

ОСНОВНЫЕ АСПЕКТЫ ОБЕСПЕЧЕНИЯ ДОСТОВЕРНОСТИ И СОПОСТАВИМОСТИ ЛАБОРАТОРНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ ПРИ ГРП НА ТПИ

Представлен обзор основных составляющих обеспечения качества лабораторных данных, способы его контроля. Приведены данные лучших зарубежных практик. Обозначены направления работ ФГБУ «ВИМС» в данной области деятельности. **Ключевые слова:** достоверность, лабораторные исследования, подтверждение компетентности, методическое и метрологическое сопровождение, стандартный образец, методики измерений, QA/QC.

Lebedeva M.I. (VIMS)

THE MAIN ASPECTS OF ENSURING THE RELIABILITY AND COMPARABILITY OF LABORATORY STUDIES IN EXPLORATION AT TPI

The article presents an overview of the main components of laboratory data quality assurance, methods of its control. The data of the best foreign practices are given. Directions of work of fgbu «VIMS» in this field of activity are designated. **Key-words:** reliability, laboratory test, confirmation of competence, methodical and metrological support, certified reference material, procedures of measurements, QA/QC.

Обеспечение качества лабораторных исследований, под которым понимают соответствие результатов минерало-аналитических работ предъявляемым (установленным) требованиям к их полноте и достоверности [11], является одной из приоритетных задач на всех этапах геологоразведочных работ. При этом не стоит забывать, что достоверность конечного результата исследований зависит от целого ряда факторов, которые не ограничиваются навыками и компетентностью только лаборатории.

Если рассматривать весь процесс получения данных, то можно выделить три основные составляющие бюджета неопределенности:

- 1) неопределенность, обусловленная характеристикой вещества пробы (неоднородность минерального состава, форма и размер минералов и т.д.);
- 2) неопределенность опробования и пробоподготовки (методика опробования, схемы пробоподготовки, сокращения проб и т.д.);
- 3) неопределенность аналитических исследований.

Под неопределенностью понимается параметр, относящийся к результату измерения и характеризующий разброс значений,

которые могли бы быть обоснованно приписаны измеряемой величине [3].

Вклад 1 группы влияющих факторов (неоднородность минерального и гранулярного составов) можно оценить путем применения комплексных методов минералогического анализа. Очевидно, что суммарную неопределенность можно снизить за счет применения методически и метрологически обоснованных подходов, используемых в организациях различной ведомственной принадлежности, располагающих современной приборной базой с соответствующим программным обеспечением и квалифицированными специалистами.

На величину неопределенности 2 группы влияет много факторов, помимо общеизвестных, таких как: практическая реализация методик отбора, загрязнение пробы в процессе пробоподготовки и др., имеются данные о влиянии в том числе формы пробоборборника [13, 14].

В 3 группу входят все погрешности, связанные с проведением лабораторных исследований, включая аппаратную, погрешность градуировочных характеристик и т.д. Лаборатория, выполняющая лабораторные исследования ТПИ, должна быть технически компетентной и соответствовать требованиям ГОСТ ИСО/МЭК 17025 [2]:

Опыт показывает, что максимальный вклад в бюджет неопределенности вносит процедура отбора проб (около 60–80 %), причем зачастую ответственность за это лежит на самих недропользователях, не соблюдающих установленные правила при бурении скважин и последующем отборе представительных проб. В этом случае не представляется целесообразным добиваться снижения неопределенности аналитических исследований до десятых долей процента.

Для контроля всех стадий процесса получения данных применяется система, получившая за рубежом название «QA/QC (Quality Assurance Quality Control of assay data)» — «гарантия качества и контроль качества



Рис. 1. Виды контрольных проб

Рекомендуемый объем контроля, используемый в зарубежных практиках

Типы контрольных проб	Подтипы контрольных проб	Количество от общего объема проб, %	
Дубликаты	Полевые дубликаты	2	6
	Дубликаты дробления	2	
	Дубликаты истирания	2	
Стандартные образцы	Стандартные образцы	6	6
Бланки	Дробленые	2	4
	Истертые	2	
Пробы внешнего контроля	Дубликаты аналитических проб	4	4

анализа данных») [12]. Эта система контролирует стадии отбора, подготовки, анализа проб и ведения баз данных, включая:

- отбор дубликатов и формирование групповых проб;
- передачу проб в лабораторию и организацию пробоподготовки;
- методику измерений и качество выполненных исследований;
- работу с базами данных.

Широкое распространение получило использование разных типов контрольных проб (рис. 1):

- «полевые» дубликаты (отбираются до дробления пробы, например, распил зерна вдоль оси на две равные части);
- дубликаты квартования (отбираются до истирания из «хвостов» пробы после ее дробления и квартования);
- дубликаты истирания (отбираются после истирания, но до отбора аналитической пробы);
- дубликаты аналитических проб (обеспечивают возможность проведения повторного анализа);

— «бланки» (по составу и физическим характеристикам аналогичны исследуемым пробам, но не содержащие рудную минерализацию);

— стандартные образцы.

Сравнительный анализ объема контрольных образцов (QA/QC пробы), которые подшифровывались при проведении работ по различным зарубежным проектам, показал, что в проектах с высоким уровнем достоверности объем QA/QC проб варьировался в диапазоне от 15 до 25 % от

общего объема проанализированных проб. Рекомендуемый объем, используемый в зарубежных практиках, приведен в таблице.

Следует отметить, что система QA/QC уделяет большое внимание контролю над правильностью внесения записей в базы данных. Для обеспечения максимальной достоверности отчетности может применяться «двойной ввод данных», суть которого состоит в использовании двух независимых групп аналитиков, которые ведут две независимые базы данных, с последующим проведением взаимных проверок этих наборов данных. Однако данный вид контроля крайне редко применяется в отечественной практике.

В геологической отрасли нашей страны в течение многих лет действует отраслевая Система управления качеством аналитических работ — УКАР (аналог зарубежной QA/QC [12]), которая охватывает все этапы проведения лабораторных исследований от отбора проб до контроля качества выполнения анализа, включая требования к методикам анализа и стандартным образцам состава (рис. 2).



Рис. 2. Отраслевая система управления качеством лабораторных и технологических работ

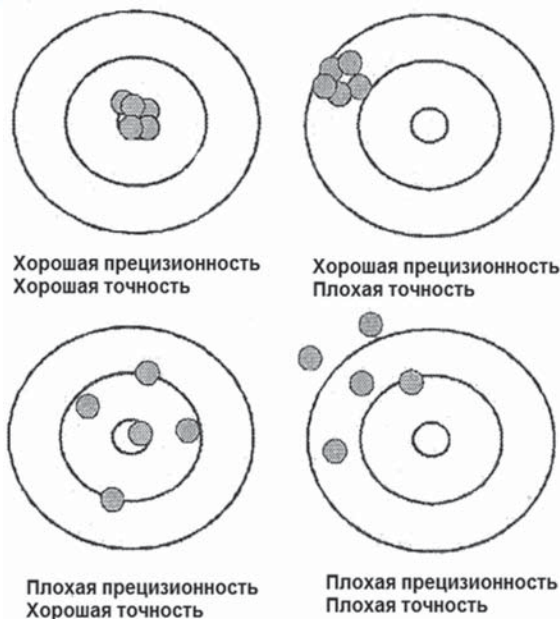


Рис. 3. Условная визуализация точности и прецизионности результатов анализа

На основе действующей Системы УКАР разработана и зарегистрирована Система добровольной сертификации лабораторий в сфере недропользования «УКАРГЕО», в рамках которой предусмотрено подтверждение соответствия лабораторий, выполняющих исследования минерального сырья, требованиям ГОСТ ИСО/МЭК 17025 [2], а также требованиям отраслевых стандартов.

С целью осуществления единой научно-технической политики и оказания методической помощи созданы и ведутся Отраслевые реестры [4, 5]:

- методик анализа и стандартных образцов (СО), допущенных (рекомендованных) к применению при лабораторных исследованиях при ГРП на ТПИ [9];
- лабораторий, выполняющих исследования вещественного состава твердых негорючих полезных ископаемых [9].

Включение в Отраслевые реестры осуществляется на основании положительного заключения о соответствии отраслевым требованиям (в форме метрологической экспертизы — для СО и методик анализа, выездной экспертизы — для лабораторий).

При контроле качества лабораторных исследований основными оценочными параметрами являются точность (характеризующая достоверность) и прецизионность (характеризующая сопоставимость) результатов лабораторных исследований (рис. 3). Оба этих параметра должны быть оценены и контролироваться на всех стадиях поисков и оценки месторождений.

Контроль качества лабораторных работ со стороны геологических подразделений согласно работе [8] осуществляется в форме внутреннего, внешнего и арбитражного геологического контроля.

Внутренний геологический контроль предназначен для определения фактических величин случайных погрешностей основных (рядовых) анализов проб и со-

ответствия их установленным предельно допустимым нормам погрешности [7].

По результатам внешнего контроля с помощью статистических критериев (критерий Стьюдента, критерий «ничтожной погрешности») оценивают значимость систематических расхождений в определении содержания полезных компонентов. Внешний геологический контроль предназначен для оценки величин систематических расхождений между результатами анализов, полученных в основной (основных) и контролирующей лабораториях.

Арбитражный контроль выполняется в случае установления внешним геологическим контролем значимых систематических расхождений между результатами анализов, выполненных в основной и контролирующей лабораториях. Результаты, показанные арбитражной лабораторией, считаются окончательными.

При проведении оценки качества лабораторных исследований в случае необходимости могут быть использованы методы с графической интерпретацией результатов:

- график рассеивания (X-Y Original/Duplicate). В основе метода лежит построение X-Y диаграммы, по оси абсцисс которой откладываются результаты, полученные при испытании пробы, а по оси ординат — ее дубликата. В идеальном случае наклон графика составляет 45°;

- диаграмма Томпсона-Ховарда (Paigmean/HAD). По оси абсцисс откладывают среднее содержание анализируемого компонента по результатам рядового и контрольного анализов, по оси ординат — половину абсолютного расхождения результатов основного и контрольного анализов. Удовлетворительным считается, когда более 90 % от всех контрольных результатов на графике находятся ниже контрольной линии, равной 10 отн. %;

- диаграмма ранжирования (RankedHARDplot). График представляет собой количественную информацию о доле контрольных результатов с различным значением относительного расхождения результатов основного и контрольного анализов. По оси ординат откладывают величину половины относительного расхождения результатов основного и контрольного анализов, а по оси абсцисс — долю контрольных результатов, для которой значения ниже этой величины. При удовлетворительных результатах контроля более 90 % от всех контрольных результатов находятся ниже линии 10 %.

При использовании перечисленных выше графических методов оценки следует обратить внимание, что они не учитывают отраслевые нормы погрешности [7], поэтому целесообразно информировать лабораторию о предполагаемых способах статистической обработки результатов до начала работ.

Одной из эффективных форм независимой проверки достоверности и сопоставимости результатов анализа является участие лабораторий в межлабораторных сравнительных испытаниях (МСИ) [1]. Регулярное участие в МСИ — обязательное условие для

признания деятельности аккредитованной лаборатории, соответствующей требованиям ГОСТ ИСО/МЭК 17025 (п. 5.9.1 b) [2] и критериям аккредитации Российской Федерации (п. 23.11) [10].

Таким образом, качество лабораторных исследований ТПИ и поддержание его на должном уровне обеспечивается:

— соблюдением условий хранения и предварительной обработки проб, отобранных с учетом требований к их представительности;

— применением методик анализа и стандартных образцов, включенных в Отраслевые реестры и допущенных (рекомендованных) к использованию при проведении ГРР на ТПИ [9];

— осуществлением геологического контроля и проверок квалификации лаборатории посредством межлабораторных сравнительных испытаний (МСИ) [8, 1];

— периодическим подтверждением компетентности лаборатории на соответствие требованиям ГОСТ ИСО/МЭК 17025 [2] с привлечением третьей независимой стороны в форме аккредитации и/или отраслевой сертификации. При этом следует учитывать, что система менеджмента качества лаборатории должна охватывать работы, выполняемые на основной территории в удаленных местах, а также на временных или передвижных точках.

На протяжении многих лет значимый вклад в реализацию перечисленных аспектов обеспечения достоверности и сопоставимости лабораторных исследований вносит ФГБУ «ВИМС», выполняющий функции Федерального научно-методического центра лабораторных исследований и сертификации минерального сырья МПР России.

Институт является метрологической службой в сфере ответственности Роснедр по обеспечению единства измерений, компетентность которой подтверждена аккредитацией в Федеральной службе по аккредитации (Росаккредитация) на право проведения работ в области обеспечения единства измерений в части аттестации методик (методов) анализа и метрологической экспертизы документации (аттестат аккредитации № 01.00115-2013). За 2012–2017 гг. силами ФГБУ «ВИМС» совместно с заинтересованными организациями разработано и актуализировано более 80 ин-структивно-методических документов.

В рамках метрологического обеспечения проводятся работы по изготовлению стандартных образцов (СО) различных видов ТПИ, а также предусмотрена процедура продления срока действия СО в категории ОСО и СОП по результатам оценки стабильности метрологических характеристик СО. ФГБУ «ВИМС» аккредитован в части производства СО (аттестат аккредитации № ААС.РМ.00190) и располагает всеми необходимыми ресурсами для выполнения полного комплекса работ по изготовлению СО, включая научный потенциал, накопленный за многие десятилетия существования института, современное техническое оснащение и успешное сотрудничество с ведущими аналитическими лабораториями отрасли.

Провайдер МСИ ФГБУ «ВИМС» (аттестат аккредитации № ААС.РТР.00327) на регулярной основе проводит межлабораторные сравнительные испытания химического, радиоизотопного и минерального составов различных объектов, включая горные породы, руды полиметаллические, руды черных, цветных, благородных металлов, редкоземельного, нерудного минерального сырья, сплавов, а также искусственных смесей минералов [6]. На настоящий момент в программах МСИ приняло участие более 100 лабораторий (в т.ч. из стран СНГ).

В заключение следует отметить, что только комплексный подход к обеспечению качества лабораторных исследований как конечного результата многоэтапной работы со стороны всех заинтересованных подразделений, а также четкая организация работ с соблюдением действующих в отрасли требований, согласованность действий и оперативный обмен информацией позволит получать данные с приемлемым (заданным) уровнем достоверности.

ЛИТЕРАТУРА

1. *ГОСТ ISO/IEC 17043-2013. Оценка соответствия. Основные требования к проведению проверки квалификации*
2. *ГОСТ ИСО/МЭК 17025-2009. Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий.*
3. *ГОСТ Р 54500.3—2011/ Руководство ИСО/МЭК 98-3:2008. Неопределенность измерения. Часть 3. Руководство по выражению неопределенности измерения*
4. *Лебедева, М.И. Состояние и задачи методического и метрологического обеспечения в сфере недропользования / М.И. Лебедева, И.И. Ларионова // Золото и технологии. — 2015. — № 3. — С. 76–79.*
5. *Лебедева, М.И. ФГУП «ВИМС»: высокие стандарты / М.И. Лебедева, И.И. Ларионова // Глобус. — 2015. — № 4. — С. 60–64.*
6. *Ожогина, Е.Г. Межлабораторные сравнительные испытания в минералогических работах / Е.Г. Ожогина, М.И. Лебедева, Е.А. Горбатова // Стандартные образцы. — 2017. — Т. 13. — № 2. — С. 43–55.*
7. *ОСТ 41-08-212-04 «УКАР. Нормы погрешности при определении химического состава минерального сырья и классификация методик лабораторного анализа по точности результатов анализа»*
8. *ОСТ 41-08-272-04 «УКАР. Методы геологического контроля качества аналитических работ»*
9. *Отраслевые реестры: аккредитованных лабораторий, методик анализа, допущенных (рекомендованных) для проведения ГРР на ТПИ, стандартных образцов, допущенных (рекомендованных) для проведения ГРР на ТПИ, www.vims-geo.ru.*
10. *Приказ Министерства экономического развития РФ от 30 мая 2014 г. N 326 «Об утверждении Критериев аккредитации, перечня документов, подтверждающих соответствие заявителя, аккредитованного лица критериям аккредитации, и перечня документов в области стандартизации, соблюдение требований которых заявителями, аккредитованными лицами обеспечивает их соответствие критериям аккредитации» (с изменениями и дополнениями)*
11. *Рекомендации по управлению и контролю качества рядового опробования месторождений твердых полезных ископаемых (кроме углей и горючих сланцев). — М.: ФБУ «ГКЗ», 2015.*
12. *Рогожин, А.А. Обеспечение качества лабораторно-аналитических исследований при геологоразведочных работах на твердые полезные ископаемые: проблемы и пути решения / А.А. Рогожин, М.И. Лебедева / Разведка и охрана недр. — 2016. — № 9. — С. 142–149.*
13. *Gy, P. Sampling of particulate materials, theory and practice, 2nd edition, Developments in Geomathematics 4 / P. Gy // Elsevier, ISBN 0-444-42079-7, Amsterdam, 1982. — 431p.*
14. *Pitard, F.F. Pierre Gy's sampling theory and sampling practise, 2nd edition, CRC Press / F.F. Pitard, ISBN 0-8493-8917-8, New York, 1993. — 488 p.*

© Лебедева М.И., 2018

Лебедева Мария Игоревна // Lebedeva.vims@gmail.com