

DZ

中华人民共和国地质矿产行业标准

DZ 0130 · 1~0130 · 13—94

地质矿产实验室 测试质量管理规范

1994-03-30 发布

1994-10-01 实施

中华人民共和国地质矿产部 发布

目 录

- DZ 0130 · 1—94 总则
- DZ 0130 · 2—94 岩石矿物鉴定质量要求和检查办法
- DZ 0130 · 3—94 岩矿分析质量要求和检查办法
- DZ 0130 · 4—94 水质分析质量要求和检查办法
- DZ 0130 · 5—94 煤质分析质量要求和检查办法
- DZ 0130 · 6—94 1：5 万和 1：20 万化探样品分析质量要求和检查办法
- DZ 0130 · 7—94 非金属矿的物化性质和工艺性能试验
- DZ 0130 · 8—94 岩土物理力学性质试验
- DZ 0130 · 9—94 选矿冶金试验
- DZ 0130 · 10—94 石油地质实验测试
- DZ 0130 · 11—94 海洋地质实验测试
- DZ 0130 · 12—94 地质实验测试样品副样管理
- DZ 0130 · 13—94 岩矿分析试样制备规程

地质矿产实验室测试质量管理规范

1 总 则

1.1 主题内容与适用范围

本总则规定了岩石矿物鉴定, 岩矿分析, 水质分析, 煤质分析, 非金属矿物物化性能, 岩土力学性质, 选冶试验, 石油、海洋实验测试等规范中有关质量保证、样品、测试、质量监控、质量评估、数据处理、质量审查、资料归档的通用原则。

本总则适用于岩石矿物鉴定, 岩矿分析, 水质分析, 煤质分析等实验测试质量管理规范。

1.2 质量保证

1.2.1 地质矿产实验室测试工作总的质量目标, 是为了保证量值的统一和测试数据的准确可靠, 能真实地反映测试对象的特征, 满足用户对测试数据质量的期望; 符合有关技术标准、规范或规定。

1.2.2 地质矿产实验室质量体系的各基本要素的要求是确保测试质量的基础。

1.2.3 本规范是对这些主要要素的基本的、具体的要求和规定。

1.3 样品

1.3.1 地质矿产实验室的测试主要为委托性的, 对来样进行测试。因此, 对送来的样品必须按样品性质、用户要求、包装、编号、样品重量等逐项查对、验收、填表和登记。

1.3.2 对某些评价性的样品, 应参与采样, 并了解采样规范和抽样方式等。

1.3.3 对送来的样品应按明了、统一、便于查找等原则编排批号和样号。

1.3.4 岩矿分析、化探分析样品按《岩矿分析试样制备规程》中的要求和规定进行制样和保存, 在制样过程中防止损失、污染和不均匀性。确保用于分析测试的样品代表原始样品。其它样品的制备, 在本规范中有关部分分别列出。

1.4 测试

1.4.1 按照样品性质、用户对测试质量的要求和测试数据利用的对象等, 分别选择采用国家标准、行业标准或企业标准所规定的测试方法。

1.4.2 所选用测试方法的准确度、精密度和检出限(或报出率)等均应达到或优于用户对该类样品的要求。

1.4.3 新制定的测试方法, 对其各项质量参数(准确度、精密度和检出限等)和对该类样品的适应性进行测量, 确证其达到要求。并按规定程序经过审批确认为具有质量保证能力, 方可使用。

1.4.4 计量器具应按规定定期进行检验或自校, 标准溶液或测量参比应保证其准确性。

1.4.5 药品试剂、纯水等的质量, 电压、温度、湿度、环境条件均应满足确保该类样品测试质量的要求。

1.4.6 分析测试人员在测试过程中的各步骤, 均应进行认真的、有效的观察、测量、记录、检查、核对、计算、处理等, 确保各项条件受控。

1.4.7 使用仪器测量, 应首先对测量值的稳定性进行考查; 对长期稳定性进行比较, 凡是直接出数据的测量仪器应有一定的溯源性考查。

1.4.8 对比较性的测试方法, 标准曲线点数、各点浓度、空白等均应合理、有效。

1.4.9 在干扰校正中, 由于干扰元素量大或校正系数大等原因, 对待测元素引起的测量误差, 影响结果的可靠性不容忽视。

1.4.10 在痕量或超痕量测定中, 当空白值与测定值接近时, 由空白值大小及其波动性对痕量元素结果可靠性的影响不容忽视。

1.5 质量监控

1.5.1 标准物质监控与双份分析监控，精密度监控与准确度监控并重。

1.5.2 质量监控方式主要有标准物质（或监控样）、双份分析样和空白试验。如没有合适的标准物质（或监控样）时，可以用加标准回收代替。插入的标准物质和空白试验以及随机抽取双份检查数均视各类样品重要性和用户要求区别对待。这几种监控方法，对由样品性质不适合该分析方法而引起的误差而不起作用，则需对分析方法是否能用于该类样品作认真考查。

1.5.3 监控样的测定值分别表示如下

1.5.3.1 标准物质的测定值 X_1 、 X_2 …… X_n

1.5.3.2 样品的测定值为 A_1 、 A_2 …… A_n

1.5.3.3 空白试验的测定值为 B_1 、 B_2 …… B_n

1.5.3.4 标准物质的标准值为 X_0

1.5.3.5 标准物质第 i 次测定值为 X_i

1.5.3.6 标准物质 n 次测定的算术平均值为 \bar{X}_0

1.5.4 监控样的计算式如下

1.5.4.1 标准物质测定误差和相对误差分别为

$$E_i = X_i - X_0 \quad RE_i = \frac{X_i - X_0}{X_0}$$

1.5.4.2 标准物质测定平均误差和平均相对误差分别为

$$\bar{E} = \sum_{i=1}^n E_i / n \quad \bar{RE} = \sum_{i=1}^n RE_i / n$$

1.5.4.3 标准物质测定标准偏差和相对标准偏差分别为

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}{n-1}} \quad RSD = \frac{S}{\bar{X}}$$

1.5.4.4 样品测定双差和相对双差

$$D = A_1 - A_2 \quad RD = \frac{A_1 - A_2}{1/2(A_1 + A_2)}$$

在本规范中一般均用上述公式计算，如果有特殊者，则在有关部分列出。

1.5.5 本规范中有关误差和偏差的符号均采用目前习惯，其相对值则取英文缩写。由于样品双份分析结果之差尚未有统一的、公认的名词，本规范取这一词组的第一个字和最后一个字组成“双差”，它可以与误差、偏差、极差相区别，也可形成一系统。

1.5.6 本规范中的岩矿分析、水分析等采用了经验计算式，代替表列分档次的方式。不仅解决了台阶式不合理的现象，而且还可以用计算机进行管理。岩矿分析、水分析计算式是由原《暂行规定》所列各矿种各项的允许相对双差值统计、拟合，得到的二段计算式，并加 0.67、1.00 和 1.50 等系数，由新提出计算式计算得允许相对双差值与原《暂行规定》所列者比较均基本相近。

1.5.7 本规范中仅规定了样品分析相对双差或双差的允许限。同时也适用于标准物质或监控样单份、双份及多份测定的误差允许限。某些特殊样品的误差允许限，在本规范中有关部分分别列出。

1.5.8 上述（1.5.7）中所列允许相对双差的换算式，是假定分析方法准确，在测试过程中条件完全受控，系统误差因素均已消除或避免，仅有随机误差，而随机误差又呈正态分布，在这样比较理想条件下推算出来的。但在有些日常测试中，有时达不到这一理想条件，会有或多或少的偏倚（系统误差）。因而，在某些测试中，会表现出样品双差容易达到允许限，标准物质误差不容易达到的现象，特别是标准物质多次测定平均误差更为明显。基于这一现象，对那些系统误差因素不可能完全消除或避免的测试中，

可以对标准物质测定误差的允许限适当放宽一些，即以

$$(1) \quad RE_{允} = \frac{1}{\sqrt{2}} RD_{允} \text{ 作为警告限;}$$

$$(2) \quad RE_{允} = RD_{允}$$

1.5.9 样品双份分析主要有两种方式，即平行测定和检查测定（有时还有对照测定），其双差可能是按上述顺序增大，但两者之间无量的关系。在以手工操作为主时，其差别比较明显，在自动化程度较高的仪器分析中，差别则比较小。因此，在本规范中仅规定了一种方式的允许限，其它的一种也可等同采用。

1.5.10 内部（室内）检查与外部（室间）检查的允许限，在各单份结果外部检查中的允许差与室内平行测定的允许差应是有差别的。但是在岩矿分析中，室内为双份平均，外检实验室也是为双份平均，两个平均值之差比每个单次测定值之差要小些，鉴于这一实际情况，本规范中除注明者外，内检与外检允许差规定为同一值，又考虑到外检误差会大些，在合格率上略有下降。

1.6 质量评估

为弥补质量监控的不足，确保报出测试数据的质量，应认真进行质量评估。由于目前尚无具体的、统一的模式，因此质量评估应视各类样品测试目的和数据用途区别对待和灵活运用，各有侧重。

1.6.1 将获得的多项信息，结合测试理论和工作经验，适当地进行合理性的、相关性的、可靠性的综合评估，其内容和方法视具体情况而定。

1.6.2 对系统误差存在是否显著，应进行 t 检验判断；对是否被允许，应按实用要求考查。

1.6.3 对双份分析的系统误差，对外检的系统误差是否显著，也应进行 t 检验判断，对是否被允许，则也应以实用要求考查。

1.6.4 对样品不均匀性和前后制样质量的检查，应采用 F 检验判断；对是否被允许，应按实用要求考查。

1.7 数据处理

1.7.1 凡有双份或多份结果者，一般以平均值报出，测试数据位数按约定位数报出。

1.7.2 凡有 4 份或 4 份以上的结果者，除报出平均值外，还应报出不确定度，不确定度的位数一般为

一位，最多不超过两位，平均值的位数与不确定度位数相适应。

1.7.3 某些不均匀性样品应报出各单次测定的数据，不得任意取舍，并且还要说明情况。

1.7.4 对不稳定性样品或已超出稳定期的样品，对报出的数据要说明情况。

1.8 质量审查

1.8.1 一般进行三级审查，各级可有侧重。

1.9 资料归档

1.9.1 所取得的实物素材（样品、标本、光薄片、照片等）及原始资料（原始记录、野外记录、素描图、地质剖面图、实际材料图、测试报告、仪器分析记录纸等），按资料整理归档要求，进行整理归档。

附加说明：

1. 本规范由中华人民共和国地质矿产部提出。
2. 本规范由全国地质矿产标准化技术委员会岩矿测试标准样品及方法标准化分技术委员会归口。
3. 本规范由地质矿产部科学技术司实验管理处、地质矿产部武汉综合岩矿测试中心、地质矿产部南京综合岩矿测试中心负责起草。
4. 本规范主要起草人：储亮侪、周金生、董高翔、伍启钰、叶家瑜。

地质矿产实验室测试质量管理规范

2 岩石矿物鉴定质量要求和检查办法

2.1 主题内容与适用范围

本规范规定了岩矿鉴定、重砂鉴定、煤岩鉴定以及地质样品的 X—射线分析、差热分析、红外光谱分析、孢粉分析、电子探针分析、电子显微镜分析、同位素地质年龄样品分析等的测试质量的基本要求。本规范适用于地矿行业单位，作为验收地质成果和审批矿产勘探报告中的测试质量的依据。

2.2 引用标准

2.2.1 GB 8899—88《煤的显微组分组和矿物的测定方法》。

2.2.2 GB 6948—86《煤的镜质组反射率测定方法》。

2.3 样品的采集和送样

2.3.1 样品要使用油漆统一编号。样品、标签、送样单三者编号应当一致，字迹清楚，妥善包装、运送。

2.3.2 送样单上要认真填写采样地点、年代、层位、产状、野外定名和岩性描述等项内容。注明要求，有特殊意义的样品，应详细说明，并在标本上以符号标记。粗粒斑状岩石、砾石、角砾岩等，应注明斑晶、砾石和角砾的大小、种类和含量等。

2.3.3 对需重点研究或系统鉴定的岩矿鉴定样品，必须附有相应的采样图（地质平面图、剖面图、素描图及水系分析图）。委托鉴定的疑难样品，应附原始鉴定报告和其他相应资料。

2.3.4 样品必须具有代表性。对于重要矿区、矿点、标准剖面、岩体和物质组分、专题研究的重点样品，鉴定人员必须深入野外与地质人员共同观察、采集。

2.3.5 岩矿鉴定样品的块体积一般不小于 $3\text{ cm} \times 6\text{ cm} \times 9\text{ cm}$ （小口径岩芯标本不小于岩芯直径的二分之一，长度不小于 6 cm ）。结构不均匀岩石或有特殊要求样品应适当加大块样体积。松散和粉状样品一般不小于 100 g 。

2.3.6 煤岩样品根据需求和可能，分别采取连续柱状样、分层块样或全层混合样。煤岩样品的采取应符合煤炭工业部行业标准《煤岩样品采取方法》的要求。

岩组分析样品应在野外采集定向标本，并在标本上标明产状。块样应大于普通岩矿鉴定样品。

2.3.7 原始重砂样品，原始重量或体积要准确。经野外淘洗的重砂样品，应淘洗至灰色，重矿物含量少时，送样重量不小于 15 g 。

2.3.8 人工重砂原始重量应根据研究目的、地质情况和有用矿物含量多少等因素确定，一般以 $5\sim 10\text{ kg}$ 为宜。送样时应附有采样位置、样品产状及素描图。

2.3.9 矿石选冶试验所需的岩矿鉴定样品，选取有代表性的标本。参予采样实地观察，搜集有关资料。

2.3.10 X—射线分析、差热分析、红外光谱分析样品，根据不同测试的目的对样品的具体要求送样。

2.3.11 电子探针测试样品。送样单位应按测试单位的要求制备一定规格的光片或光薄片（不加盖片）。送样时要附有样品产地和有关地质资料以及详细的常规鉴定、测试数据，并且标出样品测试区，画出该区素描图，注明测试点（线）。

2.3.12 热电系数测定样品应是新鲜单晶体硫化物和氧化物，粒度为 $0.2\sim 0.5\text{ mm}$ ，数量 $30\sim 50$ 颗。矿物显微密度测定样品亦应是单体，粒度大于 0.1 mm ，重量 10 mg 以上。

2.3.13 矿物晶体形态测定样品应保持晶体形态完整，可以明显辨认其单体的颗粒应达到 100 粒以上。

国内已开展的某些测试新技术和新方法（如电子显微镜、激光光谱分析等）以及特殊测试鉴定项目对样品的要求，可协商制定。

2.3.14 凡与上述要求不符的样品，由送样单位与测试单位协商解决。

2.4 岩矿制片

2.4.1 光薄片根据要求选择岩石、矿石上有代表性的部位，并按规定或在特殊标定的方位切片，不能随意切割。制片时应确保样品编号无误。

2.4.2 普通薄片面积应为 22 mm×22 mm、厚 0.03 mm，厚薄均匀，清洁整齐；煤岩薄片沿垂直层理方向磨制（小口径岩芯样除外）。厚度为 0.01~0.03 mm，薄片透明，片面完整。

薄片应无气泡、无裂纹、无掉块，无特殊要求时应加有盖片。盖片应略大于相应的矿（岩）片面积，碳酸盐类薄片留出三分之一部分不加盖片，以备染色。载玻片厚度以不大于 1.5 mm 为宜。粘片树胶的折射率应保持在 1.537~1.540 范围内，使用其他粘片胶时应说明其折射率。

2.4.3 显微定量用砂片，其矿物含量和粒度大小应具有代表性；制片前，必须采用四分法缩分取样，按粒度确定制片数量，并根据粒度变化，分级取样、制片。

2.4.4 岩组分析薄片，其标本定向方向应平行于载玻片的某一边。如垂直 +b 方向磨片时，要将 -b 端平面粘在载玻片上。防止岩片扭动、破碎。定向标记必须清晰、准确地标注在薄片上。载玻片厚度不超过 1~1.2mm。盖片面积为 26 mm×47 mm 或 24 mm×32 mm，磨去盖载玻片四周棱角，以防损坏费氏台玻璃半球。

2.4.5 气液包体薄片要两面抛光，厚度 0.1~0.7 mm，以保持含包裹体矿物的透明度良好为宜；制片过程中温度不超过 80℃，以保证低温气液包裹体不致爆破。

2.4.6 一般含金属矿物的矿石光片，较硬矿物应无擦痕，较软矿物可略有不妨碍观察的轻微擦痕，软硬矿物之间的突起界线差别不宜太大；中心和边部磨光程度应基本一致，表面光滑，具有镜面反射特点，细小矿物和胶结矿物应能显露良好。煤岩光片直径为 20~25 mm，煤样粒度小于 1 mm，胶结物与煤粒面积之比为 1:2。胶结物无内反射、无气孔，胶结时温度控制在 100℃ 以内。抛光面应在 40 倍的干物镜下检查，光滑平整，无突起，无布纹，无污物，没有或极少有麻点划痕。抛光后的光片在空气或干燥器中干燥 12h 后方可进行测试。微粒、微量矿物电子探针光片，矿物一般不少于 5~10 粒，表面光滑、无擦痕。

2.4.7 一般样品不煮胶，若需煮胶的样品，无论采用烘烤注胶或浸泡注胶，温度以不超过 100℃ 为宜。

2.4.8 立方体体积应为 40 mm×40 mm×40 mm 或 30 mm×30 mm×30 mm，古地磁样为 20 mm×20 mm×20 mm，允许差为 ±0.5~1 mm。

2.4.9 单体珊瑚。根据标本大小切制不同形状薄片。薄片完整，中心对称，厚薄均匀。群体珊瑚在薄片至少能见到 3~5 个个体。

2.4.10 科。一般肉眼可见的蜓科切片时可在偏离蜓的中心一边切片，肉眼不可见的蜓科可按标本两个方向切片，胎房两端对称，厚薄均匀清晰。

2.4.11 光面要能清晰反映出需要观察的现象。一般达到细磨即可。

2.4.12 可溶性矿物（钾盐、岩盐及矾类）、吸水膨胀性矿物（粘土、蒙脱石等）样品的制片应使用饱和盐溶液、油类、有机试剂磨制。薄片除要求解理清晰、厚薄均匀外，其他要求与一般薄片相同。

2.5 矿物分离

2.5.1 重矿物分离质量要求见表 2—1。

2.5.2 单矿物分选纯度，应满足各种矿物分析、鉴定的质量要求。其纯度应达到 98% 以上，可镜下目估确定。

2.6 岩矿鉴定

2.6.1 系统岩矿鉴定

2.6.1.1 岩石、矿石的系统鉴定，必须结合标本和野外地质资料进行综合研究，力求作到野外宏观与室内微观研究相结合。

2.6.1.2 岩石、矿石中矿物种类要鉴定正确，尽力定出种属，并提出鉴定依据，重要矿物需取得确定

表 2—1 重砂矿物分离质量要求

项 目		区调普查的自然重砂	详查、勘探的自然重砂
室内 淘洗	粗 淘	重矿物含量应富集至 50~70%，不淘掉目的矿物，重矿物损失率不超过 2%。	重矿物富集应大于 70%，尾砂中含重矿物不超过 0.5%，砂金、铂等贵金属矿、金刚石不得遗漏。
	精 淘	重矿物部分，重量 0.1g 以上者，纯度一般大于 90%，轻矿物部分，重矿物含量小于同级重矿物总量的 2%。	尾砂中含重矿物小于同级重矿物总量的 1%，样品损耗率小于 1%。
筛 分		样品粒度相差悬殊时，应酌情分级。	
缩 分		样重在 15g 以下者，一般不缩分，15g 以上者酌情缩分，每次缩分允许差小于 0.2g，详查、勘探自然重砂，样重大于 200g 者，每次缩分相对允许差小于 0.5g。样重小于 200g 者，每次缩分允许差小于 0.2g，为寻找贵金属、金刚石的样品一般不缩分。	
称 重	重砂总量	用 1/10 天平称重，允许差小于天平感量的 2 倍	
	鉴定样品及分离后样品称重	样品称重要求同上，分离后各部分称重用 1/100 或 1/1000 天平；贵金属、金刚石用 1/10 万天平称重允许差小于天平感量的 2 倍。	
磁 选		磁性与非磁性矿物应基本分开，各部分分离纯度应在 95% 以上（非磁性矿物具有磁铁矿包体或连生体者除外）。	
电 磁 选		分选级数应视电磁性部分的矿物组合、含量等因素而定，电磁性部分的纯度应在 95% 以上（非电磁性矿物具有电磁性矿物包体或连生体者除外），无电磁性部分含电磁性矿物不能超过 1%。	
备 注		1、样品的总损耗率小于 3%。 2、贵金属和金刚石在各个工序均不应遗漏。 3、小于 0.074 mm 粒级矿物精淘纯度一般不低于 80%，但对于定量分析样品应采取多种手段提高其纯度。 4、样品的分选，以提纯目的矿物为原则，其主要部分尽可能富集到同级目的矿物总量的 80% 以上，磁选、电磁选的损耗率分别小于 1%。	

矿物种属和成因的关键数据。疑难、罕见、有特殊意义的和需深入研究的矿物，应采用先进方法及仪器进行测试，力求发现新矿物。

2.6.1.3 根据需要选择一定数量的样品测定矿物含量。

2.6.1.4 根据送样目的要求，详细描述岩石、矿石结构一构造，确定矿物间穿插、交代、包裹等先后顺序。阐明岩石、矿石蚀变类型、变质程度和形成特征，注意蚀变与矿化的关系；提供有用矿物粒度大小、嵌布特征等资料。

2.6.1.5 岩石按统一命名方案，并结合野外地质现象综合定名。对难以鉴定的岩石，应进行岩石化学或其他特殊方法研究，恢复变质岩石的原岩名称，要求岩石大类不定错。

2.6.1.6 岩石、矿石的结构特征与重要现象，应附一定量照片或素描图。

2.6.1.7 系统岩矿鉴定应视实际需要与地质人员共同商定，或作详细鉴定，或作一般鉴定。均应提交综合性的系统岩矿鉴定报告。

2.6.2 零星岩矿鉴定

内容视送样要求和实际情况而定。一般要求定名正确，矿物种族不得定错，不得遗漏有特殊意义的矿物。准确地划分结构一构造类型。矿物含量可采用目估法，误差以不影响正确命名为原则。矿石鉴定除上述要求外，如有必要还应用其他测试手段对有用元素进行综合检查。零星样品鉴定仅发单页报告。

2.6.3 岩矿综合专题研究质量要求

2.6.3.1 除使用常规方法外，根据实际工作的需要，还应选择适当的先进测试方法和手段，以取得准确的定性、定量数据及有关信息，提高研究水平。

2.6.3.2 进行岩石、矿物化学全分析的样品，应有详细的鉴定资料和地质描述，单矿物样品挑选富集

后,要检查纯度,当连生矿物不易剔除时,应详细描述,作相应的处理。

2.6.3.3 专题研究报告内容要论据充足、观点明确、文字简练、数字准确。报告内容一般应包括:目的任务、区域与矿区地质简介、岩石、矿物观察描述、实验数据与研究成果、结论等。

2.6.4 岩矿鉴定质量检查

岩矿鉴定应进行内检或互检。疑难矿物的鉴定,应结合必要的测试分析数据(光学常数和它物理常数、X—射线衍射分析、单矿物化学全分析等)进行综合研究确定。对其成因允许有不同的看法。岩矿鉴定样一般不送外检。

2.7 重砂鉴定

2.7.1 区调、普查阶段自然重砂样品

目的在于了解区域性矿产分布,研究矿物伴生组合,圈定重矿物机械分散晕。以矿物定性分析为主,重点鉴定有用矿物。并进行一定数量的矿物全分析。

2.7.1.1 有用矿物和有指示意义的矿物不得定错和遗漏,有用矿物含量大于1%(体积分数)者,不得定错和遗漏;有用矿物量少者(1%或100粒),遗漏不得超过一种;有用矿物微量者(10~100粒),遗漏不得超过两种;有用矿物只有数粒(小于10粒),遗漏不得超过三种。贵金属、金刚石不得遗漏,批量送样中的矿物绝不能有系统遗漏,以免影响找矿效果。镜下难以鉴定的矿物,应尽量采用多种手段综合鉴定。

2.7.1.2 矿物含量可采用目估和数颗法测定。贵金属、金刚石等,一般应选用精度在1/10万以上天平称重,小于0.0001g时,可用颗粒表示。其它有用矿物含量在0.01g以上者,以质量分数或体积分数表示;小于0.01g者,可用含量级代号或颗粒数表示。一般造岩矿物或副矿物则用体积分数表示,不足百分之一者,可用含量代号表示。

2.7.1.3 有用矿物含量大于工业品位者,基本、检查测定的允许相对双差不得超过30%,在工业品位至其十分之一之间者,允许相对双差不得超过40%,小于工业品位十分之一者,应以不影响圈定扩散晕为原则。

2.7.1.4 有用矿物和有指示意义的伴生矿物,应详细描述其主要物理特征;如变化不大,可分地段或综合描述。

2.7.1.5 轻砂部分取2~5%样品进行检查,以免漏掉有用矿物。

2.7.2 详查、勘探阶段自然重砂样品

在于求得一种或几种矿物的准确含量,研究其伴生矿物含量和矿物组合规律,为计算有用矿物工业储量及综合利用提供依据。一般要求以目的矿物定量为主,适当选择一部分样品作矿物组合鉴定。

2.7.2.1 对矿物组合样品中的目的矿物含量应准确测定,不得漏掉伴生有用矿物;对重要的、具有工业利用价值的矿物,应尽可能获得各种有关鉴定、测试数据。

2.7.2.2 目的矿物的定量应在高度分离富集后,称重,也可视情况用颗粒统计法,或称重与目估相结合的方法求得。

2.7.2.3 目的矿物测定允许的相对双差列于表2—2。

2.7.2.4 详查、勘探阶段的自然重砂样品,有用矿物含量在边界品位以下者,其测定允许绝对双差为不大于该矿物边界品位值的40%。

2.7.3 人工重砂样品

目的在于研究和查明岩石、矿石中的有用矿物;探明各类扩散晕的有用矿物的来源;研究岩体中副矿物的特征,为地质对比提供资料;考察稀散元素在岩石、矿石中的赋存状态和富集规律,寻找和评价稀散元素矿床。

2.7.3.1 各类人工重砂的鉴定以满足野外地质工作要求为原则。

2.7.3.2 区调、普查阶段采集的一般人工重砂,可根据肉眼观察或岩石类型确定破碎粒度;岩石或矿石中稀散元素赋存状态和其他地质规律研究的专门样品(重量大于10kg),破碎前应对标本磨制光片和薄片进行矿物成分、嵌布关系观察和粒度测试,或以小样进行破碎加工试验,确定其破碎粒度和试样重

量，选择合理的破碎加工流程，要求达到有用矿物单体解离、晶形完好和获得最大限度的回收率。

表 2—2 详查、勘探阶段自然重砂样品鉴定中目的矿物允许相对双差 (RD)

目的矿物名称	最低工业品位	内检允许相对双差		外检允许相对双差	
		高于最低工业品位 (%)	最低工业品位到边界品位 (%)	高于最低工业品位 (%)	最低工业品位到边界品位 (%)
钛铁矿	15 kg / m ³	5	10	15	15
锆英石	2 kg / m ³	10	15	15	20
独居石	300~500 g / m ³	15	20	20	25
金红石	≥1000 g / m ³	10	15	15	20
白钨矿	WO ₃ , 0.04%	15	20	20	25
黑钨矿	WO ₃ , 0.04%	5	10	10	15
钍石	ThO ₂ , 0.1%	15	20	20	25
锡石	100~150 g / m ³	5	10	10	15
铌铁矿	≥100 g / m ³	20	25	25	30
黄金	0.07 g / m ³	20	25	25	30
磷钨矿	50~70 g / m ³	20	25	25	30
辰砂	HgS ≥ 0.1%	15	20	20	25

2.7.3.3 岩体(含沉积岩)研究的人工重砂,应查明矿物共生组合及含量,具有对比意义的标型矿物,必须进行晶体素描,必要时应附有照片,尽可能获得该类矿物的物理光学数据以及微量元素等方面的资料。

2.7.3.4 岩石、矿石含矿性研究的人工重砂矿物分离和鉴定可参照区调、普查的自然重砂的质量要求。

2.7.3.5 用于考察岩体物质成分的人工重砂,其矿物分离和鉴定质量应高于一般人工重砂的要求。在查明物质组分的同时,还应考虑元素的赋存状态及分配情况。

2.7.3.6 对于岩体对比和物质成分样品的试验研究,应编写综合性鉴定报告。

2.7.4 重砂鉴定质量检查

2.7.4.1 重砂样品的质量检查

2.7.4.1.1 内外检样品的选择

2.7.4.1.1.1 区调普查样品根据水系分布、矿物组合变化,并结合不同的地质条件以及认为有可能漏掉有用矿物的样品等因素,予以选择。

2.7.4.1.1.2 详查勘探样品,内检主要选择目的矿物含量接近工业品位,品位高或低的样品,以及前后发生含量突变的样品,同时应兼顾工程分布和矿样分布情况。外检样品应由野外地质大队或实验室负责抽送,一般送副样(砂金矿除外),如无副样也可送原样(精矿和尾砂)。

2.7.4.1.2 内外检样品数量及合格率要求

2.7.4.1.2.1 内检样品数量为5~10%,合格率要求达90%。

2.7.4.1.2.2 外检样品数量为3~5%,合格率要求达80%。

2.7.4.1.3 内外检结果的处理

2.7.4.1.3.1 内检合格率达90%时,即认为原始鉴定结果正确,仅更正不合格样品的结果,合格率在80~90%、70~80%、60~70%范围时,除更正不合格样品结果外,尚需对未检样品分别抽10%、30%、50%进行补检,合格率在60%以下者,应全部返工。

2.7.4.1.3.2 外检合格率在80%以上者,即可认为基本分析结果达到质量要求,不必用外检结果来改正基本分析结果;外检合格率在60~80%范围,可按上述内检结果的处理方法类推处理;如合格率在60%以下时,应与送样单位共同研究,查找原因,酌情处理。

2.7.4.2 重砂分离样品,一般应按3~5%比例检查尾砂。

2.8 矿石选冶试验样品的物质组分研究

2.8.1 鉴定人员应了解选冶试验的目的与要求，并参加选冶试验样品的采样和资料搜集工作。岩矿鉴定样应在采取选冶试验样品的地段和工程区内，按比例相应采集矿石及岩石标本，其数量以保证对该选冶试验样品具有代表性为原则。人工重砂样从选冶试验样品中混匀缩分获得。

2.8.1.1 一般样品应提供矿区地质概况、矿石类型、结构构造、矿石化学成分、矿物成分及大致含量、有用矿物嵌布粒度、各粒级粒数百分比和体积（或面积）分数及相应的分布曲线图、连生体特征等资料，并提出矿石组分与结构影响矿石工艺性能因素的参考意见。对矿石结构、构造、有用矿物嵌布特征要附显微照片，必要时还要附电子探针或电子显微镜照片。

2.8.1.2 重点矿区或难选冶的矿石试验样品，在可能条件下应提供目的矿物人工重砂的准定量测定结果，目的矿物和有用元素单矿物化学分析资料，详细研究其矿物成分，以及目的元素、伴生有益元素和有害元素的赋存状态。当有益元素的赋存状态比较分散，必要时应进行元素平衡计算。疑难矿物和某些重要矿物应尽可能采用X—射线分析、红外光谱、电子探针等手段鉴定，以取得可靠数据。

2.8.1.3 在各种非金属矿产工艺及加工技术性能研究中，岩矿鉴定与选冶试验人员共同对样品拟定鉴定内容及其要求。

2.8.2 物质组分研究中，除查明可供综合利用元素的赋存状态及矿物形态外，并注意发现新矿物。

2.8.3 有用或有害元素赋存状态的确定，证据必须充分，尽量采用二种或多种方法，互相验证，作出正确结论。

2.8.4 有用矿物嵌布粒度的测量，一般需磨制10~20块光片或薄片，所测颗粒数不少于1000颗。低品位矿石及非金属矿物等可根据实际情况而定。

2.8.5 岩矿鉴定、人工重砂鉴定等，按2.6和2.7条质量要求。

2.8.6 各阶段的选冶试验中间产品检查，需根据选冶试验人员的要求协商确定。对微细粒选冶中间产品进行矿物定量测定时，应配合其它手段综合考察。

2.8.7 岩矿鉴定工作完成后，必须正式提交矿石物质组成研究的综合性报告。鉴定成果要经常与选冶试验人员交流信息，以利于及时指导选冶试验工作的进行。

2.9 煤岩鉴定

2.9.1 样品肉眼观察描述

2.9.1.1 对样品的采样质量和风化、氧化程度作出初步评估。

2.9.1.2 确定煤的宏观煤岩类型，按平均光泽强度可分为：光亮煤、半亮煤、半暗煤和暗淡煤。划分宏观煤岩类型的最小层厚度一般为5cm。

2.9.1.3 观察描述煤的结构、构造特征。

2.9.1.4 准确描述煤的其他物理性质：颜色、光泽、硬度、脆度、裂隙、断口和燃烧试验，必要时应做视密度和导电性等测定。

2.9.2 样品显微观察描述

2.9.2.1 有机显微组分和显微煤岩类型的分类命名应统一采用国际煤岩委员会的分类标准。

2.9.2.2 焦煤以下的低变质煤，应尽可能进行透射光和反射光的综合研究，无烟煤等高变质煤，应在正交偏光下加以研究。

2.9.2.3 显微观察描述时，首先应对整个样品进行概略性描述，然后再进行显微结构、构造、有机显微组分和矿物的基本组成、分布状态和彼此关系等的详细描述，必要时应对显微煤岩类型进行初步划分。

2.9.2.4 在透光下研究煤的薄片，主要是观测煤的颜色（透光色）、内部结构、形态、大小、透明度和轮廓等。

2.9.2.5 在反光下研究煤的光片，主要是观测煤的颜色（反光色）、内部结构、形态、大小、轮廓以及突起和反光性等。

2.9.2.6 进行荧光观测时，首先注明观测条件，主要是观测煤的荧光色、强度、组分形态、内部结构和荧光色变等。

2.9.2.7 对于矿物，首先要确定其种类，并对形态、大小和分布状态作出描述。

- 2.9.2.8 显微煤岩类型的最小分层厚度不小于 8 μm，最好能达到 5 μm。
- 2.9.2.9 对主要的显微煤岩类型还应描述内部有机显微组分和矿物组成以及相互关系。
- 2.9.2.10 显微描述要求“反映全面，突出重点”，既对特征性组分做重点描述，又不遗漏组分。
- 2.9.2.11 煤岩照片要编号清楚，结构清晰，反光照片的灰度、透光照片的颜色都必须反映真实，并注明所反映内容、照相条件和放大倍数等。

综合肉眼观察、显微镜下观察以及反射率测定等，最后确定煤的变质阶段及其相应的化学工艺牌号。

2.9.3 样品组分定量

2.9.3.1 本规范采用 GB 8899—88《煤的显微组分和矿物的测定方法》，规定了在反光显微镜下用白光测定煤的显微组分（或显微组分）和矿物的体积分数的方法。适用于各种煤所制成的粉煤光片和块煤光片。

2.9.3.2 对煤样和试样的要求

2.9.3.2.1 制粉煤光片的煤样应有代表性，重 4~5 g，粒度小于 1.0 mm，但不应过细，直径小于 10 μm 的微粒不多于 10%。

2.9.3.2.2 粉煤光片直径不小于 20 mm，其中胶结物所占体积应小于 1/3。抛光后表面光洁、无明显麻点、基本无擦痕和污物，显微组分界限清晰，特征分明。

2.9.3.3 将有代表性的煤样所制成的光片置于反光显微镜下，用白光入射。在部分偏光或单偏光下，用油浸物镜观察有机显微组分，一般根据反射色、反射率、结构、形态、突起、内反射等特征来鉴定。对高变质无烟煤则应在正交或不完全正交偏光下鉴定。对褐煤和低变质烟煤还可用荧光特征来确定壳质组及其他各种显微组分。对矿物，可在干物镜或油浸物镜中，用单偏光或正交偏光来进行鉴定，用数点法统计各种显微组分和矿物的体积分数。

2.9.3.4 对粉煤光片的测定，要确定移动尺步长，保证 500 个以上有效测点均匀布满全片，点距、行距一般以 0.5~0.6 mm 为宜。

2.9.3.5 对块煤光片的测定，在块煤光片上测定显微成分的含量，其结果代表性较差。但确有必要测定时，应垂直层理布置测线，参照粉煤光片的测定方法进行，适当放宽行距，缩短点距。

2.9.3.6 各种显微组分和矿物的体积分数，以它们的统计点数占总有效点数的百分数表示，数值取到小数点后一位。结果以含矿物基和去矿物基报出，即以下几种方式：

含矿物基：

- a、镜质组+壳质组+惰质组+矿物=100%；
- b、镜质组+半镜质组+壳质组+惰质组+矿物=100%，
- c、显微组分+粘土+硫铁矿+碳酸盐+氧化硅+其他矿物=100%。

去矿物基：上述 a、b 二式中，分别去掉矿物的含量，以显微组分之和为 100%。

2.9.3.7 精密度（监控）

2.9.3.7.1 内检允许双差（即重复性）是指在同一实验室中，由同一操作者，用同一台仪器，对同一试样以相同的测点数，在短期内所做的重复测定，所得结果间的差值（在 95% 概率下）的允许限。规定如下（见表 2—3）。

表 2—3 内检允许双差

某种成分的体积分数 ω %	允许双差，%
ω ≤ 10	2.0
10 < ω ≤ 30	3.0
30 < ω ≤ 60	4.0
60 < ω ≤ 90	4.5
ω > 90	4.0

2.9.3.7.2 再现性（不同实验室的允许差），应为表 2—3 中允许差的 1.5 倍。

2.9.4 样品反射率测定

本规范采用 GB 6948—86《煤的镜质组反射率测定方法》。适用于单一煤或混合煤，也基本上适用于沉积岩中分散有机质（镜煤色体和其他固体有机质）的反射率测定。

2.9.4.1 测定对象在烟煤和无烟煤中选择无结构镜质体中的均质镜质体和基质镜质体，在褐煤中选择均匀凝胶体或充分分解腐木质体作为反射率测定对象。

2.9.4.2 测点数目的规定，单一煤的测点数目见表 2—4。

表 2—4 煤样品反射率测定中最少测点数*

试验反射率 \bar{R} %	反射率类型	$\alpha=0.02$	$\alpha=0.03$	$\alpha=0.04$	$\alpha=0.06$	$\alpha=0.10$
<0.5	\bar{R}_{\max}	25				
	\bar{R}_{ran}	25				
0.5~1.0	\bar{R}_{\max}	40				
	\bar{R}_{ran}	60				
1.0~1.9	\bar{R}_{\max}	60	30			
	\bar{R}_{ran}	100	50			
1.9~2.5	\bar{R}_{\max}			30		
	\bar{R}_{ran}			60		
2.5~4.0	\bar{R}_{\max}				50	
	\bar{R}_{ran}				300	
>4.0	\bar{R}_{\max}					50
	\bar{R}_{ran}					300

* \bar{R}_{\max} ——平均最大反射率； \bar{R}_{ran} ——平均随机反射率； α ——准确度，即与真值符合的程度。

混合煤样的测点数一般不少于 100~500 点，视测值的离散程度而定。

2.9.4.3 结果的表达，按单个测值计算最大反射率或随机反射率的平均值和标准偏差，按阶或半阶计算最大反射率的平均值和标准偏差，分别统计各阶（或各半阶）的测点数及其占总数的百分数，作出反射率分布直方图，计算出平均值和标准偏差；以及校正后的试样的标准反射率。测试报告要附有室温、浸油折射率、标准片名称及反射率。

2.9.4.4 煤的镜质组反射率的平行测定允许差及不同实验室之间允许差规定见表 2—5。

表 2—5 煤镜质组反射率测定允许差*

试样反射率 \bar{R} %	内检允许差					外检允许差
	$\alpha=0.02$	$\alpha=0.03$	$\alpha=0.04$	$\alpha=0.06$	$\alpha=0.10$	
<1.0	0.03					0.07
1.0~1.9	0.03	0.04				0.08
1.9~2.5			0.06			0.15
2.5~4.0				0.09		0.25
>4.0					0.14	0.25

* 内检为室内，外检为室外。 α ——准确度，即与真值符合的程度。

2.9.4.5 至少应有 30% 的样品室内作平行测定检查。若两次测值之差在规定范围内，取二者平均值为最后结果；若大于规定允许差，则应测第三次，取允许差范围内的两次测值的平均值为最后结果。

2.9.5 煤的显微硬度测定

2.9.5.1 显微硬度测定主要用于无烟煤。

2.9.5.2 所测视域内有机显微组分要结构均一，且不受矿物包体的影响。

2.9.5.3 测点不少于 20 个，并按自然序列分为两组，由任意一个对角线的平均分度格分别计算平均值、标准偏差和相对标准偏差。

2.9.5.4 测定结果要标明载荷重量和切片方向。

2.9.5.5 煤的显微硬度 H_r 平行测定允许双差应小于 $1 \text{ kg} / \text{mm}^2$ ，相对双差小于 5 %。

2.9.6 煤的荧光性定量测定

2.9.6.1 煤的荧光性定量测定包括荧光强度、荧光光谱和荧光“光度”。其中荧光光谱应用较多。

2.9.6.2 荧光光谱测量的对象为壳质组和镜质组。其中孢子体分布广泛、荧光性稳定，最具有定量和类比的意義。

2.9.6.3 荧光光谱主要给出以下信息：

- ① 光谱商 (Q)：又称红 / 绿比 (650 / 500)；
- ② 光谱最大值 (λ_{\max})：又称最高峰波长；
- ③ 半峰宽 (M)。

2.9.6.4 样品要新鲜，避免强光照射和酸、碱或有机溶剂的浸蚀。

2.9.6.5 样品制备加热温度不得超过 60℃。

2.9.6.6 光谱测量前应减少一般观察时间，切忌加浸油。

2.9.6.7 光谱测量时应缩短照射时间。

2.9.6.8 测量点数一般为 5~10 个。

2.9.6.9 测试结果要附有实测光谱图，计算 Q、 λ_{\max} 和 M 值，并计算全部测点的平均值。

2.10 X—射线分析

2.10.1 物相分析

2.10.1.1 对原始资料的要求

2.10.1.1.1 照相机法

- ① 应根据测试的样品选择合适的波长，使背景淡、谱线清晰；
- ② 样品柱直径小于 0.5 mm，样柱转动时最大摆动幅度不超过 0.02 mm；
- ③ 定影后水冲时间必须充分，保证底片质量；
- ④ 片上应刻上有关标志及样品编号，以防差错。

2.10.1.1.2 衍射法

- ① 根据样品特性的需要，确定起始角和终止角；
- ② 衍射图谱清晰，图线连续、正确；
- ③ 每张图谱应附样品编号和测量条件；
- ④ 测角仪精度应调 $0.02^\circ \sim 2\theta$ 的范围内。

2.10.1.2 分析结果的要求

2.10.1.2.1 照相机法对强度大于 20% 的谱线的 d 值不能遗漏；衍射法应对每一个衍射峰给予物相定性。

2.10.1.2.2 一般应配合其他资料，如地质产状、生产制备工艺过程或镜下鉴定资料进行综合研究。

2.10.2 定量分析

2.10.2.1 根据样品不同情况和要求选用适宜的定量方法，如采用内标法、K 值法等。仪器精度较差和要求较高时，应加内标校正。必要时应采用其他分析资料进行验证。

2.10.2.2 必须通过反复试验确定实验条件，使记数速率、扫描速度、接收狭缝度三者匹配适当，以获得较为满意的条件。

2.10.2.3 根据不同要求考虑择优取向、颗粒效应、消光效应以及微吸收等因素的影响。

2.10.2.4 测量结果的绝对差一般不超过 $10^{\min(1, c+0.06)}$ (百分量)，其中 C 为被测物相含量分数 (≤ 1 ，真值或准确度较高的分析值)。

2.10.3 进行晶胞参数的测定时，测量 2θ 角 (或 d 值) 要准确， 2θ 值的绝对差应小于 $\pm 0.01^\circ$ 。测定结果的相对差应小于 0.05%。

2.11 差热分析

2.11.1 基线标定，应和仪器设计要求标准吻合。

2.11.2 应用有关标准物质的反应温度标定仪器的温度，绝对误差应小于 $\pm 1^\circ\text{C}$ 。

2.11.3 单矿物样定名应准确，能够划分亚种的尽量划分，难以确定种属的矿物应结合其他手段综合考察。

2.11.4 混合样中具有特征热谱线的主要矿物应准确定名,含量较少而又具有特殊意义的矿物应提供必要信息,不漏掉主要矿物。

2.11.5 测试用样品粒度为 0.097~0.074 mm。一般用量小于 50 mg,特殊情况可视仪器分析精度和样品性质而定。

2.11.6 失重分析,样品一般为 10~30 mg。

2.12 红外光谱分析

2.12.1 除单矿物定性分析外,应重视混合样的定性分析,其主要矿物或次要矿物的定性需定出矿物亚种,对少量或微量矿物可不作此要求。

2.12.2 红外光谱法测定长石、钾长石时的矿物种属确定与红外有序度必须一致,斜长石应能定出平均牌号。

2.12.3 金刚石类型的测定要根据图谱区别 I 型、II 型和过渡型。

2.12.4 按照不同要求,应进行矿物多型、键型和检查各种原子团的测定。

2.13 矿物气液包体测温

2.13.1 要基本了解样品采集地点的地质情况,按照不同时代和期次分别进行观察实验。

2.13.2 爆裂法样品的矿物颗粒为 0.20~0.25 mm,重量大于 1 g,单矿物样纯度应大于 95%。均一法成矿温度的测定数每个样品至少测 15 个以上包裹体。

2.13.3 均一法测温。镜下观察时,矿物流体包裹体的出现和消失的读出温度应小于 30℃,并对其类型、形态、大小、相比、数量、颜色、分布及成因等进行详细描述,典型包裹体要进行素描或摄影;特殊包裹体如含液体二氧化碳、有机质、子矿物等的多相包裹体,测定时相变和相变温度要详细记录或摄影。同一液体包裹体两次测得的均一温度,温差不能超过 $\pm 5^{\circ}\text{C}$ 。测试报告应包括包裹体特征描述,各相相态变化、相变温度、均一温度及测试次数,并附素描图或照片。使用热台要做出标准物质的校正曲线。

2.13.4 爆裂法测温。测试前仪器必须经过国家标准石英样或化学试剂分解点的温度进行校准;利用双温度计法做出每个炉子的校准曲线;测试中注意监听和监视,以区别爆裂信号和干扰信号。测试结果应提供爆裂曲线,爆裂温度(起爆温度,峰值温度)和爆破脉冲数。每批样抽取 10%样品进行内检,两次测得的爆裂温度不能超过 $\pm 20^{\circ}\text{C}$,爆裂曲线形态应基本一致。

2.14 孢粉分析

2.14.1 保持样品干净,防止从各方面造成的污染。

2.14.2 样品处理前应仔细观察其岩性特征,如变质程度、胶结物质等,依次采取有效处理方法,避免因方法不当而不能获得正确的分析结果。

2.14.3 处理完的样品要尽量干净,化石透明,防止因杂质过多,或化石颜色暗淡而影响化石的正确鉴定。

2.14.4 化石鉴定至少到属,大多数化石要鉴定到种。

2.14.5 孢粉化石数量每个样品一般须统计 200 个颗粒,化石不多的样品则统计 10 个盖片的孢粉颗粒。

2.14.6 新属、新种要具有与相近属、种明显区别的特征,标本数量至少在三个以上。

2.14.7 鉴定报告应满足送样单位提出的要求。

2.15 电子探针分析

2.15.1 样品制备。样品表面必须光滑平整,应能比较容易找到直径大于 100 μm 的无擦痕、麻坑的镜面区域。切忌各种污染。非导电样品的镀膜厚度要足以保证电子束束流的稳定,并需采取一定措施,保证与标准物质的碳膜等厚。用于图象观察的样品制备,切忌人为破坏,以保证能观察到样品的真实自然状态。

2.15.2 定量分析

2.15.2.1 定量全分析的总和为 97~103%。

2.15.2.2 含量为 5%以上的主元素,允许相对双差不大于 5%;1~5%的元素允许相对双差不大于 10%;1%以下的元素,允许相对双差不大于 20%。

2.15.2.3 用于储量计算或综合利用评价的有益或有害元素的分析结果，必须同时报出不确定度。

2.15.3 定性分析

主元素分析应正确无误，微量元素和痕量元素需经仔细核查后，方可提交结果。

2.15.4 图象

图象放大倍数的误差通常不大于 10%，图象中无明显畸变、象散、放电等缺陷，分辨率较高，反差较好，能清晰地反映样品的形态、成分及其他物理特性。

2.15.5 在可能条件下，每次分析测量之前应对仪器作稳定性测试。通过对某一标准物质的一组或几组 X—射线测量值的统计分析，判断仪器是否稳定。正常后，方可进行各项分析测试。

2.15.6 选用国际或国家的标准物质作为测量对比标准。其标准物质应是 (a) 含有定量分析程序欲测定的所有元素；(b) 其组分尽可能与待分析的试样接近。

2.15.7 对批量样品的分析，应在开始和结束时选择合适的标准物质或监控样，以监控分析质量。若达不到质量要求，应重新调整仪器。

2.15.8 电子探针分析结果一般应精确到小数点后第二位，多于小数点后第二位时，必须同时报出不确定度，或简要说明所使用的分析方法。不得用半定量的结果作为定量结果发出，不得发送探测极限以下的分析结果。

2.16 电子显微镜分析

2.16.1 透射电子图象须校验放大倍数，允许误差为±5~10%，分辨率好。图象清晰，所摄图象具有代表性，并应作出文字说明。具二次电子图象附件的电子显微镜，二次电子图象必须与透射电子图象严格同步。

2.16.2 成分分析

透射电子显微镜所附加的 X—射线能谱仪检出限通常为 0.1% 左右，分析的准确度和精密度也较差。因此，对所提供的结果应作必要的说明。

2.16.3 电子衍射分析。衍射图象清晰，衍射测量的误差通常不应大于 0.001mm。

2.17 热电性能测试：

热电性能测试需在一定的活化温度下进行，活化温度的误差不超过±2%。测试前，仪器应用标准电动势校验，其误差应小于±1.5%。每件样品应测试 30 颗以上。测定项目包括热电动势、导电类型、热电系数。

2.18 同位素地质年龄样品分析

2.18.1 K—Ar 法年龄测定

2.18.1.1 体积法和不使用 MM 1200 质谱计的同位素稀释法

2.18.1.1.1 用光谱纯 Ar 或纯化大气 Ar 监控质谱同位素分析的质量，其比例不小于分析样品数的 5~10%， $^{40}\text{Ar} / ^{36}\text{Ar}$ 光谱纯 Ar 或纯化大气 Ar 的测定比值与标准值的相对误差小于±5%。

2.18.1.1.2 采用标准物质和内检样监控全部测定过程的质量，其监控比例一般控制在 10~15%。中生代标准物质的年龄测定结果与标准值的相对误差不超过±4%，内检样的年龄误差不得超过±5%（固定 K 含量计算）。

2.18.1.1.3 测定单矿物样，大气 Ar 含量一般不超过 30%。超过者应找出原因，根据具体情况决定数据弃用。

2.18.1.2 K—Ar 稀释法（M M 1200 质谱计）

2.18.1.2.1 仪器分析前，分析室和析 Ar 系统真空应须小于 $1 \times 10^{-7} \text{Pa}$ ；

2.18.1.2.2 每次破坏真空更换一批样品时，都应进行标准物质分析，标准物质年龄误差不得超过±4%；

2.18.1.2.3 每天必须对磁场参数进行标定，若不合格则不能进行样品分析；

2.18.1.2.4 每次分析必须进行八轮峰跳测量，峰强度归零至少用五点作回归线求得。

2.18.1.3 Ar—Ac 法

- 2.18.1.3.1 K—Ar 稀释法所需达到的要求，均需满足；
- 2.18.1.3.2 照射样品的快中子积累通量大于 10^{13}n/cm^2 ；
- 2.18.1.3.3 每次照射必须测定 K 诱发的同位素校正因子 $C_2 = ({}^{40}\text{Ar} / {}^{39}\text{Ar}) K$ ；
- 2.18.1.3.4 每次照射必须用标准物质准确测定校正因子 (J) 值。
- 2.18.2 Rb—Sr 年龄测定及 Sr 同位素分析
- 2.18.2.1 采用 NBS 987 标准物质及高纯 Rb 试剂监控质谱同位素分析的质量，用 NBS 607 或 GB04411 标准物质监控全分析过程的质量。NBS987 的 ${}^{87}\text{Sr} / {}^{86}\text{Sr}$ 测定值与标准值的相对误差应小于 $\pm 0.03\%$ ，高纯 Rb 的 ${}^{87}\text{Rb} / {}^{86}\text{Rb}$ 测定值与标准值的相对误差应小于 $\pm 0.1\%$ ；NBS 607 和 GB 04411 的 Rb、Sr 浓度测定值与标准值的相对误差应小于 $\pm 2\%$ 。 ${}^{87}\text{Sr} / {}^{86}\text{Sr}$ 比值测定结果与标准值的相对误差应小于 $\pm 0.05\%$ ；
- 2.18.2.2 Rb、Sr 流程空白一般情况下不大于 10^{-9}g ，否则不能制样。若大于 10^{-9}g ，应停止样品分析，找出原因，对空白不合格的样品应全部返工。
- 2.18.2.3 实验室应以密码方式进行内检，内检样分析结果的相对双差应与 NBS 607 和 GB 04411 标准物质分析的允许误差一致。
- 2.18.2.4 每批样品分析所带的标准物质、空白及内检样分析的总比例不少于 10% ；
- 2.18.2.5 质谱测定 ${}^{87}\text{Rr} / {}^{86}\text{Rr}$ 比值的精密度应好于 $\pm 0.05\%$ 。
- 2.18.3 Sm—Nd 法年龄测定及 Nd 同位素分析
- 2.18.3.1 对每批样品分析都应有一定比例的标准物质、空白和内检样分析，其总比例不少于 10% ；
- 2.18.3.2 Sm、Nd 流程空白应不大于 $1 \times 10^{-9}\text{g}$ ，若大于此值时，应停止样品分析，找出原因，对空白不合格的样品应全部返工；
- 2.18.3.3 样品分析前，必须先测定标准物质，只有标准物质分析结果符合要求才允许分析样品。如果仪器不稳定，每天应测定一次标准物质。BCR—1 标准物质 ${}^{142}\text{Nd} / {}^{144}\text{Nd}$ 比值测定值与标准值的相对误差应小于 $\pm 0.007\%$ ；国家标准物质（编号待批定）的 Sm、Nd 的测定值与标准值相对误差应小于 $\pm 0.5\%$ ； ${}^{142}\text{Nd} / {}^{144}\text{Nd}$ 测定值与标准值的相对误差不得超过 $\pm 0.009\%$ ；
- 2.18.3.4 质谱测定 ${}^{142}\text{Nd} / {}^{144}\text{Nd}$ 比值的精密度 (RSD) 应好于 $\pm 0.005\%$ ； ${}^{147}\text{Sm} / {}^{144}\text{Nd}$ 比值测定的精密度 (RSD) 应好于 $\pm 0.5\%$ 。
- 2.18.4 U—Pb 年龄测定及 Pb 同位素分析
- 2.18.4.1 每批样品分析都须有一定比值的标准物质、空白及内检样分析，其总比例不少于 10% ；
- 2.18.4.2 流程空白：微量锆石分析 Pb 空白不大于 $5 \times 10^{-9}\text{g}$ ，U 空白不大于 10^{-10}g ；全岩、长石等矿物测定 Pb 空白不大于 $3 \times 10^{-9}\text{g}$ ；矿石铅（方铅矿、铅锌矿）Pb 空白不大于 $8 \times 10^{-9}\text{g}$ 。本底不合格者，应停止样品分析，找出原因，所监控的样品分析应全部返工；
- 2.18.4.3 NBS 981 标准物质 ${}^{207}\text{Pb} / {}^{206}\text{Pb}$ 测定值与标准值的相对误差应小于 $\pm 0.05\%$ ；NBS 950 的 ${}^{238}\text{U} / {}^{235}\text{U}$ 测定值与标准值的相对误差不大于 $\pm 4\%$ ；
- 2.18.4.4 质谱测定 Pb 同位素比值的精密度 (RSD)； ${}^{207}\text{Pb} / {}^{206}\text{Pb} < \pm 0.03\%$ ； ${}^{208}\text{Pb} / {}^{206}\text{Pb} < \pm 0.05\%$ ； ${}^{204}\text{Pb} / {}^{206}\text{Pb} < \pm 0.07\%$ （微量锆石分析除外）。

2.19 稳定同位素分析

稳定同位素分析的质量检查采取标准物质、内部监控样^①和重复样分析三种方法进行：

2.19.1 标准物质检查法

2.19.1.2 一批分析数据中所带标准物质的分析数据在标准物质允许的不确定度范围内时，该批样品的分析数据为合格；

2.19.1.3 一批分析数据中所带标准物质的分析数据超差，可以剔除某些粗大误差 ($> 2\sigma$) 的数据。

2.19.1.1 每批样品分析必须同时分析标准物质，其比例一般为 $10 \sim 20\%$ ；

^① 内部监控样系指虽未经正式定值但已经过长时间反复测定，其数据稳定、矿物成分适宜，可用作工作标准的样品，相当于习用的“管理样”

剔除粗大误差后，其余标准物质的结果与标准值之差仍大于允许误差，整批分析数据报废。剔除粗大误差的数据后，其余标准物质的分析结果的平均相对误差在允许误差范围时，所监控的样品数据合格，但属于粗大误差的标准物质所监控的样品，则须返工。

2.19.1.4 标准物质分析容许的标准偏差

$\delta^{18}\text{O}$ $\pm 0.20\%$ （五氟化溴法测定橄榄石、磁铁矿、辉石、石榴石、黄玉、超基性岩、刚玉等矿物岩石暂放宽到 $\pm 0.30\%$ ）

$\delta^{34}\text{S}$ $\pm 0.20\%$

$\delta^{13}\text{C}$ $\pm 0.20\%$

δD $\pm 2.0\%$

δD （流体包裹体和矿物氢） $\pm 3.0\%$

$\delta^{18}\text{O}$ （流体包裹体） $\pm 1.0\%$

$\delta^{29}\text{Si}$ $\pm 0.10\%$

2.19.2 内部监控样和重复样检查办法

2.19.2.1 在缺少标准物质时，可采用内部监控样或重复样进行质量检查。（内部监控样和重复样检查是在标准物质检查的基础上进行的，不能取代标准物质检查。标准物质检查主要用于确定每批样品分析结果的准确度，内部监控样和重复样着重检查长时间由实验室分析结果的再现性）；内部监控样和重复样的比例一般不少于10%；

2.19.2.2 内部监控样或重复样分析结果在确定值的变化范围之内时，所控制的样品数据为合格；内部监控样或重复样的分析结果超出允许变化范围时，所监控的样品数据报废，

2.19.2.3 内部监控样应随机插入分析样品中，管理人员可根据需要插入密码样品进行检查。

2.19.2.4 内部监控样和重复样分析双差（绝对双差）：

$\delta^{18}\text{O}$ $\pm 0.50\%$

δD $\pm 5.0\%$

$\delta^{34}\text{S}$ $\pm 0.50\%$

$\delta^{13}\text{C}$ $\pm 0.50\%$

$\delta^{29}\text{Si}$ $\pm 0.30\%$

2.19.2.5 发现大批样品报废或多次返工现象时，应查明原因，及时予以纠正。

附加说明：

本规范由中华人民共和国地质矿产部提出。

本规范由全国地质矿产标准化技术委员会岩矿测试标准样品及方法标准化分技术委员会归口。

本规范由地质矿产部科学技术司实验管理处、地质矿产部南京综合岩矿测试中心、地质矿产部武汉综合岩矿测试中心负责起草。

本规范主要起草人：伍启钰、叶家瑜、张志超、周剑雄、张家云、周金生、董高翔、汪美凤。

地质矿产实验室测试质量管理规范

岩矿分析质量要求和检查办法

3.1 主题内容与适用范围

本规范规定了地质矿产勘查、地质调查、矿产开发利用和地质科研等项目所采集的岩石、矿石、矿物、卤水等样品测试质量的基本要求和检查办法。

本规范适用于地矿行业单位，作为检查验收地质成果和审批矿产勘探报告中的样品测试数据的依据。

3.2 样品验收

对送来的样品按照《岩矿分析试样制备规程》中对送样的要求和规定，逐项检查、校对、验收，如有不符者，应立即商讨、处理。

验收后的样品进行登记、编批号和样号。

3.3 样品加工

3.3.1 分析样品制备应严格按照 DZ 0130 · 13—94 《岩矿分析试样制备规程》中的规定执行。对于送样单位有特殊加工要求的样品，可按照送样单位的要求进行加工，但应遵循《岩矿分析试样制备规程》中规定的加工原理。

3.4 测试

3.4.1 根据样品性质、待测组分（或元素）含量、共存元素及用户要求合理地选择国家标准或行业标准中的有关分析方法，其准确度、精密度和检出限均应达到或优于用户要求；如果尚未有可供选择的分析方法标准时，或者实验室具有更好的分析仪器和条件时，可以制定新的分析方法，但对分析方法的质量参数应进行详细测量，证明达到或优于用户要求，适用于该类样品，并且还要得到确认。

物相分析的分析方法，应根据各矿区的具体特点，进行方法试验后确定。

3.4.2 分析测试数据的位数应符合统一的规定，采用的分析方法、测量仪器等的精密度应能确保报出数据位数的有效性。

3.5 质量监控

标准物质监控与双份分析监控并重；精密度监控与准确度监控并重；不同质量要求可区别对待。标准物质平行测定，样品双份分析和空白试验等三者相结合。

3.5.1 监控方式

3.5.1.1 每一种元素的每一批样品，其数量在 10 个以下者插入 1 个标准物质；10 个以上者，插入 2 个或 2 个以上标准物质或监控样与样品平行测定。标准物质插入应分布在该批样品的前和后，或前、中和后部位。

3.5.1.2 每一批样品随机抽取 30% 或大于 30% 样品作为检查样，并编成密码交由不同人员分别进行基本分析和检查分析，样品数少时，也可以由一人平行测定，某些质量稳定的项目，检查数可减少至 20%；如一批样品数量少于 10 个时，检查效应增加至 50~100 %；某些质量要求高的样品检查数应 100%。

3.5.1.3 光谱半定量分析，内检数为 5~10%，有重要地质意义的或有疑问的样品应为 100%。

3.5.1.4 每一批样品插入 2 份空白试验，与样品平行测定，插入位置为前部和后部。

3.5.1.5 标准物质测定误差、标准偏差和双份分析相对允许差的计算式见通则。

3.5.2 监控限

3.5.2.1 样品双份分析的相对双差的允许限的修订,是在原《暂行规定》中所列各矿种各项目在不同含量范围的允许相对双差的基础上,以 $Y = a \times x^{-b}$ 方程拟合得到的经验计算式,分别乘以 0.67、1.00 和 1.50 等系数,形成了不同矿种不同项目的两段经验计算公式。

3.5.2.2 岩石矿物允许相对双差计算公式:

$$Y = \begin{cases} C \times 20x^{-0.60} & x \geq 3.08\% \\ C \times 12.5x^{-0.182} & x < 3.08\% \end{cases}$$

式中 y: 计算相对双差值 %;

c: 修正系数;

x: 测定结果浓度值 (%)。

3.5.2.3 卤水允许相对误差计算公式:

$$Y = \begin{cases} C \times 20x^{-0.60} & x \geq 3.08 \text{ mg/L} \times 10^{-3} \\ C \times 12.5x^{-0.182} & x < 3.08 \text{ mg/L} \times 10^{-3} \end{cases}$$

式中 y: 卤水中计算相对双差值 %;

c: 修正系数;

x: 卤水中测定结果的浓度值 (mg/L)。

实际应用中,可以编程序进行自动判断,也可利用计算表进行人工查询。

3.5.2.4 对于特殊性质的样品,送样单位又有特殊要求,需提高分析准确度和精密度,本规范中所列监控限不能满足要求时,与送样单位协商,可从严要求。

3.5.2.5 其它测试质量参数的监控限不另行制订,可以分别由允许相对双差值换算,详见通则。

3.5.2.6 岩矿分析各矿种项目允许相对双差系数统计表,见表 3—1。

3.5.2.7 岩矿分析允许相对双差计算公式系数值及计算表,见表 3—2。

3.5.2.8 岩矿分析合格率计算方法的规定,见本规范附录 A。

3.5.2.9 岩矿分析允许相对双差计算表,见本规范附录 B。

3.5.2.10 《岩矿分析误差统计数据处理程序》使用说明,见本规范附录 C。

3.5.2.11 岩石、矿石、矿物全分析各组分除按允许差检查外,其各项百分结果的总和可分两级检查。

I级: 99.30~100.70%

II级: 99.00~101.00%

各项百分数的总和的检查级别,主要根据送样单位的需要和实验室的分析方法、仪器设备等情况采确定,一般情况下,岩石、矿石、矿物化学全分析的总和可按 II 级检查。如有不合理相加组分存在时,可不受此限制。

3.5.2.12 物相分析除铁矿外,其余矿种的各项的允许相对双差一般可按该元素化学分析允许差放宽 50% 计,当该元素物相分析总量分别大于 3%、0.2~3% 和小于 0.2% 时,其分量总和与单独测定的总量的允许相对职差分别不得超过 10%、20% 和 30%。

3.5.2.13 光谱半定量双份分析的相对双差应小于或等于 66.7%。

3.5.3 判定(或监控)

3.5.3.1 质量参数的测定值小于或等于监控限时判为合格,即达到质量的基本要求。

3.5.3.2 标准物质(或监控样)的多份测定值计算得的平均误差和标准偏差(如是双份测定,则为双差)分别与其允许限比较,如果这两个质量参数都合格,可以认为分析测试条件受控;如果这两个质量参数之一不合格,则可认为此批测定波动过大或有不可允许的偏倚,并推断此批样品的分析测试质量难以保证,应即时查找原因,妥善处理。

3.5.3.3 标准物质如是单份测定,其偶然性难以避免,不能完全以 3.5.3.2 所述进行判定。

3.5.3.4 当标准物质(或监控样)的监控合格后,统计样品双份分析的相对双差合格率(指原始合格率),若大于或等于 90%,判定此批样品分析质量合格。如果小于 90%,初步判定为此批样品分析质量

不合格，应即时查找原因，妥善处理。

3.5.3.5 对痕量或超痕量元素（或组分）的测定，在含量极低时，对空白值的大小及其波动性应予注意。

3.6 质量评估

3.6.1 用户评估

用户评估有多种方式，根据目的和要求，有不同的实验设计和评估标准。其中在岩矿分析测试中有外部检查（也有称室（队）外检，或简称外检）和制样质量的检查（也有称队内部检查）。

表 3—1 岩矿分析各矿种项目允许相对双差系数统计表

矿性代码	矿性	系数	项 目	单位	备注
4110	铁矿	0.67	FeO S P Co Mn TiO ₂	%	
		1.00	Fe(T) Fe(M) Cu Pb Zn As Sn Ni Mo 灼失量 H ₂ O F Cr ₂ O ₃ V ₂ O ₃		
		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	P		
		1.50	Fe (T)		
4121	化工用 放电锰	0.67	Mn O ₂	%	
		1.00	Fe (T)		
413	金红石	1.00	TiO ₂ TiO ₂ (砂矿)	%	
414	钛铁矿	0.67	TiO ₂	%	
		1.00	TiO ₂ (砂矿)		
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	钒矿	0.67	V ₂ O ₅	%	
42	有色金属 矿石	0.67	Ni Co Cr ₂ O ₃ V ₂ O ₅ S As TiO ₂	%	
		1.00	Cu Pb Sn (砂矿) WO ₃ Mo Sb Bi Hg Cd Fe (T) Fe (S) BaSO ₄ P SiO ₂ Al ₂ O ₃ CaO MgO		
		1.50	Zn Sn WO ₃ (砂矿)		
		2.00	CaF ₂		
43	贵金属 矿石	0.29	Au Ir Rh Os Ru	μ g/g	÷ 10 000
		0.40	Ag Pt Pd		
44	放射性、稀有 分散元素	0.67	Ra Th Nb ₂ O ₅ Ta ₂ O ₅ BeO ZrO ₂ HfO ₂ Ce ₂ O ₃ La ₂ O ₃ Se Te In Ge Ga Ti Re U	%	
		1.00	Li ₂ O ZrO ₂ (砂矿) Rb ₂ O Cs ₂ O RE ₂ O ₃ Y ₂ O ₃ Yb ₂ O ₃ SrO Sc ₂ O ₃		
451	磷矿	0.40	I	%	
		1.00	P ₂ O ₅ RE ₂ O ₃ MgO CaO CO ₂ SiO ₂ F Cl		
452	硫铁矿或 自然硫	0.67	S As	%	
		1.00	S (s) Fe F Pb Zn C (有机)		
453	明矾石	1.00	SO ₃ Al ₂ O ₃ K ₂ O Na ₂ O ₃ S SiO ₂	%	
454	重晶石、 毒重石	1.00	BaO SiO ₂ Fe ₂ O ₃ Al ₂ O ₃ CaO 可溶盐 SO ₂ CO ₂ Cu Pb Mn RE ₂ O ₃	%	
		1.50	BaSO ₄		
		2.00	CaF ₂		
455	天青石	1.00	SrO BaO CaO MgO SO ₃ Fe ₂ O ₃ Al ₂ O ₃ SiO ₂ CO ₂ CaF ₂	%	

续表 3—1 岩矿分析各矿种项目允许相对双差系数统计表

矿性代码	矿性	系数	项 目	单位	备注
456	石膏	1.00	CaO SiO ₂ Fe ₂ O ₃ Al ₂ O ₃ MgO K ₂ O Na ₂ O SO ₃ Cl 酸不溶物 H ₂ O	%	
457	芒硝	0.67	SO ₃ Na ₂ O	%	
		1.00	K ₂ O SiO ₂ Al ₂ O ₃ Fe ₂ O ₃ CaO MgO Cl Br 水不溶物 H ₂ O		
458	盐矿、盐湖淤泥	1.00	Na K Ca Mg Ba Cl SO ₄ ²⁻ B ₂ O ₃ Br I 水不溶物 H ₂ O	%	
459	钾盐	1.00	K Na Mg Ca Cl SO ₄ ²⁻ B ₂ O ₃ Br I 水不溶物 H ₂ O	%	
4510	钾长石、含钾岩石、伟晶花岗岩	0.67	SiO ₂	%	
		1.00	K ₂ O Na ₂ O Al ₂ O ₃ Fe ₂ O ₃ CaO MgO TiO ₂ SO ₃ (S) 灼失量		
4512	滑石、叶腊石	0.67	SiO ₂ As	%	
		1.00	MgO CaO Fe ₂ O ₃ TiO ₂ Al ₂ O ₃ 灼失量 H ₂ O		
4511	萤石	1.00	SiO ₂ Fe ₂ O ₃ Pb Zn MgO Sb S	%	
		1.50	CaCO ₃ BaSO ₄		
		2.00	CaF ₂		
4513	蛇纹岩、橄榄岩、超基性岩	0.67	S Ni	%	
		1.00	MgO SiO ₂ Fe ₂ O ₃ Al ₂ O ₃ CaO FeO 灼失量 P		
4514	高铝粘土矿	0.67	SiO ₂	%	
		1.00	Al ₂ O ₃ TiO ₂ Fe ₂ O ₃ CaO MgO K ₂ O Na ₂ O RE ₂ O ₃ S CO ₂ P ₂ O ₅ 灼失量		
45150	高岭土	1.00	Al ₂ O ₃ SiO ₂ Fe ₂ O ₃ TiO ₂ CaO MgO MnO(Mn) SO ₃ (S) SO ₃ 硫酸盐	%	
45151	绝缘陶瓷用高岭土	1.00	Al ₂ O ₃ SiO ₂ Fe ₂ O ₃ CaO MgO K ₂ O Na ₂ O 灼失量	%	
45160	粘土(陶瓷原料用)	1.00	Al ₂ O ₃ SiO ₂ Fe ₂ O ₃ TiO ₂ CaO MgO K ₂ O Na ₂ O SO ₃ (S) 灼失量	%	
45161	粘土(包括水泥用)	1.00	Al ₂ O ₃ SiO ₂ Fe ₂ O ₃ TiO ₂ CaO MgO K ₂ O Na ₂ O SO ₃ 灼失量	%	
45162	粘土(冶金辅助原料用)	1.00	Al ₂ O ₃ SiO ₂ Fe ₂ O ₃ TiO ₂ CaO MgO K ₂ O Na ₂ O SO ₃ 灼失量	%	
45170	冶金、耐火材料用石英砂	0.67	SiO ₂ Al ₂ O ₃	%	
		1.00	CaO P ₂ O ₅		
45171	铸型用石英砂	0.40	SiO ₂	%	
		1.00	Fe ₂ O ₃ Al ₂ O ₃ CaO MgO K ₂ O Na ₂ O S 灼失量		
45172	玻璃原料用石英砂	0.40	SiO ₂	%	
		0.67	Cr ₂ O ₃		
		1.00	Fe ₂ O ₃ Al ₂ O ₃ TiO ₂		
45173	陶瓷原料用石英砂	1.00	TiO ₂ CaO MgO K ₂ O Na ₂ O 灼失量	%	
45180	熔剂用灰岩	0.67	CaO	%	
		1.00	MgO SiO ₂ 酸不溶物 RE ₂ O ₃ P ₂ O ₅ SO ₃ (S) CO ₂ 灼失量		

续表 3—1 岩矿分析各矿种项目允许相对双差系数统计表

矿性代码	矿性	系数	项 目	单位	备 注
4518 1	化工、玻璃原料用灰岩	0.67	CaO	%	
		1.00	MgO SiO ₂ 酸不溶物 RE ₂ O ₃ Fe ₂ O ₃ P S AsCO ₂ 灼失量 H ₂ O		
4518 2	制电石（维尼龙）用灰岩	0.67	CaO	%	
		1.00	MgO SiO ₂ RE ₂ O ₃ S P		
4519 0	水泥用石灰质原料	0.67	CaO	%	
		1.00	SiO ₂ SiO ₂ (f) Fe ₂ O ₃ TiO ₂ K ₂ O Na ₂ O Mn ₃ O ₄ (Mn) P ₂ O ₅ SO ₃ (S) Cl 灼失量		
		1.50	MgO		
4519 1	水泥用粘土质原料硅质原料	0.67	SiO ₂	%	
		1.00	Al ₂ O ₃ Fe ₂ O ₃ CaO MgO TiO ₂ K ₂ O Na ₂ O Mn ₃ O ₄ (Mn) P ₂ O ₅ SO ₃ 灼失量		
4520	泥灰岩（天然水泥）	0.67	CaO	%	
		1.00	SiO ₂ Al ₂ O ₃ Fe ₂ O ₃ MgO SO ₃ (S) 灼失量		
4521	硅灰石	0.67	SiO ₂ CaO	%	CaSiO ₃ CaCO ₃ 按 Ca 允许双 差放宽 50%
		1.00	MgO Al ₂ O ₃ Fe ₂ O ₃ 灼失量 CO ₂		
4522 0	冶金、化工用白云石	0.67	MgO CaO	%	
		1.00	SiO ₂ Al ₂ O ₃ Fe ₂ O ₃ TiO ₂ Mn ₃ O ₄ 酸不溶物 P		
4522 1	玻璃原料用白云石	0.67	MgO CaO	%	
		1.00	Fe ₂ O ₃ Al ₂ O ₃		
4523	菱镁矿	0.67	MgO	%	
		1.00	CaO SiO ₂ Al ₂ O ₃ Fe ₂ O ₃ 灼失量		
4524	菱镁矿	1.00	CO ₂	%	
4525	天然碱及其泥样	0.67	SO ₄ ²⁻	%	
		1.00	SO ₄ ²⁻ Na K B ₂ O ₅ CO ₃ ²⁻ HCO ₃ ⁻ Cl 水不溶物 H ₂ O		
4526	固体硼矿	1.00	B ₂ O ₃ SiO ₂ 酸不溶物 Al ₂ O ₃ Fe ₂ O ₃ CaO MgO CO ₂ H ₂ O	%	
4527	石墨	0.67	SiO ₂	%	
		1.00	C Fe ₂ O ₃ Al ₂ O ₃ CaO MgO S 水分 灰分 挥发分		
4529	硅酸岩	0.67	SiO ₂	%	
		1.00	Al ₂ O ₃ Fe ₂ O ₃ CaO MgO K ₂ O Na ₂ O MnO (Mn) TiO ₂ SO ₃ (S) P ₂ O ₅ 灼失量 H ₂ O F Cl CO ₂		
		1.50	FeO		
4530	硅藻土	0.67	SiO ₂	%	
		1.00	Al ₂ O ₃ Fe ₂ O ₃ CaO MgO 灼失量 H ₂ O		
47	泥 炭	0.67	灰分 H N SiO ₂	%	
		1.00	水分 CO ₂ S K ₂ O Al ₂ O ₃ Fe ₂ O ₃ CaO MgO K ₂ O Na ₂ O TiO ₂ SO ₃ P ₂ O ₅		

续表 3—1 岩矿分析各矿种项目允许相对双差系数统计表

矿性代码	矿性	系数	项 目	单位	备注
47	泥 炭	1.50	C 苯抽出物 不被水解物		
		2.00	含水量 纤维含量 易水解物 难水解物 腐植酸还原糖		
4528	卤 水	0.29	I Br	mg / ml	÷ 1 000
		0.67	K Rb Cs Li B ₂ O ₅ NO ₃ ⁻ Sr Ba		
		1.00	Mg Ca SO ₄ ²⁻ CO ₃ ²⁻ HCO ₃ ⁻		
		1.50	Na Cl		
48	选冶样品	0.67	铬矿中 Co、Cr ₂ O ₃ ，钒矿中 V ₂ O ₅ 、S、P，铅锌矿中 Cu，镍矿中 Ni，钴矿中 Co，锡矿中 Sn、Bi，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。	%	

表 3—2 岩矿分析相对双差计算公式系数值及计算表

类 别	C 值	区间 (X ≥ 3.08%)	(X < 3.08%)
C 01	1.00	$Y=1.0 \times 20 \times X^{(-0.6)}$	$Y=1.0 \times 12.5 \times X^{(-0.182)}$
C 02	0.67	$Y=0.67 \times 20 \times X^{(-0.6)}$	$Y=0.67 \times 12.5 \times X^{(-0.182)}$
C 03	1.50	$Y=1.5 \times 20 \times X^{(-0.6)}$	$Y=1.5 \times 12.5 \times X^{(-0.182)}$
C 04	0.25	$Y=0.25 \times 20 \times X^{(-0.6)}$	$Y=0.25 \times 12.5 \times X^{(-0.182)}$
C 05	0.29	$Y=0.29 \times 20 \times X^{(-0.6)}$	$Y=0.29 \times 12.5 \times X^{(-0.182)}$
C 06	0.33	$Y=0.33 \times 20 \times X^{(-0.6)}$	$Y=0.33 \times 12.5 \times X^{(-0.182)}$
C 07	0.40	$Y=0.40 \times 20 \times X^{(-0.6)}$	$Y=0.4 \times 12.5 \times X^{(-0.182)}$
C 08	0.50	$Y=0.50 \times 20 \times X^{(-0.6)}$	$Y=0.5 \times 12.5 \times X^{(-0.182)}$
C 09	2.00	$Y=2.0 \times 20 \times X^{(-0.6)}$	$Y=2.0 \times 12.5 \times X^{(-0.182)}$
C 010	2.50	$Y=2.5 \times 20 \times X^{(-0.6)}$	$Y=2.5 \times 12.5 \times X^{(-0.182)}$
C 011	3.00	$Y=3.0 \times 20 \times X^{(-0.6)}$	$Y=3.0 \times 12.5 \times X^{(-0.182)}$
C 012	3.50	$Y=3.5 \times 20 \times X^{(-0.6)}$	$Y=3.5 \times 12.5 \times X^{(-0.182)}$
C 013	4.00	$Y=4.0 \times 20 \times X^{(-0.6)}$	$Y=4.0 \times 12.5 \times X^{(-0.182)}$

3.6.1.1 外部检查

3.6.1.1.1 凡计算储量的样品中规范规定的项目以及其他指定的较重要项目，分析报告发出后，由送样单位或由送样单位会同实验室由分析样品中抽取样品总数的 5%，送交指定的实验室进行队的外部检查。

如果用户由于某项工作的需要，与委托实验室协商，也可对某些样品中某些项目进行外部检查。

3.6.1.1.2 外部检查的允许限可以采用室内检查测定的允许限。

3.6.1.1.3 外部检查的合格率（指原始合格率）为不低于 80%。

3.6.1.1.4 如外部检查结果与基本分析结果出现系统性，应以 t 检验判断，并用准确可靠的方法或标准分析方法重新测定，进行判断。

3.6.1.1.5 基本分析单位在寄送外检样品的同时，应附分析方法或详细摘要、矿性和大致含量。

3.6.1.1.6 承担外检分析的实验室应尽可能采用两种不同原理的分析方法，其中之一可以为基本分析

* 选冶样品常见的 23 个矿种中，除上述各矿种组分的系数为 0.67 和萤石中 CaF₂ 的系数为 1.50 之外，其余的各矿种组分的系数均为 1.00。

实验室采用的分析方法，另一个可以采用标准分析方法或其它准确可靠的分析方法。

3.6.1.2 制样质量检查（过去称为队内检）

用户（或地质队）为了考查粗副样的均匀性和制样（样品加工）质量，可以根据品级代表性，从粗副样（粒径<0.84mm）中抽取部分样品，编密码送原分析承担单位进行检查分析。检查项目应与原分析报告的分析项目相同，也可由送样单位与分析实验室共同协商决定只进行主要项目检查。除统计合格率外（合格率要求80%），还应进行F检验判断。

3.6.2 综合性评估

为了确保报出分析测试数据的质量和弥补质量监控的不足，实验室应根据获得的多种信息，结合化学分析理论、样品实际情况和积累的经验，尽可能地对合理性、可比性、适用性、相关性、一致性、可靠性等进行综合性质量评估，评估内容和方式均应依照具体情况，区别对待。

3.6.3 系统误差的判断

当实验数据不太离群或不太密集时，t检验判断系统误差存在是否有显著性还是适用的。在分析测试质量参数监控均合格后，可以用t检验判断系统误差的显著性。

3.6.3.1 标准物质测定系统误差是否显著。标准物质（或监控样）多次平行测定的t计算式为

$$t = \frac{\bar{X} - X_0}{S/\sqrt{n}}$$

式中： \bar{X} 为测定平均值； X_0 为标准值； S 为标准偏差； n 为测定次数。

若t计算值大于或等于临界值（ $t_{(0.05, n-1)}$ ），判为系统误差存在显著性；否则不显著。

3.6.3.2 一组样品双份分析双差的系统性是否显著，将一组样品双份分析的相对双差值，与其相对双差允许值之比，计算得各样品的相对双差分数，即

$$F_{RD_i} = \frac{RD_{测}}{RD_{允}}$$

然后计算这组样品相对双差平均值（ \bar{F}_{RD_i} ）及标准偏差（ S_{RD} ），再计算t值，即

$$t = \frac{\bar{F}_{RD}}{S_{RD}\sqrt{n}}$$

若t计算值大于或等于临界值（ $t_{(0.05, n-1)}$ ），判为此组样品双差的系统性存在显著性；否则不显著。

附加说明：

本规范由中华人民共和国地质矿产部提出。

本规范由全国地质矿产标准化技术委员会岩矿测试标准样品及方法标准化分技术委员会归口。

本规范由地质矿产部科学技术司实验管理处、地质矿产部南京综合岩矿测试中心、地质矿产部武汉综合岩矿测试中心负责起草。

本规范主要起草人：董高翔、储亮皎、叶家瑜、周金生、伍启钰。

附 录 A

岩矿分析合格率计算方法的规定

(补充件)

A.1 合格率按 $\frac{\text{合格项目}}{\text{检查项目}} \times 100\%$ 计算。合格项数系指未超出误差范围的项数。返工复查后合格的项目数，不得计算在内。

例如：基本分析 100 个铜，检查分析 40 个，超差 6 个，则合格率分别为：

$$\text{基本分析合格率} = \frac{34}{40} \times 100\%$$

$$\text{检查分析合格率} = \frac{34}{40} \times 100\%$$

A.2 室、组的合格率按 $\frac{\text{合格项数的总和}}{\text{检查项数的总和}} \times 100\%$ 计算。

A.3 室、组、个人全月或全年合格率应按上述方法分别进行累计，即：

$$\frac{\text{全月(年)合格项数的总和}}{\text{全月(年)检查项数的总和}} \times 100\%$$

A.4 已经投入使用的新方法，除分析人员第一次掌握可不计算合格率外，其它均应统计合格率。

A.5 成批质量返工，应统计合格率。

A.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。

A.7 各实验室每年应统计外检合格率，其统计办法亦按上述规定进行。

A.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%。

A.9 对验收地质成果和审批矿产勘探报告时内外检合格，均按本附录 A.1 条要求进行统计。

附录 B

表 3—3 岩矿分析允许相对误差 (Y 值) 计算表 (补充件)

$$Y=C \times 12.5 \times X^{-0.182} \quad \text{当 } X \leq 3.08$$

$$Y=C \times 20.0 \times X^{-0.600} \quad \text{当 } X > 3.08$$

系数 C = .25

浓度 (X)	0.	1.	2.	3.	4.	5.	6.	7.	8.	9.
90.	.34	.33	.33	.33	.33	.33	.32	.32	.32	.32
80.	.36	.36	.36	.35	.35	.35	.35	.34	.34	.34
70.	.39	.39	.38	.38	.38	.37	.37	.37	.37	.36
60.	.43	.42	.42	.42	.41	.41	.40	.40	.40	.39
50.	.48	.47	.47	.46	.46	.45	.45	.44	.44	.43
40.	.55	.54	.53	.52	.52	.51	.50	.50	.49	.48
30.	.65	.64	.62	.61	.60	.59	.58	.57	.56	.56
20.	.83	.80	.78	.76	.74	.72	.71	.69	.68	.66
10.	1.26	1.19	1.13	1.07	1.03	.98	.95	.91	.88	.85
0.	***	3.13	2.75	2.56	2.18	1.90	1.71	1.56	1.44	1.34
浓度 (X)	.00	.01	.02	.03	.04	.05	.06	.07	.08	.09
.90	3.19	3.18	3.17	3.17	3.16	3.15	3.15	3.14	3.14	3.13
.80	3.25	3.25	3.24	3.23	3.23	3.22	3.21	3.21	3.20	3.19
.70	3.33	3.33	3.32	3.31	3.30	3.29	3.29	3.28	3.27	3.26
.60	3.43	3.42	3.41	3.40	3.39	3.38	3.37	3.36	3.35	3.34
.50	3.55	3.53	3.52	3.51	3.50	3.48	3.47	3.46	3.45	3.44
.40	3.69	3.68	3.66	3.64	3.63	3.61	3.60	3.59	3.57	3.56
.30	3.89	3.87	3.85	3.82	3.80	3.78	3.76	3.74	3.73	3.71
.20	4.19	4.15	4.12	4.08	4.05	4.02	3.99	3.97	3.94	3.91
.10	4.75	4.67	4.60	4.53	4.47	4.41	4.36	4.31	4.27	4.23
.00	***	7.23	6.37	5.92	5.61	5.39	5.21	5.07	4.95	4.84
浓度 (X)	.0000	.0001	.0002	.0003	.0004	.0005	.0006	.0007	.0008	.0009
.0090	7.37	7.35	7.34	7.32	7.31	7.29	7.28	7.27	7.25	7.24
.0080	7.52	7.51	7.49	7.47	7.46	7.44	7.43	7.41	7.40	7.38
.0070	7.71	7.69	7.67	7.65	7.63	7.61	7.60	7.58	7.56	7.54
.0060	7.93	7.91	7.88	7.86	7.84	7.81	7.79	7.77	7.75	7.73
.0050	8.20	8.17	8.14	8.11	8.08	8.06	8.03	8.00	7.98	7.95
.0040	8.54	8.50	8.46	8.42	8.39	8.36	8.32	8.29	8.26	8.23
.0030	9.00	8.94	8.89	8.84	8.79	8.75	8.70	8.66	8.62	8.58
.0020	9.68	9.60	9.52	9.44	9.37	9.30	9.23	9.17	9.11	9.05
.0010	10.99	10.80	10.63	10.47	10.33	10.20	10.09	9.97	9.87	9.78
0000	***	16.71	14.73	13.68	12.98	12.46	12.06	11.72	11.44	11.20

系数 C = .29

续表 3—3

浓度(X)	0.	1.	2.	3.	4.	5	6.	7.	8.	9.
90.	.39	.39	.38	.38	.38	.38	.38	.37	.37	.37
80.	.42	.42	.41.	41	.41	.40	.40	.40	.40	.39
70.	.45	.45	.45	.44	.44	.43	.43	.43	.42	.42
60.	.50	.49	.49	.48	.48	.47	.47	.47	.46	.46
50.	.55	.55	.54	.54	.53	.52	.52	.51	.51	.50
40.	.63	.62	.62	.61	.60	.59	.58	.58	.57	.56
30.	.75	.74	.72	.71	.70	.69	.68	.66	.65	.64
20.	.96	.93	.91	.88	.86	.84	.82	.80	.79	.77
10.	1.46	1.38	1.31	1.24	1.19	1.14	1.10	1.06	1.02	.99
0.	***	3.63	3.20	2.97	2.52	2.21	1.98	1.80	1.67	1.55
浓度(X)	.00	.01	.02	.03	.04	.05	.06	.07	.08	.09
.90	3.70	3.69	3.68	3.67	3.67	3.66	3.65	3.65	3.64	3.63
.80	3.78	3.77	3.76	3.75	3.74	3.73	3.73	3.72	3.71	3.70
.70	3.87	3.86	3.85	3.84	3.83	3.82	3.81	3.80	3.79	3.78
.60	3.98	3.97	3.95	3.94	3.93	3.92	3.91	3.90	3.89	3.88
.50	4.11	4.10	4.08	4.07	4.06	4.04	4.03	4.02	4.00	3.99
.40	4.38	4.26	4.24	4.23	4.21	4.19	4.18	4.16	4.14	4.13
.30	4.51	4.49	4.46	4.44	4.41	4.39	4.37	4.34	4.32	4.30
.20	4.86	4.82	4.78	4.74	4.70	4.67	4.63	4.60	4.57	4.64
.10	5.51	5.42	5.33	5.25	5.18	5.12	5.06	5.00	4.95	4.90
.00	***	8.38	7.39	6.86	6.51	6.25	6.05	5.88	5.74	5.62
浓度(X)	.0000	.0001	.0002	.0003	.0004	.0005	.0006	.0007	.0008	.0009
.0090	8.54	8.53	8.51	8.49	8.48	8.46	8.44	8.43	8.41	8.40
.0080	8.73	8.71	8.69	8.67	8.65	8.63	8.61	8.60	8.58	.8.56
.0070	8.94	8.92	8.90	8.88	8.85	8.83	8.81	8.79	8.77	8.75
.0060	9.20	9.17	9.14	9.12	9.09	9.06	9.04	9.01	8.99	8.97
.0050	9.51	9.47	9.44	9.41	9.38	9.34	9.31	9.28	9.25	9.23
.0040	9.90	9.86	9.81	9.77	9.73	9.69	9.65	9.62	9.58	9.54
.0030	10.43	10.37	10.31	10.26	10.20	10.15	10.09	10.04	10.00	9.95
.0020	11.23	11.13	11.04	10.95	10.87	10.79	10.71	10.64	10.57	10.50
.0010	12.74	12.52	12.33	12.15	11.99	11.84	11.70	11.57	11.45	11.34
.0000	***	19.38	17.08	15.87	15.06	14.46	13.99	13.60	13.27	12.99

系数 C = .33

续表 3—3

浓度 (X)	0.	1.	2.	3.	4.	5.	6.	7.	8.	9.
90.	.44	.44	.44	.43	.43	.43	.43	.42	.42	.42
80.	.48	.47	.47	.47	.46	.46	.46	.45	.45	.45
70.	.52	.51	.51	.50	.50	.49	.49	.49	.48	.48
60.	.57	.56	.55	.55	.54	.54	.53	.53	.52	.52
50.	.63	.62	.62	.61	.60	.60	.59	.58	.58	.57
40.	.72	.71	.70	.69	.68	.67	.66	.66	.65	.64
30.	.86	.84	.82	.81	.80	.78	.77	.76	.74	.73
20.	1.09	1.06	1.03	1.01	.98	.96	.93	.91	.89	.88
10.	1.66	1.57	1.49	1.42	1.35	1.30	1.25	1.21	1.17	1.13
0.	***	4.13	3.64	3.38	2.87	2.51	2.25	2.05	1.90	1.77
浓度 (X)	.00	.01	.02	.03	.04	.05	.06	.07	.08	.09
.90	4.20	4.20	4.19	4.18	4.17	4.16	4.16	4.15	4.14	4.13
.80	4.30	4.29	4.28	4.27	4.26	4.25	4.24	4.23	4.22	4.21
.70	4.40	4.39	4.38	4.37	4.36	4.35	4.34	4.33	4.32	4.31
.60	4.53	4.51	4.50	4.49	4.47	4.46	4.45	4.44	4.42	4.41
.50	4.68	4.66	4.65	4.63	4.61	4.60	4.58	4.57	4.55	4.54
.40	4.87	4.85	4.83	4.81	4.79	4.77	4.75	4.73	4.71	4.70
.30	5.14	5.11	5.08	5.05	5.02	4.99	4.97	4.94	4.92	4.90
.20	5.53	5.48	5.43	5.39	5.35	5.31	5.27	5.23	5.20	5.17
.10	6.27	6.16	6.07	5.98	5.90	5.83	5.76	6.69	5.64	5.58
.00	***	9.54	8.41	7.81	7.41	7.12	6.88	6.69	6.53	6.39
浓度 (X)	.0000	.0001	.0002	.0003	.0004	.0005	.0006	.0007	.0008	.0009
.0090	9.72	9.70	9.68	9.66	9.65	9.63	9.61	9.59	9.57	9.55
.0080	9.93	9.91	9.89	9.87	9.84	9.82	9.80	9.78	9.76	9.74
.0070	10.18	10.15	10.12	10.10	10.07	10.05	10.03	10.00	9.93	9.96
.0060	10.47	10.44	10.40	10.37	10.34	10.32	10.29	10.26	10.23	10.20
.0050	10.82	10.78	10.74	10.71	10.67	10.63	10.60	10.53	10.53	10.50
.0040	11.27	11.22	11.17	11.12	11.07	11.03	10.99	10.94	10.90	10.86
.0030	11.87	11.80	11.74	11.67	11.61	11.55	11.49	11.43	11.37	11.32
.0020	12.78	12.67	12.56	12.46	12.37	12.27	12.19	12.10	12.02	11.95
.0010	14.50	14.25	14.03	13.83	13.64	13.47	13.31	13.17	13.03	12.90
.0000	***	22.05	19.44	18.05	17.13	16.45	15.91	15.47	15.10	14.78

系数 C = .40

续表 3—3

浓度(X)	0.	1.	2.	3.	4.	5.	6.	7.	8.	9.
90.	.54	.53	.53	.53	.52	.52	.52	.51	.51	.51
80.	.58	.57	.57	.56	.56	.56	.55	.55	.55	.54
70.	.63	.62	.61	.61	.60	.60	.60	.59	.59	.58
60.	.69	.68	.67	.67	.66	.65	.65	.64	.64	.63
50.	.77	.76	.75	.74	.73	.72	.71	.71	.70	.69
40.	.87	.86	.85	.84	.83	.82	.80	.79	.78	.77
30.	1.04	1.02	1.00	.98	.96	.95	.93	.92	.90	.89
20.	1.33	1.29	1.25	1.22	1.19	1.16	1.13	1.11	1.08	1.06
10.	2.01	1.90	1.80	1.72	1.64	1.58	1.52	1.46	1.41	1.37
0.	***	5.00	4.41	4.09	3.48	3.05	2.73	2.49	2.30	2.14
浓度(X)	.00	.01	.02	.03	.04	.05	.06	.07	.08	.09
.90	5.10	5.09	5.08	5.07	5.06	5.05	5.04	5.03	5.02	5.01
.80	5.21	5.20	5.18	5.17	5.16	5.15	5.14	5.13	5.12	5.11
.70	5.34	5.32	5.31	5.29	5.28	5.27	5.26	5.24	5.23	5.22
.60	5.49	5.47	5.45	5.44	5.42	5.41	5.39	5.38	5.36	5.35
.50	5.67	5.65	5.63	5.61	5.59	5.57	5.56	5.54	5.52	5.50
.40	5.91	5.88	5.86	5.83	5.81	5.78	5.76	5.74	5.71	5.69
.30	6.22	6.19	6.15	6.12	6.08	6.05	6.02	5.99	5.96	5.93
.20	6.70	6.64	6.59	6.53	6.48	6.43	6.39	6.35	6.30	6.26
.10	7.60	7.47	7.35	7.25	7.15	7.06	6.98	6.90	6.83	6.76
.00	***	11.56	10.19	9.41	8.98	8.62	8.34	8.11	7.92	7.75
浓度(X)	.0000	.0001	.0002	.0003	.0004	.0005	.0006	.0007	.0008	.0009
.0090	11.78	11.76	11.74	11.71	11.69	11.67	11.65	11.62	11.60	11.58
.0080	12.04	12.01	11.99	11.96	11.93	11.91	11.88	11.86	11.83	11.81
.0070	12.34	12.30	12.27	12.24	12.21	12.18	12.15	12.12	12.10	12.07
.0060	12.69	12.65	12.61	12.57	12.54	12.50	12.47	12.48	12.40	12.37
.0050	13.11	13.07	13.02	12.98	12.93	12.89	12.85	12.81	12.77	12.73
.0040	13.66	13.60	13.54	13.48	13.42	13.37	13.32	13.26	13.21	13.16
.0030	14.39	14.31	14.22	14.14	14.07	13.99	13.92	13.85	13.19	13.72
.0020	15.49	15.36	15.23	15.11	14.99	14.88	14.77	14.67	14.57	14.48
.0010	17.58	17.28	17.00	16.76	16.53	16.33	16.14	15.96	15.79	15.64
.0000	***	26.73	23.56	21.88	20.77	19.94	19.29	18.76	18.31	17.92

系数 C = .50

续表 3—3

浓度 (X)	0.	1.	2.	3.	4.	5.	6.	7.	8.	9.
90.	.67	.67	.66	.66	.65	.65	.65	.64	.64	.63
80.	.72	.72	.71	.71	.70	.70	.69	.69	.68	.68
70.	.78	.77	.77	.76	.76	.75	.74	.74	.73	.73
60.	.86	.85	.84	.83	.82	.82	.81	.80	.80	.79
50.	.96	.95	.93	.92	.91	.90	.89	.88	.87	.87
40.	1.09	1.08	1.06	1.05	1.03	1.02	1.01	.99	.98	.97
30.	1.30	1.27	1.25	1.23	1.21	1.18	1.16	1.15	1.13	1.11
20.	1.66	1.61	1.57	1.52	1.49	1.45	1.42	1.38	1.35	1.33
10.	2.51	2.37	2.25	2.15	2.05	1.97	1.89	1.83	1.77	1.71
0.	***	6.25	5.51	5.12	4.35	3.81	3.41	3.11	2.87	2.68
浓度 (X)	.00	.01	.02	.03	.04	.05	.06	.07	.08	.09
.90	6.37	6.36	6.35	6.33	6.32	6.31	6.30	6.28	6.27	6.26
.80	6.51	6.49	6.48	6.47	6.45	6.44	6.42	6.41	6.40	6.38
.70	6.67	6.65	6.64	6.62	6.60	6.59	6.57	6.55	6.54	6.52
.60	6.86	6.84	6.82	6.80	6.78	6.76	6.74	6.72	6.70	6.69
.50	7.09	7.06	7.04	7.02	6.99	6.97	6.95	6.92	6.90	6.88
.40	7.38	7.85	7.32	7.29	7.26	7.23	7.20	7.17	7.14	7.12
.30	7.78	7.73	7.69	7.65	7.61	7.57	7.53	7.49	7.45	7.42
.20	8.38	8.30	8.23	8.17	8.10	8.04	7.99	7.93	7.88	7.83
.10	9.50	9.34	9.19	9.06	8.94	8.83	8.72	8.63	8.54	8.46
.00	***	14.45	12.74	11.83	11.23	10.78	10.43	10.14	9.90	9.69
浓度 (X)	.0000	.0001	.0002	.0003	.0004	.0005	.0006	.0007	.0008	.0009
.0090	14.73	14.70	14.67	14.64	14.61	14.59	14.56	14.53	14.50	14.48
.0080	15.05	15.02	14.98	14.95	14.92	14.88	14.85	14.82	14.79	14.76
.0070	15.42	15.38	15.34	15.30	15.26	15.23	15.19	15.15	15.12	15.08
.0060	15.86	15.81	15.76	15.72	15.67	15.63	15.59	15.54	15.50	15.46
.0050	16.39	16.33	16.28	16.22	16.17	16.11	16.06	16.01	15.96	15.91
.0040	17.07	17.00	16.92	16.85	16.78	16.71	16.64	16.58	16.52	16.45
.0030	17.99	17.88	17.78	17.68	17.59	17.49	17.40	17.32	17.23	17.15
.0020	19.37	19.20	19.04	18.88	18.74	18.60	18.47	18.34	18.22	18.10
.0010	21.97	21.59	21.26	20.95	20.67	20.41	20.17	19.95	19.74	19.55
.0000	***	33.41	29.45	27.36	25.96	24.93	24.11	23.45	22.88	22.40

系数 C = .67

续表 3—3

浓度 (X)	0.	1.	2.	3.	4.	5.	6.	7.	8.	9.
90.	.90	.89	.89	.88	.88	.87	.87	.86	.86	.85
80.	.97	.96	.95	.95	.94	.93	.93	.92	.91	.91
70.	1.05	1.04	1.03	1.02	1.01	1.00	1.00	.99	.98	.97
60.	1.15	1.14	1.13	1.12	1.11	1.09	1.08	1.08	1.07	1.06
50.	1.28	1.27	1.25	1.24	1.22	1.21	1.20	1.18	1.17	1.16
40.	1.47	1.44	1.42	1.40	1.38	1.37	1.35	1.33	1.31	1.30
30.	1.74	1.71	1.67	1.64	1.62	1.59	1.56	1.54	1.51	1.49
20.	2.22	2.16	2.10	2.04	1.99	1.94	1.90	1.85	1.81	1.78
10.	3.37	3.18	3.02	2.88	2.75	2.64	2.54	2.45	2.37	2.29
0.	***	8.38	7.38	6.86	5.83	5.10	4.57	4.17	3.85	3.59
浓度 (X)	.00	.01	.02	.03	.04	.05	.06	.07	.08	.09
.90	8.54	8.52	8.50	8.49	8.47	8.45	8.44	8.42	8.41	8.39
.80	8.72	8.70	8.68	8.66	8.65	8.63	8.61	8.59	8.57	8.55
.70	8.94	8.91	8.89	8.87	8.85	8.83	8.80	8.78	8.76	8.74
.60	9.19	9.16	9.14	9.11	9.08	9.06	9.03	9.01	8.98	8.96
.50	9.50	9.47	9.43	9.40	9.37	9.34	9.31	9.28	9.25	9.22
.40	9.89	9.85	9.81	9.77	9.72	9.69	9.65	9.61	9.57	9.54
.30	10.43	10.36	10.30	10.25	10.19	10.14	10.09	10.04	9.99	9.94
.20	11.23	11.13	11.03	10.94	10.86	10.78	10.70	10.63	10.56	10.49
.10	12.73	12.52	12.32	12.14	11.98	11.83	11.69	11.56	11.44	11.33
.00	***	19.36	17.07	15.85	15.05	14.45	13.98	13.59	13.26	12.98
浓度 (X)	.0000	.0001	.0002	.0003	.0004	.0005	.0006	.0007	.0008	.0009
.0090	19.74	19.70	19.66	19.62	19.58	19.55	19.51	19.47	19.43	19.40
.0080	20.17	20.12	20.08	20.03	19.99	19.94	19.90	19.86	19.82	19.78
.0070	20.66	20.61	20.56	20.51	20.45	20.40	20.36	20.31	20.26	20.21
.0060	21.25	21.19	21.12	21.06	21.00	20.94	20.88	20.83	20.77	20.72
.0050	21.97	21.89	21.81	21.74	21.66	21.59	21.52	21.45	21.38	21.32
.0040	22.88	22.77	22.68	22.58	22.48	22.39	22.30	22.22	22.13	22.05
.0030	24.11	23.96	23.83	23.60	23.56	23.44	23.32	23.20	23.09	22.98
.0020	25.95	25.72	25.51	25.30	25.11	24.92	24.74	24.57	24.41	24.26
.0010	29.44	28.94	28.48	28.07	27.69	27.35	27.03	26.73	26.46	26.20
.0000	***	44.77	39.46	36.66	34.79	33.40	32.31	31.42	30.66	30.01

系数 C= 1.00

续表 3—3

浓度 (x)	0.	1.	2.	3.	4.	5.	6.	7.	8.	9.
90.	1.34	1.34	1.33	1.32	1.31	1.30	1.29	1.29	1.28	1.27
80.	1.44	1.43	1.42	1.41	1.40	1.39	1.38	1.37	1.36	1.35
70.	1.56	1.55	1.54	1.52	1.51	1.50	1.49	1.48	1.46	1.45
60.	1.71	1.70	1.68	1.67	1.65	1.63	1.62	1.60	1.59	1.58
50.	1.91	1.89	1.87	1.85	1.83	1.81	1.79	1.77	1.75	1.73
40.	2.19	2.15	2.12	2.09	2.07	2.04	2.01	1.99	1.96	1.94
30.	2.60	2.55	2.50	2.45	2.41	2.37	2.33	2.29	2.26	2.22
20.	3.31	3.22	3.13	3.05	2.97	2.90	2.83	2.77	2.71	2.65
10.	5.02	4.74	4.50	4.29	4.11	3.94	3.79	3.65	3.53	3.42
0.	***	12.50	11.02	10.23	8.71	7.61	6.83	6.22	5.74	5.35
浓度 (x)	.00	.01	.02	.03	.04	.05	.06	.07	.08	.09
.90	12.74	12.72	12.69	12.67	12.64	12.62	12.59	12.57	12.55	12.52
.80	13.02	12.99	12.96	12.93	12.90	12.88	12.85	12.82	12.79	12.77
.70	13.34	13.30	13.27	13.24	13.20	13.17	13.14	13.11	13.08	13.05
.60	13.72	13.68	13.64	13.60	13.56	13.52	13.48	13.45	13.41	13.37
.50	14.18	14.13	14.08	14.03	13.98	13.94	13.89	13.85	13.80	13.76
.40	14.77	14.70	14.64	14.58	14.51	14.46	14.40	14.34	14.29	14.23
.30	15.56	15.47	15.38	15.29	15.21	15.13	15.05	14.98	14.91	14.84
.20	16.75	16.61	16.47	16.33	16.21	16.09	15.97	15.86	15.76	15.66
.10	19.01	18.68	18.39	18.12	17.88	17.65	17.45	17.26	17.08	16.91
.00	***	28.90	25.48	23.66	22.46	21.56	20.86	20.28	19.79	19.37
浓度 (x)	.0000	.0001	.0002	.0003	.0004	.0005	.0006	.0007	.0008	.0009
.0090	29.46	29.40	29.34	29.29	29.23	29.17	29.12	29.06	29.01	28.95
.0080	30.10	30.03	29.96	29.90	29.83	29.77	29.71	29.64	29.58	29.52
.0070	30.84	30.76	30.68	30.60	30.53	30.45	30.38	30.31	30.24	30.17
.0060	31.72	31.62	31.53	31.44	31.35	31.26	31.17	31.09	31.00	30.92
.0050	32.79	32.67	32.55	32.44	32.33	32.22	32.12	32.01	31.91	31.81
.0040	34.15	33.99	33.84	33.70	33.56	33.42	33.29	33.16	33.03	32.91
.0030	35.98	35.77	35.56	35.36	35.17	34.99	34.81	34.63	34.41	34.30
.0020	38.74	38.39	38.07	37.76	37.47	37.20	36.93	36.68	36.44	36.20
.0010	43.95	43.19	42.51	41.90	41.33	40.82	40.34	39.90	39.49	39.10
.0000	***	66.87	58.90	54.71	51.92	49.85	48.23	46.89	45.77	44.80

系数 C = 1.50

续表 3—3

浓度 (X)	0.	1.	2.	3.	4.	5.	6.	7.	8.	9.
90.	2.02	2.00	1.99	1.98	1.96	1.95	1.94	1.93	1.92	1.90
80.	2.16	2.15	2.13	2.12	2.10	2.09	2.07	2.06	2.04	2.03
70.	2.34	2.32	2.31	2.29	2.27	2.25	2.23	2.21	2.20	2.18
60.	2.57	2.55	2.52	2.50	2.47	2.45	2.43	2.41	2.39	2.36
50.	2.87	2.84	2.80	2.77	2.74	2.71	2.68	2.65	2.62	2.60
40.	3.28	3.23	3.19	3.14	3.10	3.06	3.02	2.98	2.94	2.90
30.	3.90	3.82	3.75	3.68	3.62	3.55	3.49	3.44	3.38	3.33
20.	4.97	4.83	4.70	4.57	4.46	4.35	4.25	4.15	4.06	3.98
10.	7.54	7.12	6.75	6.44	6.16	5.91	5.68	5.48	5.30	5.13
0.	***	18.75	16.53	15.35	13.06	11.42	10.24	9.33	8.62	8.03
浓度 (X)	.00	.01	.02	.03	.04	.05	.06	.07	.08	.09
.90	19.11	19.07	19.04	19.00	18.96	18.93	18.89	18.85	18.82	18.78
.80	19.53	19.48	19.44	19.40	19.35	19.31	19.27	19.23	19.19	19.15
.70	20.01	19.96	19.91	19.86	19.81	19.76	19.71	19.66	19.62	19.57
.60	20.58	20.51	20.45	20.39	20.34	20.28	20.22	20.17	20.11	20.06
.50	21.27	21.19	21.12	21.05	20.98	20.91	20.84	20.77	20.70	20.64
.40	22.15	22.05	21.96	21.86	21.77	21.68	21.60	21.51	21.43	21.35
.30	23.34	23.20	23.07	22.94	22.82	22.70	22.58	22.47	22.36	22.25
.20	25.13	24.91	24.70	24.50	24.31	24.13	23.96	23.80	23.64	23.49
.10	28.51	28.02	27.58	27.18	26.82	26.48	26.17	25.89	25.62	25.37
.00	***	43.35	38.21	35.49	33.68	32.34	31.29	30.42	29.69	29.06
浓度 (X)	.0000	.0001	.0002	.0003	.0004	.0005	.0006	.0007	.0008	.0009
.0090	44.19	44.10	44.01	43.93	43.84	43.76	43.67	43.59	43.51	43.43
.0080	45.15	45.05	44.95	44.85	44.75	44.65	44.56	44.46	44.37	44.28
.0070	48.26	46.14	46.02	45.91	45.79	45.68	45.57	45.46	45.36	45.25
.0060	47.57	47.43	47.29	47.15	47.02	46.89	46.76	46.63	46.50	46.38
.0050	49.18	49.00	48.83	48.66	48.50	48.33	48.18	48.02	47.87	47.72
.0040	51.22	50.99	50.77	50.55	50.34	50.13	49.93	49.74	49.55	49.36
.0030	53.97	53.65	53.34	53.04	52.76	52.48	52.21	51.95	51.70	51.45
.0020	58.11	57.59	57.11	56.65	56.21	55.79	55.40	55.02	54.65	54.31
.0010	65.92	64.78	63.77	62.84	62.00	61.23	60.51	59.85	59.23	58.65
.0000	***	100.23	88.35	82.07	77.88	74.78	72.34	70.34	68.65	67.19

系数 C = 2.00

续表 3—3

浓度 (x)	0.	1.	2.	3.	4.	5.	6.	7.	8.	9.
90.	2.69	2.67	2.65	2.64	2.62	2.60	2.59	2.57	2.55	2.54
80.	2.89	2.86	2.84	2.82	2.80	2.78	2.76	2.74	2.73	2.71
70.	3.13	3.10	3.07	3.05	3.02	3.00	2.98	2.95	2.93	2.91
60.	3.43	3.40	3.36	3.33	3.30	3.27	3.24	3.21	3.18	3.15
50.	3.83	3.78	3.74	3.69	3.65	3.61	3.57	3.54	3.50	3.46
40.	4.37	4.31	4.25	4.19	4.13	4.08	4.02	3.97	3.92	3.87
30.	5.20	5.10	5.00	4.91	4.82	4.74	4.66	4.58	4.51	4.44
20.	6.63	6.44	6.26	6.10	5.94	5.80	5.66	5.54	5.42	5.30
10.	10.05	9.49	9.01	8.58	8.21	7.88	7.58	7.31	7.06	6.84
0.	***	25.00	22.04	20.47	17.41	15.23	13.65	12.45	11.49	10.70
浓度 (x)	.00	.01	.02	.03	.04	.05	.06	.07	.08	.09
.90	25.48	25.43	25.38	25.33	25.28	25.23	25.19	25.14	25.09	25.05
.80	26.04	25.98	25.92	25.86	25.81	25.75	25.70	25.64	25.59	25.54
.70	26.68	26.61	26.54	26.47	26.41	26.34	26.28	26.22	26.16	26.10
.60	27.44	27.35	27.27	27.19	27.12	27.04	26.96	26.89	26.82	26.75
.50	28.36	28.26	28.16	28.06	27.97	27.87	27.78	27.69	27.61	27.52
.40	29.54	29.40	29.28	29.15	29.03	28.91	28.80	28.68	28.57	28.47
.30	31.12	30.94	30.76	30.59	30.42	30.26	30.11	29.96	29.81	29.67
.20	33.51	33.21	32.93	32.67	32.41	32.17	31.95	31.73	31.52	31.32
.10	38.01	37.36	36.77	36.24	35.76	35.31	34.90	34.51	34.16	33.82
.00	***	57.80	50.95	47.33	44.91	43.12	41.72	40.56	39.59	38.75
浓度 (x)	.0000	.0001	.0002	.0003	.0004	.0005	.0006	.0007	.0008	.0009
.0090	58.92	58.80	58.69	58.57	58.46	58.34	58.23	58.12	58.01	57.91
.0080	60.20	60.06	59.93	59.80	59.67	59.54	59.41	59.29	59.16	59.04
.0070	61.68	61.52	61.36	61.21	61.06	60.91	60.76	60.62	60.48	60.34
.0060	63.43	63.24	63.06	62.87	62.69	62.52	62.34	62.17	62.00	61.84
.0050	65.57	65.34	65.11	64.88	64.66	64.45	64.23	64.03	63.83	63.63
.0040	68.29	67.99	67.69	67.40	67.12	66.84	66.58	66.32	66.06	65.81
.0030	71.96	71.53	71.12	70.72	70.34	69.97	69.61	69.27	68.93	68.61
.0020	77.47	76.79	76.14	75.5	74.94	74.39	73.86	73.36	72.87	72.41
.0010	87.89	86.38	85.02	83.79	82.67	81.64	80.68	79.80	78.97	78.20
.0000	***	133.64	117.80	109.42	103.84	99.71	96.45	93.78	91.53	89.59

系数 C = 2.50

续表 3—3

浓度 (x)	0.	1.	2.	3.	4.	5.	6.	7.	8.	9.
90.	3.36	3.34	3.32	3.30	3.27	3.25	3.23	3.21	3.19	3.17
80.	3.61	3.58	3.55	3.53	3.50	3.48	3.45	3.43	3.41	3.38
70.	3.91	3.87	3.84	3.81	3.78	3.75	3.72	3.69	3.66	3.63
60.	4.29	4.24	4.20	4.16	4.12	4.09	4.05	4.01	3.98	3.94
50.	4.78	4.73	4.67	4.62	4.57	4.52	4.47	4.42	4.37	4.33
40.	5.47	5.39	5.31	5.23	5.16	5.09	5.03	4.96	4.90	4.84
30.	6.50	6.37	6.25	6.14	6.03	5.92	5.82	5.73	5.64	5.55
20.	8.29	8.05	7.83	7.62	7.43	7.25	7.08	6.92	6.77	6.63
10.	12.56	11.86	11.26	10.73	10.26	9.85	9.47	9.13	8.83	8.55
0.	***	31.25	27.55	25.59	21.76	19.04	17.06	15.56	14.36	13.38
浓度 (x)	.00	.01	.02	.03	.04	.05	.06	.07	.08	.09
.90	31.86	31.79	31.73	31.67	31.60	31.54	31.48	31.42	31.37	31.31
.80	32.55	32.47	32.40	32.33	32.26	32.19	32.12	32.05	31.99	31.92
.70	33.35	33.26	33.18	33.09	33.01	32.93	32.85	32.77	32.70	32.62
.60	34.29	34.19	34.09	33.99	33.89	33.80	33.70	33.61	33.52	33.43
.50	35.45	35.32	35.20	35.08	34.96	34.84	34.73	34.62	34.51	34.40
.40	36.92	36.76	36.59	36.44	36.29	36.14	35.99	35.85	35.72	35.58
.30	38.91	38.67	38.45	38.24	38.03	37.83	37.64	37.45	37.27	37.09
.20	41.89	41.52	41.17	40.83	40.52	40.22	39.93	39.66	39.40	39.15
.10	47.52	46.70	45.97	45.30	44.69	44.14	43.62	43.14	42.70	42.28
.00	***	72.25	63.69	59.16	56.14	53.91	52.15	50.70	49.49	48.44
浓度 (x)	.0000	.0001	.0002	.0003	.0004	.0005	.0006	.0007	.0008	.0009
.0090	73.65	73.50	73.36	73.21	73.07	72.93	72.79	72.65	72.52	72.38
.0080	75.25	75.08	74.91	74.74	74.58	74.42	74.26	74.11	73.95	73.80
.0070	77.10	76.90	76.70	76.51	76.32	76.14	75.95	75.77	75.59	75.42
.0060	79.29	79.05	78.82	78.59	78.37	78.14	77.93	77.71	77.51	77.30
.0050	81.97	81.67	81.38	81.10	80.83	80.56	80.29	80.04	79.78	79.53
.0040	85.36	84.98	84.61	84.25	83.90	83.55	83.22	82.89	82.58	82.27
.0030	89.95	89.42	88.90	88.41	87.93	87.46	87.02	86.58	86.16	85.76
.0020	96.84	95.99	95.18	94.41	93.68	92.99	92.33	91.69	91.09	90.51
.0010	109.86	107.97	106.28	104.74	103.34	102.05	100.86	99.75	98.72	97.75
.0000	***	167.05	147.25	136.78	129.80	124.63	120.57	117.23	114.42	111.99

系数 C = 3.00

续表 3—3

浓度 (X)	0.	1.	2.	3.	4.	5.	6.	7.	8.	9.
90.	4.03	4.01	3.98	3.95	3.93	3.90	3.88	3.86	3.83	3.81
80.	4.33	4.30	4.26	4.23	4.20	4.17	4.14	4.12	4.09	4.06
70.	4.69	4.65	4.61	4.57	4.54	4.50	4.46	4.43	4.39	4.36
60.	5.14	5.09	5.04	5.00	4.95	4.90	4.86	4.81	4.77	4.73
50.	5.74	5.65	5.60	5.54	5.48	5.42	5.36	5.30	5.25	5.20
40.	6.56	6.46	6.37	6.28	6.20	6.11	6.03	5.96	5.88	5.81
30.	7.80	7.64	7.50	7.36	7.23	7.11	6.99	6.87	6.77	6.66
20.	9.94	9.66	9.39	9.14	8.91	8.70	8.50	8.30	8.13	7.96
10.	15.07	14.23	13.51	12.88	12.32	11.82	11.37	10.96	10.59	10.25
0.	***	37.50	33.06	30.70	26.12	22.84	20.48	18.67	17.23	16.05
浓度 (X)	.00	.01	.02	.03	.04	.05	.06	.07	.08	.09
.90	38.23	38.15	38.07	38.00	37.92	37.85	37.78	37.71	37.64	37.57
.80	39.05	38.97	38.88	38.79	38.71	38.63	38.54	38.46	38.38	38.30
.70	40.02	39.91	39.81	39.71	39.61	39.52	39.42	39.33	39.23	39.14
.60	41.15	41.03	40.91	40.79	40.67	40.56	40.45	40.34	40.23	40.12
.50	42.54	42.39	42.24	42.09	41.95	41.81	41.67	41.54	41.41	41.28
.40	44.31	44.11	43.91	43.73	43.54	43.37	43.19	43.02	42.86	42.70
.30	46.69	46.41	46.14	45.88	45.64	45.40	45.16	44.94	44.72	44.51
.20	50.26	49.82	49.40	49.00	48.62	48.26	47.92	47.59	47.28	46.98
.10	57.02	56.04	55.16	54.36	53.63	52.96	52.35	51.77	51.24	50.73
.00	***	86.70	76.43	70.99	67.37	64.69	62.58	60.84	59.38	58.12
浓度 (X)	.0000	.0001	.0002	.0003	.0004	.0005	.0006	.0007	.0008	.0009
.0090	88.38	88.20	88.08	87.86	87.68	87.52	87.35	87.18	87.02	86.86
.0080	90.30	90.09	89.89	89.69	89.50	89.31	89.12	88.98	88.74	88.56
.0070	92.52	92.28	92.04	91.81	91.59	91.36	91.14	90.93	90.71	90.50
.0060	95.15	94.86	94.58	94.31	94.04	93.77	93.51	93.26	93.01	92.76
.0050	98.36	98.01	97.66	97.32	96.99	96.67	96.35	96.04	95.74	95.44
.0040	102.44	101.98	101.53	101.10	100.68	100.26	99.86	99.47	99.09	98.72
.0030	107.94	107.30	106.68	106.09	105.51	104.96	104.42	103.90	103.40	102.91
.0020	116.21	115.18	114.21	113.29	112.42	111.59	110.79	110.03	109.31	108.61
.0010	131.84	129.57	127.53	125.69	124.00	122.46	121.03	119.70	118.46	117.30
.0000	***	200.46	176.70	164.13	155.76	149.56	144.68	140.68	137.30	134.39

系数 C = 3.50

续表 3—3

浓度 (x)	0.	1.	2.	3.	4.	5.	6.	7.	8.	9.
90.	4.70	4.67	4.64	4.61	4.58	4.55	4.53	4.50	4.47	4.44
80.	5.05	5.01	4.98	4.94	4.90	4.87	4.84	4.80	4.77	4.74
70.	5.47	5.42	5.38	5.33	5.29	5.25	5.21	5.17	5.13	5.09
60.	6.00	5.94	5.88	5.83	5.77	5.72	5.67	5.62	5.57	5.52
50.	6.69	6.62	6.54	6.46	6.39	6.32	6.25	6.19	6.12	6.06
40.	7.65	7.54	7.43	7.33	7.23	7.13	7.04	6.95	6.86	6.78
30.	9.10	8.92	8.75	8.59	8.44	8.29	8.15	8.02	7.89	7.77
20.	11.60	11.27	10.96	10.67	10.40	10.15	9.91	9.69	9.48	9.28
10.	17.58	16.61	15.76	15.02	14.37	13.79	13.26	12.79	12.36	11.96
0.	***	43.75	38.56	35.82	30.47	26.65	23.89	21.78	20.10	18.73
浓度 (x)	.00	.01	.02	.03	.04	.05	.06	.07	.08	.09
.90	44.60	44.51	44.42	44.33	44.25	44.16	44.08	43.99	43.91	43.83
.80	45.56	45.46	45.36	45.26	45.16	45.06	44.97	44.87	44.78	44.69
.70	46.68	46.56	46.45	46.33	46.21	46.10	45.99	45.88	45.77	45.67
.60	48.01	47.87	47.73	47.59	47.45	47.32	47.19	47.06	46.93	46.81
.50	49.63	49.45	49.28	49.11	48.94	48.78	48.62	48.46	48.31	48.16
.40	51.69	51.46	51.23	51.01	50.80	50.59	50.39	50.19	50.00	49.82
.30	54.47	54.14	53.83	53.53	53.24	52.96	52.69	52.43	52.17	51.93
.20	58.64	58.12	57.63	57.17	56.73	56.31	55.91	55.52	55.16	54.81
.10	66.52	65.38	64.35	63.42	62.57	61.79	61.07	60.40	59.77	59.19
.00	***	101.15	89.16	82.82	78.60	75.47	73.01	70.99	69.28	67.81
浓度 (x)	.0000	.0001	.0002	.0003	.0004	.0005	.0006	.0007	.0008	.0009
.0090	103.11	102.90	102.70	102.50	102.30	102.10	101.91	101.72	101.53	101.34
.0080	105.35	105.11	104.87	104.64	104.41	104.19	103.97	103.75	103.53	103.32
.0070	107.94	107.66	107.38	107.12	106.85	106.59	106.33	106.08	105.83	105.59
.0060	111.01	110.67	110.35	110.03	109.71	109.40	109.10	108.80	108.51	108.22
.0050	114.75	114.34	113.94	113.54	113.16	112.78	112.41	112.05	111.70	111.35
.0040	119.51	118.97	118.45	117.95	117.45	116.98	116.51	116.05	115.61	115.18
.0030	125.93	125.18	124.46	123.77	123.10	122.45	121.82	121.22	120.63	120.06
.0020	135.58	134.38	133.25	132.17	131.15	130.18	129.26	128.37	127.52	126.71
.0010	153.81	151.16	148.79	146.64	144.67	142.87	141.20	139.65	138.20	136.85
.0000	***	233.87	206.15	191.49	181.72	174.49	168.79	164.12	160.18	156.79

系数 C = 4.00

续表 3—3

浓度 (x)	0.	1.	2.	3.	4.	5.	6.	7.	8.	9.
90.	5.38	5.34	5.31	5.27	5.24	5.21	5.17	5.14	5.11	5.08
80.	5.77	5.73	5.69	5.64	5.60	5.56	5.53	5.49	5.45	5.41
70.	6.25	6.20	6.15	6.10	6.05	6.00	5.95	5.90	5.86	5.81
60.	6.86	6.79	6.72	6.66	6.60	6.54	6.48	6.42	6.36	6.31
50.	7.65	7.56	7.47	7.39	7.31	7.23	7.15	7.07	7.00	6.93
40.	8.75	8.62	8.49	8.38	8.26	8.15	8.04	7.94	7.84	7.74
30.	10.39	10.19	10.00	9.82	9.64	9.48	9.32	9.17	9.02	8.88
20.	13.26	12.88	12.52	12.10	11.88	11.60	11.33	11.07	10.83	10.61
10.	20.10	18.98	18.01	17.17	16.42	15.16	15.16	14.62	14.12	13.67
0.	***	50.00	44.07	40.94	34.82	30.46	27.30	24.89	22.97	21.41
浓度 (x)	.00	.01	.02	.03	.04	.05	.06	.07	.08	.09
.90	50.97	50.87	50.76	50.66	50.57	50.47	50.37	50.28	50.18	50.09
.80	52.07	51.95	51.84	51.72	51.61	51.50	51.39	51.28	51.18	51.07
.70	53.35	53.22	53.08	52.95	52.82	52.69	52.56	52.44	52.31	52.19
.60	54.87	54.71	54.54	54.39	54.23	54.08	53.93	53.78	53.64	53.49
.50	56.72	56.52	56.32	56.12	55.93	55.75	55.56	55.39	55.21	55.04
.40	59.07	58.81	58.55	58.30	58.06	57.82	57.59	57.37	57.15	56.93
.30	62.25	61.88	61.52	61.18	60.85	60.53	60.22	59.92	59.63	59.35
.20	67.02	66.42	65.86	65.33	64.83	64.35	63.89	63.45	63.04	62.63
.10	76.03	74.72	73.55	72.48	71.51	70.62	69.79	69.03	68.31	67.65
.00	***	115.60	101.90	94.65	89.82	86.25	83.43	81.13	79.18	77.50
浓度 (x)	.0000	.0001	.0002	.0003	.0004	.0005	.0006	.0007	.0008	.0009
.0090	117.84	117.60	117.37	117.14	116.91	116.69	116.47	116.25	116.03	115.81
.0080	120.39	120.12	119.85	119.59	119.33	119.07	118.82	118.57	118.32	118.08
.0070	123.36	123.04	122.73	122.42	122.12	121.82	121.52	121.24	120.95	120.67
.0060	126.87	126.49	126.11	125.74	125.38	125.03	124.68	124.34	124.01	123.68
.0050	131.15	130.67	130.21	129.76	129.32	128.89	128.47	128.06	127.65	127.26
.0040	136.58	135.97	135.38	134.80	134.23	133.69	133.15	132.63	132.12	131.63
.0030	143.92	143.07	142.24	141.45	140.68	139.94	139.23	138.53	137.86	137.21
.0020	154.95	153.58	152.28	151.06	149.89	148.78	147.72	146.71	145.74	144.82
.0010	175.78	172.76	170.04	167.58	165.34	163.28	161.37	159.60	157.95	156.40
.0000	***	267.28	235.60	218.84	207.68	199.41	192.91	187.57	183.07	179.18

附 录 C
《岩矿分析误差统计数据处理程序》
使 用 说 明
(补充件)

C.1 引言

C.1.1 AESP 软件为岩矿分析误差统计数据处理程序，主要是对岩矿分析的质量进行监控，以提高劳动生产率和工作质量。

C.2 功能

根据实际工作的要求，以发挥软件应有的作用，本软件功能可分为：

- a. 读入数据文件
- b. 调用数据文件
- c. 相对误差计算
- d. 参数输出

C.3 运行环境

C.3.1 硬件设备

- a. 长城 0520 系列微机或 100% 的兼容计算机
- b. 内存为 512k (RAM) 以上
- c. 一个 360kB 的软盘驱动器
- d. 单、彩色中、高分辨率显示器
- e. 打印机

C.3.2 支持软件

- a. MS-DOS 2.0 版以上 25 行汉字操作系统

C.4 使用规程

C.4.1 安装

该软件存储在 $5\frac{1}{4}$ 的磁盘上即可操作运行

C.4.2 输入

输入是按专业术语进行提示，应按提示要求进行输入

C.5 操作说明

C.5.1 启动

接通计算机电源，计算机自检完毕，显示提示符 C>，键入 A: AESP

岩矿分析允许误差数据处理程序	
[1]读入数据文件
[2]调用数据文件
[3]相对误差计算
[4]参 数 输 出
[0]退 出

请输入编号 (0—4)

C.5.2 读入数据文件

在主菜单中选择功能“1”时，屏幕显示：

输入文件名：

文件名输入按×××.年号，例 1212.93，则屏幕随后显示：

输入第 1 个基本样号 (修改 (/), 结束 (.): 1111

输入第 2 个基本样号 (修改 (/), 结束 (.): 2222

输入第3个基本样号 (修改 (/), 结束 (.): /

输入第2个基本样号 (修改 (/), 结束 (.): 2223

输入第3个基本样号 (修改 (/), 结束 (.): .

输密检样号 (1), 输检查样号 (基本样号+后缀 B) (2) 退出 (0)

以上按屏幕提示的要求输入, 在输完基本样号后, 要输密检样号, 则选择“1”, 否则选择“2”, 则在基本样号后加上“B”, 例: 若基本样号为“1111”, 密检样号为“1111B”。在完成以上功能后, 屏幕显示

岩 矿 种 类 显 示	
1.....	黑色金属矿石
2.....	有色金属矿石
3.....	贵金属矿石
4.....	放射性、稀有分散元素
5.....	非金属矿石
6.....	煤质
7.....	泥炭
8.....	卤水
9.....	水样
10.....	选冶样品
11.....	土样、可溶盐
12.....	化探 (1:20万, 1:5万)

请输入编号: (输 (0) 返回)

可根据显示进行选择, 现以黑色金属矿石为例, 当选择“1”时, 屏幕显示:

黑 色 金 属 矿	
1.铁 矿	5.金红石
2.铁矿物相	6.钛铁矿
3.锰 矿	7.铬矿铁
4.化工用放电锰	8.钒 矿

请输入编号: (输 (0) 返回)

现以铁矿为例, 当选择“1”时, 屏幕显示:

铁 矿	
1 . TFe	13 . Mo
2 . MFe	14 . Mn
3 . FeO	15 . TiO ₂
4 . S	16 . Cr ₂ O ₂
5 . P	17 . V ₂ O ₂
6 . As	18 . SiO ₂
7 . Cu	19 . Al ₂ O ₃
8 . Pb	20 . CaO
9 . Zn	21 . MgO
10 . Sn	22 . 灼失量
11 . Ni	23 . H ₂ O
12 . Co	24 . F .
	25 . CO ₂

请输入编号: (回车 Return)

编号：13

对以上显示的项目可根据需要进行反复选择，在按“RETURN”后，屏幕将显示所选择的编号，并提供重输（1）返回矿性（2）继续进行（0），供用户选择，当确认所选编号无误时，按“0”继续，则屏幕显示：

分析数据录入	
[1]	按元素顺序
[2]	按样品顺序
[0]	退出

请输入编号（0—2）：

若选择“1”，则按选择的项目顺序，依次输入基本样品，检查样品的含量，当需修改时，输入“/”，当结束时输入“.”。例：

（批号） 1212.93 （矿性） 铁矿。
（元素） TFe （系数） 1.00 （备注）：修改（/），结束（.）

（样号）	（含量）	（检查样号）	（含量）
1111	1.2	1111B	1.23
2223	1.3	2223B	1.31
（/）		（/）	

若选择“2”，则根据屏幕提示按所输的样品顺序，依次对所选择的项目输入含量

C.5.3 调用数据文件

当在主菜单中选择功能“2”时，屏幕显示：

输入文件名：

当输入文件名后，由屏幕显示：

调用数据文件	
1.....	基本数据调出
2.....	检查数据调出
3.....	增加数据
4.....	修改删除数据
0.....	返回主菜单

请输入编号（0—4）

调出：（1）• 屏幕显示 （2）• 打印机 （0）• 退出

若选择屏幕显示，则

当选择“1”时，屏幕显示：

基本数据统计表

（批号） 1212.93 （矿性） 铁矿 （单位）

样号	TFe	FeO
	1.00	0.67
1111	1.2	3.1
2223	1.3	3.2

（数据处理） （审核） （日期） 1993.2.15

当选择“2”时，屏幕显示：

检查数据统计表

（批号） 1212.93 （矿性） 铁矿 （单位）

样号	TFe	FeO
	1.00	0.67
1111	1.23	3.11
2223	1.31	3.22

当选择“3”时，屏幕显示：

[1] . 增加样品, [2] . 增加元素, [0] . 退出

若增加样品，则输入与 5.2 相同

若增加元素，则不输入样品名，项目的选择和数据录入与 5.2 部分相同

当选择“4”时，屏幕将返回到 5.3 显示上，供用户对基本、检查数据进行修改、删除。

C. 5. 4 相对差计算

在主菜单中选择功能“3”时，屏幕显示：

输入文件名：

当输入所需的文件名后，屏幕显示：

相 对 误 差 计 算 输 出	
(1)	相对差计算
(2)	合格率统计
(3)	超差样品统计
(0)	退出

请输入编号 (0—3): 1

输出: (1) . 屏幕显示, (2) . 打印机, (0) . 退出

若选择屏幕显示，则选择“1”，屏幕显示：

岩矿分析相对误差计算一览表

(批号) 1212.93 (矿性) 铁矿 (单位)

样号	TFe	FeO
1111	1.2	3.1
1111B	1.23	3.11
计算值	12.06	6.79
2223	1.3	3.2
2223B	1.31	3.22
计算值	11.91	6.66

若发现超差，则数据后带“*”

选择“2”，屏幕显示：

岩矿分析相对误差合格率统计表

(批号) 1212.93 (矿性) 铁矿 (单位)

样号	Tfe	FeO
1111	1.2	3.1
2223	1.3	3.2
单项合格率:	2	2
单项合格率(%):	100.0	100.0
全体合格率:	4	
全体合格率(%):	100.00	

若选择“3”，则把超差样品打印、显示出来，没有超差样品则返回。

C. 5. 5 参数输出

当在主菜单中选择“4”时，则屏幕显示：

输入口令：

若输入的口令（五位字符）正确，则可对项目的参数进行修改，例如选择铁矿，则屏幕显示：

铁 矿			
1. TFe	1.00	14. Mn	0.67
2. MFe	1.00	15. TiO ₂	0.67
3. FeO	0.67	16. Cr ₂ O ₃	0.67
4. S	0.67	17. V ₂ O ₃	0.67
5. P	0.67	18. SiO ₂	1.00
6. As	1.00	19. Al ₂ O ₃	1.00
7. Cu	1.00	20. CaO	1.00
8. Pb	1.00	21. MgO	1.00
9. Zn	1.00	22. 灼失量	1.00
10. Sn	1.00	23. H ₂ O	1.00
11. Ni	1.00	24. F	1.00
12. Co	0.67	25. CO ₂	1.00
13. Mo	1.00		

请输入编码号：（回车 Return）

对所需要修改的项目系数进行选择，例如选择“1”，则屏幕显示，
（元素） TFe （数据） 1.00； （不修改则回车）

可根据提示进行操作

若输入的口令不正确，则返回到主菜单

C. 6 系统出错处理

C. 6.1 出错信息

a. 操作系统错误：参见 DOS 和 CCDOS 出错信息表

b. 运行错误：参见编译 FORTRAN 错误信息表

C. 7 说明

C. 7.1 本软件所采用的数学模型为：

$$Y(x) = \begin{cases} C \times 12.5 x^{-0.182} & (x < 3.08\%) \\ C \times 20 x^{-0.60} & (x \geq 3.08\%) \end{cases}$$

C：为不同矿性中的项目所确定的不同系数

C. 7.2 在主菜单中选择隐含的“9”，则可修改口令

C. 7.3 在岩矿种类中未对化探（1：20万，1：5万）建库

C. 7.4 本使用说明适用于 1993 年 2 月版本，如有变化请见新的说明。

程序设计：董高翔、李 华

程序编写：李 华、刘立志、候 平、江 治

地质矿产实验室测试质量管理规范

4 水质分析质量要求和检查办法

4.1 主题内容与适用范围

本规范规定了地表水、地下水等天然水水质分析质量的基本要求和检查办法。

本规范适用于地矿行业单位，作为验收地质成果和审批矿产勘查报告，水工环地质勘察报告中的水质分析测试质量的依据。

4.2 样品检查、验收

4.2.1 送样单位将水样送到水分析实验室时，实验室负责收样人应会同送样人员一起按照 GB1299—91《水质采样、样品保存和管理技术规定》中的有关规定，对包装、容器、封口、送样单要求、分析项目、介质、保护剂浓度、水样体积等项进行认真检查、核对、验收。

4.2.2 样品验收合格登记后，进行登记编号，迅速送交分析室（组），及时分析。

4.3 测试

4.3.1 应按照国家标准 GB 5750—85、GB 7466~7494—87、GB 8538.1~8538.63—87 列出的分析方法标准进行分析。

4.3.2 样品类型复杂、某些组分含量特殊、国家标准及主管部门的规程不能满足分析要求或者具有更好的分析仪器和条件时，实验室可根据情况制定或选用新的分析方法。但制定或选用新的分析方法，方法质量水平的各项指标（如检出限、精密度、准确度或回收率、适用范围）应进行测量，确证其均达到或优于分析质量要求。并经过确认，可以作为企业标准使用。

4.3.3 对未分析过的某种类型水样，需进行适当试验考查，或用不同的分析方法进行对照分析。

4.3.4 分析每一项目时，应有基本、检查分析用的两套标准溶液，进行基本、检查分析。若由一人进行双份平行测定时，应用另一套标准溶液作标准曲线中的 1~2 个点，以便检查验证。

4.3.5 水中痕量元素分析，必须特别注意蒸馏水（去离子水）、药品和试剂的空白问题，必要时应经提纯或处理。

4.3.6 分析前，应对水样进行检查，记录纸上如实记载。

4.3.7 在用光度法和极谱法等方法进行测定时，应绘制五点或五点以上的工作曲线。

4.3.8 用吸收光谱法或发射光谱法分析痕量元素时，必须注意水样中的基本元素对被测元素的影响，必须采取相应的背景扣除和干扰校正的措施。

4.3.9 水样分析，应在水样允许保存时间内完成。

4.3.10 分析结果的计算，按国家标准进行修约。最终报出数据的位数，应根据含量和分析方法质量水平确定，目前一般按表 4—1 执行。

4.4 质量监控

4.4.1 每批分析样品在 10 个以下，插入 1 个标准物质，10 个以上样品插入 2 个或 2 个以上的标准物质，其浓度范围应在标准工作曲线的中间部位。

4.4.2 在一批样品中随机抽出 20% 的样品作为检查分析样。一批少于 10 个样品的，检查分析比例应增加至 30~50%。

4.4.3 矿泉水达标元素应进行平行四份测定，以平均值报出，并附不确定度。

4.4.4 在一批样品中插入 2 份空白试验。

4.5 水质分析允许差

4.5.1 水质分析允许相对双差在采用“二段曲线”计算式 $Y = 20 \cdot x^{-0.80}$ 、 $Y = 12.5 \cdot x^{-0.182}$ 计算岩矿分析允

表 4—1 水样中的痕量组分检出限的要求及报告结果的位数 ($\mu\text{g} / \text{L}$)

项目	饮用水水质标准 GB5749—85	分析方法检出限 要 求	报出结果的位数			
			<2	×	××	×××
酚类	2	2	<2	×	××	×××
氰	50	10	<10	××	×××	
砷	50	10	<10	××	×××	
氟	1000	100	<100	×××	××××	
汞	1	0.1	<0.1	×.×	××.×	×××
铬(VI)	50	10	<10	××	×××	
铬(II)	500	10	<10	××	×××	
铅	50	10	<10	××	×××	
锌	1000	50	<50	××	×××	
铜	1000	50	<50	××	×××	
镉	10	1.	<1	×	××	×××
锰	100	10	<10	××	×××	
铁	300	30	<30	××	×××	
钼	500	5	<5	×	××	×××
硒	10	2	<2	×	××	×××
锂	200	20	<20	××	×××	
锶	200	20	<20	××	×××	
溴	200	20	<20	××	×××	
碘	200	20	<20	××	×××	
硼	100	10	<10	××	×××	
银	50	5	<5	×	××	×××

许相对双差时，由于各组分的允许差规定得不尽相同，因此对上述计算式加上系数 c ，即

$$Y = c \cdot a \cdot x^{-b}$$

式中 c ：系数；
 a ：常数项；
 b ：指数项。

在实际应用中，可以编程序进行自动计算，也可利用计算表进行人工查询。

4.5.2 水质允许相对双差计算公式：

$$Y = C \times 12.5 \cdot x^{-0.182}$$

式中 Y ：相对双差值 %；
 c ：系数；
 x ：水样中各组分测定结果的浓度值，除主要元素含量应换算为 $\text{mg} / \text{L} \times 10^{-3}$ 外，其余均为 mg / L 。

4.5.3 水质分析各项目允许相对双差系数统计见表 4—2。

4.5.4 水质分析合格率计算方法的规定、允许相对双差计算表及水质分析双差统计数据处理程序分别见 DZ 0130.3—94 中附录 A、B、C。

表 4—2 水质分析允许相对双差统计表

矿性代码	矿性	系数	项 目	单 位	备 注
5	水样	0.29	溶解性固体	mg / ml	或 mg / L × 10 ⁻³
		0.50	K Na Ca Mg Cl CO ₃ ²⁻ SO ₄ ²⁻ HCO ₃ ⁻ NO ₃ ⁻ 总硬度 游离 CO ₂ 侵蚀性 CO ₂ COD S ²⁻		
		0.67	SiO ₂ Cd 酚 Hg Li	mg / L	
		1.00	Fe Mn NO ₂ ⁻ HBO ₂ NH ₄ ⁺ H ₂ PO ₄ ⁻ CN ⁻ Cu Pb Zn Co Ni Sr V Cr As Se Br I Ag		
		1.50	F Ba Mo 洗涤剂		

4.5.5 标准物质单次测定允许误差值、多次测定允许平均误差值、标准偏差按总则所列，以允许相对双差值进行换算。

4.5.6 基本分析样与检查分析样若由两个分析人员进行分析时，不同人的双份分析的允许差，可适当放宽，但不能超过同一人员双份分析允许差的 1.5 倍（即大 0.5 倍）。

4.5.7 标准物质（或监控样）的误差和标准偏差超过允许限时，说明该批样品的分析测试条件失控，其波动或偏倚达到不被允许程度，应及时查找原因，妥善处理，必要时全部返工。

标准物质监控合格后考查样品双份分析双差的合格率，应不低于 90%。

4.5.8 管理人员应将质量监控结果进行统计、填表或绘图，作为检查和考核分析人员测试质量的依据。

4.6 质量评估

实验室除了从质量监控结果评估分析数据的可靠性外，还要从下列几项综合评估质量。

4.6.1 采样、运送、保存是否符合规范，水样分析是否在水样稳定时间内完成，分析方法是否适用待测元素的价态和状态，以及仪器工作条件是否正常。

4.6.2 分析水样中主要成分及特殊成分的恒定水平值和变动范围；注意时间可比性、历史可比性和地区可比性，特别要注意那些特高、特低的反常结果（与历史资料、国家规定标准比较）。

4.6.3 为了保证水质分析结果的可靠性，水样进行了较多项目的分析后，可用一些经验方法或公式校核分析结果的正确性。

4.6.3.1 阴阳离子平衡，阴离子物质的量浓度总和 Σa 与阳离子的物质的量浓度总和 Σc （以 mmol/L 表示）是否接近，其最大允许差为：

$$R = \frac{\Sigma a - \Sigma c}{\Sigma a + \Sigma c} \times 100\%$$

对于天然水，当 $\Sigma a + \Sigma c > 5 \text{ mmol/L}$ 时， $R \leq \pm 3\%$ ；

简项分析， K^+ ， Na^+ 实测时， $R \leq \pm 4\%$ 。对卤水和严重污染水以及 $\Sigma a + \Sigma c < 5 \text{ mmol/L}$ 时，可不考虑。

4.6.3.2 用蒸干法测得的可溶性固体总量（A），与实测的各组分含量的总和减去重碳酸根离子含量的一半所得的结果（B）是否接近，其最大允许相对误差为

$$Er = \frac{A - B}{A + B} \times 100\%$$

当 $A < 100 \text{ mg/L}$ 时， $Er \leq 5\%$

当 $A > 100 \text{ mg/L}$ 时， $Er \leq 3\%$

如果超出上述测定允许差，表明化学分析有误，或水样中有大量有机物质，或某种含量高的离子未进行分析（例如某些水样中硅酸盐含量高，应计入总量）。

4.6.3.3 硬度、碱度与离子间的关系：

根据测定的钙、镁及其它多价离子浓度之和计算成总硬度。见表 4—3。

表 4—3 钙、镁等离子换算为硬度系数

离子, mg/L	换算为 mol/L	换算为 CaCO ₃ , mg/L	离子, mg/L	换算为 mol/L	换算为 CaCO ₃ , mg/L
钙	0.0240	2.497	锰	0.0182	1.822
镁	0.0411	4.118	锶	0.0114	1.142
铁	0.0179	1.792	锌	0.0153	1.531

根据表 4—3，将离子含量乘以系数后相加即为总硬度，用 mg/L（以碳酸钙计）表示。

总硬度 $c(1/2 \text{CaCO}_3)$ (m mol/L) $- [c(1/2 \text{Ca}^{2+}) + c(1/2 \text{Mg}^{2+})]$ (m mol/L) $\leq \pm 0.18$ 时，即可以实测 Ca、Mg 换算总硬度出报告，否则应以所有金属离子换算的总硬度发报告。

硬度与碱度的关系（A 为总碱度，H 为总硬度），见表 4—4。

表 4—4 硬度与碱度的关系

碱度与硬度的关系	硬 度		
	永 硬	暂 硬	负 硬
A < H	H - A	A	0
A = H	0	A 或 H	0
A > H	0	H	A - H

4.6.3.4 pH 值、游离 CO₂、HCO₃⁻、CO₃²⁻ 之间的关系

(1) 当含有游离 CO₂ 和 HCO₃⁻，不含有有机酸时，

$$\text{pH} = 6.37 + \lg c_1 - \lg c_2$$

这里：c₁ —— HCO₃⁻ 的含量，mg/L；c₂ —— 游离 CO₂ 的含量，mg/L。

(2) 当含有 HCO₃⁻ 和 CO₃²⁻ 离子时，

$$\text{pH} = 10.31 - \lg c_1 + \lg c_3$$

这里：c₃ —— CO₃²⁻ 的含量，mg/L。

(3) 当只含有 HCO₃⁻ 离子时，pH=8.41。

以上校核方法在 pH 测定完全准确的时候才可能符合计算式，实际测得的 pH 与计算结果的误差应小于 0.2 pH 单位。

附加说明：

本规范由中华人民共和国地质矿产部提出。

本规范由全国地质矿产标准化技术委员会岩矿测试标准样品及方法标准化分技术委员会归口。

本规范由地质矿产部科学技术司实验管理处、地质矿产部南京综合岩矿测试中心、地质矿产部武汉综合岩矿测试中心、地质矿产部水文地质工程地质研究所负责起草。

本规范主要起草人：周金生、伍启钰、董高翔、叶家瑜、雷颢韵、齐继祥。

地质矿产实验室测试质量管理规范

5 煤质分析质量要求和检查办法

5.1 主题内容与适用范围

本规范规定了各种煤质样品分析质量的基本要求和质量检查办法。

本规范适用于矿产勘查、开发利用和地质科研等地矿行业单位，作为验收地质成果和矿产勘查报告中煤质样品分析实验测试质量的依据。

5.2 引用标准

- 5.2.1 GB 211—84《煤中全水分的测定方法》。
- 5.2.2 GB 212—77《煤的工业分析方法》
- 5.2.3 GB 213—87《煤的发热量测定方法》。
- 5.2.4 GB 214—83《煤中全硫的测定方法》。
- 5.2.5 GB 215—82《煤中各种形态硫的测定方法》。
- 5.2.6 GB 216—82《煤中磷的测定方法》。
- 5.2.7 GB 217—81《煤的真比重测定方法》
- 5.2.8 GB 218—83《煤中碳酸盐中二氧化碳的测定方法》。
- 5.2.9 GB 219—74《煤灰熔融性测定方法》。
- 5.2.10 GB 476—79《煤的元素分析方法》。
- 5.2.11 GB 479—87《烟煤胶质层指数测定方法》。
- 5.2.12 GB 480—87《煤的铝甑低温干馏试验方法》。
- 5.2.13 GB 1341—87《煤的葛金低温干馏试验方法》。
- 5.2.14 GB 1572—89《煤的结渣性测定方法》。
- 5.2.15 GB 1573—89《煤的热稳定性测定方法》。
- 5.2.16 GB 1574—79《煤灰成分分析方法》。
- 5.2.17 GB 1575—87《褐煤的苯萃取物产率测定方法》。
- 5.2.18 GB 2565—87《煤的可磨性指数测定方法（哈德格罗夫法）》。
- 5.2.19 GB 2566—81《年轻煤的透光率测定方法》。
- 5.2.20 GB 3058—82《煤中砷的测定方法》。
- 5.2.21 GB 3558—83《煤中氯的测定方法》。
- 5.2.22 GB 4632—84《煤的最高内在水分测定方法》。
- 5.2.23 GB 4633—84《煤中氟的测定方法》。
- 5.2.24 GB 4634—84《煤灰中 K、Na、Fe、Ca、Mg、Mn 的测定方法（AAS）》。
- 5.2.25 GB 5447—85《烟煤粘结指数测定方法》。
- 5.2.26 GB 5448—85《烟煤自由膨胀序数测定方法（电加热法）》。
- 5.2.27 GB 5449—85《烟煤罗加指数测定方法》。
- 5.2.28 GB 5450—85《烟煤奥亚膨胀度试验》。
- 5.2.29 GB 6949—86《煤炭视比重测定方法》。
- 5.2.30 GB 7560—87《煤中矿物质的测定方法》。

- 5.2.31 GB 8207—87《煤中锆的测定方法》。
- 5.2.32 GB 8208—87《煤中镓的测定方法》。
- 5.2.33 GB 11957—89《煤中腐植酸产率测定方法》。

5.3 煤样的验收

- 5.3.1 送样单位将样品送到分析实验室时，实验室收样人员会同送样人员进行验收，并分类予登记编号。
- 5.3.2 煤样在运输和存放过程中，应避免日光和风雨影响，防止不正常的破碎、损失和混入杂质，从采样到试验结束不得超过 30 天。
- 5.3.3 煤芯煤样应用结实洁净的塑料袋包装，然后依次放入塑料（或木质）煤样箱或铁筒内，煤样存放时应密封包装。

煤芯煤样从采样到送达实验室的时间不超过下列规定：

煤 种	褐 煤	烟 煤	无烟煤
保存时间（天）	5	10	15

- 5.3.4 煤样送样说明书应按规定内容认真填写，一式三份，一份用塑料纸包装好放入煤样袋内，一份寄交收样单位，一份由送样单位保存，要求字迹清晰，数据准确，并由送样单位负责人审查后签字。实验室，收到样品后，应由双方在送样说明书上签字。
- 5.3.5 如不符合送样要求，可以要求重新采样。如无法重新采取（例如钻孔煤样等），可根据用户要求与收样单位协商解决。

5.4 煤样的制备

- 5.4.1 根据送样要求和分析项目，严格按照国标 GB 474—83《煤样的制备方法》进行制样。一般制样应在七天之内完成，特殊样品例外。
- 5.4.2 加工完毕的煤样应经过空气干燥后装入有磨口玻璃塞或塑料塞的广口瓶中。装样容积不能超过瓶容积的 3 / 4。并用不同颜色的标签注明精煤、原煤以防混淆。

5.5 煤质分析质量要求

- 5.5.1 煤质分析方法应按照国家标准中有关要求执行。
- 5.5.2 每一分析项目的每一个分析批次，均应插入标准物质（10 个样品以下插入 1 份，10 个以上插入 2 份或 2 份以上标准物质，所插入的标准物质，应较均匀的分布在该批分析样品的前、中和后三个部位）以监控测试质量。
- 5.5.3 用于质量监控的标准物质，每一单份测定值与该标准物质的标准值的误差及多份测定的平均误差，按本规范表 5—1 中同一实验室的允许相对双差进行质量统计。
- 5.5.4 所有分析样品的分析项目在分析时都必须进行平行双份分析，双份分析的相对双差应按本规范表 5—1 中同一实验室允许相对双差进行内检合格率的统计（统计方法见本规范附录 A）。内检合格率要求不低于 90%。
- 5.5.5 两份测定值之间的相对双差，不超过本规范表 5—1 同一实验室允许相对双差，则取其算术平均值为测定结果。否则需进行第三次测定，如三次测定值的极差小于允许相对差的 1.2 倍，则取三次测定值的算术平均值作测定结果，否则需进行第四次测定，如果四次测定值的极差小于允许差的 1.3 倍时，则取四次测定值的算术平均值作为测定结果。如上述条件均为未达到，则应舍弃全部测定结果，并检查仪器和操作，然后重新进行测定。
- 5.5.6 煤质分析同一实验室两次或多次测定值之间允许差按表 5—1 要求执行。

表 5—1 煤质分析允许差

分析项目	测值范围	允许双差 (绝对)		备 注 (国家标准)
		同一实验室 (分析基)	不同实验室 (干基)	
全水分, Mt %	<10	0.4		GB 211—84
	≥10	0.5		
最高内在水分, minh %		0.5	1.2	GB 4632—84
水分, mad %	<5	0.20		GB 212—77
	5~10	0.30		
	>10	0.40		
灰分, A %	<15	0.20	0.30	GB 212—77
	15~30	0.30	0.50	
	>30	0.50	0.70	
挥发分, V %	<20	0.30	0.50	GB 212—77
	20~40	0.50	1.0	
	>40	0.80	1.5	
全硫, St %	<1	0.05	0.10	GB 214—83
	1~4	0.10	0.20	
	>4	0.20	0.30	
硫化铁硫 (硫铁矿硫), Sp %	<1	0.05	0.10	GB 215—82
	1~4	0.10	0.30	
	>4	0.20	0.50	
硫酸盐硫, Ss %		0.03	0.10	GB 215—82
高位发热量 Qgr. R, J / g 折算为相同水分, Cal / g		150	300	GB 213—87 I Ca I (20°C) = 4.1816 J II × 0.2391 Cal (20°C)
		36	72	
元素 分析	碳 C %	0.50	1.00	GB 476—79
	氢 H %	0.15	0.25	
	氮 N %	0.08	0.15	
碳酸盐中二氧化碳 CO ₂ %		0.10	0.15	GB218—83
相对密度 (TRD)		0.02	0.04	GB 217—81
视相对密度 (ARD)	A ≤ 25 %	0.04		GB 6949—86
	A > 25 %	0.08		
胶质 层 指 数	胶质层厚度 (Y)	≤ 20 mm	1mm	GB 479—87
		> 20 mm	2mm	
	最终收缩度 (X)	3mm		
少量样煤	胶质层厚度 Ys			MT 29—77
烟煤胶质	≤ 20 mm	1mm	2mm	
层指数	> 20 mm	2mm	3mm	
罗加指数 (R.I)		3	5	GB 5449—85
粘结指数 (GR.I)	< 18	1	2	GB 5447—85
	≥ 18	3	4	
煤灰 熔 融 性	变形温度 T ₁	Δ T ₁ ≤ 60°C		GB 219—74
	软化温度 T ₂	Δ T ₂ ≤ 40°C	Δ T ₂ ≤ 80°C	
	流动温度 T ₃	Δ T ₃ ≤ 40°C	Δ T ₃ ≤ 80°C	

续表 5—1

分析项目	测值范围	允许双差 (绝对)		备 注 (国家标准)	
		同一实验室 (分析基)	不同实验室 (干基)		
葛金低温干馏	焦油产率, Tf %		1.0	GB 1341—87	
	干馏总水分产率,		1.0		
	W _z ^f %				
	半焦产率, K ^f %		1.5		
	焦型		应为同一焦型		
铝甄低温干馏	焦油产率, Tf %		0.5	1.0	GB 480—87
	干馏总水分产率	<10	0.7		
	W ^f %	≥10	1.0		
	半焦产率, K ^f %	<80	0.8		
≥80		1.0			
煤 灰 成 分	Na ₂ O 和 K ₂ O, %	≤1	0.1	0.2	GB 1574—79
		>1	0.2	0.3	
	SO ₃ (全硫), %	≤5	0.2	0.4	
		>5	0.3	0.6	
	P ₂ O ₅ , %	≤1	0.05	0.1	
		>1	0.1	0.2	
	Fe ₂ O ₃ %	<5	0.2	0.4	GB 4634—84
		5~10	0.4	0.8	
		>10	0.8	1.5	
	CaO %	<5	0.2	0.4	(原子吸收分光光度法)
		5~10	0.4	0.8	
		>10	0.8	1.5	
	MgO %	≤2	0.1	0.2	
		>2	0.2	0.4	
	K ₂ O, %	≤1	0.1	0.2	
		>1	0.2	0.4	
	Na ₂ O, %	≤1	0.1	0.2	
		>1	0.2	0.4	
	MnO ₂ , %	≤0.5	0.05	0.1	
		>0.5	0.1	0.2	
	SiO ₂ , %	≤60	0.5	0.8	
		>60	0.6	1.0	
	Fe ₂ O ₃ , %	<5	0.3	0.6	
		5~10	0.4	0.8	
>10		0.5	1.0		
Al ₂ O ₃ , %	≤20	0.4	0.8		
	>20	0.5	1.0		
CaO, %	<5	0.2	0.5		
	5~10	0.3	0.6		
	>10	0.4	0.8		
MgO, %	≤2	0.3	0.6	GB 1574—79	
	>2	0.4	0.8		

续表 5—1

分析项目	测值范围	允许双差 (绝对)		备 注 (国家标准)
		同一实验室 (分析基)	不同实验室 (干基)	
TiO ₂ , %	≤1	0.1	0.2	GB 1574—79
	>1	0.2	0.3	
总腐值酸产率, HAt %	<20	1		GB 11957—89
	≥20	2		
苯萃取物产率, EB %	<5	0.25	0.50	GB 1575—87
	≥5	0.40	0.70	
锗 Ge (10 ⁻⁶)	<10	2 (绝对)		GB 8207—87
	10~50	20		
镓 Ga (10 ⁻⁶)	>50	15		GB 8208—87
	<10	2 (绝对)		
	10~15	20		
铀, U %	>50	15		
	≤0.5	10		
	>0.5	5		
	≤0.005	20		
钍, Th %	>0.005	10		
	<0.001	30		
	0.01~0.001	20		
铼, Re %	>0.01	10		
	≤0.0005	20		
磷, P %	>0.0005	10		
	<0.02	0.002 (绝对)	0.004 (绝对)	GB 216—82
≥0.02	10	20		
氟, F (10 ⁻⁶)	≤150	15 (绝对)		GB 3058—82
	>150	10		
砷, As %	<0.0006	0.0001 (绝对)	0.0002 (绝对)	GB 3558—83
	0.0006~0.0020	0.0002 (绝对)	0.0003 (绝对)	
	0.0020~0.0060	0.0003 (绝对)	0.0004 (绝对)	
	>0.0060	0.0010 (绝对)	0.0020 (绝对)	
氯, Cl %		0.010 (绝对)	0.020 (绝对)	GB 1572—89
煤的结渣率 (Clin)		每一试样按 0.1, 0.2, 0.3 m/s 三种鼓风强度做重复性测定, 两次重复测定结果的差值不得超过 5.0 % (绝对值)。		GB 1573—89
煤的热稳定性		各项指标的重复性都不得超过 3.0 %		GB 2565—87
煤的可磨性指数 HGI		2 (HGI)	4 (HGI)	GB 2566—87
年轻煤的透光率 (Pm)		2 %	4 %	GB 5448—85
烟煤自由膨胀序数		同一实验室五次实验结果的极差不得超过 1 个单位		GB 5450—85
烟煤奥亚膨胀度	三个特性温度 T, °C	7	15	
	膨胀度 b	$5(1 + \frac{\bar{b}}{100})$	$5(2 + \frac{\bar{b}}{100})$	
煤中矿物质含量 (MM)		烟煤: 0.4 %, 褐煤: 0.8 %		GB 7560—87

5.6 质量监控评估

5.6.1 标准物质测定的误差和平均误差全部符合本规范表 5~1 规定，判断该批分析测试条件受控，不合格者，则认为分析测试条件失控，则该批分析质量难以保证，应及时查找原因，进行必要的抽查或返工。

5.6.2 在标准物质全部合格的前提下，进行内部检查双差的统计，计算内检双差时，以单次测定为计算单位，对一个样品的四个单次测定值极差小于允许差 1.3 倍时，取算术平均值报出。该样品合格率为 100%，若四个单次测值极差大于允许差 1.3 倍但其中三次测值极差小于允许差 1.2 倍时，则可取三次测值平均值报出，该样品合格率为 75%，若四次测值极差只有其中两次小于允许差，则视为该样品合格率为零。应及时安排重新测定，复查后的正确结果不参加内检计算。

5.6.3 内检煤样品合格率达到 90% 者，即认为基本合格。

5.6.4 每年不定期抽取 1% 煤副样送外检，合格率达到 80% 为基本合格。

5.6.5 所采用的数据修约规则与岩矿分析的要求一致。

附加说明：

本规范由中华人民共和国地质矿产部提出。

本规范由全国地质矿产标准化技术委员会岩矿测试标准样品及方法标准化分技术委员会归口。

本规范由地质矿产部科学技术司实验管理处、地质矿产部南京综合岩矿测试中心、地质矿产部武汉综合岩矿测试中心、地质矿产部山西省中心实验室负责起草。

本规范主要起草人：伍启钰、王亚平、董高翔、周金生、叶家瑜。

地质矿产实验室测试质量管理规范

6 1:5万和1:20万化探样品分析质量要求和检查办法

6.1 主题内容与适用范围

本规范规定了1:5万和1:20万水系沉积物、分散流、土壤、岩石样品及异常检查样品分析质量的基本要求和检查办法。

本规范适用于地矿行业单位,作为检查验收1:5万及1:20万化探样品分析质量和1:5万及1:20万地球化学勘查报告的依据。

6.2 引用标准

DZ/T 0011—91《地球化学普查规范比例尺1:5万》中有关样品分析标准。

6.3 送样及样品加工

6.3.1 送样

6.3.1.1 送样单位送样时,应填写送样单一式二份,送样单内容包括图幅代号、样品编号、要求分析测试项目、送样日期、送样人,并盖有送样单位公章。同时附采样点位图等有关资料。

6.3.1.2 样品编码应力求简单明确,每50个号码编为一批,每批随机留出4个空号位置,以备密码插入4个Ⅱ级监控样,1:5万图幅还应留出4个空号,以备密码插入4个密码内检样。送样重量,在保证样品代表性的前提下,每个样品重量根据分析元素的多少而定,一般为60g,要求测定金元素时,样品重量增加到100g。

6.3.1.3 样品需用牢固的牛皮纸袋盛装,外面再加套塑料袋,牛皮纸袋上应注明样品编号和图幅代号、预留的4个Ⅱ级监控样应用一空牛皮纸袋代替。

6.3.1.4 实验室管理人员对照送样单认真清点样品,发现问题及时与送样单位联系,妥善处理。经验收合格后由收样人在送样单上签字,一份交送样人带回,另一份留实验室。

6.3.2 样品加工

6.3.2.1 1:5万和1:20万水系沉积物、分散流、土壤样品均应采用高铝瓷、玛瑙等无污染样品加工机具进行加工,岩石样品加工可先用配备有高铝瓷衬的颚式破碎机粗碎后,再用无污染球磨机加工至所需的样品粒度。

6.3.2.2 潮湿的水系沉积物和土壤样品,加工前应在60℃以下烘干或晾干后再进行加工,以尽量减少易挥发物的损失。

6.4 1:5万和1:20万化探样品分析质量要求

6.4.1 分析方法的选择

6.4.1.1 1:5万和1:20万化探样品分析方法应具备灵活的配套方法,以适应各个图幅测试不同元素的要求,但无论采取何种分析方法,其方法的检出限、准确度和精密度必须达到本规范规定的要求。

6.4.1.2 分析方法的检出限。除基体元素外,所选用的分析方法检出限(C_L)应满足表6—1的要求。

表 6—1 1:5 万和 1:20 万化探样品元素检出限要求

元素	检出限 (10 ⁻⁶)		元素	检出限 (10 ⁻⁶)		元素	检出限 (10 ⁻⁶)	
	1:20 万	1:5 万		1:20 万	1:5 万		1:20 万	1:5 万
Ag	0.02	0.05	F	100	100	Sb	0.2	0.3
As	1	0.5~1	Fe	1000	1000	Sn	1	2
Au	0.0003	0.001~0.003	Hg	0.005	0.01~0.05	Ti	100	100
B	5	5~10	La	30	30~50	Th	4	5
Ba	50	50	Li	5	10	Sr	5	50
Be	0.5	1	Mn	30	30	U	0.5	1
Bi	.1	0.3	Mo	0.5	1	V	20	20
Cd	0.1	0.2~0.5	Nb	5	5	W	0.5	1
Co	1	1	Ni	2	5	Y	5	10
Cr	15	10~15	P	100	100	Zn	10	20
Cu	1	2	Pb	2	5~10	Zr	10	10
						Rb	3	

上述检出限是指一般要求，由于不同的 1:5 万和 1:20 万图幅各元素背景值不一样，有的呈现为低背景，因此所选用的分析方法的检出限除了应满足上述要求外，还必须进行至少一个图幅的可行性生产试验，并以该图幅各元素的报出率来衡量其检出限能否满足要求，凡能报出全图幅 90% 以上样品分析数据（置信水平为 95%）的，说明所用方法的检出限完全满足要求；凡能报出全图幅 80% 以上样品分析数据（置信水平 95%）的，检出限基本满足要求，低于 80%，说明检出限尚不能满足要求，应采取有效措施降低方法检出限。

6.4.1.3 分析方法的准确度和精密度。分析方法的准确度和精密度可用分析国家标准物质（GBW 系列）的方法进行检验，被选用的方法应对 12 个 GBW 系列标准物质中的每一个样品进行 10 次分析，作下述两种计算，计算平均值与该 GBW 标准物质的标准值之间的对数误差 $[\Delta \lg C(\text{GBW})]$ 或平均值与标准值之间的相对误差 RE ；相对标准偏差 RSD ，其结果应符合表 6—2、6—3 要求：

表 6—2 1:5 万化探样品分析方法的准确度和精密度监控限

含量范围	准确度	精密度	
	$\Delta \lg C(\text{GBW}) = \lg \bar{C} - \lg C_s$	$RE(\text{GBW}) = \frac{\bar{C} - C_s}{C_s} \times 100$	$RSD(\text{GBW}) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (C_i - C_s)^2}{n-1}} \times 100$
检出限三倍以内	$\leq \pm 0.22$	$\leq \pm 0.50$	≤ 40
检出限三倍以上	$\leq \pm 0.15$	$\leq \pm 0.35$	≤ 25

表中： \bar{C} 为 GBW 标准物质 n 次实测值的平均值； C_s 为 GBW 标准物质的标准值； C_i 为 GBW 标准物质第 i 次测定的实测值；n 为测定次数应不低于 10 次。

6.4.2 1:5 万和 1:20 万化探样品分析的质量监控

化探样品分析质量监控包括 5 项内容，即国家 I 级标准物质（GBW 系列）监控；各省制备的监控样（GRD 系列）监控；实验室内部检查；送样单位的密码抽查检查；异常点的抽查检查。

6.4.2.1 分析准确度监控，采用国家 I 级标准物质监控，每一个 1:5 万图幅插入国家 I 级标准物质 GBW 系列（12 个）一次；每一个 1:20 万图幅插入国家 I 级标准物质 GBW 系列（12 个）四次（即每四个 1:5 万图幅插入一次）与样品一起进行分析，并计算单个标准物质测定值与标准值之间的对数差。以监控分析的准确度和各分析实验室及分析方法之间的系统偏倚。

表 6—3 1: 20 万化探样品分析方法的准确度和精密度监控限

含量范围	准确度	精密度	
	$\Delta \lg C(\text{GBW}) = \lg \bar{C} - \lg C_s$	$\text{RE}(\text{GBW}) = \frac{\bar{C} - C_s}{C_s} \times 100$	$\text{RSD}(\text{GBW}) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (C_i - \bar{C})^2}{n-1}} \times \frac{100}{\bar{C}}$
检出限三倍以内	$\leq \pm 0.20$	$\leq \pm 0.45$	35
检出限三倍以上	$\leq \pm 0.13$	$\leq \pm 0.30$	23
1~5%	$\leq \pm 0.04$	$\leq \pm 10$	8
>5%	$\leq \pm 0.02$	$\leq \pm 4$	3

表中： \bar{C} 为 GBW 标准物质 n 次实测值的平均值； C_s 为 GBW 标准物质的标准值； C_i 为 GBW 标准物质第 i 次测定的实测值；n 为测定次数应不低于 10 次。

6.4.2.2 分析精密度监控，根据每个 1:5 万和 1:20 万图幅的地质与矿产特点，以及各省（区）监控样（GRD 系列）各元素含量情况，选定 4 个监控样，密码插入每批（约 50 个号码）预先由送样单位留好的空号内同样品一起分析，并计算 4 个监控样测定值与可用值之间的平均对数误差 $\Delta = \lg \bar{C}$ （GRD）值，用以衡量批与批间的分析偏倚，同时计算四个监控样对数误差的标准偏差 S（GRD）值，以衡量本批样品分析的精密度。

6.4.2.3 内检分析监控，每个 1:5 万和 1:20 万图幅按样品总数随机抽取 5% 样品进行密码内部检查分析，并计算基本分析与检查分析的对数差 $\Delta \lg C$ 或相对双差 RD。

6.4.2.4 异常点的抽查检查，每批样品分析完毕，对部分特高和特低含量样品，应进行抽查检查，并计算双份分析结果的相对双差 RD。

6.4.2.5 每个 1:5 万和 1:20 万图幅分析报告提交后，送样单位随机抽取占样品总数 2~4% 样品，重新编号进行密码抽样检查，并计算双份分析的相对双差、RD。

6.4.2.6 痕量元素的分析，由于样品本身的均匀性等问题，可不按上述质量监控方法和质量指标要求，而采用每一分析批中插入二个国家标准物质或省监控样进行质量监控，每个标准物质单独计算测定值与标准值的相对误差（RE），同时进行 10% 的密码内检分析，计算基本分析与检查分析的相对双差 RD。

6.4.2.7 化探样品原则上不进行队、室的外检分析，但若出现分析批间严重系统误差；或分析结果存在较严重质量问题；或成图效果较差不能真实反映测区内地质构造、矿产分布特征时，可进行部分样品的外检分析，如何进行外检分析可由送样单位与实验室共同协商，拟定室外检方法及外检单位。

6.4.3 1:5 万和 1:20 万化探样品分析的质量要求

6.4.3.1 报出率（P）是指实验室能报出元素含量数据的样品数（N）占送样总数（M）的百分数，即

$$P = \frac{N}{M} \times 100\%$$

式中 N 为能报出含量大于或等于方法检出限的样品数，M 为送样总数或测区内样品总数，小于检出限含量的数据虽有时也能报出，但其置信度不高，只能作为参考值用，不能统计在 N 值之内。采用其它更灵敏的方法降低检出限后所得的数据可以参加报出率的统计。

6.4.3.2 I 级标准物质监控限按表 6—4 要求执行。

表 6—4 I 级标准物质监控限

含量范围	$\Delta \lg C(\text{GBW}) = \lg \bar{C} - \lg C_s$
检出限三倍以内	± 0.15
检出限三倍以上	± 0.10
1~5%	± 0.10
>5%	± 0.07

6.4.3.3 监控样监控限按表 6—5 要求执行

表 6—5 监控样监控限

含量范围	$\Delta \lg \bar{C}(\text{GBW}) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^4 (\lg C_i - \lg C_{Ri})}{4}}$		$S(\text{GBW}) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^4 (\lg C_i - \lg C_{Ri})^2}{4-1}}$	
	1:5 万	1:20 万	1:5 万	1:20 万
检出限三倍以内	$\leq \pm 0.25$	$\leq \pm 0.20$	≤ 0.40	≤ 0.34
检出限三倍以上	$\leq \pm 0.15$	$\leq \pm 0.10$	≤ 0.25	≤ 0.17
1~5%	$\leq \pm 0.10$	$\leq \pm 0.10$	≤ 0.17	≤ 0.17
>5%	$\leq \pm 0.05$	$\leq \pm 0.05$	≤ 0.085	≤ 0.08

6.4.3.4 内检分析、异常抽查分析、密码检查分析的双份分析结果按

$RD = \frac{\text{基本分析结果} - \text{检查分析结果}}{(\text{基本分析结果} + \text{检查分析结果})/2} \times 100$ 计算, 应 $\leq \pm 50$ 。金内检分析按表 6—6 要求执行。

表 6—6 金内检分析双差监控限

含量范围 (ng / g)	RD
0.3~1	≤ 100
1~30	≤ 66.6
>30	≤ 50

6.4.3.5 1:5 万和 1:20 万样品分析中插入的标准物质和监控样除进行上述质量参数统计外, 还应按分析批次绘制日常监控图, 具体绘制方法如下图 6—1:

6.4.3.6 岩石样、异常检查样参照以上要求执行。

6.5 质量评估

1:5 万和 1:20 万化探样品分析质量应从两个方面来进行评估, 即实验室内部和送样单位 (用户) 质量评估。

6.5.1 实验室内部主要从报出率、标准物质合格率、监控样合格率、内检合格率、密码抽查合格率等几个方面来进行评估。

6.5.1.1 报出率。全图幅分主要分析元素和次要分析元素进行评估, 主要分析元素的报出率应大于 90%, 次要分析元素的报出率应大于 85%。

6.5.1.2 I 级标准物质分析合格率原则上要达到 100%, 但在每一次分析中允许 12 个标准物质中有 1 个标准物质超过监控限要求, 但超差值不能超过监控限的 20%。否则即认为该批样品分析的准确度不符合要求。

6.5.1.3 监控样分析合格率应达到 100%, 但发现单个监控样超过监控限要求时, 应根据不同情况进行处理, 应对该监控样及该监控样附近的样品进行复查, 确系监控样因随机误差超过监控限, 样品分析结果正确无误时, 允许该监控样超差。若证实样品分析结果超差, 应进行全面复查。

每一分析批监控样平均对数误差超过监控限时, 应进行全面复查, 甚至返工。

6.5.1.4 内检合格率不小于 90%, 金元素内检合格率不小于 80%, 达不到上述要求应认真查明原因直至返工。

6.5.1.5 密码抽查合格率不小于 85%, 金元素不小于 80%, 达不到上述要求量, 应查明原因进行必要的检查或返工。

6.5.1.6 在日常质量监控图出现曲线持续上升或下降趋势, 亦应加以注意, 检查仪器、方法及工作条件, 进行必要的调整, 以使监控曲线恢复正常。

6.5.2 及时收集地球化学图成图质量信息, 当 1:5 万图幅或分析批次间出现明显的含量台阶现象时, 应与送样单位进行协商处理。

附加说明；

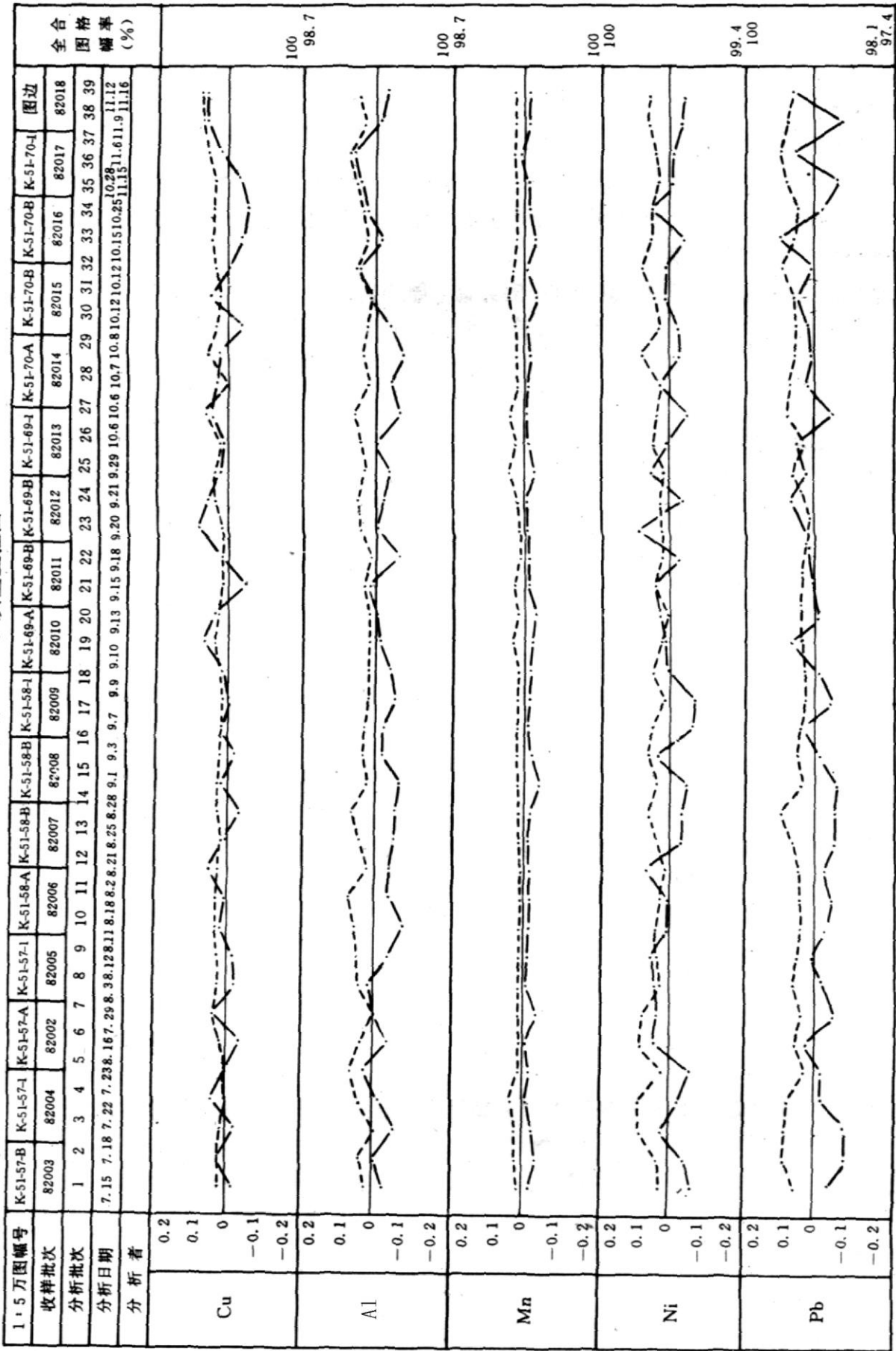
本规范由中华人民共和国地质矿产部提出。

本规范由全国地质矿产标准化技术委员会岩矿测试标准样品及方法标准化分技术委员会归口。

本规范由地质矿产部科学技术司实验管理处、地质矿产部武汉综合岩矿测试中心、地质矿产部南京综合岩矿测试中心负责起草。

本规范主要起草人：叶家瑜、董高翔、伍启钰、周金生。

图 6-1 开源幅二级标样 (GRD) 质量监控图 (参考件)



— 四个二级标样的平均对数偏差 $\Delta \lg C$ - - - - - 四个二级标样对数偏差的标准偏差 S

地质矿产实验室测试质量管理规范

7 非金属矿的物化性质和工艺性能试验

7.1 主题内容与适用范围

本规范规定了非金属矿的物化性质和工艺性能试验数据质量的基本要求。

本规范适用于地矿行业单位，作为验收地质成果和审批矿产勘探、开发利用报告中的非金属矿的物化性质和工艺性能实验数据质量的基本要求。

7.2 样品验收

对送来的岩石、矿石样品，按照各类矿种和测试项目的要求，或根据委托书要求验收样品，内容包括：测试目的和内容是否明确；样品编号是否清楚；样品数量、块度、颗粒状态、含水状态能否满足试验委托书委托的测试内容要求；样品在运输途中是否遭到污染或损坏等，凡有不符合要求者，应要求试验委托单位说明情况，补采或重新采样。

7.3 试样制备

7.3.1 块状试样的制备应满足实验测试规程要求，试样表面清洁，无易损、易脱落部分，尺寸应能满足测试精度要求。

7.3.2 云母、石棉等用剪碎法制备的碎屑状试样，防止外界杂质混入，碎屑大小应满足实验测试的要求。

7.3.3 粉末状试样制备按《岩矿分析试样制备规程》进行破碎、缩分。机械破碎时混入的铁杂质对某些测试项目有影响的试样，应用洁净的无污染加工设备或玛瑙研钵加工。

7.3.4 要保持原始颗粒形态不破坏矿物晶体结构试样的制备，不允许用机械破碎方法，而应用包有橡皮的研杵碾散颗粒集合体，或用水预先将样品浸泡数小时后，再用包有橡皮的研杵碾散颗粒集合体。

7.3.5 试样烘干温度一般为 105~110℃。特殊试样如石膏、多水高岭土、含有机质的粘土等烘干温度应符合有关规程规定。干燥时间可根据样品块度大小、数量多少确定。干燥恒重标准以前后两次质量差不超过前次质量的 0.1% 为准。

7.4 测试质量监控

7.4.1 采用双份平行测试取平均值的项目，双份测定结果之差不大于本规范表 7—1 规定的允许差时视为有效，计算平均值作为最终结果。

采用单份测试的项目，必须抽 20~40% 的样品进行内部检查。检查和基本测试原则上由不同人员进行。或由同一人员分批安排测试。两份结果的允许差，按本规范表 7—1 要求执行。

7.4.2 采用多份平行测试的项目，必须进行三份以上的多份平行测定，以算术平均值作为最终结果，发送报告的同时提交其不确定度和每一单份测定结果。

7.4.3 除破坏性试验外，物化性质测试应随同试样进行同类标准物质的 2~3 份测定。以检查测试仪器精度和人员操作误差。在没有标准物质随同测定情况下，应抽 5~10% 的样品进行密码检查。

7.4.4 每批试样中平行测试和内部检查（包括密码检查）有 20% 以上超差或插入的标准物质结果超差时，应认真查明原因，并将该批试样抽查或返工重做。

7.4.5 破坏性试验应采用自动记录、自动控制仪器进行。如测试仪器不具备这些条件应由二人共同操作，确保测试质量。破坏性试验必须对试件在破坏前、后的状态进行描述，以便运用专业理论知识对测试数据的可靠性进行判断。

7.4.6 非金属矿的物化性质和工艺性能测试允许差列于表 7—1。

7.5 质量评估

- 7.5.1 每批测试成果都必须全面检查分析可能出现的错误。
- 7.5.1.1 检查测试项目、测试方法是否符合测试目的的要求；
- 7.5.1.2 检查原始记录、结果计算、数据处理、图表是否正确；
- 7.5.1.3 检查平行试验、内部检查和标准物质测试结果是否超差，以及对超差结果处理是否恰当；
- 7.5.1.4 检查综合性评价报告文字叙述是否完整，结论是否恰当。
- 7.5.2 可疑值应按下述方法进行判断与剔除。
- 7.5.2.1 在测试份数足够多的情况下，采用 3S 准则，格拉布斯检验准则剔除可疑值；
- 7.5.2.2 运用专业理论知识对测试成果进行综合分析，检查测试结果与试样岩性相应的理论数值是否相符；检查各项测试数据之间的关系是否符合一定的规律，是否有矛盾现象。检出的异常数据即为可疑值；
- 7.5.2.3 运用已建立的经验关系式寻找可疑值。对找出的可疑值必须重新测试复查，经证明可疑值错误时则予剔除。若确属试样本身原因，数据不得舍弃。
- 7.5.3 经逐级检查分析确认测试数据可靠，文字叙述完整，结论恰当，方可发出测试报告。必要时，应对非金属矿试样进行质量评价，并提供应用途径说明，以供有关单位参考。

附加说明：

本规范由中华人民共和国地质矿产部提出。

本规范由全国地质矿产标准化技术委员会岩矿测试标准样品及方法标准化分技术委员会归口。

本规范由地质矿产部科学技术司实验管理处、地质矿产部南京综合岩矿测试中心、地质矿产部武汉综合岩矿测试中心负责起草。

本规范主要起草人：伍启钰、赵连强、缪元圣、叶家瑜、周金生、董高翔。

表 7—1 非金属矿化物性质和工艺性能实验允许差

实验项目	计算单位	适用矿种	量值范围	允许差	
				绝对	相对 %
颗粒密度	g/cm ³	一般		0.02	
		石英转化		0.005	
含水率	%	一般	<10	0.5	
			10~40	1.0	
			>40	2.0	
耐火度	WZ	高岭土、耐火粘土等		0.5	
烧后吸水率	%	高岭土、耐火粘土等		0.3	
烧后体积密度	g/cm ³	高岭土、耐火粘土等		0.03	
烧后显气孔率	%	高岭土、耐火粘土等		0.5	
各单个阳离子交换量	mmol/g	膨润土	≥0.15	0.05	
			<0.15	0.03	
阳离子交换容量	mmol/g	膨润土	>0.50	0.08	
			0.30~0.50	0.08	
			<0.30	不计	
吸蓝量	mmol/g	膨润土	>0.80		10
			0.45~0.80	0.08	
			<0.45	不计	
胶质价	ml/g	膨润土	≥50		10
			≤50	5	
pH 值	pH	膨润土		0.5	
粒度分布(中值粒径)		膨润土			20
比表面积	m ² /g	膨润土			10
真密度	g/cm ³	膨润土		0.02	
膨胀容	ml/g	膨润土	≥10	2	20
			<10		
吸水率	%	膨润土			10
脱色力		膨润土原土	>100		15
			60~100	15	
		活化土	>200		10
			100~200	20	
		<100	不计		
湿压强度	kPa	膨润土			10
热湿压拉强度	×10 ² Pa	膨润土			10
造浆率	m ³ /t	一般	>10	1.0	10
			5~10	0.5	
			<5	不计	
滤失量	ml	膨润土	>15		10
			≤15	1.0	
各单个阳离子交换量	mmol/g	凹凸棒石粘土		0.03	
阳离子交换容量	mmol/g	凹凸棒石粘土	>0.50	0.08	
			0.30~0.50	0.06	

续表 7—1

实验项目	计算单位	适用矿种	量值范围	允许差	
				绝对	相对 %
pH 值		凹凸棒石粘土	<0.30	不计	
				0.5	
真密度		凹凸棒石粘土		0.02	
吸蓝量	mmol / g	凹凸棒石粘土	>0.25		10
			0.15~0.25	0.025	
			<0.15	不计	
比表面积	m ² / g	凹凸棒石粘土			10
吸水率	%	凹凸棒石粘土			10
饱和盐水吸附率	%	凹凸棒石粘土			10
吸湿率	%	凹凸棒石粘土			10
吸油量	%	凹凸棒石粘土			5
粒度分布(中值粒径)		凹凸棒石粘土			20
脱色力		凹凸棒石粘土原样 活化样	>200		10
				80~200	20
			<80	不计	
饱和盐水造浆率	m ³ / t	凹凸棒石粘土	>10	1.0	
			5~10	0.5	
			<5	不计	
湿筛余量	%	凹凸棒石粘土			5
白度	%	凹凸棒石粘土		0.5	
真密度		海泡石粘土		0.02	
pH 值	pH	海泡石粘土		0.5	
松散密度	g / cm ³	海泡石粘土	≥0.50		10
			<0.50	0.05	
紧实密度	g / cm ³	海泡石粘土	≥0.50		10
			<0.50	0.05	
阳离子交换容量	mmol / g	海泡石粘土	≥0.50	0.08	
			0.30~0.50	0.06	
			<0.30	不计	
脱体率	%	海泡石粘土	≥20	5	
			<20	不计	
比表面积	m ² / g	海泡石粘土			10
吸湿率	%	海泡石粘土			10
饱和盐水吸水率	%	海泡石粘土			10
饱和盐水造浆率	m ³ / t	海泡石粘土	>10	1.0	
			5~10	0.5	
			<5	不计	
湿筛余量	%	海泡石粘土			5
脱色力		海泡石粘土原样 活化样	>200		15
					10

续表 7—1

实验项目	计算单位	适用矿种	量值范围	允许差	
				绝对	相对 %
吸油量	%	海泡石粘土	80~200	20	5
			<80	不计	
各单个阳离子交换量	mmol / g	累托石粘土	≥0.15	0.05	5
阳离子交换容量	mmol / g	累托石粘土	<0.15	0.03	
			>0.50	0.08	
pH 值		累托石粘土	0.20~0.50	0.06	
			<0.20	不计	
吸蓝量	mmol / g	累托石粘土	≥0.50	0.08	5
粒度分布(中值粒径)	%	累托石粘土	0.25~0.50	0.06	
			<0.25	不计	
比表面积	m ² / g	累托石粘土			30
真密度	g / cm ³	累托石粘土		0.02	10
造浆率	m ³ / t	累托石粘土	>10	1.0	10
			5~10	0.5	
滤失量	ml	累托石粘土	<5	不计	
			>15		10
			≤15	1.0	
塑性指数		累托石粘土			10
液限	%	累托石粘土			10
塑限	%	累托石粘土			10
耐火度	WZ	累托石粘土		0.5	
湿压强度	mPa	累托石粘土			10
干压强度	mPa	累托石粘土			10
真密度	g / cm ³	通用		0.02	
粒度分布(中值粒径)	%	高岭土、耐火粘土			20
比表面积(BET法)	m ² / g	通用			10
烧结温度及烧结范围	℃	高岭土、耐火粘土		20	
白度	%	通用		0.5	
可塑性(液限, 塑限)	%	高岭土、耐火粘土		2.0	
干燥, 烧成线收缩率	%	高岭土、耐火粘土		0.5	
总线收缩率	%	高岭土、耐火粘土		1.0	
干燥抗折强度	Mpa	高岭土、耐火粘土			10
相对粘度, 相对流动度		高岭土、耐火粘土			2
pH 值		高岭土、耐火粘土			0.5
悬浮性	ml	高岭土、耐火粘土		20	
砂石量	%	高岭土		0.5	
沉降体积	ml / g	高岭土		0.5	

续表 7—1

实验项目	计算单位	适用矿种	量值范围	允许差	
				绝对	相对 %
二苯胍吸着率	%	高岭土		0.5	
吸油量	%	通用			5
松散密度	g / cm ³	通用		0.05	
紧实密度	g / cm ³	通用		0.03	
溶解度	g / L	硅灰石		0.01	
耐火度	WZ	耐火矿物原料		0.5	
熔融温度	℃	硅灰石		20	
线膨胀率	%	蓝晶石、红柱石、矽线石、硅灰石		0.1	
热膨胀系数		蓝晶石、红柱石、矽线石、硅灰石		1.0×10 ⁻⁶	
体积膨胀倍数		松脂岩、珍珠岩、黑曜岩、蛭石	≤5	0.5	
			>5		10
线膨胀倍数		蛭石			10
堆积密度	kg / cm ³	蛭石		30	
热导率	w / (m·℃)	通用			5
酸蚀率	%	纤维状石棉		1.0	
碱蚀率	%	石棉		0.5	
热失率	%	石棉		0.5	
电阻率	Ω cm	云母		△lg ρ ≤1	
电击穿强度	kV / mm	云母、大理石			15

地质矿产实验室测试质量管理规范

8 岩土物理力学性质试验

8.1 主题内容与适用范围

本规范规定了地质勘察、工程设计中所需岩土物理力学性质试验数据的质量要求。

本规范适用于地矿行业单位，作为验收地质成果和审批矿产勘察报告以及水文地质、工程地质、环境地质勘察报告中的岩土物理力学实验质量的依据。

8.2 引用标准

8.2.1 DY 01—24—86《岩石物理力学性质试验规程》

8.2.2 GBJ 123—88《土工试验方法标准》

8.3 试样要求和管理

8.3.1 岩石试样采样

8.3.1.1 岩石试样，由地质勘察单位采取。采样点的位置和密度应符合勘察任务书规定。

8.3.1.2 岩石试样，可以在地表露头、探槽、矿井、坑道或钻孔中采取。所取岩样应有代表性，能正确反映勘探工作范围内岩体和岩石性质的基本情况及主要特征（矿物成分、结构构造、节理裂隙发育程度、胶结物、风化程度等）。

8.3.1.3 采样时，必须保证岩石的原始结构不受或少受破坏。一般应从钻孔、探槽中采样，严禁用爆破法采样。

8.3.1.4 不同地质单元和不同岩层岩性的试样，不应合并为一组；每组试样的规格和数量，应符合有关规程的规定。

8.3.1.5 采样后，应立即在试样上标明编号、产状及深度等。对于干缩湿胀，易于风化的岩石，取样速度应快，尽量缩短试样在空气中的暴露时间，以避免温度和湿度变化对试样的影响。要求在天然含水状态下测试的试样，采样后应立即进行蜡封或装铁筒蜡封，并尽快送实验室测试。在运输过程中，要防止猛烈振动和碰撞。

8.3.1.6 将试样送实验室时，应填写试验任务委托书。其内容包括：委托单位、工程名称、送样日期、送样人、试验目的说明、岩样编号、取样位置、野外定名、取样方法、取样深度、岩性描述，以及要求的测试项目、试验状态和受力方向等。

8.3.2 土样采样

8.3.2.1 取样要求

8.3.2.1.1 根据工程需要确定采取原状土或扰动土，所取土样应具代表性。采取原状土样时，应防止土样受到冲击和挤压，以保持土样的原状性及天然湿度。

8.3.2.1.2 取土数量和规格应满足试验项目和试验方法的需要。原状土样的规格，一般应不小于 200 mm×200 mm×200 mm，或直径 100 mm，长度 300 mm。扰动土的取样量，粘性土不少于 1 kg，如做击实试验应不少于 5 kg；砂类土和卵砾类土为 2~10 kg。

8.3.2.1.3 土样取后，应立即将土样筒密封。土与筒壁间的缝隙应用扰动土充填密实；土筒上所有缝隙均应以胶布或胶带封严并涂刷熔蜡。采取块状土样时，可将取出的原状土块先用浸蜡的纱布包裹，再以熔蜡涂刷。不要求保持天然含水量的扰动土样，须经风干后装入布袋或牛皮纸袋，袋口应紧扎牢固。原状土样，应于容器外贴样品标签，并有明显的上下方向指示标记。扰动土样的标签放入袋内，袋外写明样品编号。

8.3.2.2 土样的运送

8.3.2.2.1 在运送土样前，应填写送样单。送样单填写内容包括：委托单位、工程名称、钻孔或探坑编号，土的野外编号，土的野外名称及简要描述，取样地点及深度，地下水位深度，地层时代及成因，试验项目及方法，土样状态，取样日期，天气情况及取样人等。

8.3.2.2.2 装箱运送土样时，土筒与木箱间的空隙，应以衬垫物（稻草、锯末、谷糠等）充分填满，用以防震、防晒、防冻、防潮。

8.3.2.3 土样的管理

8.3.2.3.1 原状土样在现场采取后，必须在7~10天内送到实验室，实验室收样后，一般应于一周内进行试验。特殊状态的土样，应立即送实验室进行试验。

8.3.2.3.2 原状土样和保持天然含水量的扰动土样，应不受阳光直射，不受震动，室内温度和湿度适宜。

8.4 试验样品验收

样品交接双方应当面检查、核实送样单和样品。凡是样品编号混乱不清，试验项目不明确，规格数量等不符合要求者，应补采或重新采样。

8.5 岩、土试样制备

8.5.1 岩石试样制备

8.5.1.1 制样时必须注意样品的选择（样品的形状、大小和结构特征），使切制的试样具有足够的代表性，加工的规格、数量和精度应符合有关规定，加工过程应严格注意受力方向，分清层理面，并用红笔标明。

8.5.1.2 块体密度（容重）、吸水率和孔隙率试验样可采用有一定块度的不规则样品，制备时应确保试样表面整洁，无易损和易脱落部分。

8.5.1.3 颗粒密度（比重）等试验采用粉末状样品。凡用机械粉碎的，均应用强磁铁除去混入的机械铁，磁性样品应用瓷研钵或玛瑙研钵粉碎。

8.5.2 土样制备

8.5.2.1 开土时应应对土样岩性、扰动程度和其他异常情况进行详细描述，以便整理分析资料时参考。

8.5.2.2 粉状样品的选取应注意代表性，数量和加工方法应符合有关测试方法的规定。粒度分析样品不得使用机械破碎，而应用包有橡皮的研杵或用木锤在橡皮板上研散颗粒集合体。

8.6 测试质量监控

8.6.1 岩、土试验工作应与地质、勘探、工程设计工作密切配合，选定合理的试验项目和方法。

8.6.2 材料试验机、固结仪、剪切仪、三轴仪等岩、土测试仪器和各种计量仪表，每年应进行周期检定和校验。

8.6.3 岩、土力学强度测试系破坏性试验，应选择具有自动控制、自动记录的仪器进行测试。当测试仪器不具备这些条件时，应由二人共同操作，确保测试质量。

8.6.4 对破坏性试验的试样在试验前后应进行描述，以便对测试数据的可靠性进行分析、评估。描述内容包括：岩石名称、颜色、主要矿物成分、颗粒大小、胶结物、结构构造、节理、裂隙、层理或片理与受力方向的关系、试件完整情况及公差等。试样破坏后主要描述破坏形态和破坏异常情况。对岩石试样的破坏性测定应创造条件测定弹性波传播速度，借助纵、横波传播速度对测试结果进行验证。

8.6.5 某些岩石力学强度试验，应进行三份以上的多份平行试验，计算测定结果的算术平均值。以算术平均值作为最终结果。发报告同时发出每一单份测定结果，以便数据使用单位对样品的不均匀性作正确判断。

8.6.6 岩石物理性质试验采用双份平行测定或三份及三份以上测定。各份测定结果之差小于或等于本规范表8—1规定的允许差视为有效，计算算术平均值出报告。

采用双份平行测定取平均值的项目，应尽可能随同试样进行同类标准物质的测定。以检查测试仪器的精度和人员操作偏差。

8.6.7 岩石物理力学性质试验允许差见表 8—1；土工试验允许差见表 8—2；土样可溶盐试验允许差按 DZ 0130.3—94 规定执行，允许差见表 8—3。表中未列允许差的测试项目，均以平均值出报告或按表中所列质量检查办法处理。

表 8—1 岩石物理力学性质试验允许差

项目	量符号	单位	范围	允许差		质量检查办法
				相对 %	绝对	
颗粒密度（比重）	Ps	g / cm ³		≤0.02		双份平行测定加监控样。
块体密度（容重）	Pd	g / cm ³		≤0.03		必须取 3 块试样进行平行测定，求其算术平均值，取至小数点后两位。
吸水率	W	%				应取 3 个以上试样进行平行测定，求其算术平均值，取至小数点后两位。
含水率	W _o	%	<10%	≤0.5%		必须进行 2 个试样的平行测定，取其算术平均值
			10~30%	≤1.0%		
			>30%	≤2.0%		
磨耗量	Rm	g / cm ³		≤20		取两块试样做平行测定。
光泽度	λ					选用 100 mm×70 mm×20 mm 的板状试样 2 块，取测定值的平均值作为测定结果。每块试样需测 2 次，取其算术平均值作为该块试样的测定值。
比热溶	C	J / g×℃		≤±5		双份平行测定，结果取算术平均值；计算至小数点后三位。
热导率	λ	W / m×℃		≤±5		每批试样应该抽 20~40% 的试样进行检查。
三轴强度及变形实验						按 DY—22 实验规程执行。
击穿电压和击穿强度	Eb	kV / mm		≤15		击穿电压值取 10 个试验结果的算术平均值，取至小数点后一位。个别试验结果与平均值的相对偏差大于 15% 时可舍去，另取试样测试，以补足 10 个数据。
电阻率	ρ	Ω • cm			Δn≤1	须做 3~5 块试样的平行测定，求其算术平均值，以二位有效数字乘以 10 ⁿ 表示。
不同荷级膨胀率和线性膨胀率	VHp	%				每组试样应做 3 个试样的平行测定，求其算术平均值，计算至小数点后两位。
	Vh					
耐酸度和耐碱度	Ns	%			≤0.5%	做二个试样的平行测定，求其算术平均值。
	NJ					
单轴抗压强度	R	MPa				计算结果取至小数点后一位。成果报告，应将单块抗压强度值和平均值一并提交。并对试件进行描述。
弹性模量	E	MPa				需用 2 块以上试样进行平行测定，取其算术平均值。弹性模量取至小数点后一位；
泊松比	μ	无量纲量				泊松比取至小数点后两位。当弹性模量不是按抗压强度的 50% 取值时，应在报告中说明取值的方法。并对试件进行描述。

续表 8—1

项目	量符号	单位	范围	允许差		质量检查办法
				相对 %	绝对	
抗拉强度	Rt	MPa				取三块试样的算术平均值, 准确至小数点后一位。并对试件进行描述。
点荷载强度	Is	MPa				当正确测得 15 个以上数值时, 将最高和最低值各删去 3 个; 如果正确测得的数值很少, 则仅将最高和最低值删去; 然后, 再求其算术平均值, 取至小数点后一位。并对试件进行描述。
抗剪切强度	τ	MPa				计算结果取小数点一位, 并以 3 块试样的算术平均值作为抗剪切强度。并对试件进行描述。
抗折强度	Rb					本试验取 3 块试样进行平行测定, 求其算术平均值, 取至小数点后一位。并对试件进行描述。
声波传播速度试验	VP Vs	m / s		≤5		按 DT—23 试验规程执行。每批取 20~40% 试样抽查。

表 8—2 土工试验允许差

试验项目	符号	单位	有效位数	允许差 (绝对)
含水量	w	%	0.1	Wo≤40%时, 不得大于 1%。 Wo>40%时, 不得大于 2%。
试样密度 (试样容重) 试验	ρ	g / cm ³	0.01	<0.03 (环刀法、蜡封法、灌水法)。
颗粒密度 (比重)	Gs		0.01	<0.02 (比重瓶法、浮称法、虹吸筒法)。
颗粒分析试验:				
筛析法		%	0.1	总损失量小于 1%。
比重计法、移液管法			0.1	
相对密度	Dr	—	0.01	最小与最大干块体密度 (干容重) 均进行平均试验, 允许差不得大于 0.03g / cm ³ 。
液限	WL	%	0.1	<2
塑限	WP	%	0.1	当 WL<40%时, 塑限两次测值的差值不得大于 1%; 当 WL≥40%时, 不得大于 2%。
液塑限联合测定				<2%
自由膨胀率	δ_{ef}	%	1	Fs≥60%平行差值小于 8%; Fs<60%平行差值小于 5%。
线缩率、体缩率、缩限及收缩系数	$\delta_{si} \delta_{vs} \lambda_s$	%	0.1	按 GBJ 123—88《土工试验方法标准》第 21 章和第 7 章的有关规定执行。
毛细水上升高度 (直接观测法)		cm		读数准确至 0.5 cm。
毛细水上升高度 (负水头测定法)		cm		读数准确至 1 cm。

表 8—2 土工试验允许差

试验项目	符号	单位	有效位数	允许差（绝对）
渗透系数	K_v	cm / s	0.01×10^{-n}	$K_v = A \times 10^{-n}$ 时, A 值最大与最小值之差小于 2。
最大分子吸水量（吸水介质法、高柱法）	W_m	%	0.1	<0.5
最大分子吸水量（离心法）	W_m	%	0.1	同含水量。
压缩系数及压缩模量	α_V E_s	KPa^{-1} kPa		按 GBJ 123—88《土工试验方法标准》第 12 章固结试验规定。
直接剪切强度	τ	kPa		按 GBJ 123—88《土工试验方法标准》第 16 章直接剪切试验规定执行。
三轴剪切强度	σ ϕ	度 kPa		按 GBJ 123—88《土工试验方法标准》第 14 章三轴压缩试验规定执行。
无侧限抗压强度	Q_u	kPa	0.01	按 GBJ 123—88《土工试验方法标准》第 15 章无侧限抗压强度试验规定执行。

表 8—3 土样可溶盐质量检查办法

	系数	项目	单位
土样、可溶盐	0.40	Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 Cl^- 、 SO_4^{2-} 、 HCO_3^- 、 CO_3^{2-} 、 K^+ 、 Na^+ 、 NO_3^- 全盐量（GR）	%
	0.67	全盐量	

8.7 副样管理

岩土力学强度试验系破坏性试验，试验完后一般不保留副样。对试验后多余的试样，在报告提交一个月后，试验委托单位未提出异议时，即可予以处理。

附加说明：

本规范由中华人民共和国地质矿产部提出。

本规范由全国地质矿产标准化技术委员会岩矿测试标准样品及方法标准化分技术委员会归口。

本规范由地质矿产部科学技术司实验管理处、地质矿产部南京综合岩矿测试中心、地质矿产部武汉综合岩矿测试中心、山西省地矿局第一水文地质工程地质实验室负责起草。

本规范主要起草人：伍启钰、柳克平、叶家瑜、缪元圣、王苏明、周金生、董高翔。

地质矿产实验室测试质量管理规范

9 选矿冶金试验

9.1 主题内容与适用范围

本规范规定了矿产勘查各阶段矿石选冶试验以及试验研究方案设计、实施，报告编写、评审的基本要求。

本规范适用于地矿行业单位，作为验收地质成果和审批矿产勘查报告中的选冶试验成果的依据。

9.2 试验样品的采取和制备

9.2.1 选冶试验样品的采取

9.2.1.1 选冶试验人员与岩矿鉴定人员应到矿区实地调查和踏勘，协同地质队（或委托单位）商定采样方案，编制采样设计。矿床勘探阶段的选冶试验，还应邀请有关对口设计单位参加共商采样设计。地质队（或委托单位）应将物质组分样提前送实验室进行岩矿鉴定，以便指导选冶试验流程的制订。

9.2.1.2 采样工作由地质队（或委托单位）主持。采样施工和样品包装、运输均由地质队（或委托单位）负责。在采样、包装、运输过程中，必须做到样品不漏不混、不受潮湿雨淋或污染。包装要结实牢固并便于搬运。每箱样品毛重不超过 50kg。

9.2.1.3 送样单位必须提供详细的采样说明书、有关图件（采样素描图或采样钻孔柱状位置图等）以及送样单。

采样说明书内容应包括：

a、试验的目的和要求。

b、矿区地理位置，水、电、交通及当地经济简况；矿床地质特征，矿区地质构造；矿体产状、规模、形态及埋藏条件；矿体赋有条件及成因类型；矿石的矿物组分和粒度、结构构造、嵌布特性、主要有益有害组分的平均品位及其变化特征；矿石氧化程度及氧化带范围；各类型、品级的储量；矿体围岩、夹石的性质种类、空间分布及其与矿体的相互接触关系等。

c、矿床开采技术条件。

d、采样设计和采样方法，采样点位置选择，各采样点矿样种类、品位、质量一览表，采样点分布位置图。

e、矿样代表性的论证。

f、矿样包装说明。

9.2.1.4 试样必须具有代表性。

a、试样的主要化学成分（主要有用组分及伴生有益、有害组分）的品位应与所代表的矿体（矿床）基本一致。试样主要组分的实际品位与采样设计品位之间的允许差范围见 DZ 0130·3—94《岩矿分析质量要求和检查办法》中的表 3—1《选冶样品分析允许差》规定。

b、试样的矿石类型、矿物组分、结构构造，有用矿物粒度和嵌布特性应与所代表的矿体（矿床）基本一致。

c、试样的物理化学性质，如矿石的泥化、风化、碎散程度等，应与所代表的矿体（矿床）基本一致。

d、试样中配入的近矿围岩、夹石的组成和性质，以及配入的比例（即废石混入率）应与矿山开发时的实际情况基本一致。

除了可选性试验用的矿样一般不配入近矿围岩和夹石外，其他试验用的矿样，均应按规定配入一定

的近矿围岩和夹石。

围岩和夹石的混入率按下式计算：

$$\text{混入率} = \frac{\text{混入的围岩和夹石量}}{\text{采出矿石总量（包括围岩和夹石）}} \times 100\%$$

采样时可根据设计的混入率计算废石（围岩和夹石）的配入量。无开采设计时，混入率根据矿层厚度、矿体产状和将来可能的采矿方法设计。一般露天开采按 5—10%，地下开采按 10~25%取值。

e、采样时，分别采取各类型（矿层）各品级的矿石和近矿围岩夹石，组合混合试样时，各类型（矿层）各品级的矿石重量比例应与所代表的矿体（矿床）中各类型（矿层）、各品级的矿石的储量比例基本一致。9.2.1.5 采样点数目应根据矿石复杂程度、矿化均匀程度、试验工作深度并考虑施工和运输等具体情况而定。采样点要根据矿床的空间变化特征合理布置，其数目一般不要少于 5 个点。

9.2.1.6 试样的代表性不足或完全不符合要求时应补采或重采样品。

9.2.1.7 试样所需重量主要与矿石选冶的难易程度，设备规格、试验深度、原矿品位、选冶方法等有关，其采样重量参照 9.4.4。

半工业试验和工业试验的样品重量，根据设备处理量和试验达到稳定并获得合格产品的累计运转时间进行估算。

9.2.2 选冶试验样品的制备

9.2.2.1 送样交接时，由双方当场开箱，按采样说明书对样品装箱编号、矿石类型、品级和重量等进行核对验收。

9.2.2.2 每个采样点的样品分别破碎到一定粒度，取出化验样作化学分析验证。若分析结果与采样说明书相差较大，应查找原因，然后与采样单位洽商，补采或者重采样品，直至样品符合要求。

9.2.2.3 矿样检查合格后，根据试验研究目的和矿石性质，具体制订试样的破碎缩分流程，制备试验研究所需的不同粒度的有代表性样品。

9.2.2.4 制样应在充分混匀样品之后，按试样最低可靠重量公式 $Q=Kd^2$ 缩分，并注意逐段破碎，尽可能在较粗粒度下分出部分试样储备，以便以后能根据需要进行再次制备出不同粒度的试样，同时也避免试样因粒度小，比表面大而在储存过程中过早氧化变质。

9.2.2.5 试样破碎缩分的重量损失不得大于 5%。

9.2.2.6 试样的配制或组合，在各段破碎加工之后进行。

9.3 选冶试验程度的分类

矿石选冶试验程度，主要依据试验的目的、要求和特征，试验结果和工艺参数的置信度，技术经济指标在生产中实现的可靠性，试验规模及模拟度等因素分为下列五类：

9.3.1 可选（冶）性试验

9.3.1.1 矿石可选（冶）性试验，是矿产普查或详查阶段早期，对不同自然类型、不同品级的试样所作的试验研究。其作用是初步评价矿石质量，判别试验对象能否作为工业原料及其工业利用前景。

9.3.1.2 可选（冶）性试验前应进行物质组成的初步研究，即着重于矿石的主要物质组分、结构构造、有用矿物嵌布特征和赋存状态及主要物化性质的研究。试验以通常认为具有工业意义的选冶方法和一定的流程条件，在矿物解离或适宜的选冶粒度范围内，用物理的或化学的方法获得符合要求的选冶产品，其技术经济指标和产品方案应能与国家（或其他）标准对比，以便作经济预测和粗略估算，并加以论证。其结论比较原则，但应力求明确。若试验未能取得较好效果，应分析原因，并对下步试验研究工作和地质工作提出建议。

9.3.1.3 可选（冶）性试验一般以回收某种主要组分为主，查明伴生组分，而不需作方案比较试验。对于易选冶矿石，可选性试验结果可作为制定工业指标的基础。

9.3.2 实验室流程试验

9.3.2.1 实验室流程试验是在可选（冶）性试验的基础上，进一步研究矿石在何种流程条件下才能充分地回收有用组分的非连续性小型试验。

9.3.2.2 实验室流程试验要详细进行矿石物质组成研究，特别是工艺矿物学的研究，以指导选择合理的选冶方法和流程条件。为获得较好的技术经济指标，需要进行流程结构及其工艺条件探讨，进行方案比较试验。试验要注意技术方法的先进性和实用性及其经济意义，还要重视可能给环境带来的危害和污染，并采取相应措施。矿石中凡可能回收的具有工业价值的伴生组成，应研究其回收途径及指标。对最终产品和影响选冶工艺的中间产物，应进行分析检测，研究其性质和深度加工的可能性与必要性，为下一阶段的深入试验提供依据或参数，对矿床作出初步的技术经济评价。

9.3.2.3 实验室流程试验资料，通常是地质矿产评价的主要依据。对一般矿石，它是矿床开发初步可行性研究和制定工业指标的基础，对易选（冶）矿石，在满足矿山设计所需基本参数下，作为矿山设计依据。

9.3.3 实验室扩大试验

9.3.3.1 实验室扩大试验，是在实验室流程试验的基础上，对其所推荐的工艺流程进行“动态”模拟的连续验证试验。它是在实验室型试验设备上进行局部的或全流程的连续试验，试验在“动态”中实现给矿（给料）、给药、给水和产品数量与质量的平衡。试验因素和指标也都在类似生产状态的“动态平衡”中反映出来。其“动态”达到平衡后，应维持连续操作时间 24~72h。

9.3.3.2 对于一般矿石，在完成设计要求的各种参数测定后，其实验室扩大试验成果可作为矿山设计的基本依据；对于难选（冶）矿石，其试验成果仅能作为矿床开发初步可行性研究和制定工业指标的基础资料和依据。

9.3.4 半工业试验

9.3.4.1 半工业试验是在专门的试验车间或试验厂，按选定的流程进行一定规模的矿石选冶生产的模拟试验。其试验规模随矿石的品位、性质以及工艺流程的复杂程度和研究目的在一定范围内变化。设备的处理量一般为：选矿 10~20 t/d；火法冶金 50~100 t/d；湿法冶金 2~10 t/d。试验所获数据，可供矿山设计使用。

9.3.4.2 当矿石选冶工艺流程复杂，或处理新矿种、新类型矿石，或采用尚无工业实践的新工艺、新设备、新药剂时，如果在实验室中难以查明其工艺特性或设备的某些关键环节，而这些环节的可靠性又可能影响技术经济指标，这就需要进行半工业试验。必要时甚至进行工业试验。

9.3.5 工业试验

9.3.5.1 工业试验是在工业生产厂内的一部分，或一个至数个系列中，利用性能相同、处理量相当的机器设备，进行局部或全部流程的生产试验。它与半工业试验一样，都是在生产型的设备上按“生产操作状态”进行试验。工业试验的成果资料，可作为矿山建厂设计或生产操作的基础和依据。

9.3.5.2 当矿床规模很大且矿石性质复杂，或采用了先进技术的新工艺、新设备、新药剂，在工业生产中尚缺乏足够的实践经验，或因技术及其经济指标的适应性需要得到可靠的验证时，才进行工业试验。

9.4 矿产勘查各阶段矿石选冶试验的基本要求

9.4.1 普查阶段

工业利用已成熟的易选（冶）矿产和工业利用尚未成熟的一般矿产，可以进行可选（冶）性试验；对于组分复杂，矿物粒度细、在国内工业利用尚无成熟经验的难选（冶）矿产，应进行实验室流程试验。

9.4.2 详查阶段

对生产矿山附近的、有类比条件的易选（冶）矿产，可以进行可选（冶）性试验。一般矿产应进行可选（冶）性试验或实验室流程试验。难选矿产如属国家急需，经上级同意必须进行详查阶段工作，还应进行实验室扩大连续试验。

9.4.3 勘探阶段

对生产矿山附近的、有类比条件的易选（冶）矿产，可进行可选（冶）性试验或实验室流程试验。一般矿产应进行实验室扩大连续试验。难选（冶）矿产则应进行半工业试验。若属大型矿山必要还要作工业试验。

勘探阶段的选冶试验，要深入研究矿石物质组成，试样要对矿床整体或者将来的首采地段（首采区）

矿石进行研究，并以详细的文字及图件论证样品的代表性。这一阶段如以钻探为主要探矿手段时，为了统筹考虑合理使用宝贵的岩矿芯样品，事前需要有一个周密的计划和措施予以保证，必要时需要进行坑道取样或专门设计大口径钻孔取样。

9.4.4 矿产勘查各阶段选冶试验程度要求概况见表9—1。

表9—1 矿产勘查各阶段矿石选冶试验程度^①

勘查阶段	选冶试验目的	矿石物质组成研究	矿物特征	选冶试验程度	选冶试样要求
普查	评定矿石是否可以作为工业原料。	初步研究	易选（冶）矿产（组分简单，工业利用成熟）	可选（冶）性试验	采主要矿石自然类型、主要品级的试验单样。可选（冶）性试验每个重约50~500kg。
			一般矿产（可用组分多，工业利用尚成熟）	可选（冶）性试验	
			难选（冶）矿产（组分杂、矿物细、在国内外存在着技术难题）	做可选（冶）性试验，甚或实验室流程试验	
详查	评定矿床是否具有工业价值以减少勘探风险性；为制订工业指标提供依据。	详细研究	易选（冶）矿产（同上）	做可选（冶）性试验	按工业类型和采矿、选冶条件组合试样，并预测开采方法，确定试样所含的围岩夹石混入率。实验室流程试验每个样重约300~1000kg，实验室扩大连续试验每个样重约5~25t。
			一般矿产（同上）	做实验室流程试验 ^②	
			难选（冶）矿产（同上）	做实验室流程试验或实验室扩大连续试验	
勘探	为矿山开发可行性研究或设计提供依据。	深入研究	易选（冶）矿产（同上）	做实验室流程试验 ^③	按工业类型和采矿选冶条件组合试样，围岩夹石混入率，样品重量，实验条件，试验内容等，由地质、试验、设计等单位“三结合”共同研究确定。
			一般矿产（同上）	做实验室扩大连续试验	
			难选（冶）矿产（同上）	做半工业试验，大型矿山必要时还要做工业试验	

①各勘查阶段，凡新矿种，新类型矿产，或应用于工业上把握不大的新工艺、新设备、新药剂，其试验程度都应与各阶段的难选（冶）矿产相同。

②先做可选性试验，必要时再进行实验室流程试验。

③对生产矿山附近的、有类比条件的进行可选（冶）性试验，必要时再进行实验室流程试验。

9.5 试验研究方案的设计和实施

9.5.1 试验研究方案的设计

9.5.1.1 课题组在接受试验研究任务之后，应按照试验目的和要求，根据矿石物质组成研究和必要的探索试验结果及有关资料，拟订试验研究方案设计（即课题总体设计）。

对于要求程度不高的试验可不做详细的方案设计，但必须认真作好试验工作计划，不得无计划地盲目开展试验工作。

9.5.1.2 试验方案设计时，要考虑科学技术进步，采用有工业意义的新技术、新工艺、新设备、新药剂，搞好矿产的综合利用；考虑技术经济上的可行性与合理性。

试验研究方案设计书的主要内容：

- a、任务的由来或提出任务的依据。
- b、国内外技术水平、动态和发展趋势。
- c、矿区地质概况和矿石性质。
- d、探索性试验结果。
- e、方案选择及依据，主要技术关键，预期效果。
- f、试验研究进度计划。
- g、协作内容（包括本单位有关专业内部配合和外协）。
- h、主要仪器、设备和材料的配备购置计划。
- i、费用预算。
- j、试验研究人员，课题负责人。

9.5.1.3 应对试验方案设计书（或试验工作计划）进行审查。重点项目的试验方案设计，须逐级上报有关主管部门审批。勘探阶段尚需与对口单位的试验研究、设计单位共同制订设计任务书。

9.5.2 试验研究的实施

9.5.2.1 试验研究必须按审批后的方案设计（试验工作计划）进行，各个阶段应有具体的试验研究计划。如需改变方案设计的研究计划时，应履行批准手续。

9.5.2.2 每次试验要有明确的目的，做到精心操作、细心观察，及时记录在专用记录本上，并杜绝事后追记。原始记录必须字迹清楚、数据可靠、记载完整、并一律用钢笔书写，注意保存。

9.5.2.3 每批试验结果要有一定的规律性，至少要能基本说明问题，否则应补做或重做。

9.5.2.4 选（冶）试验中的作业样品重量损失，浮选、磁选、重选分别不得大于2%、3%、5%。

9.5.2.5 小型浮选闭路流程试验由4~5个或更多的单元试验组成（即不少于4~5个循环，且平衡后的试验数不应少于2~3个。计算最终浮选指标时，必须取达到平衡后的试验数据）。

9.5.2.6 在整个试验过程中，要重视岩矿鉴定对选冶产品的考察，以加强试验工作的科学性和准确性。

9.6 试验研究报告的编写和评审

9.6.1 报告的编写

9.6.1.1 试验研究工作结束后由课题负责人及时组织编写试验报告。

9.6.1.2 报告的内容和格式应根据试验目的和工作深度而定。一般应包括下列主要部分。

- a、前言。对任务来源、试验目的、地质工作阶段、试样、选冶方法及所取得的成果作一简要介绍。
- b、矿区矿床地质简况、样品的采取、制备及其代表性的论述。
- c、矿石物质组成研究及物化性质。
- d、选冶方法的选择及评述、选冶工艺条件、选冶试验和结果。
- e、最终产品及中间产品的检测与考察。
- f、三废处理。
- g、技术经济评价或分析。
- h、结论。
- i、附录或附件。

必要时应对所使用的试验设备和药剂的规格、型号，试验装置、检测方法等作扼要的说明，并附参考文献目录。

9.6.1.3 试验结果尽量以图、表形式列出，每小节末尾应有简短的归纳和小结。文字说明简洁明了，重点突出，条理性和逻辑性强。

9.6.1.4 报告的封面按下列格式

上方写：XX省（区、市）XX县XX矿区XX矿体（矿段、矿层）XX矿石选矿（或冶炼）试验研究报告。

下方写：试验研究单位名称和提交报告年月。

必要时，在封面右上角标明报告的密级。

9.6.1.5 报告的正文前应有单位负责人、技术负责人、研究室（专业室）负责人、课题负责人、试验研究人员、岩矿鉴定和岩矿分析人员、打印人员、校对人员（应注明责任校对）以及报告编写人的姓名。

9.6.2 报告的评审

9.6.2.1 选冶试验研究报告分三级评审

- a、列入主管部科技计划项目的成果报告属部级评审；
- b、列入主管局（院）科技计划项目的成果报告属局（院）级评审；
- c、列入主管局实验室（研究所）计划的成果报告属基层级评审。

9.6.2.2 评审组织

- a、部级评审由主管部科技司（局）聘请有关专业人员组成评审组织，
- b、局（院）级评审由主管局（院）聘请有关专业人员组成评审组织，
- c、基层级评审由局实验室（研究所）组织本单位有关人员组成评审组织，或授权选冶室组织审查验收。

9.6.2.3 评审内容

根据任务书和各试验阶段的要求以及试验报告应包括的内容按质按量进行评审，并对其水平和实用性做出实事求是的评价。

9.6.2.4 评审程序

- a、提交报告单位应按评审级别向主管部门提出申请，并附试验研究报告（送审稿）及有关文件资料；
- b、在主管部门同意评审其报告后，提交报告单位应按主管部门要求，做好评审准备工作；
- c、报告评审后，根据评审级别由相应的主管部门颁发鉴定证书。

9.7 资料归档及副样保存

9.7.1 试验研究报告评审通过后，课题负责人应及时组织本课题人员按科技档案管理要求，将本课题合同（协议）书、任务书、采样说明书及有关图件、方案设计书、各种试验记录、测试报告、试验研究报告手稿及其打印本（2份）、有关技术资料 and 文件材料（包括有关函电）、评议书等，整理立卷，向本单位科技档案资料室归档。

9.7.2 试验结束后，课题负责人应组织本课题组人员按 DZ 0130.12—94《地质实验测试样品副样管理》及时清理全部试验余样，凡需保存一定时间的样品应按有关规定登记送入样品库，不得散存在试验室（车间）。

附加说明：

本规范由中华人民共和国地质矿产部提出。

本规范由全国地质矿产标准化技术委员会岩矿测试标准样品及方法标准化分技术委员会归口。

本规范由地质矿产部科学技术司实验管理处、地质矿产部南京综合岩矿测试中心、地质矿产部武汉综合岩矿测试中心、地质矿产部河南省中心实验室负责起草。

本规范主要起草人：伍启钰、刘逸超、叶家瑜、周金生、董高翔、王裕中、金永铎。

地质矿产实验室测试质量管理规范

10 石油地质实验测试

10.1 主题内容与适用范围

本规范规定了生油岩分析、储油岩分析、天然气分析、原油物化分析以及油气化探分析质量管理的基本要求。

本规范适用于地矿石油行业单位,作为验收地质成果和审批矿产勘探报告中的石油地质实验测试的依据。

10.2 引用标准

10.2.1 GB 2538—88《原油试验法》

10.2.2 SY 5336—88《常规岩心分析推荐作法》

10.2.3 SY《生油岩中有机碳分析等10份部颁标准》

10.2.4 GB 6540—86《石油产品颜色测定法》

10.3 样品验收

10.3.1 送样单位必须在送样单上写明送样单位、送样人、采样地点、编号、井号、井深、层位、岩性、分析测试项目及对分析报告、图版和照片等的具体要求。

10.3.2 样品要按规定提供足够重量,样品包装要符合要求,严防污染、变质等。

10.3.3 各类测试项目取样时必须注意样品的代表性。

10.3.4 除以上的一般性要求外,各类样品测试项目的具体送样要求见《石油地质实验测试送样要求》(地矿部石油地质中心实验室)。

10.3.5 在样品接受时,应按上述要求逐项核对验收,如果不符合规定或要求者,应与送样单位协商。

10.3.6 样品验收后,实验室应按明了、简便、易于查找等原则,统一编批号和样号。

10.4 样品制备

10.4.1 严格按顺序碎样,严防错号。

10.4.2 严防污染。

10.4.3 按照 $Q=Kd^2$ 缩分公式进行缩分。注意样品的均匀度和代表性。按规定留副样。

10.4.4 碎样全过程,样品的损失率一般不大于5%。

10.4.5 生油岩分析样品,一般应在40℃下烘干或风干,分析结果均以40℃下烘干样品为计算标准。

10.4.6 对各类样品的制备的要求和规定,见《石油地质实验测试制样规程》(地矿部石油地质中心实验室)。

10.5 分析测试

10.5.1 选用或制定的分析测试方法,其质量参数(准确度、精密度和检出限等),测量仪器的主要质量参数(稳定性、灵敏度和分辨率等)均应达到或优于该类样品中该项目的质量要求。

10.5.2 在分析测试前对水样、油样、气样应注意密封,防止光的直接照射。油样分析前要脱去泥、砂、机械杂质。

10.5.3 各类样品取样分析要特别注意样品的代表性。严格防止有机溶剂蒸发、溶质组分的轻重分异、结构分异、同位素分异等。

10.5.4 在开始分析测试时,确认测量仪器运转正常、各项条件受控,方可进行样品分析测试。在测试过程中应注意观察、测量、记录、比较、计算和数据处理等。如果遇到停电、停水、仪器失控等故障时,必须在故障排除后,将仪器等测量条件恢复到该批样品发生故障前的条件和达到主要参数值,方可继续测量,或者将已测量过的样品和标准物质(或监控样)与未测量过的样品一起重新测量。

10.6 质量监控

根据测试项目的质量要求、分析方法质量水平和目前标准物质（或监控样）可用种类和数目等实际情况，确定不同的监控方式和判断办法。

10.6.1 监控方式

10.6.1.1 一般样品

一批样品数目在 10 个以下者，插入 1 个标准物质（或监控样）；10 个以上插入 2 个或 2 个以上标准物质。每批样品随机或等间距抽取 10~30% 作内检；每批样品中插入 2 份空白试验，与样品平行测定。

10.6.1.2 储层和盖层特性性质的测试项目

如常规岩芯分析、岩石微孔隙结构分析以及扩散系数分析等。规定每批样品进行 10% 以上的明码抽查。不可重复测试的项目，采用二个测试人员在场，一人操作，一人监测，二人签名，共同负责的方法。具体各项的检查方法按方法标准（规程）规定执行。

10.6.1.3 定性描述类的测试项目

如扫描电镜形貌鉴定、微体古生物鉴定、有机显微组分分析、薄片鉴定、荧光薄片鉴定、阴极发光和图像分析等。规定每批样品鉴定时，要从中抽 30% 样品进行内检。

10.6.2 判定

10.6.2.1 在一批样品中插入的标准物质份数较多时，先对标准物质测定值的平均误差和标准偏差分别进行监控，如果两者都合格，再对样品双份分析的双差进行监控，如果合格率为 80%，则判定此批样品合格。如果标准物质的两个质量参数中有一个不合格，说明条件失控，样品分析测试数据得不到保证，应查明原因，妥善处理。

10.6.2.2 在一批样品中标准物质（或监控样）仅有 1 份，如果标准物质测定误差不合格，且样品双份分析的双差也有 30% 不合格，应全部返工；如果双价分析和双差大部分合格，仅有标准物质（或监控样）测定误差不合格，应查明原因，确认标准物质测定误差是偶然性的，样品可以通过。

10.6.2.3 空白值出现异常，应查明原因，妥善处理，若原因不清，又明显地影响分析测试数据的质量时，应全批返工。

10.6.2.4 观察定性的描述要充分掌握已知样品的各种特征，而与已知样品进行对比，达到准确定性命名的目的。

10.7 石油地质样品分析允许差

10.7.1 生油岩石分析

10.7.1.1 岩石中有机碳平行样分析结果的允许差应符合表 10—1 规定。

表 10—1 岩石中有机碳平行样分析结果允许差

碳含量范围	相对双差 (%)	绝对双差 (%)
<0.2	—	0.03
0.2~0.5	15	—
0.5~1.0	12	—
1.0~3.0	10	—
>3.0	8	—

10.7.1.2 岩石中氯仿沥青的抽提测定平行样分析结果允许差应符合表 10—2 规定。

表 10—2 岩石中氯仿沥青抽取测定结果允许双差

氯仿沥青含量范围	绝对双差 (%)
>0.5000	<0.0200
0.5000~0.1000	<0.0100
0.1000~0.0500	<0.0075
0.0500~0.0100	<0.0050
<0.0100	<0.0020

10.7.1.3 岩石中可溶有机物及原油族组成的分析

饱和烃、芳香烃、胶质、沥青质四个组分总收率应达到 85.00~105.0%，低于上述规定应作平行样分析，平行样分析结果允许差应符合表 10—3 规定。

表 10—3 岩石中可溶有机物及原油组成分析允许差

组分含量范围	绝对双差 (%)
>3.00	<0.80
3.00~10.00	<1.50
10.00~30.00	<2.50
30.00~50.00	<3.50
50.00~70.00	<4.50
>70.00	<5.00

10.7.1.4 岩石有机质及原油红外光谱分析

除干酪根压片法的谱图吸收峰透过率在 10% 以上外，其余样品应提交数据的吸收峰其透过率须在 20~80% 之间。

计算结果的要求：

平行样品两次涂片之谱图中 $\frac{1380\text{cm}^{-1}}{1460\text{cm}^{-1}}$ 之比值，其允许相对双差不超过 $\pm 15\%$ 。

平行样品两次压片谱图中 2920cm^{-1} 吸收峰的校正光密度值 E_l 的允许差应符合表 10—4 规定。

表 10—4 有机质及原油红外光谱分析允许差

E_l (cm^2/mg)	相对双差 (%)
>0.40	10
0.40~0.10	20
>0.1	25

10.7.1.5 岩石氯仿抽提物及原油中饱和烃气相色谱分析

10.7.1.5.1 岩石氯仿抽提物及原油中饱和烃气相色谱分析以及岩石冷抽提物和岩石 F—11 抽提物气相色谱分析。

a、色谱图

正构烷烃、姥鲛烷、植烷色谱峰形对称，正十七烷与姥鲛烷的峰高分离度不小于 80%（以低峰高度为准）。

b、允许差

同一样品二次平行测定结果的允许差应符合表 10—5 规定。

表 10—5 同一样品气相色谱平行分析允许差

含量 (%)	相对双差 (%)
0.50~1.00	25
1.00~5.00	20
5.00~10.00	15
>10.00	10

10.7.1.5.2 岩石氯仿抽提物及原油芳烃气相色谱分析。

a、色谱图

谱图中无有规则的正构烷烃谱峰出现，3—甲基菲与 2—甲基菲的峰高分离度不小于 80%（以低峰高度为准）。

b、允许差

同一样品二次平行测定结果的允许差应符合表 10—6 规定。

10.7.1.6 岩石热解分析

以标准物质的平行分析结果来确定分析质量，热解烃 S_2 和 T_{max} 平行分析允许差应符合表 10—6、10—7 规定。自由烃 S_1 不规定。二氧化碳 S_3 可参照 S_2 要求执行。

表 10—6 岩石热解分析允许相对双差

热解烃 S_2 量 (mg / g)	相 对 双 差 (%)
>3	10
1~3	20
0.5~1	30
0.1~0.5	50
<0.10	不计

表 10—7 岩石热解分析允许差

峰顶温度 (T_{max} °C)	相 对 双 差 (°C)
<450	≤2
>450	≤5

$S_2 < 0.5 \text{ mg / g}$ 不规定 T_{max} 值的允许双差范围。

10.7.1.7 岩石有机质中碳、氢、氧微量分析

a、测定均质性较差的样品，各元素平行样分析结果的允许差应符合表 10—8 规定。

表 10—8 有机质中碳、氢、氧微量分析允许差

元素	含 量	相 对 双 差 (%)
C	≥50	<1.0
	<50	<0.8
H	--	<0.5
O	>10	<0.8
	1~10	<0.6

b、测定均质性样品，各元素平行样分析结果的允许差不得超过 0.3%。

10.7.1.8 沉积岩中干酪根分离质量要求应符合 10—9 规定。

表 10—9 沉积岩中干酪根分离质量要求

项 目	%
烧 失 量	≥75
纯 度	≥65
黄铁矿	≤28
其它无机矿物	≤7

10.7.1.9 有机质中镜质组反射率测定

平行样测定值的允许差应符合表 10—10 规定。

表 10—10 有机质中镜质组反射率测定允许差

R_o	绝 对 双 差 (%)
<1.0	≤0.04
1.0~1.5	≤0.06
1.5~2.0	≤0.08
其它无机矿物	≤0.14

10.7.1.10 沉积岩中孢粉化石颜色指数的测定

a、孢粉颜色指数计算公式（加权平均法）

$$S.C.I = \frac{\sum_{i=1}^8 a_i n_i}{\sum_{i=1}^8 n_i}$$

式中:S. C. I (Spore Colour Index) 孢粉颜色指数; a₁—色级 (a₁=1; a₂=2; a₃=2.5; a₄=3; a₅=3.5; a₆=4; a₇=5; a₈=6); n₁—第 a₁ 色级的孢粉计数值。

b、质量标准

平行样的颜色指数差不能大于 0.5 (详见 GB 6540—86 《石油产品颜色测定法》)。

10.7.1.11 饱和烃和芳烃质谱族组成分析, 其平行样测定值的允许差应符合表 10—11 规定。

表 10—11 饱和烃和芳烃质谱族组成分析允许差

含 量 (%)	绝 对 双 差 (%)
<5	≤2
5~20	≤3
>20	≤5

10.7.1.12 饱和烃色质分析, 其平行样测定值的允许差应符合下列规定

规则甾烷 C₂₉αααR/S 峰面积比值的允许相对双差≤20%。

10.7.1.13 有机质中碳、硫同位素测定应符合下列规定

项 目	绝对双差‰
碳同位素 δ ¹³ C ‰	≤0.5
硫同位素 δ ³⁴ S ‰	≤0.6

10.7.1.14 水中氢同位素测定应符合下列规定

项 目	绝对双差‰
氢同位素 δD ‰	≤0.5

10.7.1.15 碳酸盐岩碳、氧同位素测定应符合下列规定

项 目	绝对双差‰
碳同位素 δ ¹³ C ‰	≤0.5
氧同位素 δ ¹⁸ O ‰	≤0.5

10.7.1.16 卟啉液相色谱分析, 其平行样测定值的允许差应符合下列规定

相对双差<15%

10.7.1.17 沥青质分子量液相色谱分析, 其平行样测定值的允许双差应符合下列规定

相对双差<15%

10.7.2 气体分析

10.7.2.1 天然气组成分析, 平行样分析结果的允许差应符合表 10—12 规定

表 10—12 天然气分析结果允许差

含 量 (%)	相 对 双 差 (%)
>50	8
>10~50	10
>1~10	15
0.1~1	20
<0.1	不计误差
∑组分	100%±10%

10.7.2.2 气态烃 (C₁~C₅ 及 CO₂) 碳同位素测定, 其分析结果的允许差应符合表 10—13 规定。

表 10—13 气态烃 (C1~C5 及 CO2) 碳同位素测定允许差

含 量	相 对 双 差 (‰)
天然气中甲烷含量 0.1~99%	$\delta^{13}C_{CH_4} < 0.5$
天然气中乙烷含量 0.2~20%	$\delta^{13}C_{C_2H_6} < 0.5$
天然气中丙烷含量 0.2~15%	$\delta^{13}C_{C_3H_8} < 0.5$
天然气中丁烷含量 0.2~15%	$\delta^{13}C_{C_4H_{10}} < 0.5$
天然气中戊烷含量 0.2~15%	$\delta^{13}C_{C_5H_{12}} < 0.5$

10.7.2.3 C₁~C₉ 烃的色谱指纹分析

a、色谱图:

链烷烃、环烷烃和芳烃色谱峰形对称, 1, 顺 3—二甲基环己烷与 1, 反 3—二甲基环己烷和 1, 反 2—二甲基环己烷三个化合物之间的峰高分离度不大于 80% (以低峰高度为准)。

b、允许差:

同一样品二次平行测定结果的允许差应符合表 10—5 规定。

10.7.3 原油分析

10.7.3.1 原油全烃色谱分析和凝析油气煤油馏分色谱分析

a、色谱图:

链烷烃、环烷烃和芳香烃色谱峰形对称, 1, 顺 3、1, 反 3 和 1, 反 2, 三个二甲基环己烷化合物之间,

或者正十七烷与姥鲛烷的峰高分离度不小于 80% (以低峰高度为准)。

原油全烃色谱分析应将色谱峰出到正三十八烷以上。

b、允许差:

同一样品二次平行测定结果的允许差应符合表 10—5 规定。

10.7.3.2 原油中痕量金属元素原子吸收分光光度测定, 平行样分析结果允许差应符合下列规定

V、Ni、Cu、Sr 金属元素, 含量在 10^{-9} ~ 10^{-3} 范围内, 允许相对双差 < 15%。

10.7.3.3 原油物理化学分析, 其测定值允许差应符合表 10—14 的规定。

表 10—14 原油物理化学分析允许差

项 目	含量范围	相对双差 (%)	绝对双差	备 注
含 水 量	≤1%	10		
	>1%		0.1 %	
含 盐 量	≤200 mg/L	10		
	>200 mg / L		0.1 mg/L	
含砂杂质质量	≤1%	10		
	>1%			
密度 (比重)			0.004	
初 馏 点			4℃	
馏分温度			2℃	
凝 固 点			2℃	
含 蜡 量		10		
粘 度	<250 Pa·s		1 Pa·s	Pa·s 为帕[斯卡]·秒
	250~1 000 Pa·s		4 Pa·s	
	>1 000 Pa·s		10 Pa·s	
运动粘度		5		
灰 分	<0.001%	10		
	>0.001%		不 计	

10.7.4 水分析

水分析按本规范《水质分析质量要求及检查办法》执行。

10.7.5 岩芯分析

10.7.5.1 粒度分析，平行样分析结果允许差应符合下列规定。

粒度在 7.93~0.037mm 范围内，相对双差<10%

10.7.5.2 粒土矿物相对含量测定，平行样分析结果允许差应符合表 10—15 规定。

表 10—15 粒土矿物含量测定允许差

含量 (%)	相对双差 (%)
>60	≤10
20~60	≤20
5~20	≤30
<5	≤50

10.7.5.3 能谱元素分析，平行样分析结果允许差应符合下列规定

从 Na¹¹ 到 U⁹² 元素，含量>0.1%。

相对双差 10%

10.7.6 油岩储层物性分析

储层物性分析结果允许差应符合表 10—16 规定。

表 10—16 储层物性分析允许差

项 目	含 量 范 围	相对双差 (%)	绝对双差 (%)	备 注
油水饱和度	<50%		5	
	≥50%	10		
有效孔隙度	<6%		0.5	
	>6%	8		
岩石密度			0.03	
颗粒密度			0.02	
气体单向 渗透率	<5×10 ⁻³ μm ²	20		
	(5~20)×10 ⁻³ μm ²	10		
	<20×10 ⁻³ μm ²	7		
气体径向 渗透率	<5×10 ⁻³ μm ²	20		
	(5~20)×10 ⁻³ μm ²	10		
	>20×10 ⁻³ μm ²	7		

10.7.7 其他类的微量元素分析

其他类包括医药地质及环境地质等 Cu、Fe、Zn、Ca、Mg、Mn、K、Na、Cr、Al 微量元素的分析，其平行双份测定分析结果允许差应小于 30%。

10.7.8 高温中压扩散系数测定

适用于天然气运移、聚集及封盖条件评价的高温中压扩散系数范围为 10⁻³~10⁻⁹cm²s⁻¹，其允许相对双差≤20%。

10.7.9 岩矿鉴定

一般的沉积岩、岩浆岩、变质岩的制片要求与鉴定质量管理规范参照地矿部有关规定执行。

10.7.10 化探分析

10.7.10.1 岩石、土壤酸解气态烃 C₁~C₅ 定量分析，平行样分析结果允许差应符合表 10—17 规定。

表 10—17 酸解气态烃 C1~C5 分析结果允许差

烃 含 量 ($\mu\text{l} / \text{kg}$)	相 对 双 差
>150	<20
150~50	<25
50~1	<30
<1	不计误差

*: 相对误差按 $(A_1 - A_2) / (A_1 + A_2) \times 100\%$ 计算, 以下同。

10.7.10.2 土壤可溶有机质紫外光谱分析, 平行样品分析误差应符合表 10—18 规定,

表 10—18 可溶有机质紫外光谱分析结果允许差

吸 收 度	相 对 双 差 * (%)
>0.1	<10
0.01~0.1	<15
<0.01	不计误差

*见表 10—17

10.7.10.3 土壤可溶有机质荧光光谱分析, 平行样分析结果允许双差应符合表 10—19 规定。

表 10—19 可溶有机质荧光光谱分析结果允许差

荧 光 强 度	相 对 双 差 * (%)
>0.010	<15
<0.010	不计误差

10.7.10.4 ΔC 测定, 其含量在 0.2~10% 范围内, 平行样分析结果, 允许相对双差 <15%。

10.7.10.5 ΔC 碳同位素测定, 其含量 0.2~10% 范围内, 碳同位素 $\delta^{13}\text{C}\%$ 的允许绝对双差为 0.5%。

附加说明:

本规范由中华人民共和国地质矿产部提出。

本规范由全国地质矿产标准化技术委员会岩矿测试标准样品及方法标准化分技术委员会归口。

本规范由地质矿产部科学技术司实验管理处、地质矿产部南京综合岩矿测试中心、地质矿产部武汉综合岩矿测试中心、地矿部石油地质中心实验室负责起草。

本规范主要起草人: 伍启钰、曹寅、叶家瑜、周金生、董高翔。

地质矿产实验室测试质量管理规范

11 海洋地质实验测试

11.1 主题内容与适用范围

本规范规定了海水化学要素调查、海洋底质调查和滨海砂矿调查等样品的测试质量要求，本规范适用于地矿行业海洋地质单位，作为验收地质成果和审批海洋地质勘查报告中的测试质量的依据。

11.2 引用标准

11.2.1 GB 12763, 4—91《海洋调查规范 海水化学要素观测》

11.2.2 GB 12763, 5—91《海洋调查规范 海洋地质地球物理调查》

11.3 海水化学要素测定与间隙水测定

11.3.1 分析样品

11.3.1.1 海水样采集

a、海水（包括沉积物覆盖水、界面水）样品采集后应立即进行装瓶，水样装瓶前应先填写好水样登记表。水样瓶需编号，并顺序排置于水样箱内，避免阳光照射。

b、装取海水样的顺序：溶解氧、pH、氯度和碱度（合一瓶）以及五项营养盐（合一瓶）。各项目水样的装取应连续进行。

c、每一层次的最大采水量为 2 L，在装瓶、洗涤和测定中，必须保证九个项目所需的水样量。

11.3.1.2 海水化学要素各项水样的装取、固定、贮存

a、溶解氧：每层水样取两瓶（体积各为 125 ml）立即加入 2.4 mol/L 氯化锰溶液 1.0 ml 及 1.8 mol / L 碘化钾溶液（6.4 mol/L NaOH）1.0ml，加塞摇匀，将瓶浸泡在水中，允许存放 24h（详见 GB12763. 4—91）。

b、pH：水样取好后立即加入 1 滴氯化汞溶液（25g / L）固定，盖好瓶盖，存放时间不得超过 2 d。

c、氯度和碱度：取样时，先用洗涤 pH 水样瓶的水洗涤水样瓶一次，再从采水器中放出少量水样洗涤一次（两次洗涤后的水样都倒入五项营养盐水样瓶中），装取水样至瓶肩，立即塞紧瓶塞，密封水样应在 24 h 内测定完毕。

d、五项营养盐（活性硅酸盐、活性磷酸盐、亚硝酸盐、硝酸盐和铵盐（包括部分氨基酸））：取样时，先用洗涤氯度和碱度水样瓶的水洗涤水样瓶一次，再从采水器中放出约 30ml 海水，洗涤一次，然后让采水器中剩余的水样全部流入水样瓶中，按每升试样加入 1 ml 氯仿，盖好瓶盖，剧烈摇荡 1~2 min。活性硅酸盐和活性磷酸盐水样保存时间不得超过 1 d，三氮水样保存时间不得超过半天。

11.3.1.3 海水样要贮存于塑料瓶中。分析前须经孔径为 0.45 μm 的混合纤维素酯微孔滤膜过滤后方可进行分析。

11.3.1.4 间隙水样采集和送样

a、间隙水（赋存于底质表层样或柱状样间隙中的水）是在现场（调查船上）或基地用压榨方法获得（最好是在现场）。

b、间隙水分析样一般要求不得少于 25 ml

11.3.1.5 间隙水样分析一般先在现场测定易变项目，然后将剩下的水样立即进行酸化贮存于玻璃瓶中，低温（0~4℃）保存，其他项目在室内测定。

11.3.2 质量监控与质量检查

11.3.2.1 根据样品性质，待测元素含量及用户要求，合理地选择分析方法的国家标准，其准确度、精

密度和检出限达到或优于用户及规范要求。如果尚未有可供选择的分析方法标准时，可以制定新的方法，但对分析方法质量参数亦应达到或优于用户及规范要求。

11.3.2.2 同一批样品分析，应同时平行分析标准物质 2 份，空白试验 2 份。

11.3.2.3 水样不送外部检查。一般由一人平行双份测定，或者同时由不同人员作检查分析，检查的样品数一般为 10~40%。

11.3.2.4 如同一水样平行两次测定结果之差，超过最大允许差（GB 12763.4—91），必须重测（溶解氧除外），直至达到规定范围为止；如无法重测时，可参考相邻层次水样测定结果和根据具体情况，求取平均值，或者从两次测定数据中选取一个数据，但此结果必须注明。

11.3.2.5 海水、间隙水测定组分允许差，按 DZ0130.4—94《水质分析质量要求及检查办法》等有关的专项规定执行。

11.3.2.6 海水化学要素测定的技术指标，参阅 GB12763.4—91《海洋调查规范海水化学要素观测》。

11.4 海洋底质样品化学分析

11.4.1 分析样品

11.4.1.1 可溶性硅、可溶性铁分析样品可用新鲜湿样直接测定，并同时测出含水量，以 105℃烘干，干样计算可溶硅、铁的含量。

11.4.1.2 有机质、全氮量及亚铁分析样品均在低于 80℃温度下烘干，并磨碎至小于 0.149mm 进行分析。

11.4.1.3 沉积磷酸盐分析样品在 105℃烘干，并磨碎至小于 0.0432 mm 进行分析。

11.4.1.4 其他项目均在 105℃烘干、磨碎、混匀，并严格按照 $Q=Kd^2$ 缩分公式进行缩分，磨至小于 0.077~0.074 mm 进行分析。

11.4.2 质量检查

11.4.2.1 海洋底质样品的分析质量要求和检查办法按 DZ 0130·3—94《岩矿分析质量要求和检查办法》的有关规定执行。

11.4.2.2 海洋底质化学分析各组分测定允许差见表 11—1。

表 11—1 海洋底质化学分析各组分测定允许差

测试项目	含量 (%)	允许差		备注
		相对 (%)	绝对 (%)	
pH			±0.3pH	现场测定
Eh			10 mV	现场测定
Fe ³⁺ /Fe ³⁺			0.2	现场测定
可溶硅	>5		0.5	
	1~5		0.4	
	<1		0.2	
全氮	>0.5		0.1	
	≤0.5		0.05	
有机碳	>5		0.5	
	1~5		0.4	
	<1		0.3	
Cl			0.2	
FeO			0.5	
碳酸盐 (CaCO ₃)	>15		0.1	
	5~15		0.75	
	<5		0.5	
磷酸盐盐度 (%)			1 %	

续表 11—1

测试项目	含量 (%)	允许差		备注
		相对 (%)	绝对 (%)	
SiO ₂	≥50		0.7	
	<50		0.6	
Al ₂ O ₃	≥20		0.7	
	<20		0.5	
Fe ₂ O ₂	≥5		0.5	
	<5		0.3	
CaO	≥10		0.6	
	5~10		0.5	
MgO	<5		0.4	
K ₂ O	≥10		0.7	
	5~10		0.5	
Na ₂ O	<5		0.3	
MnO	≥1		0.3	
	0.5~1		0.2	
	<0.5		0.1	
TiO ₂	≥1		0.2	
	<1		0.1	
P ₂ O ₅	≥1		0.3	
	0.5~1		0.2	
	<0.5		0.1	
灼失量			0.5	

备注：含量小于 0.1% 的组分以 $(A-B) / (A+B) \times 100\% \leq 50\%$ 来衡量。A、B 分别为重复分析的两个数据。

11.5 海洋底质样品粒度分析

11.5.1 分析样品要求

11.5.1.1 粒度分析样品要求：粒度均匀的样品一般不少于 100g，粒度变化较大者，按照表 11—2 取样。

表 11—2 筛析法取样重量估算表

最大粒径 (mm)	最小取样重量 (kg)	最大粒径 (mm)	最小取样重量 (kg)
25	10	6	0.5
19	5	5	0.25
13	2.5	3	0.1
9	1	0.07	0.01

11.5.1.2 取样要有代表性，原样搅拌均匀后用四分法，方格网法或二分器缩分。

11.5.1.3 含杂质样品应预先进行处理，如去盐、去铁、去腐植质等。

11.5.2 分析方法的选择

11.5.2.1 粒径大于 0.063 mm 且含量大于 85%，可选用筛析法。

11.5.2.2 粗径小于 0.063 mm 且含量大于 85%，可选用吸管法。

11.5.2.3 其余可选用综合法。

11.5.3 分析过程中应注意事项

11.5.3.1 振筛时必须严格遵守 15 min 的规定。

11.5.3.2 吸管法应严格遵守规定搅拌 1 min 后，立即在 20 s 内均匀吸取 25 ml 溶液。

11.5.3.3 烘样时电热板温度不宜过高，严防样品跳出容器。

11.5.4 质量检查办法

11.5.4.1 粒度分析样品一般抽 20% 进行平行分析。

11.5.4.2 分析结果如个别样超差，则超差样返工，如平行分析样超差数大于 40%，则全部返工。

11.5.4.3 粒度分析允许差见表 11—3 规定。

表 11—3 粒度分析允许差

分析方法	$\phi 1$			$\phi 1/4$		
	内检数 (%)	校正系数	同粒级差	内检数 (%)	校正系数	同粒级差
筛析法	10~20	0.95~1.05	±5 %	10~20	0.95~1.05	±5 %
吸管法	20~30	0.95~1.05	±5 %	20~30	0.94~1.06	±6 %
综合法	20~30	0.95~1.05	±5 %	20~30	0.94~1.06	±6 %

11.6 海洋底质样品碎屑矿物分离与鉴定

11.6.1 分析样品

11.6.1.1 碎屑矿物样一般从粒度分析样中选取 0.25~0.063 mm 粒度为宜，也可从原样中直接选取（原样湿法脱泥，烘干后筛取）。

11.6.1.2 分析取样重量按专题要求而定，一般在 1 000 g 左右，最低不少于 4 g，淘洗后重矿物样品大于 15g 者，可采用四分法或二分器进行缩分。每次缩分误差不得超过 0.2 g，否则应予返工。

11.6.2 质量检查办法

11.6.2.1 海洋底质碎屑矿物样不送外检。一般在基本分析中抽 10 % 样品进行平行测定或检查测定。

11.6.2.2 检查样的选定原则：如发现有疑问者（如有未定名矿物或者海区系统样中矿物含量有突变者等）应先进行检查；如未发现任何疑问，可采用等间距抽查 10 %。

11.6.2.3 海洋底质碎屑矿物分离质量应符合表 11—4 规定。

表 11—4 海洋底质碎屑矿物分离质量要求

项 目	质 量 要 求
粗淘	重矿物含量大于 60%，重矿物损失率小于 3%，不要淘掉有用矿物。
精淘	样重大于 0.1g，重矿物含量大于 90%，损失率小于 3%，尾砂小于同级有用矿物总量的 2%。
缩分	样品小于 4 g 不缩分，4~20g 每次缩分误差小于 0.1g，大于 20g 每次缩分误差小于 0.2g。
称重	误差应小于天平感量两倍。
磁选	选出的磁性和非磁性矿物纯度大于 95%（微粒磁铁矿及连生体除外）。
电磁选	非磁性矿物中的电磁性矿物小于 2%。电磁性矿物中的非磁性矿物小于 1%。
重液分离	重矿物部分含轻矿物小于 1%。轻矿物部分含重矿物小于 0.5%。

11.6.2.4 海洋底质碎屑矿物鉴定质量应符合表 11—5 规定。

表 11—5 海洋底质碎屑矿物鉴定质量要求

项目	质 量 要 求		
双 目 镜 鉴 定	一般轻、重矿物可定至大类，原则上不能定错或遗漏。		
	鉴定粒级内的矿物，含量大于 10 颗，不得遗漏。		
	鉴定粒级内的矿物，含量 10~5 颗，偶然定错或遗漏不超过一种。		
	鉴定粒级内的矿物，含量 5~2 颗，偶然定错或遗漏不超过二种。		
计 量	目的矿物含量 (%)		允许误差 (%)
	>80	<20	±5
	60~80	20~40	±10
	40~60		±15

11.6.2.5 岩矿分析允许差、岩矿鉴定质量要求和检查办法、石油地质实验测试质量要求均按前述 DZ 0130·3—94、DZ 0130·2—94、DZ 0130·10—94 有关规定执行。

11.7 滨海砂矿调查的矿物鉴定和现代沉积物涂片鉴定的质量要求

11.7.1 滨海砂矿调查的矿物鉴定

对海洋底质调查进行矿物鉴定时,如发现有有用矿物含量较高,则应引起重视,并进一步详细鉴定,用定量分析方法测出目的矿物品位,参照《矿产工业要求参考手册》确定其工业价值。

11.7.1.1 滨海砂矿远景区品级划分如表 11—6 所示。

表 11—6 有关滨海砂矿远景区品级

矿种	工业品位 (kg / m ³)	I 级 (kg / m ³)	II 级 (kg / m ³)	III 级 (kg / m ³)	IV 级 (kg / m ³)
钛铁矿	30	≥30	30~20	20~10	10~5
锆石	6	≥6	6~4	4~2	2~0.75
金红石	3	≥3	3~2	2~1	1~0.50
独居石	1	≥1	1~0.75	0.75~0.50	0.50~0.35
磷钇矿	0.45	≥0.45	0.45~0.30	0.30~0.20	0.20~0.10
铌铁矿	0.25	≥0.25	0.25~0.20	0.20~0.15	0.15~0.10

11.7.1.2 砂矿定量分析允许差应符合表 11—7 规定。

表 11—7 砂矿定量分析允许相对差

品 位	允许相对差	勘查阶段
大于工业品位	<10 %	详查、勘探阶段
工业品位—边界品位	<15 %	
小于工业品位	<40 %	普 查 阶 段
大于工业品位	<30 %	

11.7.2 现代沉积物涂片鉴定的某些要求

为了及时提供现代沉积物(深海淤泥、海底底质、现代三角洲沉积物等)的矿物成分及其含量,可选用涂片法进行。

11.7.2.1 样号按顺序编排,不得混乱,取样用过的小竹竿,不得再取另一个样,以免混淆成分。

11.7.2.2 涂片要均匀,不宜过厚过薄,用折射率 1.52 左右的中性树胶制片。

11.7.2.3 烘干温度不宜过高,以免样品沸腾导致涂片不均匀影响鉴定。

11.7.2.4 涂片中碎屑矿物必须正确鉴定,生物化石尽可能给予鉴定。

11.7.2.5 涂片面积一般不小于 22 mm×22 mm,片子要整齐干净,无气泡和裂纹。

11.8 海洋地质实验样品副样管理

11.8.1 建立样品和副样保管仓库,由专人负责,妥善保管。

11.8.2 按照分析测试的项目要求,严格控制样品的保管温度和湿度。如油气易挥发的分析测试样品应低温保存,或放入冷藏库。

11.8.3 海洋底质样品、油田样品的保管期一般不低于 10 年;特殊样品—如深井样、岩芯样、海底矿物、或矿物标本及其他有价值样品,要建立档案,长期保存,以备将来需要时再进一步测试。

11.8.4 浅海及滨海地区一般地质调查项目的分析测试样品,在调查项目完成,提交地质成果报告通过鉴定评审后,便可处理。

11.8.5 对放射性测试样品的保管和管理,应严格按照国家制订的 GBJ 8—74《放射防护规定》执行。

附加说明:

本规范由中华人民共和国地质矿产部提出。

本规范由全国地质矿产标准化技术委员会岩矿测试标准样品及方法标准化分技术委员会归口。

本规范由地质矿产部科学技术司实验管理处、地质矿产部南京综合岩矿测试中心、地质矿产部武汉综合岩矿测试中心、地质矿产部海洋地质实验测试中心负责起草

本规范主要起草人:伍启钰、王继武、周金生、董高翔、叶家瑜。

地质矿产实验室测试质量管理规范

12 地质实验测试样品副样管理

12.1 主题内容与适用范围

本规范规定了普查、详查、勘探工作结束，报告业经批准后的地质实验测试样品副样和地质实物资料的保管期限，以及副样管理的基本要求。

本规范适用于地矿行业单位，作为地质实验测试样品副样管理的依据。

12.2 副样保存时间

12.2.1 区域地质调查和区域矿产普查工作结束，报告业经批准后，副样应根据不同情况处理。

12.2.1.1 可及时处理的副样包括以下几种：

- a、区域化探（原生晕、次生晕、分散流）样品；
- b、外部检查分析样品；
- c、自然重砂和人工重砂的原矿样品、轻矿物部分；
- d、X—射线鉴定和差热分析样品；
- e、非金属矿的物化性质和工艺性能试验样品（不包括应按规定权限处理的特种非金属矿，如压电水晶、金刚石等）。

12.2.1.2 应保存五年的副样包括以下几种：

- a、基本分析样品（若分析结果业经外部检查质量符合要求和基本分析的组合样品中伴生有益、有害组分已经进行检查，则基本分析样品可在地质报告批准后及时处理）；
- b、自然重砂和人工重砂的重矿物部分；
- c、岩矿鉴定及古生物标本和光薄片。

12.2.2 矿产普查和详查阶段的地质报告审查批准后，凡已做出否定评价的矿区（点）的样品副样无继续保存的必要，一般即可处理。

凡矿区由普查转入详查阶段，或由详查转入勘探阶段，在本地质工作阶段报告批准后，按下述两种办法处理。

12.2.2.1 可以及时处理的样品副样，包括以下几种：

- a、区域化探（原生晕、次生晕、分散流）样品；
- b、外部检查分析样品；
- c、自然重砂和人工重砂的原矿样品、轻矿物部分；
- d、X—射线鉴定和差热分析样品；
- e、选（冶）试验原矿样品及产品；
- f、非金属矿的物化性质和工艺性能试验样品（不包括应按规定权限处理的特种非金属矿，如压电水晶、金刚石等）。

12.2.2.2 需要保存到下一阶段工作结束时的副样，包括以下几种：

- a、基本分析样品（若分析结果业经外部检查质量符合要求和基本分析的组合样品中伴生有益、有害组分已经进行检查，则基本分析样品可在本地质工作阶段报告批准后及时处理）；
- b、自然重砂和人工重砂的重矿物部分；
- c、岩矿鉴定标本及光薄片；
- d、选（冶）试验原矿样品及产品。

12.2.3 勘探工作结束，报告经正式批准后，可与有关归口工业部门联系，如果需要样品副样，则可办

理移交手续；如有关工业部门明文不需要，副样则自行处理。若勘探报告经批准后，但尚无工业归口单位，实验样品副样应继续保存。

12.2.4 下述实验样品副样，实验工作结束后保存一年，一般即可处理。

12.2.4.1 易氧化和易变质的（如黄铁矿、煤），以及易水解盐类的矿产（如岩盐、钾镁盐等）分析样品。

注：对这类矿产，要求送样单位（地质勘探）必须做好作为副样保存的岩芯保管工作。

12.2.4.2 普查拣块样品。

12.2.4.3 岩石和土的物理性能试验样品。

12.2.4.4 岩石弹模变型试验样品和岩石的密度测试样品。

12.2.5 下述试验样品，实验工作结束发出报告后，一个月内无质量疑议即可处理，一般不保存副样。

12.2.5.1 水质分析样品；

12.2.5.2 易变质的硫化矿选冶试验样品；

12.2.5.3 岩石和土的力学试验样品；

12.2.5.4 岩石、矿石和煤的体重测试样品；

12.2.5.5 非本系统的单位所送的实验样品。

12.2.6 对有问题或需进一步综合分析、综合评价、综合研究的实验样品、标本和光薄片，应暂保留，待研究查清之后，按上述类别规定时间处理；对于某些特有的、新型的岩石、矿石、矿物标本、光薄片、地层命名或标准剖面，典型岩体，岩石标本和各队区域调查每个图幅代表性岩矿及古生物标本，应建立陈列室或送地质博物馆长期保存。

12.2.7 凡是只有一份副样的样品，可在上述副样保存时间有关规定的基础上，根据本地区情况，予以适当延长。如地质队已有副样，实验室的副样保存时间则可按原规定处理。地质实物资料保管期限见表12—1。

12.3 副样管理

12.3.1 必须建立专用的实验样品副样库，仓库应注意通风、防潮、防火。设副样架，指定专人负责管理，实行登记造册和送、收、移交样品签字制度，库内不得堆放杂物，经常保持库内整洁。

12.3.2 实验样品副样一般均应装入牢固的牛皮纸袋（如为黄铁矿、煤或岩盐等易变质的样品，则应装入密闭瓶内），或使用不吸湿的容器保存，副样袋应写明批号；容器应写明送样单位和年批号，按一定顺序放入副样库，妥善保管。并保持整齐干燥，避免阳光直晒，防止风化变质。

12.3.3 岩矿分析一般只需保存一种副样，且以分析样品副样作为副样。分析样品副样的留存量：一般样品保留 200g，贵金属样品留 500 g；钎法样品留 20 g；若为硫化矿物、岩盐等易变质的样品和沸石样品，以及详查、勘探矿区的队内部检查样品，则应以 0.84 mm 粗样 400—600 g 作为副样；若为煤样，可从小于 3 mm 的煤样中直接缩分出 0.5 kg 作为副样；对于样品重量轻，仅要求作工业分析的煤样，亦可以 0.84 mm 粗样作为副样。粗副样保存重量，均应符合 $Q=Kd^2$ 公式要求。

12.3.4 实验室内部送检的实验样品，实验工作结束后，由送样的专业室（组）负责保存副样，按规定的副样保存时间统一处理。

12.3.5 定期检查和清理实验样品副样。对于按本规定应处理的副样由实验测试单位提出报告，报请上级主管部门批准后清除，并在副样册上予以登记。

附加说明；

本规范由中华人民共和国地质矿产部提出。

本规范由全国地质矿产标准化技术委员会岩矿测试标准样品及方法标准化分技术委员会归口。

本规范由地质矿产部科学技术司实验管理处、地质矿产部南京综合岩矿测试中心、地质矿产部武汉综合岩矿测试中心负责起草。

表 12—1 地质实物资料保管期限

类别	大型、新类型、典型矿床	中小型矿床不含(1)	1/20 万与 1/5 万区调	区域普查区域化探	矿产和物探详查不含(4)类	矿产和物化探详查不含(4)类	区域物探不含(5)(6)类	水文区调(1/50 万至 1/5 万)	中小城市和大型矿区及典型供水	其它水文地质项目不含(9)类	专题科学研究
	(1)	(2)	(3)	(4)	(5)	(6)	(7)	(8)	(9)	(10)	(11)
特有新型的岩石矿物、矿石、化石、标本	I	I	I	I	I	I	I	I	I	I	I
地层命名或标准剖面、典型岩体、岩石标本	I	I	I	I	I	I	I	I	I	I	I
各种类矿石岩石(含蚀变带)标本岩芯	I	I	III	III	III	III	III	III	III	III	III
地层、岩石剖面标本	III	III	I	III	III	III	III	III	III	III	III
区域路线岩石标本	III	III	I	III	III	III	III	III	III	III	III
区域重砂精样	III	III	I	I	III	III	III	III	III	III	II
人工重砂、单矿物精样	I	I	I	III	III	III	III	III	III	III	II
区域化探(次生、原生晕、分散流)样	III	III	I	I	III	III	III	III	III	III	
区域物性标本	III	III	I	III	III	III	I	III	III	III	II
实验室化学分析副样*	III	III	III	III	III	IV	III	III	III	III	III
非区域性重砂、化探样	III	III	III	III	III	IV	III	III	III	III	III
选(冶)试验原矿样及产品	III	III	III	III	III	IV	III	III	III	III	III
同位素年龄副样	III	III	III	III	III	III	III	III	III	III	III
硅酸盐副样	III	III	III	III	III	III	III	III	III	III	III
岩矿薄片	III	III	III	III	III	III	III	III	III	III	III
非区域性物性标本	III	III	III	III	III	IV	III	III	III	III	III
岩芯	① 移交给矿山、工业开采部门的岩矿芯，由其长期保存。 ② 暂停工作者，待继续工作时再由地质队移交给接受任务的单位。 ③ 除上述两类外，均由地质队长期保存。										

注：1. 保管期限，按提交报告并经批准之日起算。

2. 表中 I 代表长期或永久保存，II 代表长期永久保存及保存三年至五年，III 代表保存三年至五年，N 代表暂时保存。

3. 暂时保留：

① 研究不足，还有需继续解决的问题（特别是综合评价和其他重要地质问题）的标本，岩芯，样品，待研究清楚后，按本表所列之规定处理。

② 需要继续转入下一步工作（如详查，勘探，专题研究等）的全部标本，岩芯，样品，若不能立即开展下阶段工作时，应按本表所列要求进行处理。

③ 在教学、陈列、交换等方面有意义的标本，可在征求有关部门意见后再行处理。

④ 矿产和物化操踏勘初查的某些实物资料，一般保存一年即行处理。

4. 其他未列样品、标本，参照表列原则进行处理。

5. *符号者，不包括煤、水、硫副样。

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

13.1 主题内容与适用范围

本规范规定了对一般岩矿分析试样、金矿分析试样、特殊岩矿样品分析试样、化探分析试样的制备及质量管理的基本要求。

本规范适用于地质矿产行业的不同地质工作阶段所采集样品的试样制备工作，也可供其他行业进行类似工作时参考使用。

13.2 岩矿分析试样制备原则和样品的验收

13.2.1 试样制备的原则和要求

试样制备工作原则就是如何用最经济有效的加工方法，将原始样品破碎、缩分，制成的分析试样不仅能达到足够细的粒度，便于分解；更重要的是加工后的试样必须均匀，并能保证整体原始样品的物质组分及其含量不变。根据不同地质目的，不同矿种、不同分析要求，应采取不同的制样方法，确保试样制备质量。

13.2.2 样品缩分公式

要从原始大样中取得具有代表性的分析试样，需要对原始样品进行多次破碎和缩分。缩分目前仍采用最简单的切乔特（ЧеЧотт）经验公式，即：

$$Q=Kd^2$$

式中：Q——样品最低可靠重量（kg）；

d——样品中最大颗粒直径（mm）；

K——根据岩矿样品特性确定的缩分系数。

公式的意义是样品的最低可靠重量（Q）与样品中最大颗粒直径的平方（ d^2 ）成正比。样品每次缩分后的重量不能小于 Kd^2 的数量。

K 值由实验确定。它与岩石矿物种类及其中元素的品位变化（含量高低）和分布均匀程度等因素有关。凡变化愈大、愈不均匀者，则 K 值愈大。一般样品 K 值多在 0.1~0.5 之间，通常采用 0.2，见表 13—1。

表 13—1 主要岩矿石的缩分系数（K 值）

岩 矿 石 种 类	K 值
铁、锰（接触交代、沉积、变质型）	0.1~0.2
铜、钨、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、锆、钨、铀、钍及稀土元素	0.1~0.5 一般用 0.2
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	0.2
重晶石（萤石重晶石、硫化物重晶石、铁重晶石、粘土重晶石）	0.2~0.5

各种筛孔直径 (d) 及不同 K 值情况下的 Q 值, 参见表 13—2。

表 13—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	0.847	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						
	0.055						
	0.038						

13.2.3 样品的验收

13.2.3.1 送样单位应填写送样单一式两份, 加盖公章并有送样人签字。送样单中要逐项填清楚: 送样顺序号、送样原号、取样地点、样品名称、样品重、缩分 K 值、分析项目、最低品位要求、质量等级要求和要求完成日期等事项。物相分析和要求检查百分总和的全分析样品应附岩矿鉴定资料。

13.2.3.2 实验室负责收样的人员应按送样单逐一对照验收。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、缺号、缺样、重复号、重复样等情况, 可与送样人共同商量, 提出解决办法, 并在两份送样单上注明, 然后送样人和收样人共同签名。

13.2.3.3 用布袋或纸袋包装的样品, 在布袋或纸袋上必须有明显的编号, 并在布袋或纸袋内装有样品标签。样品在运送途中因震动、挤压、受潮而使包装袋破碎, 样品互相混杂或编号看不清, 不能验收。并应告知送样人或及时通知送样单位重新送样。

13.2.3.4 经过清点验收符合规定要求的样品, 由样品验收人在两份送样单上签名, 注明收样日期, 一份交回送样人或送样单位, 另一份留存实验室。

13.2.3.5 样品管理人员应在送样单上编写收样批号、实验室分析编号，并分类登记在收样本上，不得编重、编漏、以免造成管理上的混乱。

13.2.3.6 样品管理人员编好正副样的样袋或瓶，填写加工任务通知书，提出加工方法和要求。将样品和通知书连同送样单交给制样组长安排加工。在加工过程中，样品管理人员应经常进行检查，及时指出加工中存在的质量问题。

13.2.3.7 试样制备好后，由制样组长点清交给样品管理人员，并办理交接手续和填上完成日期。样品管理人员根据各类样品的不同实验要求分装分析试样，对易吸水和易氧化的试样应采用带磨口的玻璃瓶盛装，如盐、石膏、锰矿、黄铁矿等。分装好的分析试样送交测试管理人员或送交专业室（组）。

13.2.3.8 测试管理人员填写测试任务通知书，连同试样一起送专业室（组）进行分析，分析前由分析人员按表 13—3 要求进行烘样，对用纸袋装的试样，烘干后应保存在干燥器内，勿使吸潮和氧化。

表 13—3 各类岩矿样品烘样温度和测试样品粒度要求

岩矿样品种类	碎后粒度 (mm)	烘样温度 (°C)	备注
花岗岩等各种硅酸盐	0.0974~0.074	105	
石灰石、白云石、明矾石	0.097	105	
石英岩	0.074	105	
高岭土、粘土	0.0974~0.074	不烘样、校正水分	
磷灰石	0.125	105~110	GB 1869—80
黄铁矿	0.149	100~105 或不烘样、校正水分	GB 2460—78
硼 矿	0.097	60	
石 膏	0.125	50	
芒 硝	0.250~0.177	不烘样、校正水分	
铁 矿	0.097~0.074	105~110	GB 1361—78
锰	0.097	不烘样、校正水分	
铬铁矿、钛铁矿	0.074	105	
铜矿、铅锌矿	0.097	60~80	
铝土矿	0.097~0.074	105	
钨矿、锡	0.097~0.074	105	
铋矿、锑矿、钼矿、砷矿	0.097	60~80	
镍矿、钒矿、钴矿	0.097	105	
汞矿	0.149	不烘样	
金、银、铂、钯矿	0.074	60~80	
铀矿	0.097~0.074	105	
油页岩	0.250~0.177	不烘样	
化探样品	0.097~0.074	不烘样	
物相分析、亚铁测定	0.149	不烘样	
稀有元素矿	0.097	105	
金红石	0.097	105	
蛇纹岩、滑石、叶腊石	0.097	105	
天青石、重晶石、萤石	0.097	105	
岩盐样品	0.149	不烘样、校正水分	
单矿物样品	0.074	105	
炭质页岩	0.097	105	
泥质页岩	0.125	105	

13.3 一般岩矿分析试样的制备

样品加工一般分三个阶段：a 粗碎；b 中碎；c 细碎。每个阶段又包括四个工序：a 破碎；b 过筛；c 混匀；d 缩分。

一般岩矿分析试样制备的加工流程如图 13-1 所示：

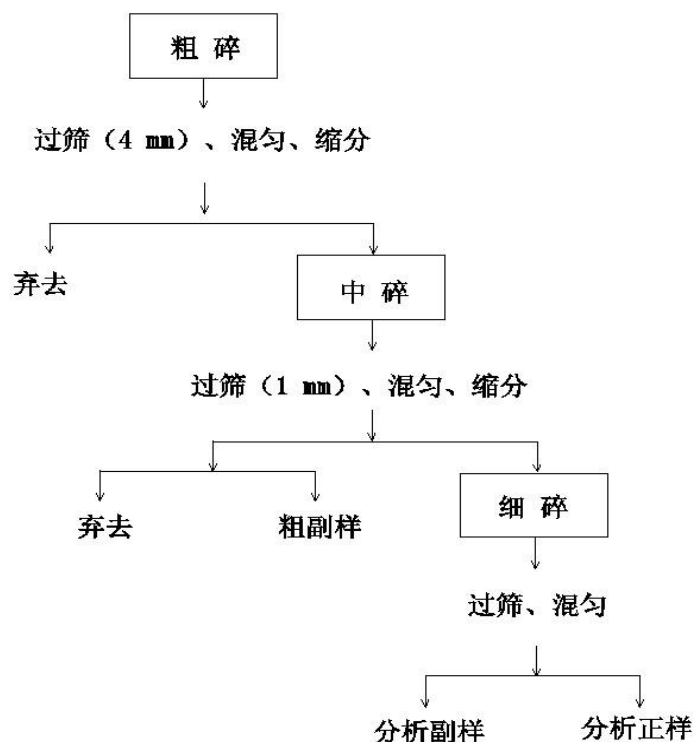


图 13—1 一般岩矿分析试样制备流程图

13.4 金矿分析试样的制备

13.4.1 金在矿石中大多数以自然金状态存在，嵌布极不均匀，且富有延展性，所以给试样制备造成困难。

13.4.2 金矿样品缩分公式中的系数（K 值），由于样品中基岩介质与金粒不能同步被破碎，用基岩的最大颗粒直径代替金粒进行计算，是不适合的，公式基本不能适用，因此，除微细粒级型外，其他类型金矿则不用 K 值表示，每一矿区，应经试验确定其缩分程序。

13.4.3 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 13—4。

表 13—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

上述统计是按自然金的颗粒数计算的，若换算为重量比，则粗粒所占的比例更大。

13.4.4 金粒度的判定

13.4.4.1 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 1.00 mm (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。

13.4.4.2 筛上残金比法

对已有分析结果的原分析副样 (0.074 mm), 按不同金的含量即 30×10^{-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 件以上, 准确称取此试样 40~80g, 采用, 震动筛机过筛或水析过筛, 待筛上残留试样量尚剩余 1.5~3.5g 范围时, 将筛上试样取下称重或烘干, 称重后筛上样一次并全部进行分析, 然后按下式计算筛上残金比。

$$\text{设: (筛上试样重 (g) / 准确称取的试样重 (g))} \times 100 = A$$

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

根据表 13—5 的 B/A 比值, 判定试样中金的粒度。

表 13—5 金矿筛上残金比表

B / A 比值	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	或巨粒级	难或极难碎

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。

13.4.5 综合措施

正确的能代表原始样品金含量的分析结果, 需要从多方面采取综合性措施, 才能取得。一是应根据金矿样品中自然金粒度不同, 采取不同的制样流程, 才能使金粒破碎, 制成较均匀的试样; 二是在制样过程中, 应正确、严格地执行拟定的制样流程, 切不可掉以轻心, 不按流程操作; 三是应根据自然金粒度的不同, 而在分析时采用不同的取样量, 金粒度愈粗, 取样量愈大, 以不低于 20 g 为稳妥; 最后应选用一个准确度、精密度和检出限都适宜的分析方法。

13.4.6 金矿分析试样的制样流程

根据表 13—4 自然金粒度分布情况采用不同的制样流程。流程中的关键是确定第一次缩分时的试样粒度, 有条件的大型矿区, 应通过试验研究求得, 尤其是对粗粒、巨粒级的金矿更为必要。不进行试验研究的金矿样品, 可按下述流程制样。

13.4.6.1 一般金矿分析试样的制备: 制样流程见图 13—2

13.4.6.2 基岩介质较软金矿分析试样的制备

有的非石英脉型金矿, 其金粒赋存的基岩介质, 即脉石较软, 在磨样时, 对金的磨刻作用差, 自磨效果不好, 这是因为脉石的硬度与金的硬度比较接近或更低一些之故。对这类样品, 在判定了金粒度分布情况后, 除仍按上述各种类型的流程进行加工制样外, 在开始制样前, 根据脉石的硬度情况按一定比例定量加入不含金的石英岩或石英砂, 混合后一同破碎, 以增加试样的自磨作用和减少粘结现象, 最后根据分析结果换算求出试样中金的含量。

13.4.6.3 普查捡块和零星个别金矿分析试样的制备

对经常的捡块和零星个别金矿样品, 只需了解有无金及其含量大致多少的地质样品, 没有必要试验以判定其金粒度分布情况, 对这类样品, 可采用中粒级型金矿的制样流程, 即第一次缩分试样的粒度应小于 0.84 mm, 分析取样量为 20 g。分析时, 如发现结果不稳, 相差较大, 可多测几份, 并将几份结果不论是否超差, 均参与总平均报出, 实质上这是排除分析误差的多取试样量的分析结果。对重要的零星金矿样品, 仍应在判定了金粒度分布情况下再确定制样流程。

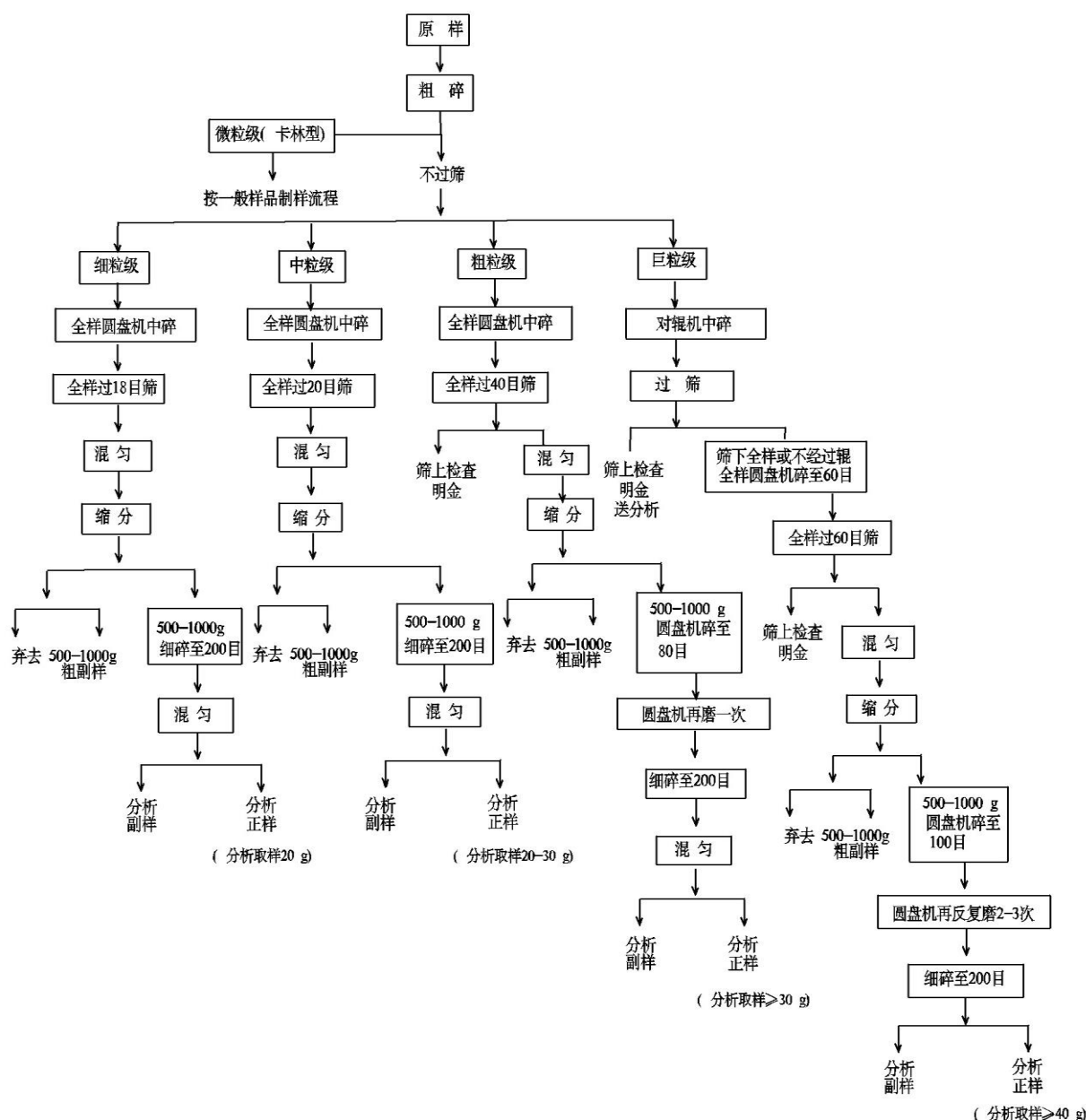


图 13—2 金矿制样流程图

13.4.7 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有代表性，除按总的制样质量检查办法进行外，还可用分析副样进行，以简易判别制样质量如何。

取金含量为 $(10\sim 50) \times 10^{-6}$ 的试样几件，每件样分析测定三份以上，分析取样量 20 g，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。

13.5 特殊岩矿样品分析试样的制备

13.5.1 黄铁矿分析试样的制备

细碎时，最好将通过 1.00mm 筛的试样直接用棒磨细碎机细碎。如用圆盘细碎机时，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。如加工时间长，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 0.149 mm (100 目) 筛, 黄铁矿副样应装入玻璃瓶中蜡封保存。

13.5.2 铬铁矿分析试样的制备

由于铬铁矿中铬铁比值是评价矿石质量的重要依据, 因此在破碎铬铁矿时, 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钵研细至 0.074 mm。

13.5.3 玻璃及陶瓷原料所用的石英砂、石英岩、高岭土、粘土、瓷土等分析试样的制备这类样品中铁的含量是确定矿石质量好坏的主要指标。在工业利用上, 对铁的含量有严格的要求, 制样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℃ 以上灼烧约 1 h, 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。

13.5.4 岩盐、芒硝、石膏分析试样的制备

芒硝所含的结晶水很不稳定, 极易失去, 当温度为 32℃ 时, 即开始失水; 石膏中的结晶水也不稳定; 在 (70~80)℃ 时, 就开始部分失水, 温度上升到 (107~150)℃, 即可变为含半个结晶水的烧石膏。岩盐样品中又常含有芒硝和石膏等矿物。因此, 对于芒硝、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, 样品最好能就地、及时制样和分析。若送实验室的路途较远, 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 6~8h (样品很湿时还可以延长), 烘干后称重, 雕样品在此过程中失去的水分。即

$$\omega(H_2O^-) = \frac{\text{原样重} - \text{烘干后样重}}{\text{原样重}}$$

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, 且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 0.125 mm (120 目), 对不含芒硝、岩盐的于 55℃ 烘样 2 h; 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 0.149 mm (100 目)。

上述样品均应留粗副样, 装入玻璃瓶中, 盖严蜡封保存。

13.5.5 云母、石棉分析试样的制备

云母多为薄片或鳞片状, 石棉则为柔软的纤维状, 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。一般纯度不高的石棉、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 0.125 mm。

13.5.6 沸石分析试样的制备

沸石样经中碎全部通过 0.84 mm 后, 需留 800 g 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。

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

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

13.5.7 膨润土分析试样的制备

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 1.00 mm 筛后, 留副样, 装入塑料袋中密封保存。正样倒入干净的搪瓷盘中, 再于 105℃ 烘干, 继续进行细碎通过 0.074

mm 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。

13.5.8 物相分析试样的制备

物相分析的分析方法主要基于选择适当溶剂和条件使某些矿物与另一些矿物分离，再进行分别测定。因此，试样的颗粒大小对溶解量关系很大，对试样的粒度要求较严，颗粒尽量均匀一致。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 0.149 mm (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 0.097 mm (160 目) 筛。

13.5.9 单矿物分析试样的制备

单矿物是从大量的样品中经过一系列分离富集，最后在显微镜下挑选出来的纯净的单一矿物，样品很少（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)。

13.5.10 组合分析样的制备

每个勘探矿区采样分析进行到一定程度后，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，组合的方法多为按采样长度比计算出每件单样应称取的量。计算方法为：

$$\text{单样重量}(g) = \frac{\text{单样重量}(cm)}{\text{组合长度}(cm)} \times \text{组合样重量}(g)$$

一般组合样的重量不少于 200 g。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，再进行充分混匀、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装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，也可用棒磨约磨样半小时的方法先初步混匀。

13.6 化探分析试样的制备

化探样品是通过在一定地区范围内系统地采集的天然物质，如岩石、水系沉积物、疏松覆盖物、水、气体或生物机体等，用来测定其中某些元素含量或其他地球化学特征，以发现地球化学异常，进而解决找矿和其他地质问题。

13.6.1 由于试样中所含元素量（铜、铅、锌、钼、镍、钴等）极微，因此，制备试样时，不能被铜等有色金属所玷污。制样时只能使用以硅、铝质材料的设备和工具，过筛应使用尼龙底网的筛。

13.6.2 样品加工流程，如图 13—3 所示。

13.6.3 水系和土壤样品细碎加工的粒度要求要达到—0.074mm (200 目)。符合粒度要求的样品重量应不少于加工前样品重量的 90%，凭手感检查样品是否达到—0.074mm (200 目) 的粒度，不需过筛。

13.7 分析试样制备的质量检查

13.7.1 制样损耗率的要求

分析试样在制样全过程中，主要是由于粗碎时的蹦跳，细碎时排风除尘和制样机粘结残留而使一部分试样损耗，损耗量的大小将影响制样质量。按粗、中、细制样的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：

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

制样损耗率的合格率要求不低于 95%，如低于此标准，应从制样过程查找原因，尤其是排风量。细碎时的损失更为重要，因为试样粒度愈细，密度低的则更易被排风抽去，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。

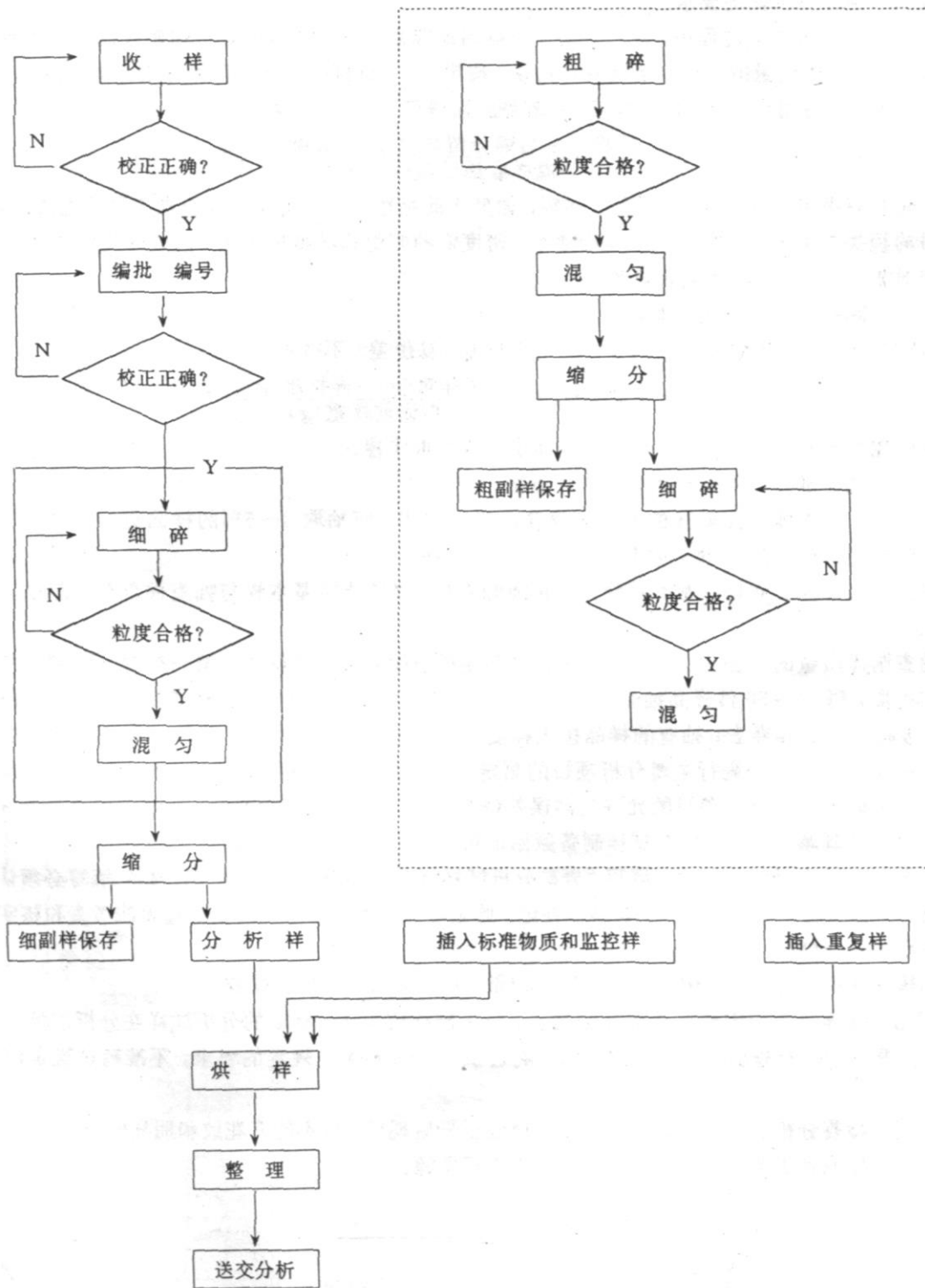


图 13—3 制样过程及检查流程图

注：右边虚线方框中的流程为岩石化探样品。

13.7.2 制样中缩分误差的要求

试样缩分时，每次缩分后两部分样品之重量差（双份差）不得大于 3%。

$$\text{缩分双份差}\% = \frac{|\text{留样重(g)} - \text{弃样重(g)}|}{\text{缩分前样重(g)}}$$

弃样重可不称量，用缩分前样重—留样重=弃样重代替。

13.7.3 试样制备的内部重复抽查制样质量

对普查，详查和勘探矿区的分析试样在制样过程中，应抽取 3~5% 的样品进行内部检查，大型矿，样品抽查应不少于 30 件；中型矿，应不少于 20 件。

制备检查样品必须是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，样品系于第一次缩分原要弃去的一半样品中抽取，每 30~50 件样品抽查一个。待基本样碎完后，测试管理人员再通知制样组抽查的样品编号，未被抽查的试样弃去，抽查的样品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。最后统计抽查试样分析项目的合格率，误差按不同人员或不同时间以该分析项目的允许偶然误差（RE）判定。分矿区进行统计，合格率应不低于 90%。

13.7.4 认真填写“岩矿分析试样制备原始记录”

试样制备的全过程，应随时填写“岩矿分析试样制备原始记录”（见表 13—4），填写必须认真、数据正确、情况真实、称量准确。不准事后补记。此记录如不填写，制样质量情况无法考查和核实，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。

13.7.5 制样过程中因样品潮湿影响加工，应由制样组烘干；制成的分析试样在分析前的试样烘干由分析人员进行。检查试样烘干温度，均应符合表 13—3 和流程规定的要求，不准超过规定温度烘干试样。

13.7.6 检查分析试样是否混匀，可用玻璃板压平后观察，应不能有花纹和明显的颗粒。

13.7.7 检查加工场所是否清洁，有无污染或污染源。

附加说明：

本规范由中华人民共和国地质矿产部提出。

本规范由全国地质矿产标准化技术委员会、岩矿测试标准样品及方法标准化分技术委员会归口。

本规范由地质矿产部科学技术司实验管理处、地质矿产部河北省中心实验室、地质矿产部武汉综合岩矿测试中心、地质矿产部南京综合岩矿测试中心负责起草。

本规范主要起草人：杨 政、周金生、伍启钰、叶家瑜。

