



中华人民共和国地质矿产行业标准

DZ/T 0130—2006
代替 DZ 0130—1994

地质矿产实验室测试质量管理规范

The specification of testing quality management
for geological laboratories

2006-06-05 发布

2006-09-01 实施



中华人民共和国国土资源部 发布

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 试验方法中所用制剂及制品的制备

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	$10^{-6} \sim 10^{-4}$	$>10^{-4}$
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：

$$Y_C = C \times (14.37 \overline{X}^{-0.1263} - 7.659)$$

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、稀散元素相对偏差允许限的系数为 1。含量低于 5×10^{-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：

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

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 10×10^{-6} 按 4.33% 执行，小于 0.2×10^{-6} 按 33.4% 执行。

Ag 适用于 $(5 \sim 100) \times 10^{-6}$ 。大于 10×10^{-6} 按 7.21% 执行，小于 5×10^{-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 5×10^{-6} 按 12.4% 执行，小于 0.2×10^{-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 ₂ , Cr ₂ O ₃ , V ₂ O ₅ , F, H ₂ O, 灼失量	
		1.50	SiO ₂ , Al ₂ O ₃ , CaO, MgO, CO ₂	
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 (化工用)	1.00	MnO ₂ , Fe(T)	
413	金红石	1.00	TiO ₂ , TiO ₂ (砂矿)	
414	钛铁矿	1.00	TiO ₂	
415	铬铁矿	0.67	Cr ₂ O ₃ ,	
		1.00	Fe(T), FeO, SiO ₂ , Al ₂ O ₃ , CaO, MgO, S, P	
416	矾矿	0.67	V ₂ O ₅	
42	有色金属 矿石	0.67	Ni, Co, S	
		1.00	Cu, Pb, Zn, Sn, WO ₃ , Mo, Sb, Bi, Hg, Cd, Cr ₂ O ₃ , V ₂ O ₅ , Fe(T), Fe(S), P, As, SiO ₂ , Al ₂ O ₃ , CaO, TiO ₂	
		2.00	CaF ₂	
43	贵金属矿 石	1.20	Au	
		1.40	Pt, Pd, Ir, Rh, Os, Ru	
		2.00	Ag	
44	放射性稀 有分散元 素	0.67	U, Ra, Th, Nb ₂ O ₅ , Ta ₂ O ₅ , BeO, Se, Te, In, Ge, Ga, Tl, Re	
		1.00	Li ₂ O, ZrO ₂ , HfO ₂ , Rb ₂ O, Cs ₂ O, Re ₂ O ₃ , Ce ₂ O ₃ , La ₂ O ₃ , Y ₂ O ₃ , Yb ₂ O ₃ , SrO, Sc ₂ O ₃	
451	磷矿石	0.40	I ₂	
		1.00	P ₂ O ₅ , R ₂ O ₃ , MgO, CaO, CO ₂ , SiO ₂ , F, Cl, 酸不溶物	
452	硫铁矿自 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 ₃ , Al ₂ O ₃ , S ²⁻ , K ₂ O, Na ₂ O, SiO ₂	
454	重晶石毒 重石	1.00	BaO, SiO ₂ , FeO, Fe ₂ O ₃ , Al ₂ O ₃ , CaO, SO ₃ , CO ₂ , Cu, Pb, Mn, R ₂ O ₃ , 可溶盐	
		1.50	BaSO ₄ (BaCO ₃)	
		2.00	CaF ₂	
455	天青石	1.00	SrO, SO ₃ , Fe ₂ O ₃ , CO ₂ , CaF ₂ , SiO ₂ , Al ₂ O ₃ , CaO, MgO	
456	石膏	1.00	SiO ₂ , Al ₂ O ₃ , CaO, MgO, Fe ₂ O ₃ , K ₂ O, Na ₂ O, SO ₃ , Cl, H ₂ O, 酸不溶物	
457	芒硝	1.00	SO ₃ , Al ₂ O ₃ , K ₂ O, Na ₂ O, SiO ₂ , CaO, MgO, Cl, Br, H ₂ 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, SO_4^{2-} , B_2O_3 , Br, I, H_2O , 水不溶物	
459	钾盐	1.00	Na, K, Ca, Mg, Ba, Cl, SO_4^{2-} , B_2O_3 , Br, I, H_2O , 水不溶物	
4510	钾长石, 含钾长石, 伟晶花岗岩	0.67	SiO_2	
		1.00	K_2O , Na_2O , Fe_2O_3 , CaO, MgO, TiO_2 , SO_3 , 灼失量	
4511	萤石	1.00	SiO_2 , Fe_2O_3 , Pb, Zn, MgO, Sb, S	
		1.50	BaSO_4 ,	
		2.00	CaF_2 , CaCO_3	
4512	滑石 叶腊石	0.67	SiO_2	
		1.00	MgO, CaO, Fe_2O_3 , TiO_2 , Al_2O_3 , As, H_2O , 灼失量	
4513	蛇纹石橄榄石超基性岩	0.67	S, Ni	
		1.00	SiO_2 , Fe_2O_3 , Al_2O_3 , CaO, MgO, FeO, P, 灼失量	
4514	高铝粘土矿	0.67	SiO_2	
		1.00	Fe_2O_3 , Al_2O_3 , CaO, MgO, TiO_2 , S, CO_2 , P_2O_5 , 灼失量	
45150	陶瓷用高岭土	1.00	SiO_2 , Fe_2O_3 , Al_2O_3 , CaO, MgO, TiO_2 , MnO(TMn), SO_3 (TS), SO_2 (硫酸盐硫)	
45151	绝缘陶瓷用高岭土	1.00	SiO_2 , Fe_2O_3 , Al_2O_3 , CaO, MgO, TiO_2 , , K_2O , Na_2O , 灼失量	
45160	陶瓷用粘土	1.00	SiO_2 , Fe_2O_3 , Al_2O_3 , CaO, MgO, TiO_2 , , K_2O , Na_2O , SO_3 (TS), 灼失量	
45161	水泥用粘土	1.00	SiO_2 , Fe_2O_3 , Al_2O_3 , CaO, MgO, TiO_2 , , K_2O , Na_2O , SO_3 (TS), 灼失量	
45162	冶金用粘土	1.00	SiO_2 , Fe_2O_3 , Al_2O_3 , CaO, MgO, TiO_2 , , K_2O , Na_2O , SO_3 (TS), 灼失量	
45170	冶金用石英砂	1.00	SiO_2 , Fe_2O_3 , Al_2O_3 , CaO, P_2O_5	
45171	铸造用石英砂	0.67	SiO_2	
		1.00	Fe_2O_3 , Al_2O_3 , CaO, MgO, K_2O , Na_2O , S^{2-} , 灼失量	
45172	玻璃用石英砂	0.67	SiO_2 , Cr_2O_3	
		1.00	Fe_2O_3 , Al_2O_3 , TiO_2	
45173	陶瓷用石英砂	1.00	TiO_2 , CaO, MgO, K_2O , Na_2O , 灼失量	
45180	熔剂用灰岩	0.67	CaO	
		1.00	MgO, SiO_2 , R_2O_3 , P_2O_5 , SO_3 (TS), 灼失量, 酸不溶物	
45181	化工用灰岩	0.67	CaO	
		1.00	MgO, SiO_2 , R_2O_3 , Fe_2O_3 , P, S, As, CO_2 , H_2O , 灼失量, 酸不溶物	
45182	制电石用灰岩	0.67	CaO	
		1.00	MgO, SiO_2 , R_2O_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 ₂ , SiO ₂ (F), Al ₂ O ₃ , Fe ₂ O ₃ , TiO ₂ , K ₂ O, Na ₂ O, Mn ₃ O ₄ (TMn), P ₂ O ₅ , SO ₃ (TS), 灼失量	
		1.50	Cl	
45191	水泥用粘土质, 硅质原料	0.67	SiO ₂	
		1.00	MgO, CaO, Al ₂ O ₃ , Fe ₂ O ₃ , TiO ₂ , K ₂ O, Na ₂ O, Mn ₃ O ₄ , P ₂ O ₅ , SO ₃ (TS), 灼失量	
4520	泥灰岩	0.67	CaO	
		1.00	MgO, SiO ₂ , Al ₂ O ₃ , Fe ₂ O ₃ , SO ₃ , 灼失量	
4521	硅灰石	0.67	SiO ₂ , CaO	
		1.00	MgO, Al ₂ O ₃ , Fe ₂ O ₃ , CO ₂ , 灼失量	
45220	白云岩	0.67	CaO, MgO	
		1.00	SiO ₂ , Al ₂ O ₃ , Fe ₂ O ₃ , TiO ₂ , Mn ₃ O ₄ , P, 酸不溶物	
45221	玻璃原料用白云岩	0.67	CaO, MgO	
		1.00	Al ₂ O ₃ , Fe ₂ O ₃	
4523	菱镁矿	0.67	MgO	
		1.00	CaO, SiO ₂ , Al ₂ O ₃ , Fe ₂ O ₃ , CO ₂ , 灼失量	
4525	天然碱	0.67	SO ₄ ²⁻	
		1.00	K, Na, B ₂ O ₃ , CO ₃ ²⁻ , HCO ₃ ⁻ , Cl ⁻ , H ₂ O, 水不溶物	
4526	固体硼矿	1.00	B ₂ O ₃ , SiO ₂ , Al ₂ O ₃ , Fe ₂ O ₃ , CaO, MgO, CO ₂ , H ₂ O, 酸不溶物	
4527	石墨	0.67	SiO ₂	
		1.00	C(固定碳), MgO, Al ₂ O ₃ , Fe ₂ O ₃ , CaO, S, 水分, 灰分, 挥发份	
4529	硅酸盐	0.67	SiO ₂	
		1.00	Al ₂ O ₃ , Fe ₂ O ₃ , CaO, MgO, K ₂ O, Na ₂ O, TiO ₂ , MnO(TMn), SO ₃ (TS), P ₂ O ₅ , H ₂ O, F, Cl, CO ₂ , 灼失量	
		1.50	FeO	
4530	硅藻土	0.67	SiO ₂	
		1.00	Al ₂ O ₃ , Fe ₂ O ₃ , CaO, MgO, H ₂ O, 灼失量	
47	泥碳	0.67	H, N, 灰分, 不被水解物	
		1	SiO ₂ , Al ₂ O ₃ , Fe ₂ O ₃ , CaO, MgO, K ₂ O, Na ₂ O, TiO ₂ , SO ₃ , P ₂ O ₅ , CO ₂ , 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 ₂ O ₃ , 钒铁矿中V ₂ O ₅ , S, P, 铅锌矿中Cu, 镍矿中Ni, 钴矿中Co, 锡矿中Sn, 钨矿中WO ₃ , 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 ₂ O ₅ , Ta ₂ O ₅ , P, S, 锂铍矿中BeO, Li ₂ O, 锆矿中ZrO ₂ +HfO ₂ , 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