УДК 550.8.023:550.812.1+553.04

М. В. Мошкова
главный метролог
ФГУП «ВИМС»
ncam_vims@mail.ru

Обеспечение качества лабораторно-аналитических исследований твердых полезных ископаемых

Рассмотрены вопросы обеспечения достоверности и сопоставимости результатов лабораторно-аналитических исследований твердых полезных ископаемых путем организации всех видов внутреннего и внешнего лабораторного контроля, являющегося составной частью отраслевой Системы управления качеством аналитических работ (УКАР).

Questions of maintenance of reliability and comparability of results of laboratory-analytical researches of firm minerals by the organization of all kinds of the internal and external laboratory control which is a component of a branch Control system of quality of analytical works (UKAR) are considered.

Ключевые слова: лабораторно-аналитические исследования твердых полезных ископаемых, Система управления качеством аналитических работ, внутренний и внешний контроль.
Keywords: Laboratory-analytical researches of firm minerals, Control system of quality of analytical works, internal and external control.

Эффективность выполнения и достоверность результатов геологоразведочных работ на твердые полезные ископаемые во многом зависит от качества проведения лабораторно-аналитических исследований.

Главным требованием к лабораторно-аналитическим исследованиям является получение достоверной, стандартизованной, метрологически оцененной и имеющей юридическую силу аналитической информации. Лабораторно-аналитические исследования в сфере недропользования имеют ряд специфических особенностей:

• огромное разнообразие объектов анализа;
• массовость количественных определений (анализируются десятки тысяч проб);
• большой круг определяемых компонентов, практически все элементы таблицы Менделеева и десятки тысяч минералов;
• широкие диапазоны определяемых содержаний от $n*10^{-8}$ масс.% до n*10 масс.%;
• жесткие требования к сопоставимости результатов и к незначимости систематической погрешности анализа;
• необходимость обеспечения представительности пробы массой от десятков миллиграммов до десятков килограммов.

Указанные выше требования и отраслевые особенности предопределили необходимость создания строгой отраслевой Системы управления качеством аналитических работ (УКАР). Она была разработана и внедрена в практику деятельности лабораторий системы Министерства геологии в 60-80-х гг. прошлого века усилиями сотрудников ВИМС, а также ряда других ведущих институтов отрасли. Научно-методическая база Системы УКАР формировалась деятельностью организованных при ВИМС межотраслевых Научных Советов по аналитическим и минералогическим методам исследований (НСАМ, НСОММИ).

Система УКАР охватывает все этапы проведения лабораторно-аналитических исследований и включает в себя нормативные документы, методики анализа и стандартные образцы.

Документы Системы УКАР устанавливают требования к:

• нормам погрешности (ОСТ 41-08-212-04, ОСТ 41-08-270-03, и МУ №36);
• разработке и аттестации методик анализа (ОСТ 41-08-205-04, ОСТ 41-08-266-04);
• разработке и аттестации стандартных образцов (ОСТ 41-08-267-02, ОСТ 41-08-268-04, ОСТ 41-08-269-04);
• проведению всех видов контроля качества результатов анализа (ОСТ 41-08-214-04, ОСТ 41-08-265-04, ОСТ 41-08-272-04, РД «Организация и проведение сравнительных испытаний в лабораторной службе МПР России», МУ №37 «Внутренний и внешний лабораторный контроль воспроизводимости и правильности массового полуколичественного минералогического анализа»);
• обращению с объектами аналитических работ (ОСТ 41-08-249-85).

Система УКАР дополняет требования национальных стандартов ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025, ГОСТ Р 8.563, ГОСТ 8.315 применительно к лабораторно-аналитическим исследованиям твердых полезных ископаемых.

В настоящее время лабораторно-аналитические исследования твердых полезных ископаемых выполняются лабораториями, различающимися структурной принадлежностью и формой собственности, а также своими техническими возможностями. В то же время разработанные ранее отраслевые нормативные документы системы УКАР вполне четко регламентируют требования к лабораториям.

Одним из основных требований к лаборатории является признание ее технической компетентности. Официальным признанием технической компетентности лаборатории является аккредитация в Системе аккредитации аналитических лабораторий Федерального Агентства по техническому регулированию и метрологии (Ростехрегулирование). При аккредитации лаборатория проверяется на соответствие требованиям национального стандарта ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025-2006.

Основными нарушениями со стороны лабораторий, осуществляющих лабораторно-аналитические исследования твердых полезных ископаемых, являются:

• отсутствие аккредитации, т.е. подтверждения технической компетентности;
• несоответствие области аккредитации стоящей аналитической задаче, т.е. отсутствие необходимых условий для проведения работ (методик анализа, стандартных образцов состава, оборудования, персонала и т.п.);
• несоблюдение требований отраслевой Системы УКАР, в том числе процедур внутреннего и внешнего лабораторного контроля.

Внутренний и внешний лабораторный контроль проводится с целью обеспечения требуемого уровня качества получаемой аналитической информации ***(рис. 1)***.

Внутренний лабораторный контроль предусматривает следующие формы контроля:

• проверку приемлемости результатов анализа, элементами которой являются:
• внутренний оперативный контроль (ВОК) прецизионности и точности, который включает

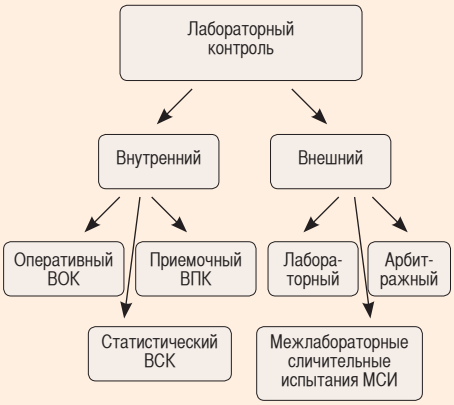

Рис. 1.
Схема лабораторного контроля

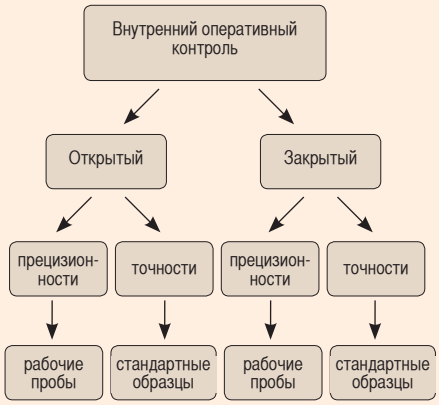

Рис. 2.
Схема внутреннего оперативного контроля

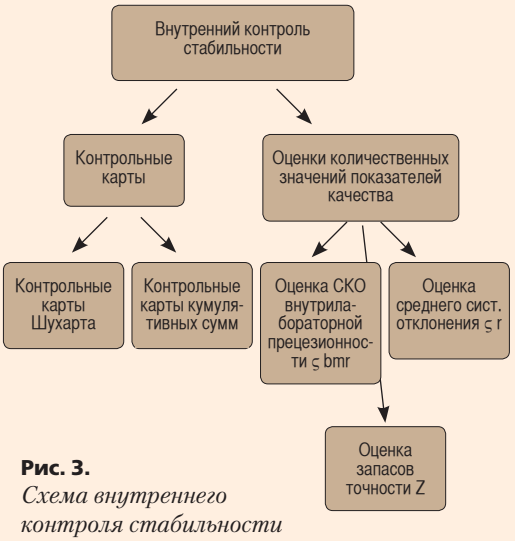

Рис. 3.
Схема внутреннего контроля стабильности

в себя открытый и независимый (закрытый) контроль ***(рис. 2)***;
• внутренний приемочный контроль (ВПК) качества результатов анализа отдельной партии проб;
• проверку стабильности результатов анализа внутри лаборатории ***(рис. 3)***, элементами которой являются:
• контроль динамики изменений показателей качества с использованием контрольных карт;
• внутренний статистический контроль (ВСК) по количественному признаку.

ВОК выполняет функции предупредительного контроля и его осуществляют с целью получения оперативной информации о качестве анализа и для принятия оперативных мер в случае грубого нарушения аналитического процесса. Следует иметь в виду, что на основе результатов ВОК можно лишь сделать заключение, что либо есть основания, либо нет оснований говорить о грубом нарушении аналитического процесса.

ВПК выполняет функции предупредительного контроля применительно к партии проб. Его осуществляют с целью принятия решения о годности данной партии проб на основе оценки соответствия качества результатов анализа партии установленным нормативам и приемлемости допустимого процента брака. ВПК основан на выборочных методах статистического контроля, позволяющих еще до его проведения установить объем контрольной выборки, т.е. число шифруемых проб, и оценить риск лаборатории (и заказчика) при принятии решения относительно данной партии. Руководитель лаборатории (группа контроля), используя алгоритмы ВПК, оперативно получает представление о качестве анализа всей партии проб практически с той же надежностью, что и при 100%-ном контроле. Результаты анализа партии проб могут быть выданы заказчику только после проведенного ВПК, если его итоги положительны.

ВСК проводят с целью оценки качества совокупности результатов анализа, полученных в лаборатории по методикам III категории точности (1) за определенный период времени. Периодичность ВСК устанавливается лабораторией в зависимости от специфики и объемов лабораторно-аналитических исследований. Период накопления статистического материала (квартал, полгода, год) должен быть достаточным для получения надежных выводов. При проведении ВСК по экспериментальным данным, полученным за контролируемый период, рассчитывают фактические значения погрешностей и проверяют их соответствие установленным нормативам. Фактические значения погрешностей необходимо определять во всем диапазоне определяемых содержаний каждого компонента анализируемых проб за данный период контроля. Значимость систематической составляющей погрешности оценивают с помощью t - критерия (распределение Стьюдента) и с помощью критерия «ничтожных погрешностей».

Внешний лабораторный контроль осуществляется после завершения анализа всех проб данного заказа. Эти пробы выбирают из партий, признанных годными для сдачи результатов заказчику. При выполнении внешнего лабораторного контроля в контролирующую лабораторию направляют дубликаты аналитических проб, прошедших внутренний лабораторный контроль в основной лаборатории. Внешний лабораторный контроль в контролирующей лаборатории выполняется из двух навесок с получением двух результатов анализа. Усредненные и сгруппированные результаты

основной и контролирующей лабораторий сопоставляются между собой. Все выявленные случаи систематических расхождений должны быть тщательно расследованы лабораториями, а причины, вызвавшие их появление, устранены. Если установить причины появления систематических расхождений не удалось, то аналитические дубликаты проб направляются в арбитражную лабораторию.

Одной из эффективных форм внешнего лабораторного контроля являются межлабораторные сличительные испытания (МСИ). Результаты МСИ позволяют оценить качество аналитических исследований, проводимых в данной отдельной лаборатории, во всей совокупности лабораторий, а также определить место данной лаборатории в ряду других лабораторий. Этот важный вид контроля применительно к лабораторно-аналитическим исследованиям твердых полезных ископаемых регулярно проводит ФГУП «ВИМС».

Таким образом, соблюдение правил и норм отраслевой Системы управления качества аналитических работ (УКАР), включая выполнение вышеперечисленных видов контроля, обеспечивает достоверность и сопоставимость результатов лабораторно-аналитических исследований твердых полезных ископаемых.

Литература

1. ОСТ 41-08-212-04 «Нормы погрешности при определении химического состава минерального сырья и классификация методик лабораторного анализа по точности результатов»
2. ОСТ 41-08-214-04 «Внутренний лабораторный контроль точности (правильности и прецизионности) результатов количественного химического анализа»
3. ОСТ 41-08-265-04 «Статистический контроль точности (правильности и прецизионности) результатов количественного химического анализа».
4. РД «Организация и проведение сравнительных испытаний в лабораторной службе МПР России»

Московское Представительство IMC Montan является международной консалтинговой компанией в горнодобывающей промышленности и объединяет группу компаний:

IMC (IMCGCL), Великобритания (DMT GmbH), Германия Инженерная группа (WYG Plc), Великобритания

Компания имеет штат международных и российских экспертов в области добычи и переработки полезных ископаемых, инфраструктуры горнодобывающих предприятий и пр. IMC Montan выполняет проекты по следующим направлениям:

- Подготовка отчетов компетентного лица и отчетов эксперта по минеральным ресурсам;
- Оценка запасов
- Комплексные обследования горнодобывающих компаний;
- Финансовый анализ
- Обоснование инвестиций,
- Инженерное сопровождение инвестиционных проектов
- Техническая поддержка
- Разработка проектов и программ развития компаний;

Компания имеет офисы в Великобритании, Германии, Южной Африке, Индии, Китае, России (Москва и Екатеринбург)

С 1992 года компанией IMC Montan реализовано множество проектов для крупных российских горнодобывающих компаний, банков, инвесторов. IMC Montan обладает особым профессиональным опытом, который базируется на сочетании оптимальной международной практики и понимании специфики российской горнодобывающей отрасли. Компании, входящие в группу IMC Montan, имеют опыт выполнения работ практически со всеми видами минерального сырья во многих странах мира.

Среди **российских клиентов** компании такие крупные горнодобывающие компании, как: Евраз Групп, Алроса, Золото Камчатки, Шахта Распадская, Стойленский ГОК, Мечел, СУЭК, Металлоинвест, НЛМК и др.

Среди **международных клиентов** IMC Montan есть широко известные компании, в частности:
Xstrata, Kazakhmys, Mittal Steel, Rio Tinto, Mitsui, Samsung,
А также многие другие, имеющие интерес к работе в горнодобывающем секторе стран СНГ.

IMC Montan
офис в г. Москва

125047 Москва, Россия Чаянова 22, строение 4
Тел: +7 499 250 6717 Факс: +7 499 251 5962
www.imcmontan.ru E-mail: consulting@imgroup.ru