进行外检时，实验室应安排外检。

4.4.4.3 外检时一般是从同一试样中分出双份或多份样品，送交一个或多个同级或高一等级实验室，在规定时间内采用相同或不同的分析方法进行测试。

4.4.4.4 外检数量执行相应规范要求或由客户或实验室根据需要自行确定。

4.4.4.5 两个实验室的两次测定结果之差的绝对值与其扩展不确定度的比值应小于等于 1，即

$$\text{当 } \frac{|X_1 - X_2|}{\sqrt{U_1^2 + U_2^2}} \leq 1 \text{ 时，为合格。}$$

式中：

$X_1$  和  $X_2$ ——两个实验室的两次分析结果；

$U_1$  和  $U_2$ ——两个实验室采用分析方法的不确定度（ $P=95\%$ ）。

4.4.4.6 实验室外部检查的合格率应不低于 90%。

#### 4.4.5 控制图评估

依据 GB/T 4091 绘制控制图，并根据常规控制图的判断准则，从分析过程的一个特定统计量（如平均值、标准偏差、极差等）的变化趋势及时判断、评估分析过程是否处于统计控制中，并及时采取相应的措施。

#### 4.4.6 测试质量参数评估

4.4.6.1 测试质量参数分数（ $F_0$ ）的计算方法为：

$$F_0 = Q/Q_0$$

$Q$ ——测定值的质量参数；

$Q_0$ ——质量参数的允许限。

4.4.6.2 评估等级的划分见表 2。

表 2 测试质量参数分数的评估等级

| 测试质量参数分数（ $F_0$ ）      | 评估等级 | 评语  |
|------------------------|------|-----|
| $F_0 \leq 0.35$        | A    | 优秀  |
| $0.35 < F_0 \leq 0.70$ | B    | 良好  |
| $0.70 < F_0 < 1.00$    | C    | 合格  |
| $F_0 > 1.00$           | D    | 不合格 |

#### 4.4.7 客户评估

实验室应建立客户满意评估管理体系，通过客户满意度信息采集、分析、改进、实现的往复运作，促进客户满意度的不断提高。

#### 4.4.8 综合评估

实验室应根据试样特性、工作经验、各种质量信息和有关专业知识对分析结果进行相关性分析、趋势分析和合理性分析，综合评估分析质量。

### 4.5 资源保证

#### 4.5.1 仪器设备

4.5.1.1 质量参数满足分析方法的要求。

4.5.1.2 定期进行检定或校验和期间核查，保证仪器设备的溯源性。

4.5.1.3 分析样品前，应对仪器性能参数逐项检查，调试到最佳状态。

4.5.1.4 分析样品时，标准系列、空白试液、监控样试液等应同时测量。

4.5.1.4.1 用空白试液的测量值评估药品试剂、纯水的质量和环境污染情况。

4.5.1.4.2 用监控样试液考察仪器和分析条件是否受控；

4.5.1.4.3 用标准系列绘制的工作曲线之斜率和截距判断仪器测量是否正常。

#### 4.5.2 计量器具

4.5.2.1 移液管、容量瓶、比色管等计量器具应进行检定，合格后方可使用，每次使用前应洗涤干净。

#### 4.5.3 标准溶液

4.5.3.1 标准溶液配制执行 GB/T 601-GB/T 603 或相关分析标准；

4.5.3.2 新配置标准溶液应进行溯源或比对后方可使用。

4.5.3.3 标准溶液应在规定的存放时间内使用。

#### 4.5.4 纯水

实验用水执行 GB/T 6682 的要求。

#### 4.5.5 药品试剂

4.5.5.1 新购买的药品试剂要进行符合性验收；

4.5.5.2 对质量要求较高的药品药剂单个验收；

4.5.5.3 药品试剂要分类放置。

## 附录 A

### (规范性附录)

#### 岩石矿物中各矿种重复分析相对偏差允许限系数(C)表

岩石矿物中各矿种重复分析相对偏差允许限系数(C)表见表 A.1

表 A.1

| 矿性代码 | 矿性                | C    | 项目   | 备注 |
|------|-------------------|------|--|----|
| 4110 | 铁矿                | 0.67 | FeO, S, P  |    |
|      |                   | 1.00 | Fe(T), Fe(M), As, Cu, Pb, Zn, Sn, Ni, Mo, Mn, TiO <sub>2</sub> , Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , V <sub>2</sub> O <sub>5</sub> , F, H <sub>2</sub> O, 灼失量   |    |
|      |                   | 1.50 | SiO <sub>2</sub> , Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , CaO, MgO, CO <sub>2</sub>  |    |
| 4111 | 铁矿物相              | 2.00 | 磁性铁, 硅酸铁, 碳酸铁, 黄铁矿, 赤褐铁矿   |    |
| 4120 | 锰矿                | 0.67 | Mn   |    |
|      |                   | 1.00 | Fe(T), P   |    |
| 4121 | 放电锰<br>(化工用)      | 1.00 | MnO <sub>2</sub> , Fe(T)   |    |
| 413  | 金红石               | 1.00 | TiO <sub>2</sub> , TiO <sub>2</sub> (砂矿)   |    |
| 414  | 钛铁矿               | 1.00 | TiO <sub>2</sub>   |    |
| 415  | 铬铁矿               | 0.67 | Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ,   |    |
|      |                   | 1.00 | Fe(T), FeO, SiO <sub>2</sub> , Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , CaO, MgO, S, P   |    |
| 416  | 矾矿                | 0.67 | V <sub>2</sub> O <sub>5</sub>  |    |
| 42   | 有色金属<br>矿石        | 0.67 | Ni, Co, S  |    |
|      |                   | 1.00 | Cu, Pb, Zn, Sn, WO <sub>3</sub> , Mo, Sb, Bi, Hg, Cd, Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , V <sub>2</sub> O <sub>5</sub> , Fe(T), Fe(S), P, As, SiO <sub>2</sub> , Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , CaO, TiO <sub>2</sub>  |    |
|      |                   | 2.00 | CaF <sub>2</sub>   |    |
| 43   | 贵金属矿<br>石         | 1.20 | Au   |    |
|      |                   | 1.40 | Pt, Pd, Ir, Rh, Os, Ru   |    |
|      |                   | 2.00 | Ag   |    |
| 44   | 放射性稀<br>有分散元<br>素 | 0.67 | U, Ra, Th, Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> , Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub> , BeO, Se, Te, In, Ge, Ga, Tl, Re   |    |
|      |                   | 1.00 | Li <sub>2</sub> O, ZrO <sub>2</sub> , HfO <sub>2</sub> , Rb <sub>2</sub> O, Cs <sub>2</sub> O, Re <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Ce <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , La <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Yb <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , SrO, Sc <sub>2</sub> O <sub>3</sub> |    |
| 451  | 磷矿石               | 0.40 | I <sub>2</sub>   |    |
|      |                   | 1.00 | P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> , R <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , MgO, CaO, CO <sub>2</sub> , SiO <sub>2</sub> , F, Cl, 酸不溶物   |    |
| 452  | 硫铁矿自<br>然硫        | 0.67 | S, As  |    |
|      |                   | 1.00 | S(固体), Fe, F, Pb, Zn, C(有机)  |    |
| 453  | 明矾石               | 1.00 | SO <sub>3</sub> , Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , S <sup>2-</sup> , K <sub>2</sub> O, Na <sub>2</sub> O, SiO <sub>2</sub>   |    |
| 454  | 重晶石毒<br>重石        | 1.00 | BaO, SiO <sub>2</sub> , FeO, Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , CaO, SO <sub>3</sub> , CO <sub>2</sub> , Cu, Pb, Mn, R <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , 可溶盐  |    |
|      |                   | 1.50 | BaSO <sub>4</sub> (BaCO <sub>3</sub> )   |    |
|      |                   | 2.00 | CaF <sub>2</sub>   |    |
| 455  | 天青石               | 1.00 | SrO, SO <sub>3</sub> , Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , CO <sub>2</sub> , CaF <sub>2</sub> , SiO <sub>2</sub> , Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , CaO, MgO  |    |
| 456  | 石膏                | 1.00 | SiO <sub>2</sub> , Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , CaO, MgO, Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , K <sub>2</sub> O, Na <sub>2</sub> O, SO <sub>3</sub> , Cl, H <sub>2</sub> O, 酸不溶物   |    |
| 457  | 芒硝                | 1.00 | SO <sub>3</sub> , Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , K <sub>2</sub> O, Na <sub>2</sub> O, SiO <sub>2</sub> , CaO, MgO, Cl, Br, H <sub>2</sub> O, 水不溶物  |    |

表 A1 (续)

| 矿性代码  | 矿性               | C    | 项目   | 备注 |
|-------|------------------|------|--|----|
| 458   | 盐矿盐湖淤泥           | 1.00 | Na, K, Ca, Mg, Ba, Cl, $\text{SO}_4^{2-}$ , $\text{B}_2\text{O}_3$ , Br, I, $\text{H}_2\text{O}$ , 水不溶物  |    |
| 459   | 钾盐               | 1.00 | Na, K, Ca, Mg, Ba, Cl, $\text{SO}_4^{2-}$ , $\text{B}_2\text{O}_3$ , Br, I, $\text{H}_2\text{O}$ , 水不溶物  |    |
| 4510  | 钾长石, 含钾长石, 伟晶花岗岩 | 0.67 | $\text{SiO}_2$   |    |
|       |                  | 1.00 | $\text{K}_2\text{O}$ , $\text{Na}_2\text{O}$ , $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , CaO, MgO, $\text{TiO}_2$ , $\text{SO}_3$ , 灼失量  |    |
| 4511  | 萤石               | 1.00 | $\text{SiO}_2$ , $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , Pb, Zn, MgO, Sb, S  |    |
|       |                  | 1.50 | $\text{BaSO}_4$ ,  |    |
|       |                  | 2.00 | $\text{CaF}_2$ , $\text{CaCO}_3$   |    |
| 4512  | 滑石 叶腊石           | 0.67 | $\text{SiO}_2$   |    |
|       |                  | 1.00 | MgO, CaO, $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , $\text{TiO}_2$ , $\text{Al}_2\text{O}_3$ , As, $\text{H}_2\text{O}$ , 灼失量  |    |
| 4513  | 蛇纹石橄榄石超基性岩       | 0.67 | S, Ni  |    |
|       |                  | 1.00 | $\text{SiO}_2$ , $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , $\text{Al}_2\text{O}_3$ , CaO, MgO, FeO, P, 灼失量   |    |
| 4514  | 高铝粘土矿            | 0.67 | $\text{SiO}_2$   |    |
|       |                  | 1.00 | $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , $\text{Al}_2\text{O}_3$ , CaO, MgO, $\text{TiO}_2$ , S, $\text{CO}_2$ , $\text{P}_2\text{O}_5$ , 灼失量   |    |
| 45150 | 陶瓷用高岭土           | 1.00 | $\text{SiO}_2$ , $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , $\text{Al}_2\text{O}_3$ , CaO, MgO, $\text{TiO}_2$ , MnO(TMn), $\text{SO}_3$ (TS), $\text{SO}_2$ (硫酸盐硫)                       |    |
| 45151 | 绝缘陶瓷用高岭土         | 1.00 | $\text{SiO}_2$ , $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , $\text{Al}_2\text{O}_3$ , CaO, MgO, $\text{TiO}_2$ , , $\text{K}_2\text{O}$ , $\text{Na}_2\text{O}$ , 灼失量                     |    |
| 45160 | 陶瓷用粘土            | 1.00 | $\text{SiO}_2$ , $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , $\text{Al}_2\text{O}_3$ , CaO, MgO, $\text{TiO}_2$ , , $\text{K}_2\text{O}$ , $\text{Na}_2\text{O}$ , $\text{SO}_3$ (TS), 灼失量 |    |
| 45161 | 水泥用粘土            | 1.00 | $\text{SiO}_2$ , $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , $\text{Al}_2\text{O}_3$ , CaO, MgO, $\text{TiO}_2$ , , $\text{K}_2\text{O}$ , $\text{Na}_2\text{O}$ , $\text{SO}_3$ (TS), 灼失量 |    |
| 45162 | 冶金用粘土            | 1.00 | $\text{SiO}_2$ , $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , $\text{Al}_2\text{O}_3$ , CaO, MgO, $\text{TiO}_2$ , , $\text{K}_2\text{O}$ , $\text{Na}_2\text{O}$ , $\text{SO}_3$ (TS), 灼失量 |    |
| 45170 | 冶金用石英砂           | 1.00 | $\text{SiO}_2$ , $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , $\text{Al}_2\text{O}_3$ , CaO, $\text{P}_2\text{O}_5$   |    |
| 45171 | 铸造用石英砂           | 0.67 | $\text{SiO}_2$   |    |
|       |                  | 1.00 | $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , $\text{Al}_2\text{O}_3$ , CaO, MgO, $\text{K}_2\text{O}$ , $\text{Na}_2\text{O}$ , $\text{S}^{2-}$ , 灼失量                                       |    |
| 45172 | 玻璃用石英砂           | 0.67 | $\text{SiO}_2$ , $\text{Cr}_2\text{O}_3$   |    |
|       |                  | 1.00 | $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , $\text{Al}_2\text{O}_3$ , $\text{TiO}_2$   |    |
| 45173 | 陶瓷用石英砂           | 1.00 | $\text{TiO}_2$ , CaO, MgO, $\text{K}_2\text{O}$ , $\text{Na}_2\text{O}$ , 灼失量  |    |
| 45180 | 熔剂用灰岩            | 0.67 | CaO  |    |
|       |                  | 1.00 | MgO, $\text{SiO}_2$ , $\text{R}_2\text{O}_3$ , $\text{P}_2\text{O}_5$ , $\text{SO}_3$ (TS), 灼失量, 酸不溶物  |    |
| 45181 | 化工用灰岩            | 0.67 | CaO  |    |
|       |                  | 1.00 | MgO, $\text{SiO}_2$ , $\text{R}_2\text{O}_3$ , $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , P, S, As, $\text{CO}_2$ , $\text{H}_2\text{O}$ , 灼失量, 酸不溶物                                      |    |
| 45182 | 制电石用灰岩           | 0.67 | CaO  |    |
|       |                  | 1.00 | MgO, $\text{SiO}_2$ , $\text{R}_2\text{O}_3$ , P, S  |    |



表 A1 (续)

| 矿性代码  | 矿性           | C    | 项目   | 备注 |
|-------|--------------|------|--|----|
| 45190 | 水泥用石灰质原料     | 0.67 | CaO  |    |
|       |              | 1.00 | MgO, SiO <sub>2</sub> , SiO <sub>2</sub> (F), Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , TiO <sub>2</sub> , K <sub>2</sub> O, Na <sub>2</sub> O, Mn <sub>3</sub> O <sub>4</sub> (TMn), P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> , SO <sub>3</sub> (TS), 灼失量  |    |
|       |              | 1.50 | Cl   |    |
| 45191 | 水泥用粘土质, 硅质原料 | 0.67 | SiO <sub>2</sub>   |    |
|       |              | 1.00 | MgO, CaO, Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , TiO <sub>2</sub> , K <sub>2</sub> O, Na <sub>2</sub> O, Mn <sub>3</sub> O <sub>4</sub> , P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> , SO <sub>3</sub> (TS), 灼失量   |    |
| 4520  | 泥灰岩          | 0.67 | CaO  |    |
|       |              | 1.00 | MgO, SiO <sub>2</sub> , Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , SO <sub>3</sub> , 灼失量  |    |
| 4521  | 硅灰石          | 0.67 | SiO <sub>2</sub> , CaO   |    |
|       |              | 1.00 | MgO, Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , CO <sub>2</sub> , 灼失量   |    |
| 45220 | 白云岩          | 0.67 | CaO, MgO   |    |
|       |              | 1.00 | SiO <sub>2</sub> , Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , TiO <sub>2</sub> , Mn <sub>3</sub> O <sub>4</sub> , P, 酸不溶物   |    |
| 45221 | 玻璃原料用白云岩     | 0.67 | CaO, MgO   |    |
|       |              | 1.00 | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>  |    |
| 4523  | 菱镁矿          | 0.67 | MgO  |    |
|       |              | 1.00 | CaO, SiO <sub>2</sub> , Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , CO <sub>2</sub> , 灼失量  |    |
| 4525  | 天然碱          | 0.67 | SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>  |    |
|       |              | 1.00 | K, Na, B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> , HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup> , Cl <sup>-</sup> , H <sub>2</sub> O, 水不溶物  |    |
| 4526  | 固体硼矿         | 1.00 | B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , SiO <sub>2</sub> , Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , CaO, MgO, CO <sub>2</sub> , H <sub>2</sub> O, 酸不溶物  |    |
| 4527  | 石墨           | 0.67 | SiO <sub>2</sub>   |    |
|       |              | 1.00 | C(固定碳), MgO, Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , CaO, S, 水分, 灰分, 挥发份   |    |
| 4529  | 硅酸盐          | 0.67 | SiO <sub>2</sub>   |    |
|       |              | 1.00 | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , CaO, MgO, K <sub>2</sub> O, Na <sub>2</sub> O, TiO <sub>2</sub> , MnO(TMn), SO <sub>3</sub> (TS), P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> , H <sub>2</sub> O, F, Cl, CO <sub>2</sub> , 灼失量   |    |
|       |              | 1.50 | FeO  |    |
| 4530  | 硅藻土          | 0.67 | SiO <sub>2</sub>   |    |
|       |              | 1.00 | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , CaO, MgO, H <sub>2</sub> O, 灼失量  |    |
| 47    | 泥碳           | 0.67 | H, N, 灰分, 不被水解物  |    |
|       |              | 1    | SiO <sub>2</sub> , Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , CaO, MgO, K <sub>2</sub> O, Na <sub>2</sub> O, TiO <sub>2</sub> , SO <sub>3</sub> , P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> , CO <sub>2</sub> , 水分  |    |
|       |              | 1.5  | C, 苯抽出物, 还原糖   |    |
|       |              | 2    | 含水量, 纤维含量, 易水解物, 难水解物, 腐植酸   |    |
| 48    | 选冶样品         | 0.67 | 铬铁矿中Co, Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , 钒铁矿中V <sub>2</sub> O <sub>5</sub> , S, P, 铅锌矿中Cu, 镍矿中Ni, 钴矿中Co, 锡矿中Sn, 钨矿中WO <sub>3</sub> , Mn, S, 钼矿中Mo, Sn, P, 铋矿中Bi, 汞矿中Hg, Se, 铀矿中U, 铌钽矿中Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> , Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub> , P, S, 锂铍矿中BeO, Li <sub>2</sub> O, 锆矿中ZrO <sub>2</sub> +HfO <sub>2</sub> , 硫铁矿中S, 冶金样品高中低含量各组分。 |    |

## 附录 B

### （规范性附录）

#### 岩石矿物样品化学成分合格率计算方法

##### B.1 合格率

合格率=（抽检项数中的合格项数/抽检项数）×100%

##### B.2 室（组）合格率

室（组）合格率=（抽检项数总和中的合格项数总和/抽检项数总和）×100%

##### B.3 室（组或个人）月（年）合格率

室（组或个人）月（年）合格率=[月（年）抽检项数总和中的合格项数总和/月（年）抽检项数总和] ×100%

B.4 已经投入使用的新方法，除分析人员第一次操作可不计算合格率外，其他均应统计合格率。

B.5 成批质量返工，应统计合格率。

B.6 半定量分析应按上述要求单独统计合格率，不与定量分析项混合统计。

B.7 各实验室每年应统计外检合格率，统计办法同上。

B.8 各实验室、组、每年（月）内外检合格率指标要求：内检合格率 95%，外检合格率 90%。

# 附录 C

## (资料性附录)

### 重复分析相对偏差允许限 (Y 值) 计算表

C.1 岩矿分析部分 (C=1.00) 见表 C.1。

表 C.1

| X   | 0.    | 1.    | 2.    | 3.    | 4.    | 5.    | 6.    | 7.    | 8.    | 9.    |
|-----|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 90. | 0.48  | 0.47  | 0.46  | 0.45  | 0.44  | 0.43  | 0.41  | 0.40  | 0.39  | 0.38  |
| 80. | 0.60  | 0.59  | 0.58  | 0.56  | 0.55  | 0.54  | 0.53  | 0.52  | 0.50  | 0.49  |
| 70. | 0.74  | 0.73  | 0.71  | 0.70  | 0.68  | 0.67  | 0.66  | 0.64  | 0.63  | 0.62  |
| 60. | 0.91  | 0.89  | 0.87  | 0.86  | 0.84  | 0.82  | 0.81  | 0.79  | 0.77  | 0.76  |
| 50. | 1.11  | 1.09  | 1.06  | 1.04  | 1.02  | 1.00  | 0.98  | 0.96  | 0.95  | 0.93  |
| 40. | 1.36  | 1.33  | 1.30  | 1.28  | 1.25  | 1.23  | 1.20  | 1.18  | 1.15  | 1.13  |
| 30. | 1.69  | 1.65  | 1.62  | 1.58  | 1.55  | 1.51  | 1.48  | 1.45  | 1.42  | 1.39  |
| 20. | 2.18  | 2.12  | 2.07  | 2.01  | 1.96  | 1.91  | 1.86  | 1.82  | 1.77  | 1.73  |
| 10. | 3.08  | 2.96  | 2.84  | 2.73  | 2.64  | 2.55  | 2.46  | 2.39  | 2.32  | 2.25  |
| 0.  | -     | 6.71  | 5.51  | 4.85  | 4.40  | 4.07  | 3.80  | 3.58  | 3.39  | 3.23  |
| X   | 0.0   | 0.1   | 0.2   | 0.3   | 0.4   | 0.5   | 0.6   | 0.7   | 0.8   | 0.9   |
| 9.  | 3.23  | 3.21  | 3.20  | 3.18  | 3.17  | 3.15  | 3.14  | 3.13  | 3.11  | 3.10  |
| 8.  | 3.39  | 3.37  | 3.36  | 3.34  | 3.32  | 3.31  | 3.29  | 3.27  | 3.26  | 3.24  |
| 7.  | 3.58  | 3.56  | 3.54  | 3.52  | 3.50  | 3.48  | 3.46  | 3.44  | 3.43  | 3.41  |
| 6.  | 3.80  | 3.78  | 3.75  | 3.73  | 3.71  | 3.68  | 3.66  | 3.64  | 3.62  | 3.60  |
| 5.  | 4.07  | 4.04  | 4.01  | 3.98  | 3.95  | 3.93  | 3.90  | 3.87  | 3.85  | 3.82  |
| 4.  | 4.40  | 4.36  | 4.33  | 4.29  | 4.26  | 4.22  | 4.19  | 4.16  | 4.13  | 4.10  |
| 3.  | 4.85  | 4.80  | 4.75  | 4.70  | 4.65  | 4.61  | 4.56  | 4.52  | 4.48  | 4.44  |
| 2.  | 5.51  | 5.42  | 5.35  | 5.28  | 5.21  | 5.14  | 5.08  | 5.02  | 4.96  | 4.90  |
| 1.  | 6.71  | 6.54  | 6.38  | 6.24  | 6.11  | 5.99  | 5.88  | 5.78  | 5.68  | 5.59  |
| 0.  | -     | 11.56 | 9.95  | 9.07  | 8.47  | 8.03  | 7.67  | 7.37  | 7.12  | 6.90  |
| X   | .00   | .01   | .02   | .03   | .04   | .05   | .06   | .07   | .08   | .09   |
| .90 | 6.90  | 6.88  | 6.86  | 6.84  | 6.82  | 6.80  | 6.79  | 6.77  | 6.75  | 6.73  |
| .80 | 7.12  | 7.10  | 7.08  | 7.05  | 7.03  | 7.01  | 6.99  | 6.97  | 6.94  | 6.92  |
| .70 | 7.37  | 7.35  | 7.32  | 7.29  | 7.27  | 7.24  | 7.22  | 7.19  | 7.17  | 7.15  |
| .60 | 7.67  | 7.64  | 7.61  | 7.57  | 7.54  | 7.51  | 7.49  | 7.46  | 7.43  | 7.40  |
| .50 | 8.03  | 7.99  | 7.95  | 7.91  | 7.87  | 7.84  | 7.80  | 7.77  | 7.73  | 7.70  |
| .40 | 8.47  | 8.42  | 8.37  | 8.33  | 8.28  | 8.24  | 8.19  | 8.15  | 8.11  | 8.07  |
| .30 | 9.07  | 9.00  | 8.94  | 8.87  | 8.81  | 8.75  | 8.69  | 8.63  | 8.58  | 8.53  |
| .20 | 9.95  | 9.84  | 9.74  | 9.64  | 9.55  | 9.46  | 9.38  | 9.30  | 9.22  | 9.14  |
| .10 | 11.56 | 11.33 | 11.12 | 10.93 | 10.76 | 10.60 | 10.45 | 10.32 | 10.19 | 10.06 |
| .00 | -     | 18.05 | 15.89 | 14.72 | 13.92 | 13.32 | 12.84 | 12.45 | 12.11 | 11.82 |
| X   | .000  | .001  | .002  | .003  | .004  | .005  | .006  | .007  | .008  | .009  |
| .09 | 11.82 | 11.79 | 11.76 | 11.74 | 11.71 | 11.69 | 11.66 | 11.63 | 11.61 | 11.58 |
| .08 | 12.11 | 12.08 | 12.05 | 12.02 | 11.99 | 11.96 | 11.93 | 11.90 | 11.87 | 11.85 |
| .07 | 12.45 | 12.41 | 12.37 | 12.34 | 12.31 | 12.27 | 12.24 | 12.21 | 12.17 | 12.14 |
| .06 | 12.84 | 12.80 | 12.76 | 12.72 | 12.67 | 12.64 | 12.60 | 12.56 | 12.52 | 12.48 |
| X   | .000  | .001  | .002  | .003  | .004  | .005  | .006  | .007  | .008  | .009  |

|        |         |        |        |        |        |        |        |        |        |        |
|--------|---------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| .05    | 13.32   | 13.27  | 13.22  | 13.17  | 13.12  | 13.07  | 13.02  | 12.97  | 12.93  | 12.888 |
| .04    | 13.92   | 13.85  | 13.79  | 13.72  | 13.66  | 13.60  | 13.54  | 13.48  | 13.43  | 13.37  |
| .03    | 14.72   | 14.62  | 14.54  | 14.45  | 14.37  | 14.29  | 14.21  | 14.13  | 14.06  | 13.99  |
| .02    | 15.89   | 15.75  | 15.61  | 15.48  | 15.36  | 15.24  | 15.13  | 15.02  | 14.91  | 14.81  |
| .01    | 18.05   | 17.74  | 17.46  | 17.21  | 16.98  | 16.76  | 16.57  | 16.38  | 16.21  | 16.05  |
| .00    | -       | 26.72  | 23.84  | 22.27  | 21.20  | 20.40  | 19.76  | 19.23  | 18.78  | 18.39  |
| X      | .0000   | .0001  | .0002  | .0003  | .0004  | .0005  | .0006  | .0007  | .0008  | .0009  |
| .0090  | 18.39   | 18.36  | 18.32  | 18.28  | 18.25  | 18.21  | 18.18  | 18.15  | 18.11  | 18.08  |
| .0080  | 18.78   | 18.74  | 18.70  | 18.66  | 18.62  | 18.58  | 18.54  | 18.50  | 18.47  | 18.43  |
| .0070  | 19.23   | 19.18  | 19.14  | 19.09  | 19.04  | 19.00  | 18.95  | 18.91  | 18.87  | 18.82  |
| .0060  | 19.76   | 19.70  | 19.65  | 19.59  | 19.54  | 19.49  | 19.43  | 19.38  | 19.33  | 19.28  |
| .0050  | 20.40   | 20.33  | 20.26  | 21.19  | 20.13  | 20.06  | 20.00  | 19.94  | 19.88  | 19.82  |
| .0040  | 21.20   | 21.11  | 21.02  | 20.94  | 20.86  | 20.78  | 20.70  | 20.62  | 20.54  | 20.47  |
| .0030  | 22.27   | 22.15  | 22.03  | 21.91  | 21.80  | 21.69  | 21.59  | 21.49  | 21.39  | 21.29  |
| .0020  | 23.84   | 23.65  | 23.47  | 23.29  | 23.13  | 22.97  | 22.82  | 22.67  | 22.53  | 22.40  |
| .0010  | 26.72   | 26.31  | 25.94  | 25.60  | 25.29  | 25.01  | 24.74  | 24.50  | 24.26  | 24.05  |
| .0000  | -       | 30.00  | 30.00  | 30.00  | 30.00  | 29.87  | 29.02  | 28.31  | 27.71  | 27.18  |
| X      | 0.00000 | 0.0001 | .00002 | .00003 | .00004 | .00005 | .00006 | .00007 | .00008 | .00009 |
| 0.0009 | 27.18   | 27.14  | 27.09  | 27.04  | 26.99  | 26.95  | 26.90  | 26.86  | 26.81  | 26.77  |
| 0.0008 | 27.71   | 27.65  | 27.60  | 27.54  | 27.49  | 27.44  | 27.39  | 27.33  | 27.28  | 27.23  |
| 0.0007 | 28.31   | 28.24  | 28.18  | 28.12  | 28.06  | 28.00  | 27.94  | 27.88  | 27.82  | 27.76  |
| 0.0006 | 29.02   | 28.94  | 28.86  | 28.79  | 28.72  | 28.65  | 28.58  | 28.51  | 28.44  | 28.37  |
| 0.0005 | 29.87   | 29.78  | 29.68  | 29.59  | 29.51  | 29.42  | 29.34  | 29.25  | 29.19  | 29.09  |
| 0.0004 | 30.00   | 30.00  | 30.00  | 30.00  | 30.00  | 30.00  | 30.00  | 30.00  | 30.00  | 30.00  |
| 0.0003 | 30.00   | 30.00  | 30.00  | 30.00  | 30.00  | 30.00  | 30.00  | 30.00  | 30.00  | 30.00  |
| 0.0002 | 30.00   | 30.00  | 30.00  | 30.00  | 30.00  | 30.00  | 30.00  | 30.00  | 30.00  | 30.00  |
| 0.0001 | 30.00   | 30.00  | 30.00  | 30.00  | 30.00  | 30.00  | 30.00  | 30.00  | 30.00  | 30.00  |

C.2 贵金属部分 (C=1.00) 见表 C.2

表 C.2

| X    | 00.  | 10.  | 20.  | 30.  | 40.  | 50.  | 60.  | 70.  | 80.  | 90.  |
|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| 900. | 1.86 | 1.85 | 1.85 | 1.84 | 1.84 | 1.83 | 1.82 | 1.82 | 1.81 | 1.81 |
| 800. | 1.93 | 1.92 | 1.91 | 1.90 | 1.90 | 1.89 | 1.89 | 1.88 | 1.87 | 1.87 |
| 700. | 2.01 | 2.00 | 1.99 | 1.97 | 1.97 | 1.96 | 1.96 | 1.95 | 1.94 | 1.93 |
| 600. | 2.10 | 2.09 | 2.08 | 2.06 | 2.06 | 2.05 | 2.04 | 2.03 | 2.02 | 2.01 |
| 500. | 2.22 | 2.21 | 2.19 | 2.17 | 2.17 | 2.16 | 2.15 | 2.13 | 2.12 | 2.11 |
| 400. | 2.37 | 2.36 | 2.34 | 2.31 | 2.31 | 2.29 | 2.28 | 2.26 | 2.25 | 2.23 |
| 300. | 2.59 | .256 | 2.54 | 2.49 | 2.49 | 2.47 | 2.45 | 2.43 | 2.41 | 2.39 |
| 200. | 2.93 | 2.88 | 2.84 | 2.77 | 2.77 | 2.74 | 2.70 | 2.67 | 2.64 | 2.62 |
| 100. | 3.60 | 3.50 | 3.41 | 3.26 | 3.26 | 3.19 | 3.13 | 3.07 | 3.02 | 2.97 |
| 0.   | -    | 5.23 | 4.79 | 4.23 | 4.23 | 4.03 | 3.87 | 4.01 | 3.86 | 3.72 |
| X    | 0.   | 1.   | 2.   | 3.   | 4.   | 5.   | 6.   | 7.   | 8.   | 9.   |
| 90.  | 3.72 | 3.71 | 3.70 | 3.68 | 3.67 | 3.66 | 3.65 | 3.64 | 3.63 | 3.62 |
| 80.  | 8.86 | 3.84 | 3.83 | 3.81 | 3.80 | 3.79 | 3.77 | 3.76 | 3.75 | 3.73 |
| 70.  | 4.04 | 4.00 | 3.98 | 3.96 | 3.96 | 3.95 | 3.93 | 3.92 | 3.90 | 3.88 |
| 60.  | 3.87 | 4.20 | 4.18 | 4.16 | 4.14 | 4.12 | 4.10 | 4.09 | 4.07 | 4.05 |

|     |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |
|-----|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 50. | 4.03  | 4.44  | 4.42  | 4.39  | 4.36  | 4.34  | 4.32  | 4.29  | 4.27  | 4.25  |
| 40. | 4.23  | 4.75  | 4.72  | 4.68  | 4.65  | 4.62  | 4.58  | 4.55  | 4.53  | 4.50  |
| 30. | 4.47  | 5.18  | 5.13  | 5.08  | 5.03  | 4.99  | 4.95  | 4.90  | 4.86  | 4.82  |
| 20. | 4.79  | 5.85  | 5.77  | 5.69  | 5.61  | 5.54  | 5.47  | 5.41  | 5.35  | 5.29  |
| 10. | 5.23  | 7.21  | 7.01  | 6.83  | 6.66  | 6.52  | 6.38  | 6.26  | 6.15  | 6.04  |
| 0.  | -     | 10.47 | 9.58  | 9.00  | 8.45  | 8.07  | 7.74  | 7.47  | 7.23  | 5.94  |
| X   | .0    | .1    | .2    | .3    | .4    | .5    | .6    | .7    | .8    | .9    |
| 9.  | 5.94  | 7.44  | 7.42  | 7.40  | 7.37  | 7.35  | 7.32  | 7.30  | 7.28  | 7.26  |
| 8.  | 7.23  | 7.71  | 7.68  | 7.66  | 7.63  | 7.60  | 7.57  | 7.55  | 7.52  | 7.50  |
| 7.  | 7.47  | 8.03  | 8.00  | 7.96  | 7.93  | 7.90  | 7.86  | 7.83  | 7.80  | 7.77  |
| 6.  | 7.74  | 8.41  | 8.37  | 8.33  | 8.29  | 8.25  | 8.21  | 8.17  | 8.14  | 8.10  |
| 5.  | 8.07  | 8.89  | 8.83  | 8.78  | 8.73  | 8.68  | 8.64  | 8.59  | 8.54  | 8.50  |
| 4.  | 8.45  | 9.50  | 9.43  | 9.37  | 9.30  | 9.24  | 9.17  | 9.11  | 9.11  | 9.11  |
| 3.  | 9.00  | 10.36 | 10.26 | 10.17 | 10.07 | 9.98  | 9.89  | 9.81  | 9.73  | 9.65  |
| 2.  | 9.58  | 11.71 | 11.54 | 11.38 | 11.23 | 11.09 | 10.95 | 1.82  | 10.70 | 10.58 |
| 1.  | 10.47 | 14.43 | 14.02 | 13.66 | 13.33 | 13.04 | 12.77 | 12.53 | 12.30 | 12.09 |
| 0.  | -     | 20.00 | 20.00 | 17.89 | 16.92 | 16.14 | 15.49 | 14.95 | 14.47 | 11.89 |
| X   | .00   | .01   | .02   | .03   | .04   | .05   | .06   | .07   | .08   | .09   |
| .9  | 11.89 | 14.90 | 14.85 | 14.80 | 14.75 | 14.70 | 14.65 | 14.61 | 14.56 | 14.52 |
| .8  | 14.47 | 15.43 | 15.38 | 15.32 | 15.26 | 15.21 | 15.15 | 15.10 | 15.05 | 15.00 |
| .7  | 14.95 | 16.07 | 16.00 | 15.93 | 15.86 | 15.80 | 15.74 | 15.67 | 15.61 | 15.55 |
| .6  | 15.49 | 16.83 | 16.75 | 16.66 | 16.58 | 16.51 | 16.43 | 16.35 | 16.28 | 16.21 |
| .5  | 16.14 | 17.78 | 17.67 | 17.57 | 17.47 | 17.37 | 17.28 | 17.18 | 17.09 | 17.00 |
| .4  | 16.92 | 19.02 | 18.88 | 18.74 | 18.61 | 18.48 | 18.35 | 18.23 | 18.11 | 18.00 |
| .3  | 17.89 | 20.00 | 20.00 | 20.00 | 20.00 | 19.97 | 19.80 | 19.63 | 19.47 | 19.31 |
| .2  | 20.00 | 20.00 | 20.00 | 20.00 | 20.00 | 20.00 | 20.00 | 20.00 | 20.00 | 20.00 |
| .1  | 20.00 | 20.00 | 20.00 | 20.00 | 20.00 | 20.00 | 20.00 | 20.00 | 20.00 | 20.00 |