



ФГБУ «ВИМС»

Ключевые аспекты обеспечения качества лабораторных работ на поисковой стадии ГРР: стандартные образцы, методики измерений, контроль качества

Лебедева Мария Игоревна

Заместитель заведующего отделом метрологии,
стандартизации и аккредитации ФГБУ «ВИМС»



Особенности лабораторных исследований при изучении и освоении недр

- разнообразие объектов анализа;
- массовость количественных определений (анализируются десятки тысяч проб);
- широкие диапазоны определяемых содержаний;
- жесткие требования к сопоставимости результатов анализа;
- незначимость систематической погрешности анализа;
- необходимость обеспечения представительности пробы массой от десятков миллиграмм до десятков килограмм.



Требования к аналитической информации





Методики (методы) измерений

Отраслевой реестр методик, допущенных (рекомендованных) к применению при ГРП на ТПИ



Экспресс-методы

- Рентгенофлуоресцентный
- ПКСА
- ICP AES (вскрытие «Царской водкой»)
- Гамма-активационный

МЕТОДИКА ПРЕДПРИЯТИЯ

ВДЦР.433112.014

«Определение золота в горных породах, рудах и продуктах их переработки гамма-активационным методом с применением линейного ускорителя УЭ.ЛР-8-10А»

Установка
ГАА
«Au-изомер»

МИНИСТЕРСТВО ПРИРОДНЫХ РЕСУРСОВ И ЭКОЛОГИИ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО НЕДРОПОЛЬЗОВАНИЮ

ФЕДЕРАЛЬНЫЙ НАУЧНО-МЕТОДИЧЕСКИЙ ЦЕНТР ЛАБОРАТОРНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ И СЕРТИФИКАЦИИ МИНЕРАЛЬНОГО СЫРЬЯ

НСАМ

Научный совет по аналитическим методам
Спектральные методы
Методика № 352 - С

МЕТОДИКА (МЕТОД) ИЗМЕРЕНИЙ

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВЫХ ДОЛЕЙ ЭЛЕМЕНТОВ В ГОРНЫХ ПОРОДАХ МЕТОДОМ ПРИБЛИЖЕННО-КОЛИЧЕСТВЕННОГО СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА

МАЭС

МИНИСТЕРСТВО ПРИРОДНЫХ РЕСУРСОВ И ЭКОЛОГИИ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО НЕДРОПОЛЬЗОВАНИЮ

ФЕДЕРАЛЬНЫЙ НАУЧНО-МЕТОДИЧЕСКИЙ ЦЕНТР ЛАБОРАТОРНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ И СЕРТИФИКАЦИИ МИНЕРАЛЬНОГО СЫРЬЯ «ИИМС»

НСАМ

Научный совет по аналитическим методам
Химические методы
Методика № 392 - З/С

ЗОЛОТО

МЕТОДИКА (МЕТОД) АНАЛИЗА

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЗОЛОТА В ГОРНЫХ ПОРОДАХ, РУДАХ РЕНТГЕНСПЕКТРАЛЬНЫМ МЕТОДОМ ПОСЛЕ КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ ТВЕРДЫМ ОРГАНИЧЕСКИМ ЭКСТРАКТОМ

Лаборатория
«Золотинка»



Апробация методики НСАМ № 392-Х/РС

Определение массовой доли золота в диапазоне от 0,25 до 50,0 млн⁻¹ (г/т) рентгеноспектральным методом после концентрирования твердым органическим экстрагентом

- 164 пробы с месторождения Вернинское (2 партии);
- 135 проб месторождения Муртыкты;
- 169 проб месторождения Сухой Лог.



Пробы распределены по классам содержания золота:

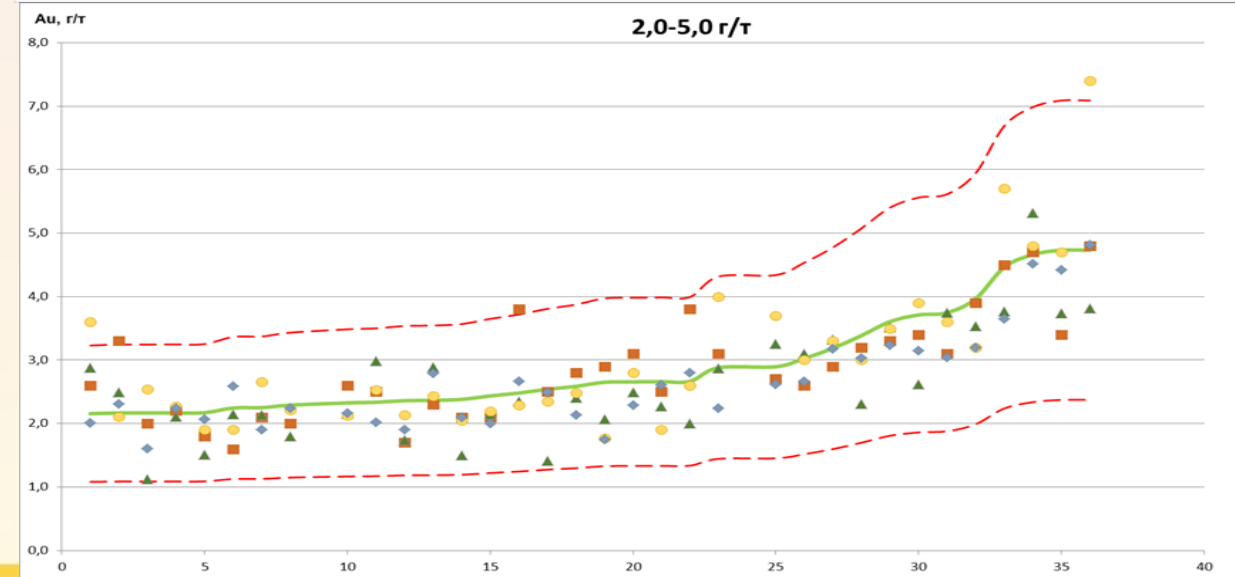
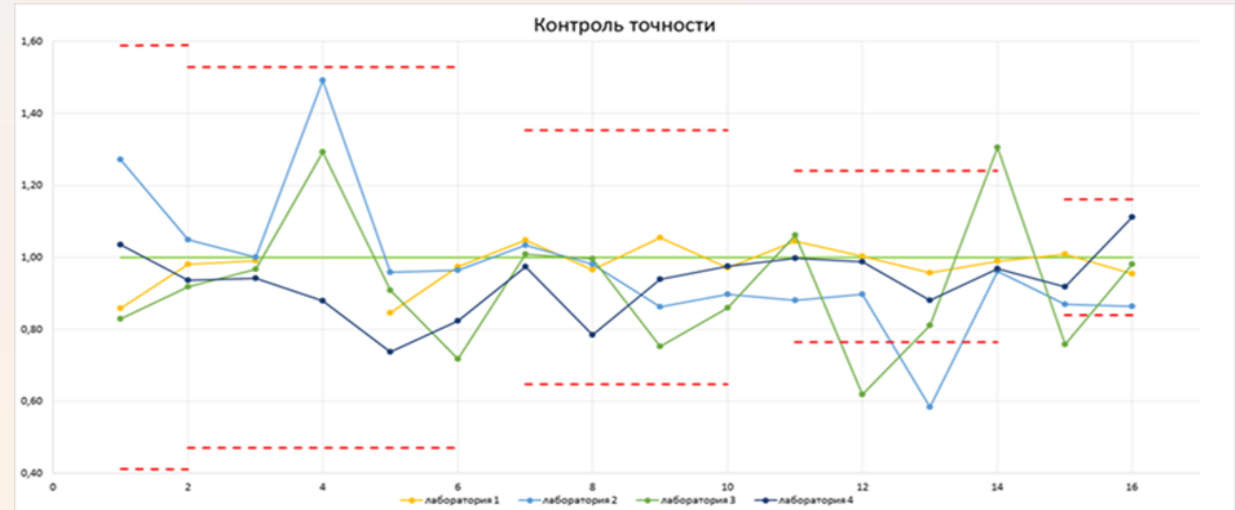
- 1 класс – менее 0,5 млн⁻¹ (г/т),
- 2 класс – 0,5 – 2,0 млн⁻¹ (г/т),
- 3 класс – 2,0–5,0 млн⁻¹ (г/т),
- 4 класс – 5,0 – 10 млн⁻¹ (г/т),
- 5 класс – свыше 10 млн⁻¹ (г/т).



Стандартные образцы состава



4 Лаборатории





Стандартные образцы состава

Отраслевой реестр СО, допущенных (рекомендованных) при ГРР на ТПИ



Матричный эффект (matrix effect) - это влияние свойств пробы на значение измеряемой величины





Применение стандартных образцов

Для геологов

- Контроль качества лабораторной информации (внутренний и внешний геологический контроль)
- Контроль пробоподготовки («заражения» проб)
- Альтернатива внешнему контролю

Для лаборатории

- Обеспечение прослеживаемости
- Градуировка средств измерений/настройка приборов
- Контроль точности/правильности (лабораторный контроль)
- Аттестация методик измерений (установление метрологических характеристик)



Типы контрольных проб	Подтипы контрольных проб	Количество от общего объема проб	
Дубликаты	Полевые Дубликаты	2%	6%
	Дубликаты Дробления	2%	
	Истертые Дубликаты	2%	
CRM	Стандарты	6%	6%
Бланки	Дробленые бланки	2%	4%
	Истертые бланки	2%	
«Пробы внешнего контроля» (Check samples)		4%	4%



Применение стандартных образцов

Условия применения СО

Соответствие матрицы СО анализируемым пробам

Требования к качеству СО

Разработка СО компетентными производителями

- ✓ Невозможность вычислить СО в партии проб
- ✓ Обоснованность выводов по результатам контроля
- ✓ Гарантии качества СО



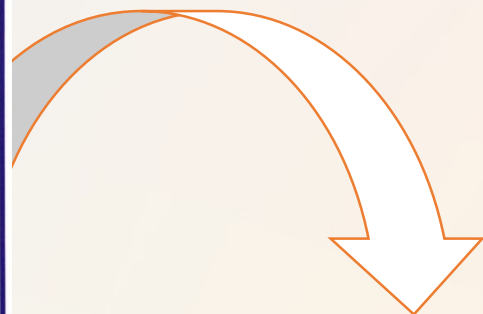
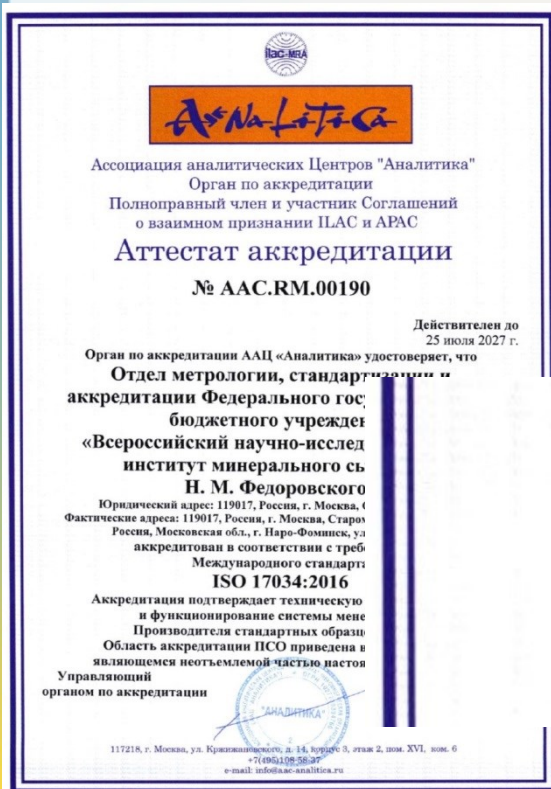
Выявление ограничений экспресс-методов Выполнение требований ГОСТ ISO/IEC 17025-2019

- ✓ 6.5 Метрологическая прослеживаемость
- ✓ 7.6 Оценивание неопределенности измерений
- ✓ 7.7 Обеспечение достоверности результатов

ГОСТ ISO/IEC 17025-2019 п. 6.5.2

6.5.2 Лаборатория должна обеспечить прослеживаемость результатов измерений к Международной системе единиц (СИ) посредством:

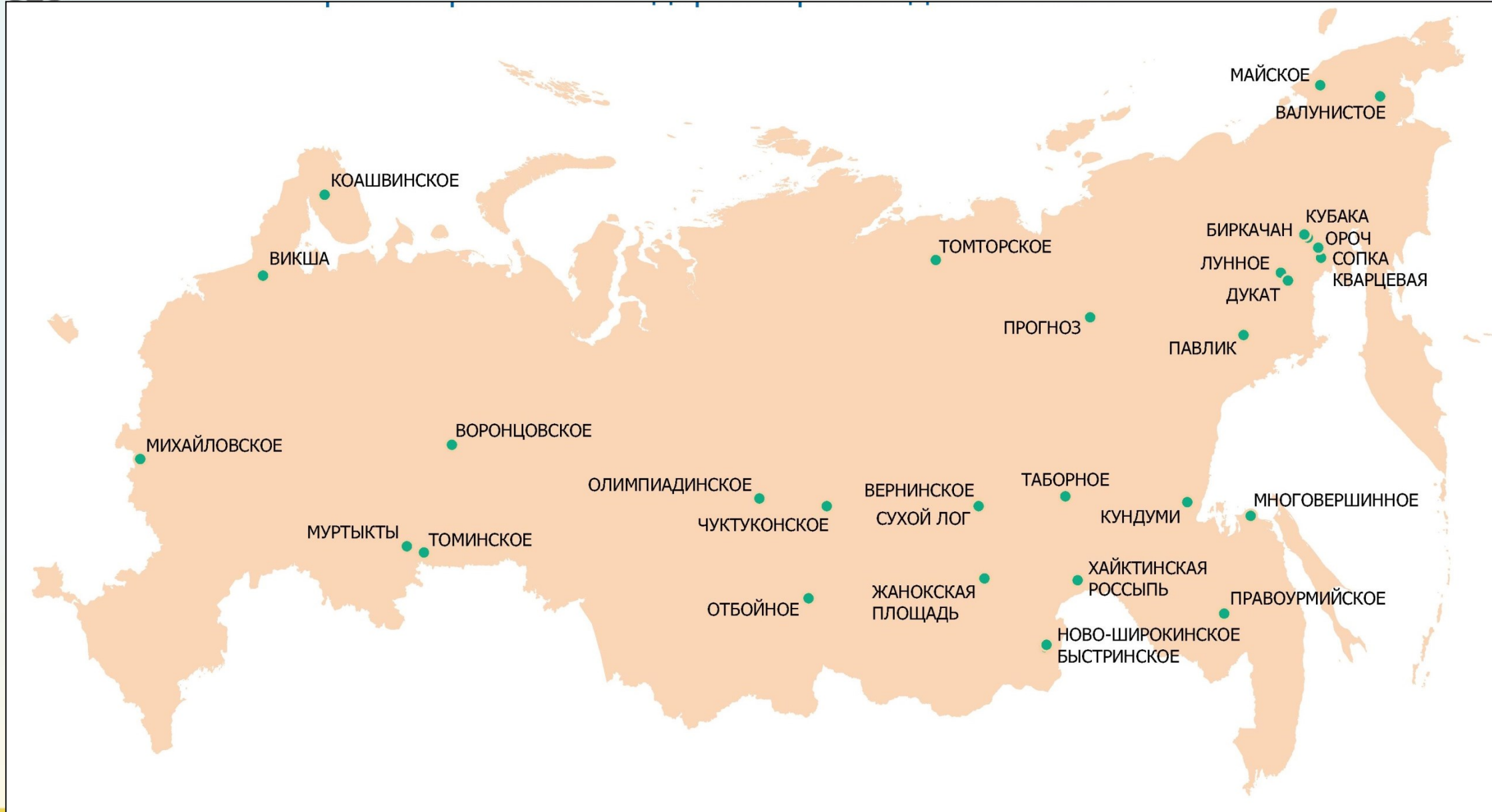
- а) ...
- б) сертифицированных значений сертифицированных стандартных образцов компетентного производителя с указанной метрологической прослеживаемостью к СИ; или Примечание 2 - Производители стандартных образцов, выполняющие требования стандарта ISO 17034, считаются компетентными.
- в) ...



аккредитован в соответствии с требованиями
Международного стандарта
ISO 17034:2016
Аккредитация подтверждает техническую компетентность
и функционирование системы менеджмента
Производителя стандартных образцов (PCO).
Область аккредитации PCO приведена в Приложении,



Карта матричных стандартов производства ФГБУ «ВИМС»





Линейки матричных стандартных образцов

- Аккредитованный производитель стандартных образцов
- Матрица CRM отражает основные геолого-промышленные типы золотосодержащих руд РФ
- Расширенный перечень аттестованных характеристик



Серии:

- золото-кварцарсенопиритовый тип («Вернинское»);
- черносланцевый тип («Сухой Лог»);
- золотоколчеданный тип («Муртыкты»)

Аттестованные характеристики

Au

Ag

As

S_{общ.}, S_{сульфид.}

C_{общ.}, C_{орг.}

Классы содержаний Au, г/т

менее 0,5

0,5-1,0

1,0-2,0

2,0-5,0

5-10

более 10

ISO 17034:2016

CERTIFIED REFERENCE MATERIAL (CRM)



AsNaLitiCa



Выводы:

1. На поисковой стадии ГРР целесообразно использование экспресс-методов, при этом необходимо тесное взаимодействие с лабораторией в части ограничений выбранных методов.
2. Важным условием применения СО является соответствие матрицы СО анализируемым пробам.
3. Рекомендуется иметь два комплекта СО (для геологов и лаборатории).
4. Для разработки СО необходимо привлекать компетентных производителей СО для выполнения требований ГОСТ ISO/IEC 17025-2019 и гарантии качества применяемых СО.
5. Актуальной задачей является создание банка СО с основными геолого-промышленными типами руд.



Направления деятельности отдела метрологии, стандартизации и аккредитации

МЕТРОЛОГИЧЕСКАЯ СЛУЖБА



- ✓ Метрологическая служба, аккредитованная на право выполнять работы по аттестации методик (методов) измерений и метрологической экспертизе документов
- ✓ Разработка и аттестация МВИ в соответствии с 102 ФЗ, ГОСТ Р 8.563-2009, Приказом Минпромторга № 4091
- ✓ Формирование бюджета неопределённости — соответствие п. 7.6 ГОСТ ISO/IEC 17025-2019
- ✓ Экспертиза комплектов документов (по разработке и аттестации стандартных образцов и методик) для включения в Отраслевой реестр и/или продления их сроков действия

СДС «УКАРГЕО»



- ✓ Подтверждение соответствия ГОСТ ISO/IEC 17025-2019
- ✓ Подтверждение соответствия отраслевой системе УКАР
- ✓ Зарегистрирована в Росстандарте
- ✓ Признана ГКЗ
- ✓ Консультации с выездом на места проведения работ.

ПРОВАЙДЕР ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ



- ✓ ФГБУ «ВИАМС» — аккредитованный в соответствии с ГОСТ ISO/IEC 17043-2013 провайдер проверки квалификации
- ✓ Более 100 лабораторий-участниц (в том числе из стран СНГ)
- ✓ Объекты — все виды ТПИ
- ✓ Программы проверок химического, минералогического и радиоизотопного анализа
- ✓ Подробный анализ результатов

ПРОИЗВОДИТЕЛЬ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ



Аккредитованный производитель стандартных образцов (аттестат аккредитации № AAC.RM.00190) на соответствие ISO 17034:2016

Область аккредитации:

- ✓ руды, минералы, продукты переработки
- ✓ цемент, глины и соответствующие продукты
- ✓ уголь, кокс, графит
- ✓ почвы и осадки (отложения)
- ✓ золы





Спасибо за внимание!

Контакты:

Зав. Отделом – главный метролог ФГБУ «ВИМС»

Лебедева Мария Игоревна

Тел. 8(495)950 35 42

E-mail: LebedevaMI@vims-geo.ru