ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ



|  |  |
| --- | --- |
| **НАЦИОНАЛЬНЫЙ****СТАНДАРТ****РОССИЙСКОЙ****ФЕДЕРАЦИИ** | ГОСТ Р(проект, первая редакция) |

**ИСКОПАЕМЫЕ ПОЛЕЗНЫЕ ТВЕРДЫЕ**

**Основные методы геологического контроля качества аналитических работ**

Шифр темы ПНС – 1.17.325-1.001.25

Настоящий проект стандарта не подлежит

применению до его принятия

**Предисловие**

1 разработан Федеральным государственным бюджетным учреждением Всероссийский научно-исследовательский институт минерального сырья имени Н. М. Федоровского (ФГБУ «ВИМС»).

2 внесен Техническим комитетом по стандартизации ТК  325 «Аналитический контроль».

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от «\_\_» \_\_\_\_\_\_\_\_\_ 20\_\_\_ г. № \_\_\_\_\_\_\_

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в* [*статье 26*](http://demo.garant.ru/document/redirect/71108018/26) *Федерального закона "О стандартизации в Российской Федерации". Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в годовом (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе "Национальные стандарты", а официальный текст изменений и поправок - в ежемесячно издаваемом информационном указателе "Национальные стандарты". В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя "Национальные стандарты". Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования - на* [*официальном сайте*](http://demo.garant.ru/document/redirect/5225100/279) *национального органа Российской Федерации по стандартизации в сети Интернет (*[*www.gost.ru*](http://demo.garant.ru/document/redirect/5225100/279)*).*

**Содержание**

Введение

1 Область применения ……………………………………………………………

2 Нормативные ссылки ……………………………………………………………

3 Термины и определения ……………………………………………………….

4 Общие положения..……………………………………………………………….

5 Внутренний геологический контроль………………………..…………………

6 Внешний гелогический контроль ………………………………………………

7 Арбитражный геологический контроль ……………………………………….

8 Контроль правильности результатов анализа с применением стандартных образцов…………….……………………………………………….

9 Контроль заражения проб с применением бланков ………………………..

10 Анализ результатов геологогического контроля …………………………..

Приложение А (справочное)……………………………..………………………..

Библиография …………………………………………………….………………...

**Введение**

Настоящий стандарт разработан в развитие требований Федерального закона «О стандартизации в Российской Федерации» [1] и Закона Российской Федерации «О недрах» [2].

Целью разработки настоящего стандарта является обеспечение приемлемого уровня достоверности и сопоставимости результатов аналитических работ при исследованиях химического состава твердых полезных ископаемых.

 **НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**

**ИСКОПАЕМЫЕ ПОЛЕЗНЫЕ ТВЕРДЫЕ**

**Основные методы геологического контроля качества аналитических работ**

MINERAL USEFUL SOLID Basic methods of geological quality control of analytical work

Дата введения −

**1 Область применения**

Настоящий стандарт устанавливает основные методы геологического контроля качества аналитических работ, проводимых при геологическом изучении твердых полезных ископаемых.

Настоящий стандарт применяется геологоразведочными организациями Минприроды России и другими недропользователями независимо от ведомственной подчиненности и формы собственности при выполнении геологоразведочных работ.

Настоящий стандарт является единым для всех видов аналитических работ, выполняемых методами количественного химического анализа.

Положения настоящего стандарта рекомендуется использовать при разработке регламентов по управлению качеством и контролю качества опробования месторождений твердых полезных ископаемых, программ по обеспечению и контролю качества аналитических работ и других документов организации. Под каждый проект рекомендуется разрабатывать собственный документ, либо использовать соответствующие лучшие практики по объектам-аналогам. При этом полнота и качество подготовленного или подобранного документа зависит от компетентности и опыта автора программы обеспечения и контроля качества – консалтинговой компании, юниорской компании или самого недропользователя.

Примечание:- В практике геологических работ могут отмечаться отклонения от положений настоящего стандарта. В результате решение о принятии или отвержении результатов аналитических работ для подсчета запасов геологических объектов принимается на основе экспертных оценок компетентных лиц и ведомственных организаций.

**2 Нормативные ссылки**

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие документы:

ГОСТ Р ИСО 5725-1Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

ГОСТ Р 8.563 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики (методы) измерений

ГОСТ 8.315 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения

ГОСТ Р 8.871 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы предприятий и отраслей. Общие требования

ГОСТ Р 52361 Контроль объекта аналитический. Термины и определения

ГОСТ Р ХХХХХ Ископаемые полезные твердые. Нормы точности количественного химического анализа

ГОСТ Р ХХХХХ Ископаемые полезные твердые. Общие требования к подготовке проб

Примечание:– При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов (сводов правил и/или классификаторов) в информационной системе общего пользования - на [официальном сайте](http://demo.garant.ru/document/redirect/5225100/279) федерального органа исполнительной власти в сфере стандартизации в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю "Национальные стандарты", который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячно издаваемого информационного указателя "Национальные стандарты" за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт (документ), на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта (документа) с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт (документ), на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта (документа) с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт (документ), на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт (документ) отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

**3 Термины и определения**

В настоящем стандарте применены термины с учетом ГОСТ Р ИСО 5725-1, ГОСТ Р 8.563, ГОСТ Р 52361, а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **геологический контроль качества аналитической работы**: совокупность правил, процедур и действий, направленная на обеспечение достоверности аналитической информации, получаемой на различных этапах и стадиях геологоразведочных работ.

3.2 **геологическая рядовая (материальная) проба:** локальная часть массива горных пород и руд, используемая для определения содержаний химических элементов и их соединений при изучении месторождений твердых полезных ископаемых.

Для определения содержаний сопутствующих полезных и вредных компонентов из материала отдельных рядовых проб могут составляться групповые пробы.

3.3 **лабораторная проба:** часть сокращенной геологической пробы, предназначенная для изучения химического состава в лабораторных условиях.

3.4 **аналитическая проба**: часть сокращенной лабораторной пробы, масса которой достаточна для выполнения количественного химического анализа.

3.5 **дубликат аналитической пробы**: материал того же состава, что аналитическая проба, отобранный из той же лабораторной пробы, который используют для геологического контроля качества аналитических работ.

3.6 **партия проб**: группа проб, принадлежащих к одному геологическому объекту или обладающая близкими свойствами, сопровождающаяся одним документом.

3.7 **бланк:** стандартный образец состава твердого полезного ископаемого с установленными значениями величин, характеризующих содержание определенных компонентов (химических элементов, соединений химических элементов и т.п.), содержания которых менее нижней границы диапазона определения методики измерений, используемой в лаборатории.

3.8 **представительность пробы**: степень соответствия свойства полезного ископаемого в единичной пробе среднему значению этого свойства в объеме недр, характеризуемом этой пробой.

3.9 **достоверность:** степень надежности информации, в идеальном случае означающая отсутствие ошибок. При опробовании полезных ископаемых определенным способом пробами заданной геометрии - отсутствие статистически значимой систематической ошибки.

3.10 **компетентное Лицо**: профессионал в горнодобывающей отрасли, являющийся корпоративным членом, регистрантом или лицензиатом признанной профессиональной организации (включая взаимно признанные международные профессиональные организации), предусматривающие дисциплинарные процедуры, обеспечивающие возможность приостановления либо лишения членства. Компетентное Лицо должно обладать не менее чем пятилетним опытом работы на объектах тех же геолого-промышленных типов месторождений и по тому же профилю работ, которые ему предстоит выполнять. При определенных обстоятельствах релевантная квалификация и обширный опыт работ Компетентного Лица на месторождениях других геолого-промышленных типов может заменить пятилетний опыт на рассматриваемом типе месторождения.

3.11 **исключительный случай:** ситуация, которая отклоняется от принятого порядка и установленных норм и используется при решении нестандартных задач, например, в случае следующих событий: изменения в законодательстве, проблемы с поставщиком услуг, финансовые затруднения, нехватка ресурсов.

**4 Общие положения**

4.1 Геологический контроль качества аналитических работ (далее – геологический контроль) проводят на регулярной основе независимо от внутрилабораторного контроля качества результатов количественного химического анализа, проводимого испытательной лабораторией (центром) при реализации конкретной методики измерений с установленными показателями качества.

4.2 Геологический контроль проводят на протяжении всего цикла геологоразведочных работ по мере поступления новых данных для того, чтобы иметь возможность вмешаться в процесс и ввести соответствующие корректировки в случае возникновения ошибок и нарушения методик измерений.

4.3 Геологический контроль реализуют в следующих формах:

- внутренний геологический контроль;

- внешний геологический контроль;

- арбитражный геологический контроль.

4.4 Геологический контроль организует и проводит геологическое подразделение организации.

4.5 В геологическом подразделении организации должно быть назначено лицо, ответственное за организацию и проведение геологического контроля.

4.6 При выборе методов количественного химического анализа твердых полезных ископаемых рекомендуется учитывать следующие факторы: минеральный состав объекта, перечень определяемых компонентов и диапазоны их содержаний, объемы (предполагаемое количество проб), стоимость и сроки проведения аналитических работ.

4.7 Каждый из методов количественного химического анализа может быть реализован в нескольких методиках измерений.

4.8 Для определения качества твердых полезных ископаемых (содержания полезных и вредных компонентов) при подсчете их запасов применяют методики измерений не ниже третьей (III) категории точности по ГОСТ Р ХХХХХ.

Примечание - Методики измерений, не отвечающие требованиям третьей (III) категории точности, целесообразно использовать для предварительной отбраковки проб с низкими (некондиционными) содержаниями компонентов.

4.9 Опробование твердых полезных ископаемых осуществляет геологическое подразделение, проводящее геологоразведочные работы, которое несет ответственность за представительность геологических проб.

4.10 Аналитические исследования, позволяющие определять показатели качества твердого полезного ископаемого, проводят на лабораторных пробах~~,~~ полученных путем подготовки геологических проб.

4.11 Подготовка геологических проб проводится в соответствии с ГОСТ ХХХХ-ХХ.

4.12 Представительность лабораторных проб обеспечивается многоэтапным процессом измельчения, перемешивания и сокращения материала геологической пробы.

4.13 В результате сокращения материала лабораторной пробы должны быть получены аналитическая проба и дубликат аналитической пробы. Ответственность за представительность полученных проб несет подразделение или организация, выполняющая подготовку проб.

4.14 Аналитическая проба передается в испытательную лабораторию (центр), выполняющую аналитические работы: основной анализ, внутрилабораторный контроль и хранится в течение срока, определяемого договором на выполнение аналитических работ.

4.15 Дубликат аналитической пробы хранится в геологическом подразделении, выполняющим геологический контроль. Условия хранения должны обеспечивать сохранность и представительность проб.

4.16 Формирование партий аналитических проб, направляемых на количественных химический анализ, проводит геологическое подразделение или организация, выполняющая подготовку геологических проб.

4.17 На каждую партию аналитических проб составляется реестр (наряд-заказ, ведомость) с указанием для каждой пробы номера пробы, наименований определяемых компонентов, типа руды или нерудного сырья, методик (методов) измерений.

4.18 В каждую формируемую партию аналитических проб включают контрольные пробы. Контрольные пробы включают в партию проб в шифрованном виде в произвольном порядке и передают в испытательную лабораторию (центр).

Порядок формирования партий аналитических проб (включая контрольные пробы) должен быть регламентирован внутренним документом геологического подразделения.

4.19 В качестве контрольных проб используют:

- стандартные образцы состава твердых полезных ископаемых (для контроля правильности результатов измерений);

- бланки (для контроля заражения при выполнении аналитических работ);

- дубликаты аналитических проб (для контроля прецизионности результатов измерений).

Все контрольные пробы визуально, по массе и крупности материала не должны отличаться от рядовых аналитических проб.

4.20 Число контрольных проб, включаемых произвольно в каждый реестр (наряд-заказ, ведомость) определяется геологическим подразделением, исходя из характеристик проб (например, степень неравномерности распределения полезного компонента в руде), и необходимости обеспечить требуемое число контрольных анализов для набора статистической выборки данных за контрольный период (п.5.7, п.6.6).

Геологический контроль должен обеспечивать надежное качество аналитических работ, в случае новых проектов возможно на первой стадии проводить более детальный контроль, в дальнейшем при подтвержденном качестве аналитических работ, количество контрольных проб может быть уменьшено.

4.21 Выявление неудовлетворительных результатов анализов контрольных проб является основанием для отбраковки партии проб. Порядок отнесения результатов аналитических работ к браку и условия приемки по качеству выполненных аналитических работ регламентируются в соответствующем разделе договора на выполнение аналитических работ.

В случае если партия проб анализируется повторно, в качестве материала для повторного анализа используются остатки проб, проанализированных ранее.

4.22 При выборе основной и контролирующей лабораторий рекомендуется учитывать следующее критерии:

- лаборатория должна быть технически компетентной, полностью соответствовать требованиям ГОСТ ISO/IEC 17025;

- статус лаборатории должен быть подтвержден официальными документами;

- область аккредитации выбранной лаборатории должна соответствовать поставленной аналитической задаче;

- производительность лаборатории должна обеспечивать своевременное проведение аналитических работ;

- контролирующая лаборатория должна быть независима от основной лаборатории.

4.23 При статистической обработке результатов геологического контроля:

- пробы должны быть распределены по диапазонам (классам) содержаний определяемого (основного) компонента;

- пробы разделяются на диапазоны (классы) содержаний по результатам анализов основной лаборатории;

- количество исключаемых проб не должно превышать 7 % (2 пробы на выборку объемом 30 проб).

**5.** **Внутренний геологический контроль**

5.1 Внутренний геологический контроль предназначен для определения фактических величин случайных погрешностей основных анализов проб и соответствия их установленным допустимым средним квадратическим отклонениям воспроизводимости - $σ\_{R,д,отн.}$, установленным ГОСТ Р ХХХХХ.

5.2 Внутренний геологический контроль состоит в повторном анализе шифрованных проб в основной лаборатории.

5.3 Пробы, подвергаемые внутреннему геологическому контролю, должны характеризовать все типы, сорта (разновидности) руд месторождения, диапазоны (классы) содержания полезных компонентов.

5.4 Планом внутреннего геологического контроля должно предусматриваться регулярное его проведение по периодам геологоразведочных работ и диапазонам (классам) содержаний полезных компонентов в анализируемых геологических пробах.

5.5 Период внутреннего геологического контроля (год, полугодие, квартал) и соответствующий обсчет результатов контрольных анализов устанавливается в зависимости от предполагаемого срока завершения плана геологоразведочных работ или его части.

5.6 Диапазоны (классы) содержаний полезного компонента, по которым осуществляется внутренний геологический контроль, устанавливаются в соответствии с принятыми для данного объекта в методических рекомендациях по применению классификации запасов к месторождениям различных видов твердых полезных ископаемых [3].

5.7 При планировании объемов внутреннего геологического контроля по диапазонам (классам) содержаний полезного компонента следует учитывать, что количество контрольных анализов по каждому диапазону (классу) содержаний должно обеспечивать представительность выборки и быть не менее 30 за установленный контролируемый период.

При большом числе анализируемых геологических проб (более 2000 в год) внутреннему геологическому контролю подвергаются не менее 5% проб, равномерно распределенных по контролируемому периоду.

Внутреннему геологическому контролю подвергаются геологические пробы, результаты основного анализа которых показали аномально высокие содержания анализируемых компонентов.

Если, в силу специфических особенностей объекта, в контролируемый период не удается обеспечить представительную контрольную выборку (не менее 30 проб) по каким-либо диапазонам (классам) содержаний полезного компонента, то возможно в один диапазон объединять пробы, различающиеся по содержаниям на полпорядка, если для объединяемых диапазонов доказана однородность экспериментальных средних квадратических отклонений воспроизводимости по [4] и их соответствие нормам точности по
ГОСТ Р ХХХХХ.

5.8 Выборка проб, предназначенных для внутреннего геологического контроля, формируется представителем геологического подразделения. Журнал и (или) электронная база данных с шифрованными номерами проб и соответствующими им номерами основных проб хранятся у лица, ответственного за проведение геологического контроля.

5.9 Материалом проб для внутреннего геологического контроля служат дубликаты аналитических проб.

Дубликаты аналитических проб могут быть использованы для оперативного контроля прецизионности получаемых результатов анализа для соответствующей партии аналитических проб. При этом допускается включение шифрованных дубликатов аналитических проб, проанализированных в одной партии, в реестр (наряд-заказ, ведомость) другой партии проб.

5.10 Контрольные анализы должны выполняться по той же методике измерений, которая использовалась при проведении основного анализа пробы.

5.11 Пробы внутреннего геологического контроля анализируются одновременно с какой-либо партией проб основного анализа и в идентичных условиях окружающей среды.

5.12 Если основные анализы проб выполнялись разными лабораториями, то на внутренний геологический контроль в каждую лабораторию направляются только те пробы, по которым результаты основного анализа были выполнены данной лабораторией.

5.13 Статистическую обработку результатов внутреннего геологического контроля по каждому диапазону (классу) содержаний, типу и сорту твердого полезного ископаемого проводят по периодам (квартал, полугодие, год - в зависимости от количества проб), раздельно по каждой методике измерений и каждой лаборатории, выполняющей основные анализы.

5.14 При статистической обработке результатов внутреннего геологического контроля исключаются пробы, в которых содержание компонента по данным основного и контрольного определений различаются более чем на три допустимых средних квадратических отклонения воспроизводимости, установленных ГОСТ Р ХХХХХ.

5.15 По результатам основных и соответствующих им контрольных анализов для каждого определяемого компонента вычисляют среднее квадратическое отклонение (СКО) результатов анализа по формуле:

$σ\_{R,m}= \sqrt{\frac{\sum\_{i=1}^{m}(C\_{i1}-C\_{i2})^{2}}{2m}}$ , (1)

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| где | $$C\_{i1}$$ | – результат анализа $i$ -той пробы, полученный в основной лаборатории; |
|  | $$C\_{i2}$$ | – результат анализа$ i$ -той пробы, полученный в основной лаборатории при внутреннем геологическом контроле; |
|  | $$m$$ | – число контрольных проб; $i=1, 2, … m$*.* |

5.16 Затем вычисляют относительное среднее квадратическое отклонение результатов анализа $σ\_{R,m,отн.}$ по формуле:

$σ\_{R,m,отн.}= \frac{σ\_{R,m}∙100}{\overbar{C}}$ , %, (2)

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| где | $$\bar{С}$$ | - среднее содержание компонента в пробах по всем ($2m$) определениям, вычисляемое по формуле:$\overbar{C}= \frac{\sum\_{i=1}^{m}(C\_{i1}+ C\_{i2})}{2m}$ (3) |

5.17 Вычисленная величина относительного среднего квадратического отклонения характеризует внутрилабораторную прецизионность результатов анализов данного компонента в данном диапазоне содержаний методикой измерений соответствующей категории точности по ГОСТ Р ХХХХХ.

Эта величина не должна превышать предельных значений, приведенных в ГОСТ Р ХХХХ и методических рекомендациях по применению классификации запасов к месторождениям соответствующих полезных ископаемых [3]. Внутрилабораторная прецизионность результатов анализа считается удовлетворительной если:

$σ\_{R,m,отн.}\leq σ\_{R,д,отн.}$, (4)

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| где | $$σ\_{R,m,отн.}$$ | - относительное среднее квадратическое отклонение результатов анализов, %; |
|  | $$σ\_{R,д,отн.}$$ | - допустимое относительное среднее квадратическое отклонение воспроизводимости результатов анализов, %, для проверяемого диапазона содержаний по ГОСТ Р ХХХХ-ХХ и/или методических рекомендациях по применению классификации запасов к месторождениям соответствующих полезных ископаемых [3]. |

Если $σ\_{R,m,отн.}>σ\_{R,д,отн.}$,то внутрилабораторную прецизионность результатов анализа признают неудовлетворительной.

В том случае, если внутрилабораторная прецизионность результатов анализа признана неудовлетворительной, результаты анализа данного диапазона (класса) бракуются. Лаборатория и геологическое подразделение выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению. После выяснения и устранения причин неудовлетворительных результатов анализа все пробы диапазона (класса) подлежат повторному анализу.

**6 Внешний геологический контроль**

6.1 Внешний геологический контроль предназначен для оценки величин систематических расхождений между результатами анализов, полученными в основной и контролирующей лабораториях.

6.2 Внешний геологический контроль целесообразно выполнять одной контролирующей лабораторией.

6.3 Материалом проб для внешнего геологического контроля служат дубликаты аналитических проб.

6.4 В партию проб включаются только те пробы, которые прошли внутренний геологический контроль, то есть охарактеризованные в основной лаборатории двумя результатами – основным (рядовым) $C\_{i1}$ и контрольным $C\_{i2}$.

Из партии исключаются пробы, в которых содержание компонента по данным основного и контрольного результатов анализов, полученных в основной лаборатории, различаются более чем на три допустимых средних квадратических отклонения воспроизводимости, установленных ГОСТ Р ХХХХХ.

Примечание: - В исключительных случаях допускается одновременная отправка проб на внутренний и внешний контроль. В этом случае необходимо предусмотреть увеличение количества проб на 10 %.

6.5 Пробы, направляемые на внешний геологический контроль, должны характеризовать все диапазоны (классы) содержаний, а также все разновидности, типы и сорта твердых полезных ископаемых, если таковые выделяют.

6.6 Внешний геологический контроль должен осуществляться регулярно в течение контролируемого периода (квартал, полугодие) раздельно по лабораториям, в случае если основные анализы проводились в разных лабораториях. При этом количество контрольных проб в каждом диапазоне (классе) содержаний должно обеспечивать представительность выборки и быть не менее 30.

Диапазоны содержаний могут быть объединены при соблюдении требований п. 5.7.

6.7 Контролирующей лаборатории не сообщаются результаты анализов рядовых проб, полученные в основной лаборатории. В обязательном порядке сообщается диапазон содержаний, методика измерений, по которой выполнялись основные анализы, а также минеральный состав направляемых проб для выбора наиболее рациональной методики измерений внешнего контрольного анализа.

По возможности контролирующая лаборатория выполняет анализы проб принципиально другим методом количественного химического анализа.

6.8 В контролирующей лаборатории анализы проб выполняют со 100% внутрилабораторным контролем, в соответствии с рекомендациями [5].

6.9 Для оценки качества выполнения анализа в контролирующей лаборатории в партию рабочих проб могут быть зашифрованы контрольные пробы.

6.10 Статистическая обработка данных внешнего контроля по каждому диапазону (классу) содержаний, типу и сорту твердого полезного ископаемого проводится по периодам (квартал, полугодие, год - в зависимости от количества проб), раздельно по каждой методике измерений и каждой лаборатории, выполняющей основные анализы.

6.11 По результатам внешнего контроля вычисляются значения систематического расхождения между результатами основной и контролирующей лабораторий с учетом его знака.

6.12 Значения систематического расхождения с учетом его знака рассчитывают по формуле:

$\overbar{d}= \frac{\sum\_{i=1}^{m}(\overbar{C\_{ip}}- \overbar{C\_{ik}})}{m}$, (5)

$\overbar{d}\_{, отн.}= \frac{\overbar{d}∙100}{\overbar{C\_{p}}}$, (6)

$\overbar{C\_{ip}}= \frac{C\_{i1}+C\_{i2}}{2}$ , (7)

$\overbar{C\_{ik}}= \frac{C´\_{i1}+C´\_{i2}}{2}$ , (8)

$\overbar{C\_{p}}= \frac{\sum\_{i=1}^{m}C\_{ip}}{m}$ , (9)

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| где | $$\overbar{d}$$ | - систематическое расхождение между результатами анализа, полученными в основной и контролирующей лабораториях, выраженное в абсолютных единицах измерения массовой доли компонента; |
|  | $$\overbar{d}\_{, отн.}$$ | - относительное систематическое расхождение между результатами анализа, полученными в основной и контролирующей лабораториях, %; |
|  | $$C´\_{i1}$$ | – результат анализа $i$ -той пробы, полученный в контролирующей лаборатории; |
|  | $$C´\_{i2}$$ | – результат анализа$ i$ -той пробы, полученный в контролирующей лаборатории при 100 % внутреннем контроле; |
|  | $$\overbar{C\_{ip}}$$ | – среднее содержание компонента в *i-*той пробе, определенное в основной лаборатории; |
|  | $$\overbar{C\_{ik}}$$ | – среднее содержание компонента в *i*-той пробе, определенное в контролирующей лаборатории; |
|  | $$\overbar{C\_{p}}$$ | – среднее содержание компонента в диапазоне (классе) содержаний в m пробах по результатам анализа в основной лаборатории; |
|  | *m* | – число контрольных проб, *i* = 1, 2,…*m.* |

6.13 При проверке значимости систематической составляющей абсолютной погрешности с помощью *t*-критерия (критерий Стъюдента) рассчитывают значение:

$t\_{расч.}= \frac{\left|\overbar{d}\right|∙\sqrt{m}}{σ\_{d}}$, (10)

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| где | $σ\_{d}$  | – среднее квадратическое отклонение (СКО) единичных расхождений $d\_{i}$ между результатами анализа $\overbar{C\_{ip}}$ и $\overbar{C\_{ik}}$. |

Значение $σ\_{d}$ рассчитывают по формуле:

$σ\_{d}= \frac{\sqrt{\sum\_{i=1}^{m}(d\_{i}-\overbar{d})^{2}}}{m-1}$. (11)

6.14 Если $t\_{расч}\leq t\_{табл} $, то для данной доверительной вероятности $P$ и при данном числе степеней свободы $f=(m-1)$ систематическая погрешность расхождений результатов анализов основной и контролирующей лабораторий незначима.

Если расчетное значение $t\_{расч}>t\_{табл} $, то систематическая погрешность результатов анализов основной и контролирующей лабораторий значима и оценивается величиной $\bar{d}$ или $\overbar{d}\_{, отн.}$ .

Значения $t\_{табл}$ приведены в Приложении А. Значение доверительной вероятности от 0,7 до 0,95 выбирают в зависимости от определяемого компонента, типа и сорта твердого полезного ископаемого и возможных экономических последствий принятия гипотезы о случайном характере расхождений.

6.15 Систематическая погрешность может быть признана незначимой на фоне допустимого среднего квадратического отклонения воспроизводимости $σ\_{R,д,отн.}$ по ГОСТ Р ХХХХХ, если для контролируемого диапазона содержаний выполняются следующее условие:

$|\overbar{d}\_{, отн.}|\leq K\_{p}⋅σ\_{R,д,отн.}$, (12)

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| где |  |  – коэффициент, зависящий от величины $σ\_{R,д,отн.}$:$K\_{p}$ = 0,80 при $σ\_{R,д,отн.}, \%$ от 0,7 до 1,0 вкл.;$K\_{p}$ = 0,65 при $σ\_{R,д,отн.}, \%$ св. 1,0 до 1,5 вкл.;$K\_{p}$ = 0,55 при $σ\_{R,д,отн.}, \%$ св 1,5 до 2,0 вкл.;$K\_{p}$ = 0,45 при $σ\_{R,д,отн.}, \%$ св. 2,0 до 5,0 вкл.;$K\_{p}$ = 0,33 при $σ\_{R,д,отн.}, \%$ св. 5,0. |

6.16 Если оба критерия незначимы, то результаты внешнего контроля признаются удовлетворительными.

6.17 Если по одному из критериев (п. 6.14 или п.6.15) систематическая погрешность оказалась значимой, то решение о приемлемости ее величины для данного компонента, типа и сорта твердого полезного ископаемого принимается компетентным лицом, исходя из экономических показателей.

6.18 Если выявлены систематические расхождения, которые могут иметь значение при подсчете запасов, руководство организации, выполняющей геологоразведочные работы, организует арбитражный геологический контроль.

**7. Арбитражный геологический контроль**

7.1 Назначение арбитражного геологического контроля состоит в следующем:

- выявление лаборатории (основной или контролирующей), допускающей систематические расхождения в анализах;

- установление причин систематических расхождений и разработка мероприятий для устранения этих причин;

- уточнение величины систематической погрешности;

- решение вопроса о необходимости и целесообразности введения поправочных коэффициентов и их величины в результаты основных анализов геологических проб.

7.2 Для арбитражного геологического контроля привлекается лаборатория высокого рейтинга, работающая с внутрилабораторной прецизионностью не превышающей допустимые нормы по ГОСТ ХХХX при реализации методик измерений в конкретно рассматриваемом случае (определение содержаний именно тех компонентов, по которым имеются расхождения между основной и контролирующей лабораториями).

7.3 Условия проведения арбитражного геологического контроля должны быть согласованы договором с основной лабораторией на выполнение аналитических работ.

7.4 В лабораторию, выполняющую арбитражный геологический контроль, направляют дубликаты аналитических проб, по которым имеются результаты внешних контрольных анализов. На контроль направляет не менее 30 проб по каждому диапазону (классу) содержаний и периоду работы основной лаборатории, по которым выявлены систематические расхождения.

7.5 В партию проб, направляемую на арбитражный геологический контроль, включаются в зашифрованном виде стандартные образцы, бланки. Стандартные образцы включаются в партию проб диапазона (класса), содержание определяемого компонента в котором близко к аттестованному содержанию этого компонента в стандартном образце.

Для каждого стандартного образца должно быть получено не менее 30 результатов анализов.

7.6 Результаты арбитражного геологического контроля сравниваются с результатами как основной лаборатории, так и контролирующей лаборатории.

Примечание - При проведении арбитражного геологического контроля рекомендуется массовую долю компонентов определять в трех аналитических навесках пробы.

7.7 Статистическая обработка результатов арбитражного геологического контроля осуществляется аналогично с обработкой данных внешнего геологического контроля (п. 6).

При этом данные арбитражного геологического контроля принимают за истинные, а установленную систематическую погрешность относят к тем результатам, полученным в основной или в контролирующей лабораториях, которые имеют систематическую погрешность по данным арбитражных анализов.

7.8 При подтверждении арбитражным геологическим контролем систематических расхождений, допускаемых основной лабораторией по отдельным периодам выполнения анализа и диапазонам содержаний следует выяснить их причины и разработать мероприятия по их устранению.

Решение о необходимости повторного анализа всех проб данного диапазона (класса) содержаний и периода работы основной лаборатории или о целесообразности введения в результаты основных анализов этих проб соответствующего коэффициента принимается организацией, проводящей геологоразведочные работы, после оценки возможного влияния ошибок анализа на достоверность определения средних мощностей, и площадей тел полезных ископаемых, средних содержаний и запасов полезных компонентов.

7.9 В случае необходимости поправочный коэффициент рассчитывается по формуле:

$K=(100-\bar{d}´\_{, отн})/100$, (13)

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| где | $$\bar{d}´\_{, отн}$$ | - относительное систематическое расхождение результатов основных анализов для данного диапазона (класса) содержаний, выявленное при арбитражном геологическом контроле, %. |

При расчете поправочного коэффициента необходимо учитывать знак $\bar{d}´\_{, отн}$. Исправленный результат основного анализа $i$ -той пробы $С\_{i1}^{исп}$ находят по формуле:

$С\_{i1}^{исп}=K⋅C\_{i1}$, (14)

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| где |  | – результат анализа *-*той пробы, полученный в основной лаборатории (рядовой анализ), %. |

7.10 При наличии систематических ошибок различной величины в выборках по нескольким соседним классам содержаний необходимо выполнить корреляционный анализ зависимости между величиной систематических расхождений и содержанием анализируемого компонента и рассчитать уравнение регрессии для введения поправок в результаты анализов основной лаборатории.

7.11 Введение поправочных коэффициентов не допускается без проведения арбитражного геологического контроля.

**8 Контроль правильности результатов анализа с применением стандартных образцов**

8.1Контроль правильности результатов анализа основан на информации, получаемой в лабораториях (основной, контролирующей, выполняющей арбитражный геологический контроль) за установленный период контроля (квартал, полугодие и т.д.) при выполнении серии контрольных измерений содержания компонентов в достаточно представительном наборе стандартных образцов, аналогичных исследуемым пробам.

8.2 В качестве стандартных образцов используются образцы состава твердых полезных ископаемых, прошедшие стадии характеризации по анализируемым компонентам:

- межгосударственные стандартные образцы (МСО);

- государственные стандартные образцы (ГСО);

- отраслевые стандартные образцы (ОСО);

- стандартные образцы предприятия (СОП).

8.3 При формировании набора стандартных образцов для контроля правильности результатов аналитических работ должны быть учтены следующие требования:

- вещественный состав СО должен быть максимально близким к вещественному составу руды месторождения;

- погрешность аттестации (расширенная неопределенность) стандартных образцов по интересующему компоненту не должна превышать 1/3 от допустимого среднего квадратического отклонения воспроизводимости, установленного для методик III категории точности по ГОСТ Р ХХХХХ;

- стандартные образцы должны соответствовать требованиям ГОСТ 8.315 и ГОСТ Р 8.871;

- производство стандартных образцов должно быть выполнено компетентным производителем.

Примечание: - Производители стандартных образцов, выполняющие требования стандарта ISO 17034, считаются компетентными.

8.4 Стандартный образец должен представлять собой однородный порошковый материал, крупность частиц которого соответствует аналитическим пробам.

8.5 Стандартные образцы должны быть выбраны в соответствии с диапазонами (классами) содержаний определяемых компонентов.

8.6 Стандартные образцы не должны отличаться по массе и упаковке от проб, среди которых они помещаются в партии. Пробы и помещенные среди них стандартные образцы должны иметь сквозную нумерацию.

8.7 Геологическое подразделение несёт ответственность за представительность пробы стандартного образца в случае её отбора от материала экземпляра стандартного образца (фасовки, упаковки).

8.8 Целесообразно использовать стандартные образцы, изготовленные на основе материала исследуемого твердого полезного ископаемого. Преимущество таких стандартных образцов заключается в том, что они имеют одинаковый минеральный состав с рядовыми пробами.

8.9 Не допускается использовать для контроля те же стандартные образцы, которые используются лабораториями для внутрилабораторного контроля и градуировки средств измерений.

8.10 Геологическая организация должна закупать стандартные образцы или заказывать их изготовление перед началом аналитических работ. Количество (номенклатуру и массу) стандартных образцов определяют исходя из общего количества основных и контрольных проб.

8.11 Для контроля точности результатов анализа по всему диапазону (классу) содержаний одного определяемого компонента рекомендуется применять несколько стандартных образцов.

8.12 Для получения надежных заключений о правильности результатов анализа должно быть выполнено не менее 15 измерений по каждому используемому стандартному образцу.

8.13 При статистической обработке результатов контроля из общего числа измерений ($m\geq 15$) исключаются результаты, которые расходятся с аттестованным содержанием компонента в стандартном образце более чем на $2,5⋅σ\_{R,д,отн.}$.

Число исключенных результатов в выборке не должно превышать 7 %. В противном случае необходимо выяснить и устранить причины получения аномальных результатов.

8.14 По экспериментальным данным рассчитывают фактические значения среднего квадратического отклонения ($\tilde{σ}\_{R}$) и систематической погрешности результатов контрольных определений, выраженное средним арифметическим отклонением результатов анализа от аттестованного содержания компонента в стандартном образце ($\overbar{d}\_{j}$), характеризующее правильность результатов анализа.

8.15 Оценку величины $\tilde{σ}\_{R,отн}$, характеризующую внутрилабораторную прецизионность, проводят по результатам измерений, выполненных в разное время, желательно разными исполнителями, на разных приборах установленных типов, с применением реактивов разных партий и т.п.

8.16 Значения $\tilde{σ}\_{вт}$ и $\tilde{σ}\_{вт, отн}$ вычисляют по формулам:

; (15)

, (16)

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| где |  | - среднее арифметическое результатов анализов стандартного образца; |
|  |  | - $j$ -ый результат анализа стандартного образца (). |

8.17 Значения $\overbar{d}\_{j}$ и $\overline{d}\_{j, отн}$ вычисляют по формулам:

$\overbar{d}\_{j}=\frac{\sum\_{j=1}^{m}d\_{j}}{m}=\overline{C}-C\_{o}$ (17)

$d\_{j}=C\_{j}-C\_{o}$, (18)

$\overline{d}\_{j, отн}=\frac{\overline{d\_{j}}⋅100}{C\_{o}}$, (19)

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| где | $C\_{o}$ | - сертифицированное (аттестованное) значение определяемого компонента в стандартном образце, |
|  | $$d\_{j}$$ | - единичное расхождение между $j$ -ым результатом анализа и сертифицированным (аттестованным) значением определяемого компонента в стандартном образце; |
|  | $$\overbar{d}\_{j}$$ | - среднее систематическое расхождение между $j$ -ым результатом анализа и сертифицированным (аттестованным) значением определяемого компонента в стандартном образце; |
|  | $$\overline{d}\_{j, отн}$$ | - относительное среднее систематическое расхождение между $j$ -ым результатом анализа и сертифицированным (аттестованным) значением определяемого компонента в стандартном образце, %; |

Статистическую значимость $\overbar{d}\_{j}$ и $\overline{d}\_{j, отн}$ оценивают в соответствии с п.п 6.13-6.18.

8.18 Если $\overline{d}\_{j, отн}$ незначимо, вычисляют $\tilde{σ}\_{Σ}$ и $\tilde{σ}\_{Σ,отн}$, характеризующие средние квадратичные отклонения погрешности измерений:

$\tilde{σ}\_{Σ}=\sqrt{\frac{\sum\_{j=1}^{m}(C\_{j}-C\_{o})^{2}}{m}}$; (20)

$\tilde{σ}\_{Σ,отн}=\frac{\tilde{σ}\_{Σ}⋅100}{C\_{o}}$ (21)

При этом должно выполняться условие $\tilde{σ}\_{R,отн}≈\tilde{σ}\_{Σ,отн}$.

8.19 Категорию точности анализа (соответствие значений $\tilde{σ}\_{R,отн}$, $\tilde{σ}\_{Σ,отн}$ допустимым относительным средним квадратическим отклонениям воспроизводимости) устанавливают в соответствии с
ГОСТ ХХХХ.

8.20 Контроль правильности результатов анализа с применением стандартных образцов в исключительных случаях может заменить внешний геологический контроль. В этом случае дополнительно к п.8.1-8.19 должны выполняться следующие требования:

- количество измерений каждого стандартного образца должно быть увеличено до 30 ($m\geq 30$);

- стандартный образец должен быть включен (зашифрован) в каждый контролируемый диапазон;

8.21 Если выявлены систематические расхождения, которые могут иметь значение при подсчете запасов, руководство организации, выполняющей геологоразведочные работы, организует арбитражный геологический контроль в соответствии с п.7.

8.22 В случае если внешний геологический контроль выполнен только с применением стандартных образцов (п. 8.20) и выявлены систематические расхождения, которые могут иметь значение при подсчете запасов, руководство организации, выполняющей геологоразведочные работы, организует арбитражный геологический контроль в соответствии с п.7.

В этом случае на арбитражный контроль направляются дубликаты аналитических проб, прошедших внутренний геологический контроль. Количество контрольных проб в каждом диапазоне (классе) содержаний должно обеспечивать представительность выборки и быть не менее 30.

Стандартные образцы, используемые для внешнего контроля основной лаборатории, следует включить в зашифрованном виде в партию проб, сдаваемых на арбитраж. Для каждого стандартного образца должно быть получено не менее 15 результатов контрольных анализов.

**9 Контроль заражения проб с применением бланков**

9.1 Для контроля заражения проб при проведении количественного химического анализа рекомендуется использовать бланки.

9.2 Бланки должны иметь определенное положение в реестре (наряд-заказе, ведомости) проб (например, каждая пятидесятая проба). Лаборатория должна анализировать пробы в строгой последовательности, соответствующей перечню проб.

9.3 В случае выявления у бланка результата анализа более нижнего диапазона измерений компонента по методике должны быть установлены причины заражения и оценен вклад заражения в результаты анализов. Если величина заражения вносит значительный вклад в результаты, то их бракуют и проводят повторный анализ всех проб как до загрязненного бланка, так и после него (до следующего незагрязненного бланка). Отбор навесок для анализа производится из остатков аналитических проб.

**10 Анализ результатов геологического контроля**

10.1 Анализ результатов геологического контроля должен проводится оперативно ответственным лицом геологической службы предприятия, сразу после получения результатов анализов от лабораторий. Это повышает эффективность геологического контроля и позволяет не допустить использование некорректных (аномальных) результатов анализов в создании базы данных геологического объекта (проекта).

10.2 При получении некорректных (аномальных) результатов анализов, необходимо незамедлительно провести обсуждение с лабораторией. В лабораторию сообщается, что выданные результаты по реестру (наряд-заказу, ведомости) или за какой-либо период не прошли геологический контроль. В лабораторию могут быть переданы расчетные данные по контролю. При этом номера контрольных проб, сертифицированные (аттестованные) значения стандартных образцов не передаются.

В случае если будет принято решение об отзыве части результатов анализов, от лаборатории должно быть получено официальное письмо с указанием недействительных (отозванных) протоколов испытаний.

Примечание - Рекомендуется проводить аудит лаборатории, выполняющей основные анализы, не менее одного раза за время осуществления геологических работ. Аудит может быть проведен как силами заказчика, так и с привлечением третьей стороны.

10.3 Для анализа результатов геологического контроля рекомендуется использовать графическое методы представления результатов анализа (например, контрольные карты Шухарта, методы составления графиков сходимости результатов сопряженных проб, таких как графики Томпсона-Говарта, графики Q-Q, графики рассеяния и т.п.), которые позволяют наглядно видеть процесс контроля, оперативно предпринимать корректирующие меры, анализируя данные контроля.

Графическое представление результатов контроля может выполняться с использованием программного обеспечения, которое облегчает процесс обновления базы данных геологического объекта (проекта).

10.4 Методы анализа результатов геологического контроля регламентируются внутренними документами геологических предприятий.

10.5 Результаты анализов должны приниматься только после получения удовлетворительных результатов геологического контроля. Это требование (условия приемки по качеству результатов) должно оговариваться в каждом договоре на выполнение аналитических работ.

**Приложение А**

(справочное)

Таблица А – значения критерия Стьюдента (t-критерия) для различных уровней значимости

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
|  |  |  |
| 1 | 12,71 | 6,31 |
| 2 | 4,30 | 2,91 |
| 3 | 3,18 | 2,35 |
| 4 | 2,78 | 2,13 |
| 5 | 2,57 | 2,02 |
| 6 | 2,45 | 1,94 |
| 7 | 2,37 | 1,90 |
| 8 | 2,31 | 1,86 |
| 9 | 2,26 | 1,83 |
| 10 | 2,23 | 1,81 |
| 11 | 2,20 | 1,80 |
| 12 | 2,18 | 1,78 |
| 13 | 2,16 | 1,77 |
| 14 | 2,15 | 1,76 |
| 15 | 2,13 | 1,75 |
| 16 | 2,12 | 1,75 |
| 17 | 2,11 | 1,74 |
| 18 | 2,10 | 1,73 |
| 19 | 2,09 | 1,73 |
| 20 | 2,09 | 1,73 |
| 21 | 2,08 | 1,72 |
| 22 | 2,07 | 1,72 |
| 23 | 2,07 | 1,71 |
| 24 | 2,06 | 1,71 |
| 25 | 2,06 | 1,71 |
| 26 | 2,06 | 1,71 |
| 27 | 2,05 | 1,70 |
| 28 | 2,05 | 1,70 |
| 29 | 2,04 | 1,70 |
| 30 | 2,04 | 1,70 |
| 40 | 2,02 | 1,68 |
| 60 | 2,00 | 1,67 |
| 120 | 1,98 | 1,66 |

**Библиография**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| [1] | Федеральный закон от 29 июня 2015 г. N 162-ФЗ | «О стандартизации в Российской Федерации» |
| [2] | Федеральный закон от 21 февраля 1992 г. N 2395-I | «О недрах» |
| [3] | Утверждены распоряжением МПР России от 05.06.2007 г. № 37-р. | Методические рекомендации по применению классификации запасов к месторождениям соответствующих полезных ископаемых |
| [4] | РМГ 61Рекомендации по межгосударственной стандартизации | Государственная система обеспечения единстваизмерений. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки |
| [5] | Рекомендации по межгосударственной стандартизацииРМГ 76-2010 | Государственная система обеспечения единстваизмерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа |
|  |  |  |

**\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_**

УДК 658.562.23 ОКС 17.020 ОКС 01.020

Ключевые слова: твердые полезные ископаемые, внутренний геологический контроль, внешний геологический контроль, арбитражный геологический контроль, контрольная проба, стандартный образец, дубликат, бланк.

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Руководитель предприятия-разработчика стандарта |  |  |
| Генеральный директор\_\_\_\_  должность |  |  |
| ФГБУ «ВИМС»\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_наименование предприятия-разработчика стандарта | \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_личная подпись | А.А. Коровкоинициалы, фамилия |
| Руководитель разработки Первый зам. ген. директора по осн. деятельностидолжность | \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_личная подпись | А. А. Рогожин\_инициалы, фамилия |
| Исполнитель Зав. отделом – главный метролог\_должность | \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_личная подпись | М. И. Лебедеваинициалы, фамилия |
| Исполнитель Главный специалист\_ должность | \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_личная подпись | Е.В. Ступаковаинициалы, фамилия |