

Thoughts on quality control measures in mineral analysis of rocks and minerals

Xufeng Shi

Yunnan Provincial Nonferrous Geological Bureau 308 Team Testing Center, Gejiu, Yunnan, 661000, China

Abstract

Rock and mineral analysis provides critical data for geological exploration, mineral resource assessment, and environmental monitoring. Given the broad application scope and significant societal impact of these results, ensuring the quality of analytical testing and the accuracy of outcomes is essential. This requires strengthening technical controls and quality management throughout the entire process – from sample collection and preparation to analytical testing, data processing, and report review. By refining the quality control system, we can enhance overall analytical performance and guarantee the validity of the data.

Keywords

rock and mineral analysis; quality control; sample analysis; result accuracy

岩石矿物分析化验中的质量控制措施思考

史旭峰

云南省有色地质局三〇八队测试中心, 中国·云南个旧 661000

摘要

岩石矿物分析化验可以为地质勘查、矿产资源评价、环境监测等相应工作的落实提供信息参考, 结果应用范围较广, 社会影响较大, 因此保证岩石矿物分析化验的质量和结果的准确性是十分必要的。可从样品采集与制备阶段、分析测试阶段、数据处理与报告审核阶段加强技术控制和质量管理, 完善质量控制体系, 提升分析化验的整体质量水平, 确保数据的有效性。

关键词

岩石矿物分析化验; 质量控制; 样品分析; 结果准确性

1 引言

岩石矿物分析化验属于一项综合性、技术性相对较强的工作, 在实践工作落实的过程中需要应用到物理、化学、仪器分析等相应技术及知识, 可以精准确定地质样品中的元素、化合物含量及物相组成, 结果可应用于矿产资源储量估算、地质找矿、矿石选冶加工、环境地球化学评价等相应工作中。因此, 保障其结果准确性加强质量控制十分必要, 相关单位可从如下几点着手落实质量控制工作。

2 样品采集与制备阶段

2.1 样品采集质量控制

样品采集是岩石矿物分析化验的基础环节, 对于化验结果是否准确真实可靠会起到至关重要的影响^[1]。在样品采集的过程中应遵循随机、均匀、系统的原则, 保障样品采集质量, 确保样品能够有效反馈该地区的实际情况。在样品

采集和制备阶段, 质量控制人员可从采样目的与方案确定、现场记录、空白样与重复样品的采集三大关键要点来进行管理。

在采样工作正式落实之前, 相关工作人员需通过数据收集整合来设计采样方案, 根据项目特点、数据应用方向确定采样介质、方法、样品量、包装要求和编号规则等相应规则, 确定具体的采样方案, 确保采样方案的可行性、规范性, 为后续各项工作的开展提供更多的参考和借鉴^[2]。

在样品采集的过程中必须做好详细的数据记录, 包括但不限于样品采集的地理位置、地质背景、岩石描述、样品编号、采样人的姓名、时间, 这些是后续数据解释及追溯的重要参考。同时, 样品采集中还需要根据规范要求和设计方案来采集空白样品和重复样品, 按照特定比例来确定空白样品与重复样品的数量。

2.2 样品制备与质量控制

在样品制备过程中需要通过破碎、过筛、混匀、缩分等相应步骤来控制误差, 保证样品制备质量。在此基础之上还需从防止交叉污染、保障样品均匀性与颗粒度、缩分方法使用和空白与重复样制备等相应关键要点加强质量控制。

【作者简介】史旭峰(1988-), 男, 中国云南玉溪人, 本科, 工程师, 从事实验测试研究。

在规避交叉污染中，需确保每一次用设备处理样品以后对设备进行彻底的清洁，尤其是破碎机、研磨机、缩分器等相应仪器设备必须清洁到位，痕量元素分析中更需要通过酸液浸泡、超声波清洗等相应方式确保清洁效果。在样品均匀性和颗粒度控制中需根据规定要求和设计方案选择颚式破碎机、盘式研磨机等相应设备，确保其参数设置科学、仪器设备运行状态稳定，最终样品可通过一定目数的筛网筛查来判断其均匀性与颗粒度是否达标。在缩分方法使用中应尽可能减少样品量，但需保证样品的代表性，可通过四分法和机械缩分法的应用确保缩分后的样品与原始样品在物质组成上具有高度一致性。而在空白样和重复样制备中需确保每一个批次的样品中都掺入空白样和重复样，空白样用于分析样品在研磨破碎中是否受到了环境或设备污染，而重复样则可用于分析样品制备的精密度^[3]。

3 分析测试阶段的质量控制

3.1 仪器设备与试剂控制

在仪器设备维护与校准的过程中需要从日常维护、定期校准和期间核查三个关键点出发，确保仪器设备能够正常运转。在日常维护中可根据仪器操作规程使用仪式，并按照规定要求进行仪器保养，同时还需要根据仪器设备的实际情况定期更换灯源、泵管、色谱柱等相应消耗品。原子吸收仪、电感耦合等离子发射光谱仪等相应定量分析仪器必须根据其使用频次进行全面的性能校准，从波长准确性、分辨率、灵敏度、精密度、稳定性等多个方面进行检查，具体检查

指标可根据不同仪器设备的特点和使用需求来做出调整。期间核查是指在两次正式校准之间需通过核查工作的落实来判断仪器设备的性能是否满足要求，可通过测定标准溶液或标准物质来进行核查分析^[4]。

在试剂与水的纯度控制中可在试剂正式使用前通过空白实验来分析其纯度是否达到标准。若空白值过高则很容易会影响检出限和低含量样品的检测结果，尤其是酸、碱、溶剂等相应化学试剂的纯度等级必须满足分析要求。在痕量元素分析中应使用优级纯或更高纯度的试剂，降低空白值。在用水管理上需使用符合国家标准的一级或二级去离子水或超纯水，定期对用电阻率和总有机碳含量进行检测。

3.2 分析方法的选择与验证

在分析方法选择中应根据行业标准、国际标准、国家标准选择对应的标准方法。若无标准方法则可选用权威文献方法或自行开发的方法并进行方法验证。在方法验证的过程中应从检出限和定量限、精密度、准确度、线性范围、稳健性五个方面来进行验证分析，以此来保证检验结果的准确性，如表1所示为不同验证参数的检验方法。

3.3 分析过程中的质量控制

在样品分析的过程中还需要通过一系列QC样品实时监控分析系统的稳定性和结果的准确性，这也是质量控制的核心要点^[5]。可以通过方法空白、校准核查、平行双样、标准物质、加标回收等相应QC样品的监控来及时发现分析过程中存在的问题，如表2为QC样品类型、插入位置与频率及其作用与监控目的。

表1 不同验证参数的检验方法

验证参数	定义	评估方法
线性范围	检测信号与分析物浓度呈线性关系的范围	配制不同浓度的标准溶液，测定信号值，绘制标准曲线计算相关系数
检出限 / 定量限	能够被检出但不一定能准确定量的最低浓度	通过测定空白样品的标准偏差，结合标准曲线的斜率进行计算
精密度	相同条件下，多次重复测定结果的一致性程度，反映随机误差。	同一操作者对同一样品进行平行测定。不同操作者或不同时间对同一样品进行测定。
准确度	测定结果与真实值或公认参考值的接近程度	标准物质法、加标回收法
稳健性	指分析方法对实验条件变化的抵抗能力	改变实验条件，观察其对分析结果的影响。

表2 分析过程质量控制 样品类型与作用

QC 样品类型	插入位置与频率	作用与监控目的
方法空白	每批样品中至少1个，与样品同步进行前处理和分析。	监控整个分析过程（试剂、器皿、环境）引入的污染。
校准核查	每分析10-20个样品或一批次的开始、中间和结束时。	监控仪器的稳定性和漂移情况，确保其在整个分析序列中保持在良好状态。
平行双样	每批样品中随机抽取5%-10%的样品进行平行分析	评估样品前处理和仪器测定过程的随机误差，反映分析过程的精密度。
标准物质	每批样品中至少分析1个与样品基体相似的CRM	评估整个分析方法的准确度，是判断数据可靠性的“金标准”。
加标回收	对基体复杂或无合适CRM的样品，每批至少做1-2个	评估基体效应和分析过程中的损失或污染，补充验证方法的准确度。

4 数据处理与报告审核阶段的质量控制

4.1 数据处理的质量控制

在数据处理的过程中首先需要要对数据进行初步审核，通过原始数据检查剔除明显异常值，分析是否存在超出校准曲线范围的数据，通过稀释或浓缩后重新测定。在此之后应根据分析方法规定的公式来落实计算，从回收率校正、稀释倍数换算、空白扣除等多个方面来分析计算的准确性。若在实验过程中应用到了自动化程度相对较高的仪器，则可通过定期检查其内置计算程序的方式来进行计算准确性的分析，保证计算结果真实可靠。在结果分析的过程中需分析有效数字位数是否与方法的精密度和准确度匹配，避免出现随意增减的问题，遵循“四舍六入五考虑”的修约规则进行有效数字修约。若QC样品的结果超出控制范围，不可以简单地舍去或修改，必须通过过程数据筛查分析明确构成原因，分析是属于系统误差还是偶然误差，是仪器问题还是试剂问

题，亦或者是实验过程中人员的操作问题，找到问题的原因并进行纠正，然后确定数据的处理方法^[6]。

4.2 报告审核的质量控制

报告是分析结果的最终呈现，加强报告审核是十分必要的，可建立三级审核制度，配合报告签发确保报告质量和水平达标。在一级审核中需要由分析人员进行自审，通过数据整合分析，确保样品信息、分析项目、原始数据、计算结果、样品结果等相应数据准确无误、真实可靠。在此之后由组长或室主任进行审核，紧抓空白样、平行样、标准物质、加标回收等相应QC样品进行分析，判断整批数据是否可靠、真实，并着重分析数据处理的逻辑性和准确性是否达到标准要求、报告格式是否规范。最后，需要由技术负责人进行审核，从项目完成情况、报告结论是否与数据相符、是否存在重大技术问题等多个维度进行分析，以此来确保报告质量达标。三级审核中需要由授权签字人签发、加盖公章以后才具有法律效力，如表3所示。

表 3: 三级审核级别、人员及审核重点

审核级别	审核人	审核内容与要点
一级审核	分析员本人	自查样品编号、分析项目、原始数据、计算过程、有效数字修约、仪器操作日志等是否准确无误。
二级审核	室主任	检查所有QC样品结果是否在控制范围内；评估数据的精密度和准确度；检查数据处理逻辑和报告格式规范性。
三级审核	技术负责人	报告结论是否与数据相符；是否存在未解决的重大技术问题；报告满足客户要求和项目技术标准；签发报告

5 结语

岩石矿物分析化验质量控制是一套综合性、技术性相对较强的工作，必须紧抓样品采集、制备、分析、数据处理、报告签发等相应环节加强技术控制和质量管理，及时发现质量问题并作出整改和优化，为后续各项工作的顺利推进和有序开展提供信息参考和数据支持。

参考文献

[1] 孙秀锦. 岩石矿物分析化验中的质量控制要点研究 [J]. 现代盐化工, 2023, 50 (01): 36-38.

- [2] 张奎元. 岩石矿物分析化验中的质量控制探析 [J]. 冶金管理, 2023, (01): 70-71.
- [3] 罗东. 岩石矿物分析化验中的质量控制要点研究 [J]. 世界有色金属, 2022, (18): 119-121.
- [4] 何兴. 岩石矿物分析的实验室质量控制方法分析 [J]. 世界有色金属, 2022, (15): 154-156.
- [5] 林越华. 岩石矿物分析化验中的质量控制要点分析 [J]. 云南化工, 2022, 49 (05): 116-118.
- [6] 辛文. 岩石矿物分析化验中的质量控制方法 [J]. 化工设计通讯, 2021, 47 (09): 92-93.