

一批地质标准物质通过部级鉴定

1994年5月20日~21日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分技术委员会在北京举行会议,组织评审了一批地质标准物质,通过了“黄铁矿、黄铜矿、方铅矿和闪锌矿4种矿物标准物质的研制”、“铅锌、铅锌铜、镍钴、钨、钼、锑和砷等8种金属矿石标准物质研制”、“土壤易溶盐标准物质研制”以及“多功能标准物质数据处理及原始数据库管理系统软件”。对“水标准物质研制”提出了修改补充意见,待修改补充后再进行复审。

会上,分技委主任强调了标准物质研制与标准化基础工作关系,指出随着科学技术的深入发展与国际接轨后标准物质的研制工作还要发展,标准化工作也越来越重要。标准物质不仅可监控分析质量,判断测试数据的优劣,评价一个单位的分析水平,评价一个新方法和新技术,校验分析仪器,而且还在实现分析测试技术、科研生产管理标准化方面发挥着重要作用。标准物质一经研制成功后,便应立即加强推广应用使其真正发挥作用。

现将通过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分技术委员会审定的几种标准物质和标准数据处理软件简介如下。

1 4种硫化物标准物质

1.1 立项依据及研制单位

随着地质科学的发展,用研究矿物来指导找矿是一种找矿方向,通过对矿物分析可以了解矿床成因、评价矿床规模。目前对硫化物矿物分析的工作量较大,要求分析的元素也越来越多,不再只为矿物命名而分析主量元素,还需要准确测定10多种次、痕量元素。

由于这些元素的分布、分配及含量变化常常反映出一般难以观察到的潜在规律,特别是一些次、痕量元素的含量或比值往往是成矿作用的灵敏指示,可以为成矿预测和普查勘探研究提供有关科学信息,对寻找隐伏矿床有一定的指导意义。为适应这种需要,迫切需要相应的标准物质。而我国目前没有硫化物矿物标准物质。

此次评审的4种硫化物标准物质是:黄铁矿、黄铜矿、方铅矿和闪锌矿。

项目负责单位:地矿部岩矿测试技术研究所。

项目参加单位:地矿部武汉综合岩矿测试中心,湖南省地质实验研究中心,中国地质大学(北京),地矿部沈阳综合岩矿测试中心和原子能科学研究院。

1.2 硫化物标准物质的特点

1.2.1 黄铁矿、黄铜矿、方铅矿和闪锌矿4个标准物质是一批金属硫化物的单矿物。这类标准物质的研制在我国尚属首次,填补了我国硫化物单矿物标准物质的空白。

1.2.2 采集的这批标准物质在我国硫化物矿床中具有较好的代表性,经选矿提纯后的单矿物成分分别达到97%~99%。加工流程合理,符合地质矿产部颁发的“岩矿分析样品碎样规程”中有关硫化物矿石加工的规定。由于硫化物矿物含硫量高、易氧化,其氧化速度与温度、湿度等因素有密切关系,因而从样品采集到选矿提纯以及加工保管全过程均针对这一特点采取了相应的有效措施。在样品提纯时,选择不加任何药剂、发热量小的提纯工艺,以保证硫化物矿物固有的特性。选择在气候干燥、凉爽的秋季进行样品粉碎以减小湿度,选用小型玛瑙球磨机或棒磨机使粉碎过

程散热良好。样品分装在棕色玻璃瓶内,存放在充氩气的干燥器中保存,使样品的稳定性有足够的保证。对样品进行了两年的连续考察,证明样品在规定的条件下是稳定的。

1.2.3 这批标准物质的均匀性经初检、正式检验和复验,用F检验单因素方差分析,其F实验值均小于F(0.05)临界值,证明样品是均匀的。

1.2.4 这批标准物质的测试难度较大,特别是主量元素对痕量元素的干扰。对此,研制单位采用多种分离富集手段,并由6个经过国家计量认证的实验室协同测试,使定值具有较高的水平。4个标准物质定出63个推荐值、9个参考值和8个信息值。

1.2.5 在整个研制工作中,均按照“一级标准物质”技术规范进行。这批标准物质与国外类似标准物质相比较,其主、次量元素的定值水平大体相当。

1.3 评审意见

经评委充分讨论后认为:这批标准物质对地球化学研究和有色金属矿产地质成矿预测以及普查找矿都具有重要意义和实用价值。作为地质矿产部部级标准物质发布使用,并推荐向国家技术监督局申报国家一级标准物质。

2 8种金属矿石标准物质

2.1 立项依据及研制单位

为了扩充和配套有色金属矿石的标准系列,研制了铅锌、铅锌铜、镍钴、钨、钼、锡、锑和砷8种金属矿石标准物质。

项目负责单位:地矿部武汉综合岩矿测试中心。

项目参加单位:地矿部岩矿测试技术研究所,地矿部沈阳综合岩矿测试中心,地矿部南京综合岩矿测试中心,地矿部西安综合岩矿测试中心,地矿部成都综合岩矿测试中心,湖南省矿产测试利用研究所,地矿部甘肃省

中心实验室,成都地质学院核技术研究所,地矿部宜昌地质矿产研究所,南京大学现代分析中心,地矿部南京地质矿产研究所。

2.2 8种金属矿石标准物质的特点

2.2.1 这批标准物质有8种共11个金属矿石,主元素含量均较高,主量元素与次、痕量元素量限范围跨越5~6个数量级,测试难度较大,定值元素数目多达35项,共定出推荐值294个,参考值7个。

2.2.2 这批标准物质的采集选择在我国著名的和有代表性的矿区或矿床,能代表我国这些矿种主要特点。样品的加工流程科学合理。经用X-射线荧光光谱法对主量元素、易污染元素的6~9个元素进行检测并经用方差分析数据处理,证明样品均匀性符合要求。经过一定时期对易变元素S和As的检测结果,说明样品稳定性良好。

2.2.3 这批样品由多家实验室,采用多种不同原理的分析测试方法获得了大量数据。研制报告对痕量元素分析中空白值的控制及数据的溯源性做了详尽地阐述和论证。证明定值数据是准确可靠的,从中反映了我国地质标准物质研制工作水平在不断地提高。

2.3 评审意见

评委一致认为:该8种11个标准物质与已有的国家一级有色金属矿石标准物质形成了有色金属矿石一套较为完整的系列,在矿床研究评价和找矿工作中有重要的科学意义和应用价值。作为地质矿产部标准物质颁发使用,并推荐向国家技术监督局申请国家一级标准物质。

3 土壤易溶盐标准物质

3.1 立项依据

土壤易溶盐是用一定的水土比例和在一定时间内浸提出土壤中所含有的水溶性盐分。土壤中易溶盐的含量及成分对土的水理性质和工程特性有较大的影响。因此,土壤易

溶盐的分析在水文地质、环境地质和农业地质等工作中均有科研意义和实用价值。在水文地质工作中,可以查明和研究地层的沉积环境、推断地下水的埋藏条件、水质类型及地下水经流条件,计算地下水蒸发量,分析地层饱气带的入渗条件等。在工程地质工作中,查明土层中易溶盐分含量及其赋存状态,可正确评价地层承载力、工程地质特性,判断对工程建筑的危害,正确提供地基处理方法。在环境地质和农业地质工作中,可正确评价土壤的盐碱化程度,提供正确的盐碱地改良、土壤分类及土地资源开发利用的方式和方法等。因此,土壤易溶盐标准物质的研制势在必行。

3.2 研制单位

项目负责单位:山西省地质工程勘察院和地矿部山西省中心实验室。

样品制备和均匀度检查单位:地矿部地球物理地球化学勘查研究所。

项目参加单位:地矿部沈阳综合岩矿测试中心,地矿部水文地质专业实验测试中心,中国科学院南京土壤研究所,地矿部武汉综合岩矿测试中心,中国林业科学研究院林业研究所,地矿部天津中心实验室。

3.3 土壤易溶盐标准物质的特点

3.3.1 根据水文工程地质的需要,选择了盐碱土和黄土两类土壤的3个样品做易溶盐标准物质。所选土壤类型在华北地区具有代表性,元素含量变化有一定梯度,以较少品种覆盖较大范围。测试项目为10个:pH值、 K^+ 、 Na^+ 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 Cl^- 、 SO_4^{2-} 、 HCO_3^- 、 CO_3^{2-} 和全盐量。

3.3.2 易溶盐制备的难度在于不能破坏土粒结构,样品的风干、防潮等均有一定特殊要求。这批标准样品的制备流程合理,采用自然风干,防止样品中某些成分如 HCO_3^- 发生变化,尽量保持了样品的真实性。参照早期GSS 1~8土壤标准样品采用过60目筛的方案。样品的均匀度经测试结果表明,有较高的测

试精度;经方差分析检验,F值小于临界值,证明其均匀度合乎要求。

3.3.3 选用易变项目 HCO_3^- 和 Ca^{2+} 进行稳定性试验,经10个月4次不同时间的测试,其结果均在标准值的不确定度范围内,证明是稳定的。

3.3.4 定值过程中采用标准方法规定的提取方法,经多个国内较高水平的实验室提供测试结果,除两个样品的 Cl^- 外均具有较高的测试精度。最后定出27个推荐值,3个参考值。

3.4 评审意见

这批标准物质是地质行业首批易溶盐标准物质,对水文工程地质的科研和生产具有实用价值。可作为行业标准物质使用。

4 MPDPS系统软件

4.1 MPDPS的特点

多功能标准物质数据处理系统(Multi-Purpose Data Processing System for Reference Materials,简称MPDPS),是地矿部岩矿测试技术研究所为满足标准物质研制工作中对数据处理及定值工作的需要而设计的。它由多个功能模块和一系列服务程序组成。软件最初在NCR TOWER-1632多用户高档微机UNIX操作系统下开发,并已成功应用于对GSR 7~12的6个岩石标准物质的数据处理及定值。标准物质原始测定数据库管理系统(MPFOX)是多功能标准物质数据处理系统的一个子系统,可满足标准物质研制者多方面的要求,为标准物质研制提供了有效工具。

4.1.1 软件运行环境为IBM兼容机。该种微机已在各实验室普及,由于MPDPS软件可在多种汉字操作系统中运行,具有很好的兼容性,使软件具有广泛的应用前景。

4.1.2 软件设计采用了自顶向下结构化的设计,各功能模块之间相互独立,具有维护方

便、功能扩充容易等优点。

4.1.3 人机界面友好。软件设计中采用了下拉式菜单,对话框、文件提示表出错处理,在线式帮助等先进的程序设计技术,使用户的操作更方便直观,应用更加灵活。

4.1.4 软件中对标准物质研制可能遇到的各种数据处理提供了丰富的处理程序。如均匀性检查(F检验、t检验、多层套合F检验);离群值处理(Dixon, Grubbs, Cochran等);正态性检验(偏度-峰度法, Shapiro-Wilk法, D'Agostino法);还提供了十几种统计参数的计算程序。这些功能为标准物质研制者提供了各种数值计算、排序、统计的方便,可提高工作效率和数据计算的准确性。

4.1.5 软件为标准物质定值提供了多种方案,研制者可根据分析方法和数据分布情况选择合适的处理方案。

4.1.6 软件中提供的直方图, S-型分布图, 饼状图等功能可使标准物质研制者更为直观地考察各种数据的分布与统计规律。软件的报表制作、数据转换、打印、多窗口显示等功能较为齐全。

4.1.7 建立原始数据库可有效地管理与保存已取得的各种分析测试信息。

4.2 评审意见

评委认为MPDPS软件为标准物质的研制提供了可靠的数据处理工具,软件各文档资料 and 用户手册齐全,具有一定的先进性也具有较高的实用价值,已在多种标准物质的研制中发挥了作用,推荐在标准物质研制工作中加以推广应用。

地矿部岩矿测试技术研究所 曾祥灿 供稿

(收稿日期:1994-05-24,修回日期:1994-06-04)

New Geologic Reference Materials

Zeng Xiangcan

(Institute of Rock and Mineral Analysis, Ministry of Geology and Mineral Resources, Beijing, 100037)

It is reported that a number of geologic reference materials as well as a software for multi-parameter data processing have been approved after an examination conducted by the Ministry of Geology and Mineral Resources. Some characteristic features of the materials are given.

Key words: geologic reference materials, software, multi-parameter data processing