

中華人民共和國地質部

化学分析質量检查制度

地質出版社

中華人民共和國地質部
化学分析質量檢查制度

出版者 地 質 出 版 社

北京宣武門外永光寺西街3号
北京市書刊出版業營業許可證出字第050号

發行者 新 華 書 店

印刷者 地 質 印 刷 厂

北京廣安門內教子胡同甲32号

印数(京)1—2,060册 1957年11月北京第1版

开本31"×43"1/32 1957年11月第1次印刷

字数10,000字 印張5/8

定价(10)0.10元

地質勘探工作主要目的就是尋找和確定有用的礦物原料資源。對各種礦物岩石進行大量的化學分析是這一工作中重要因素之一。由於地質勘探本身具有多種多樣的複雜性，因而它對於化學分析結果的精確度要求也是多種多樣的，並且隨著技術的發展而常有變化。因此為了適應這樣的要求和學習蘇聯先進經驗，幾年來我部曾試行了化學分析質量檢查制度。

在這個質量檢查制度中規定了許多適合儲量規範的允許誤差，在滿足地質勘探要求的前提下實行最大限度的節約是擬定這些允許誤差的原則。幾年來試行結果收效是很大的。因此公開出版這一個小冊子，普遍推行這一制度已經是必要的了。

由於地質勘探工作的複雜性以及礦物原料的利用技術因時因地經常有不斷的變化，因而必須按照不同的要求採取不同的檢查方法和標準，切不可依表機械執行。在進行工作之前，化學分析人員和地質勘探人員相互聯繫了解具體要求是搞好工作的重要關鍵。

這個制度是在試行當中逐漸建立起來的，其中不妥當和不完善的地方一定還是有的，希望讀者將有關方面的寶貴意見寄交北京阜外百萬莊地質部礦物原料研究所，以便進行補充和修改。

中華人民共和國地質部化學 分析質量檢查制度

1. 各化驗室根據所收到的樣品對交出的化驗結果，應保證不超過儲量委員會所使用的各種礦床儲量分類應用規範中所定的要求。

2. 各委託化驗單位，應將所要化驗的樣品嚴格按照 $Q = Kd^2$ 的公式及操作規程，最後碎過100號篩（篩眼 = 0.14毫米）自留一份作為副本，另一半約100—150克（如增加火法試金項目，則應增送樣品100克）送交化驗室，並通知 K 值。化驗室收到樣品後，再行縮分為20—50克，如系外部檢查樣品，則應縮分為40—80克，具體數量，可按照項目要求而增減。並先用200號篩篩過，其不能過篩部分則用瑪瑙研鉢研細全部通過200號篩合併混勻做成化驗樣品，然後進行化驗。縮分剩餘的樣品即作副本保留，如委託單位不能碎樣，或可碎樣但不能碎至100篩眼時，可將全部樣品或按 $Q = Kd^2$ 公式，在碎樣能力範圍內將所必需重量的樣品寄交化驗室，並通知各種樣品的 K 值。化驗室即按照規定代為完成碎樣工作，並將保留副本寄回原委託單位。

如系岩心樣品劈開一半不再碎樣即送化驗時，可不依照上述辦法收樣。如系碎樣後再送化驗的，則仍應照上述辦法收樣。

煤樣應由承辦化驗室代為碎樣，碎樣辦法另照專文規定，委託單位概不自行碎樣。

碎样工作应由管理人員負責保證样品的均匀合格，不会引起化驗結果產生誤差事故。

鉄礦中的亞鉄，各种礦石中的物相分析，例如氧化銅、硫化銅的銅，硫化物和硫酸根的硫等及其他易起变化的类似項目的化驗，应即通过 100 号篩样品進行。

副本样品及化驗样品，一般均应裝入坚固之牛皮紙袋中，使用干燥的鉄皮箱保存，不得受潮损坏。如为硫化礦物，煤炭等易起变化的样品則一律应裝入有塞玻璃瓶中。在气候潮湿的地区，化驗样品在化驗進行时，应一律裝入有塞玻璃瓶中。

副本样品应保留 3—5 年，待勘探隊結束后再行处理。分析样品应保留十年。

3. 凡化驗結果一般均以攝氏 $105\sim 110^{\circ}\text{C}$ 烘干样品为計算标准，样品先烘后称，或称样化驗时另測定水份換算結果，可視具体情况正确地酌量采用，例如進行錳礦分析时，应采取空气干燥样品進行化驗，并同时測定所含水份。

特別規定要求測定水份的样品，依特別規定办理。

4. 凡使用的容量器皿，如量瓶滴定管。精密仪器如分析天平，光电比色計等，各化驗室均应自行定期逐一檢查，必要时予以校正。

5. 各种使用的化学葯品应進行必要的檢查。在任何情況下不得使用自來水代替蒸餾水。凡洗滌沉淀应按照規定对应洗淨离子進行檢查。制备标准溶液，应進行五分的标定，其結果应有較嚴格的一致性，然后采用算術平均数。

6. 進行样品化驗时，在必要情況下，应進行平行空白試驗。采用重量法進行化驗时，各种称量的測定均应進行至恒重为止。一般以不超过 0.3 毫克为恒重标准。

7. 各化驗室組在進行某些重要項目的成批化驗工作時，應將約佔样品总数百分之二的部發类似管理标准样品，交給化驗人員同時進行化驗，以便檢查有无系統誤差。

8. 化驗室在做化驗样品時，全部編為一份明碼样品。另將样品平均的百分之四十分裝一份，編成密碼內部檢查样品，交由兩個化驗人員分別進行化驗。密碼样品一般應交由較高級的化驗人員化驗。如某些化驗人員對某些項目有多次化驗的優良可靠結果，則可由化驗室主任掌握，將百分之四十的密碼內部檢查適當減少；但最少不得低於百分之二十。如果是全分析，特殊重要或數量少的样品以及新的工作人員，新的方法或新的項目等情況時，則以增加內部檢查為百分之百。以後視情況再逐漸降低。

9. 化驗室每月初應將上月已化驗的化驗样品約百分之五，特別是那些新做或難做的样品，每份約20克，如系全分析則約為50克送交指定的其他化驗室進行外部檢查。在送外部檢查样品時，應將原用分析方法一併寄去。

10. 各委託化驗單位送樣時，應由保留的100篩眼副本样品中加送百分之十的密碼內部檢查样品，同時將所指定的百分之五的外部檢查样品號碼，通知承受化驗室，由承受的化驗室代將此項化驗样品分裝一份轉寄送與其他指定的化驗室進行外部檢查，但如果礦樣數量不大時，亦不得少於30个样品，此項內外部檢查結果可按要求情況累積後核對計算。

若礦床的礦石有數種不同工業品級時，則其中每一品級至少應有30个內外部檢查样品。

內部檢查和基本分析同樣進行全部項目的測定。外部檢查只進行儲量規範中對各礦種所規定的項目和其他指定的較重要項目。其他次要項目及全分析样品一般不進行外部檢查。

委託單位送樣時應通知基本分析和外部檢查的測定項目。

如化驗質量優良，此種內部檢查可由隊酌量減少。如系化驗室代為送樣，或僅由隊進行初步碎樣其粒度未達 100 篩眼的樣品不能附送內部檢查時，可由化驗室或其他第三者如局之地質處代為取出百分之十的副本樣品編為密碼內部檢查，將密碼對照表寄回，化驗室則不留底。

11. 經委託者通知的特殊少量重要樣品及外部檢查化驗，各化驗室應進行百分之百的室的密碼內部檢查，仲裁分析則為百分之二百，仲裁分析的三份結果相互之間均不應超過允許誤差範圍，最後結果採取三份的平均數。檢查工作及仲裁分析應儘可能採用準確的不同方法進行。本條所列工作的每個化驗結果均應保證質量。

12. 各車間化驗人員應將自己所得化驗結果填具車間化驗單簽名送交室、組領導，經下列辦法統計審查後，即按原結果或檢查後的平均結果，由室組領導簽名負責送出對外正式化驗單。

13. 統計人員收到被檢查與檢查的化驗結果後，應進行平均相對誤差的計算。先依被檢查的化驗結果，按允許誤差中規定的組份含量進行分類（例如錳的規定 0.05~1 的是一組，1~5 是一組，5 以上是一組）分類後，按照被檢查與檢查結果計算絕對誤差，並加正負號（例如被檢查結果為 21.04，20.78，18.26，檢查結果為 21.36，20.26，18.50，誤差即為 +0.32，-0.52，+0.24）。

再按被檢查的化驗結果計算這一組份的平均含量（例如同一組內被檢查的化驗結果是 21.04，20.78，18.26，平均結果應該是上列三數之和除以 3 即 20.03）然後，計算平均絕對誤差（例如絕對誤差為 +0.32，-0.52，+0.24，正負

号不計，平均絕對誤差等于 $[(0.32 + 0.52 + 0.24) \div 3 = 0.36]$ ，最后計算平均相对誤差，（例如平均含量 $=20.03$ 平均誤差 $=0.36$ 平均相对誤差 $(0.36 \div 20.03 \times 100 = 1.8)$ ）。

化驗室对内按每一化驗人員一次担任的样品作为核对的一批，对外則按來样情形，累積30个样品以上的檢查再行核对。隊里則按照地質要求在相当的時間內累積若干化驗結果为一批。核对結果时如發現有算錯及號碼倒算等个别偶然錯誤情形，可以在改正后再計算平均誤差。

化驗人員或化驗室如發現化驗报告錯誤，可以提出書面报告加以更正，統計人員即按照更正的結果進行核对。

14. 前条所述被檢查和檢查化驗結果的絕對誤差及平均相对誤差分組統計完畢后，应分別送交領導人員（化驗室或委託單位）審查，領導人員將其統計結果及具体要求情况分別作出下列決定：

（一）室或隊的內部檢查：

（1）如平均相对誤差不超过允許範圍（除特別臨時指定者外，審查時一律采用最大範圍，但化驗人員則应以做到最小範圍为最好）。被檢查的全部結果，便認為是正确的。但室的內部檢查超过允許誤差的个别样品仍应進行第三次复查。隊的內部檢查則不再复查。如超过允許誤差的样品数多于檢查过的样品数的30%。那就由原化驗室除將超过允許誤差的样品進行第三份复查外，还要將同样数量沒有檢查过的样品進行第二份复查。假如第三份复查的結果証明第一份結果是对的，也就是原檢查的誤差样品数并未超过30%时被檢查的全部結果仍就認為是正确的。除就第二及第三份复查改正一部結果外，即不再進行其他复查。否則被檢查的全部結果包括未檢查部分認為一律无效。如發現此种情况，应首

先檢查分樣、編號、方法及操作等各方面有無嚴重問題。然後視具體情況再解決返工未檢查的部分。

(2) 如平均相對誤差超過允許範圍，並經第三份復驗證明，則被檢查的全部結果便認為無效。發現此種情況應首先研究誤差原因，然後視具體情況而決定返工未檢查的部分。如第三份復驗證明被檢查結果是對的，則照前項辦法處理。

(二) 隊的外部檢查

(1) 如平均相對誤差不超過允許範圍，則按14條(一)(1)辦法處理，但其中個別超過允許誤差的樣品不再返工。如超過允許誤差的樣品數多於檢查過的樣品數的30%，則應將已檢查的要計算儲量的樣品報局或部決定進行仲裁。經仲裁証實後詳細研究誤差原因並全部返工。

(2) 如平均相對誤差超過允許範圍，則應將已檢查的要計算儲量的樣品報部或局決定進行仲裁，經仲裁証實後詳細研究誤差原因，然後全部返工。如仲裁結果證明被檢查結果平均相對誤差並不超過允許範圍，則被檢查結果即認為是正確的，個別超過允許誤差的樣品不再進行其他復驗。仲裁分析樣品應由擔任基本化驗的單位從化驗樣品中選出，並附送原採用的分析方法，仲裁分析的方法應採用最準確可靠的方法。

(3) 室的外部檢查不進行仲裁分析，只有雙方復驗超出誤差的結果按照具體情況互相研究原因。

15. 如採用允許的平均絕對偶然誤差時，仍按13及14條規定原則計算平均絕對誤差，決定處理辦法。

16. 各種礦樣的物相分析及不成整批的少數項目，一般只在室內進行不同人員的明碼雙份測定，不進行其他內外部檢查。其雙份測定的百分數，由各室組根據質量情況自行決

定，但最低不得少于20%，如因質量發生重大問題因而必須進行外部檢查時，檢查的結果，可視具體情況研究處理辦法。

水質分析不進行外部檢查，室的內部檢查按本條上述辦法進行。委託者所送內部檢查的化驗結果，不另規定逐項核對的誤差範圍，委託者如發現影響嚴重的錯誤結果時，可提出復驗要求。

17. 煤樣分析的操作規程及允許誤差，完全按照中國科學院統一規定辦法。

煤的各層重量很大的樣品可進行外部檢查，此種外部檢查樣品由勘探隊採取後，仍不碎樣，直接送交擔任外部檢查的化驗室，委託者如發現嚴重錯誤結果時，例如煤的分類不一致等，可提出情況雙方進行研究處理辦法。此種外部檢查與一般外部檢查不同，不按不同化驗室的允許誤差審查。

不同化驗化室的允許誤差適用於在同一城市中兩個化驗室在最短的時期內用分析樣品進行檢查的工作，此種檢查辦法可由各化驗室在可能範圍內酌量進行，不作具體規定。

18. 化學分析允許的偶然誤差另訂之。

中華人民共和國地質部化学分 析允許的偶然誤差

通 則

1. 凡本部所進行的黑色和有色金屬礦石及其他礦石的化驗工作，均應依照質量檢查制度及全國儲量委員會應用規範中黑色和有色金屬及其他礦石化学分析允許的平均偶然誤差範圍進行檢查，其他一般礦物岩石除儲量規範中已有規定或另訂有規定者外，通常亦可按照該表檢查。

2. 在表Ⅰ、Ⅱ、Ⅲ內未列舉的各種組份，如委託單位無特別通知，表中亦無規定時，可參考表Ⅰ中類似的組份執行，除通知委託單位外，並報部備查。

3. 全分析各項百分數的總和，應不低於99.3。亦不高於101.2。如其中有不能合理相加之組份存在或缺少組份時，可不受此限制。

4. 如某一組份依照地質和工業要求需要增減允許誤差和補充新的允許誤差時，應由委託化驗者與化驗室組協商報局批准執行，並報部備查。

5. 所有化驗結果不必超過四位有效數字，除特別規定者外，一般情況小數點下只取兩位，結果的最後一位數字通常是不可靠的，例如，13.476%應改為13.48%，1.347%應改為1.35%，0.347%應改為0.35%。

6. 凡組份之含量小於相對誤差表Ⅰ中分組之最低含量，除委託者另有特別規定，一般一律採用分組表中最低含量的

絕對誤差，而不再追求更高精確度。例如 $\text{Fe} < 5\%$ 時，一律採用 0.4% 的絕對誤差， $\text{Pb} < 0.5\%$ 時一律採用 0.06% 的絕對誤差，不再採用相對誤差。

7. 各委託化驗單位，在送樣時應按照具體要求，將每一組份必須進行定量分析的，或不必追求精確度的最低含量通知化驗室，以便化驗室，在進行半定量檢查後，按具體要求，剔除不必進行定量分析的組份，或減少不必要的返工工作，例如含量在 20% 以下的鐵礦中的全鐵，含量在 0.1% 以下的銅礦中的銅，含量在 1% 以下鉛鋅銅礦中之硫等。

I、儲量委員會應用範圍黑色和有色金屬礦石化學分析允許平均的誤差範圍：

組 份	礦石中(岩石中)組份含量的絕對百分比，金與銀的含量為克/噸	礦樣中某項組份的大量平均相對允許偶然誤差(%)
鐵 Fe	30以上	1 _____ 2
	10 _____ 30	2 _____ 4
	5 _____ 10	4 _____ 8
氧化低鐵 FeO	5以上	2 _____ 4
	1 _____ 5	4 _____ 7
鉻 Cr	10以上	1 _____ 3
	1 _____ 10	3 _____ 7
	1以下	7
錳 Mn	5以上	2 _____ 4
	1 _____ 5	4 _____ 7
	0.05 _____ 1.0	7 _____ 20

組 份	礦石中(岩石中)組份含量的絕對百分比，金与銀的含量为克/噸	礦樣中某項組份的大量平均相對允許偶然誤差(%)
二氧化硅	30 _____ 50	2 _____ 3
	10 _____ 30	3 _____ 8
SiO ₂	3 _____ 10	8 _____ 15
氧化鋁	20以上	2 _____ 4
	5 _____ 20	4 _____ 8
Al ₂ O ₃	1 _____ 5	8 _____ 20
氧化鈣	25以上	3 _____ 5
	5 _____ 25	5 _____ 10
CaO	1 _____ 5	10 _____ 25
氧化鎂	5以上	3 _____ 10
MgO	1 _____ 5	10 _____ 20
硫	20以上	1 _____ 2
	1 _____ 20	2 _____ 5
S	0.05 _____ 1	5 _____ 15
	0.5以下	15
鉛	15以上	2 _____ 4
	6 _____ 15	3 _____ 6
Pb	0.5 _____ 6	6 _____ 12
	0.5以下	12
硫酸鋇	5以上	1 _____ 7
BaSO ₄	1 _____ 5	7 _____ 15

組 份	礦石中(岩石中)組份含量的絕對百分比, 金与銀的含量为克/噸	礦樣中某項組份的大量平均相對允許偶然誤差(%)
鋅 Zn	25以上 10 _____ 25 0.5 _____ 10 0.5以下	2 _____ 3 3 _____ 6 6 _____ 15 15
銅 Cu	3以上 0.5 _____ 3 0.5以下	3 _____ 7 7 _____ 10 10 _____ 15
鎳 Ni	1 _____ 5 0.2 _____ 1 0.2以下	3 _____ 7 7 _____ 15 15
錫 Sn	1以上 0.25 _____ 1 0.05 _____ 0.25	3 _____ 5 7 _____ 15 15 _____ 30
三氧化錫 WO ₃	1以上 0.25 _____ 1 0.05 _____ 0.25	3 _____ 8 8 _____ 15 15 _____ 25
鉬 Mo	1以上 0.25 _____ 1 0.05 _____ 0.25	2 _____ 5 5 _____ 10 10 _____ 20
銻 Sb	2以上 0.5 _____ 2	3 _____ 12 12 _____ 20

組 份	礦石中(岩石中)組份含量的絕對百分比, 金与銀含量为克/噸	礦樣中某項組份的最大平均相對允許偶然誤差(%)
汞	2以上	4 ————— 7
	0.25 ————— 2	7 ————— 15
Hg	0.06 ————— 0.25	15 ————— 30
砷	2以上	1 ————— 5
	0.5 ————— 2	5 ————— 7
As	0.5以下	10
磷	0.3以上	3 ————— 7
P	0.03 ————— 0.3	7 ————— 15
氧化鈦	2 ————— 15	2 ————— 5
TiO ₂	0.1 ————— 2	5 ————— 20
鈷	0.5以上	2 ————— 6
Co	0.5以下	6
鉍	0.6以上	5 ————— 15
Bi	0.2 ————— 0.6	15 ————— 20
釩	0.5以上	3 ————— 10
V	0.06 ————— 0.5	10 ————— 30
金	50以上	1 ————— 3
	20 ————— 50	3 ————— 5
Au	5 ————— 20	5 ————— 10

組 份	礦石中(岩石中)組份含量的絕對百分比, 金與銀含量為克/噸	礦樣中某項組份的最大平均相對允許偶然誤差(%)
銀	100以上	1 ————— 3
	30 ————— 100	3 ————— 5
Ag	10 ————— 30	5 ————— 12

II、儲量委員會應用規範磷礦石, 耐火粘土的化學分析允許平均的誤差範圍:

1. 磷礦石:

組 份	含 量	平均絕對允許誤差 同 一 化 驗 室	不同化驗室
P ₂ O ₅	5—15%	0.2	0.3
	>15%	0.35	0.5
R ₂ O ₃	1—5%	0.2	0.4
	>5%	0.3	0.5
不溶物		1.0	2.0

2. 耐火粘土:

組 份	允許誤差
Al ₂ O ₃	0.5
Fe ₂ O ₃	0.15

III、補充的化學分析允許平均誤差範圍

1. 水分析:

$$\frac{\Sigma K - \Sigma A}{\Sigma K + \Sigma A} \times 100 = \pm 2.0\%$$

ΣK ——陽離子毫克當量數/升

ΣA ——陰離子毫克當量數/升

上列範圍適用於 $\Sigma K + \Sigma A > 5$, 若 $\Sigma K + \Sigma A < 5$ 時可不再追求此精確度。

PH—— ± 0.1

2. 煤

测 定 名 称	代表符号	同一化 驗 室	不同化 驗 室
粉碎到1毫米以下的試样中的實驗室水份	W	0.4%	0.5%
粉碎到3毫米以下的試样中应用水份及實驗室 水份	Wp及W	0.4%	0.5%
粉碎到13毫米試样中之应用水份	Wp	—	0.7%
粉碎到3毫米以下試样之分析水份	Wa	0.3%	—
粒度为0.20毫米的分析試样水份	Wa	0.3%	—
灰份 $\leq 12\%$	Aa	0.2%	—
灰份 $\leq 12\%$	Ac	—	0.3%
灰份12%—25%	Aa	0.3%	—
灰份12%—25%	Ac	—	0.5%
灰份 $> 25\%$	Aa	0.5%	—
灰份 $> 25\%$	Ac	—	0.7%
揮發份	Va	0.5%	—
揮發份	Vc	—	1.0%
揮發份 $< 25\%$	Vr	—	1.0%
揮發份 $\geq 45\%$	V	—	1.5%
硫份 $< 1\%$	S _{0.5} ^a	0.05%	—
硫份1—2%	S _{0.5} ^a	0.1%	—
硫份 $> 2\%$	S _{0.5} ^a	0.2%	—
硫份	S ₀ ^c	—	0.1%
硫份	S ₀ ^c	—	0.2%