



Державна служба  
геології та надр  
України



ДКЗ

Івано-Франківський національний технічний університет нафти і газу  
Інститут геологічних наук Національної академії наук України  
Київський національний університет імені Тараса Шевченка  
Львівський національний університет імені Івана Франка

2024 

# МАТЕРІАЛИ КОНФЕРЕНЦІЇ

IX міжнародна науково-практична конференція

## НАДРОКОРИСТУВАННЯ В УКРАЇНІ. ПЕРСПЕКТИВИ ІНВЕСТУВАННЯ

7-11 жовтня 2024, м. Львів, Україна

IX international scientific-practical conference

## SUBSOIL USE IN UKRAINE. PROSPECTS FOR INVESTMENT

7-11 october 2024, Lviv, Ukraine

## **ЗАСТОСУВАННЯ ПРОЦЕДУРИ ЗАБЕЗПЕЧЕННЯ ЯКОСТІ І КОНТРОЛЮ ЯКОСТІ (QA/QC) ЩОДО АНАЛІТИЧНИХ ДОСЛІДЖЕНЬ (НА ПРИКЛАДІ РОЗВІДКИ ПОЛОХІВСЬКОГО РОДОВИЩА)**

*Слободян Б.І.<sup>1</sup>, sbiv@ukr.net, Гейченко М.В.<sup>2</sup>, geich@ukr.net,*

*1 – Інститут геохімії, мінералогії та рудоутворення ім. М.П. Семененка НАН України, м. Київ, Україна,*

*2 – ТОВ «Укрлітійвидобування», Кіровоградська область, смт. Мала Віска, Україна*

Викладено окремі практичні аспекти застосування процедур забезпечення якості і контролю якості (QA/QC), щодо аналітичних досліджень, при дорозвідці Полохівського родовища літію. Зазначені процедури є обов'язковими при оцінці ресурсів і запасів корисних копалин за міжнародними стандартами (JORC Code, NI 43-101 та інші). Показано основні відмінності від аналогічних процедур які застосовуються в Україні. Методичні підходи до вирішення завдань якості аналітичних досліджень удосконалюватимуть і підвищуватимуть достовірність даних при геологічному вивченні родовищ корисних копалин.

## **APPLICATION OF THE QUALITY ASSURANCE AND QUALITY CONTROL (QA/QC) PROCEDURE FOR ANALYTICAL RESEARCH (ON THE EXAMPLE OF EXPLORATION OF POLOHIVSKY FIELD)**

*Slobodian B.<sup>1</sup>, sbiv@ukr.net, Geichenko M.<sup>2</sup>, geich@ukr.net,*

*1 – Institute of Geochemistry, Mineralogy and Ore Formation named after M.P.Semenenko of the National Academy of Sciences of Ukraine, Kyiv, Ukraine,*

*2 – UkrLithiumMining LLC (ULM), Kirovohrad Region, village Mala Viska, Ukraine*

Certain practical aspects of the application of quality assurance and quality control (QA/QC) procedures, in relation to analytical studies, in the exploration of the Polokhiv lithium deposit are outlined. The specified procedures are mandatory when estimating mineral resources and reserves according to international standards (JORC Code, NI 43-101 and others). The main differences from similar procedures used in Ukraine are shown. Methodical approaches to solving problems of the quality of analytical research will improve and increase the reliability of data in the geological study of mineral deposits.

**Вступ.** За попередні роки в Україні розвідано і оцінено пошуковими роботами тисячі родовищ і рудо проявів рудних і нерудних корисних копалин. Значна частина з них пройшла експертизу в ДКЗ Радянського Союзу і України і прийнята на Державний Баланс родовищ корисних копалин. Методологічною основою їх аналітичного забезпечення (в тому числі і в роки незалежності України) були «радянські» інструкції і методики виконання вимірювань. Аналізи виконувались в мережі Центральних і експедиційних лабораторій державних геологічних підприємств. Ключова відмінність цього аналітичного забезпечення від прийнятого в міжнародній практиці полягає в методах, принципах і підходах до забезпечення якості і контролю якості (QA/QC). Аналітичні дослідження це основа подальшої оцінки мінеральних ресурсів. Відсутність сучасних процедур QA/QC щодо аналітичних досліджень робить практично неможливим «камеральну» трансформацію запасів затверджених і оцінених за «радянськими» стандартами у відповідні ресурси і запаси JORC Code, NI 43-101 та інших. Відсутність оцінки мінеральних ресурсів і запасів корисних за міжнародними стандартами (JORC Code , NI 43-101 та інші) є одним із основних стримуючих факторів залучення інвестицій від провідних гірничорудних компаній світу.

**Мета досліджень.** Розробка процедур забезпечення якості і контролю якості(QA/QC), щодо аналітичних досліджень, при розвідці Полохівського родовища. Оцінка мінеральних ресурсів Полохівського родовища літію згідно вимог Кодексу JORC, 2012.

**Об'єкти і методика досліджень.** Об'єкт досліджень – гірські породи, літєві руди і рудні тіла геологічних комплексів Полохівського родовища літію.

### **Методи та матеріали.**

Методологічною основою дослідження став наступний комплекс методів:

– геостатистичні методи;

– емпіричні методи – спостереження, порівняння та опис, вимірювання;

– аналітичні методи – ІСР спектрометрія.

Матеріалом для цього дослідження були передусім результати аналітичних досліджень при дорозвідці Полохівського родовища у 2019-2020 роках.

#### **Результати досліджень.**

Вимоги міжнародних Кодексів (NI-43-101, JORC..) – Супровід геологорозвідувальних робіт програмами достовірності та якості:

«Програми контролю достовірності повинні систематично виконуватися як частина будь-якої програми геологорозвідувальних робіт. Така програма має підтвердити достовірність відбору проб, їх збереження, підготовки проб та аналітичних досліджень.» [2]. Загальну характеристику програми забезпечення і контролю якості, за матеріалами [5], наведено в табл. 1.

Таблиця 1

#### **Загальна характеристика програми QA/QC**

N	Види контролю	Методи і засоби контролю:
1	Аналіз даних розвідки минулих років	Дублювання свердловин, переопробування керну, дублікатів.
2	Топографічна зйомка	10 – 20% контрольної зйомки іншим приладом (іншим підрядником)
3	Буріння	Завірювальні роботи (здвоєні свердловини, контроль інклінометрії – 10-20%)
4	Відбір проб	Правильність нанесення лінії розпили, відбір польових дублікатів, контроль ваги (рядової проби та дублікату)
5	Пробопідготовка	Контроль забруднення, контроль правильності підготовки проби: використання бланків, дублікатів дроблення, ситовий контроль
6	Аналітичні роботи	Контрольні проби – стандарти, бланки, дублікати стирання
7	Інтерпретація результатів – моделювання та підрахунок ресурсів	Завірення бази даних для моделювання
8	Звіт про Мінеральні Ресурси	Завірювальне моделювання іншим методом

**Аналітичні роботи.** Основною відмінністю процедури забезпечення і контролю якості хімічних аналізів (процедура QA/QC), яка прийнята у світі і використовується для оцінки ресурсів корисних копалин за міжнародними стандартами (JORC 2012 та інші), від процедур контролю згідно з нормативними документами України є використання в партіях проб для поточного аналізу:

– зашифрованих проб з відомим **аномальним** вмістом хімічних елементів (srт-сертифікований референтний матеріал) – **проби стандартів**;

– зашифрованих проб з відомим **фоновим** вмістом хімічних елементів (srт-сертифікований референтний матеріал) – **бланкові проби**;

– зашифрованих проб з раніше проаналізованих рядових проб (різних класів вмісту) – **дублікати проб**.

#### **Прийнята в Україні процедура контролю і забезпечення якості аналітичних досліджень**

Контроль базується на методиці, визначеній інструктивним документом ДКЗ СРСР, який діяв ще в радянські часи: «**Инструкция по применению классификации запасов к месторождениям литиевых и цезиевых руд**» [1] .

Для визначення **випадкових похибок** проводився **внутрішній контроль** шляхом аналізу зашифрованих контрольних проб, відібраних із дублікатів аналітичних проб, в тій же лабораторії, яка виконувала основні аналізи.

Для виявлення і оцінки можливих **систематичних похибок** здійснювався **зовнішній контроль**, в лабораторії, затвердженій в якості контрольної уповноваженим державним органом, що здійснював геологорозвідувальні роботи.

За результатами обробки даних контролю відносна середньоквадратична похибка, яка визначена за результатами внутрішнього контролю, не повинна була перевищувати значень, вказаних в Методичних рекомендаціях [3] (табл. 2).

Таблиця 2

**Гранично допустимі відносні середньоквадратичні похибки за класами вмісту Li<sub>2</sub>O у руді**

Компонент	Класи вмісту компонента у руді, %	Гранично допустимі відносні середньоквадратичні похибки, %
Li <sub>2</sub> O	більше 1	7
	0,5-1	10
	0,2-0,5	13
	0,1-0,2	17
	0,05-0,1	22

У випадку виявлення за даними **зовнішнього контролю систематичних розбіжностей** між результатами аналізів основної і контролюючої лабораторії проводився **арбітражний контроль**. Цей контроль виконувався в лабораторії, затвердженій в якості арбітражної уповноваженим державним органом, що здійснював геологорозвідувальні роботи.

На арбітражний контроль надсилались аналітичні дублікати рядових проб, по яким є результати рядових і зовнішніх контрольних аналізів і які зберігались в лабораторії. Контролю підлягали 30-40 проб по кожному класу вмісту Li<sub>2</sub>O, в якому виявлені систематичні розбіжності [3].

При виконанні дорозвідки у 2019-2020 роках була застосована міжнародна процедура забезпечення і контролю якості (QA/QC).

Для її забезпечення в компанії OREAS (Австралія) були придбані відповідні сертифіковані референтні матеріали (srn): **бланки і стандарти**.

Таблиця 3

**Перелік стандартних зразків і бланкових проб, придбаних у компанії OREAS**

ч/ч	Стандартні зразки, Бланкові проби	Сертифікати (посилання)	Вміст, %	
			Li	Li <sub>2</sub> O
1	OREAS 147	<a href="https://www.oreas.com/downloads/?fileId=3812">https://www.oreas.com/downloads/?fileId=3812</a>	0,227	0,488
2	OREAS 148	<a href="https://www.oreas.com/downloads/?fileId=1702">https://www.oreas.com/downloads/?fileId=1702</a>	0,476	1,025
3	OREAS 751	<a href="https://www.oreas.com/downloads/?fileId=1836">https://www.oreas.com/downloads/?fileId=1836</a>	0,463	0,997
4	OREAS 752	<a href="https://www.oreas.com/downloads/?fileId=1681">https://www.oreas.com/downloads/?fileId=1681</a>	0,695	1,50
5	OREAS 753	<a href="https://www.oreas.com/downloads/?fileId=1683">https://www.oreas.com/downloads/?fileId=1683</a>	0,985	2,121
6	OREAS 999	<a href="https://www.oreas.com/downloads/?fileId=1685">https://www.oreas.com/downloads/?fileId=1685</a>	2.65	5.70
7	OREAS 21e	<a href="https://www.oreas.com/downloads/?fileId=962">https://www.oreas.com/downloads/?fileId=962</a>	0,00148	0,0031
8	OREAS 22e	<a href="https://www.oreas.com/downloads/?fileId=965">https://www.oreas.com/downloads/?fileId=965</a>	0,00146	0,0031

Для визначення **випадкових похибок** проводився внутрішній контроль шляхом аналізу зашифрованих контрольних проб, відібраних із дублікатів аналітичних проб, в тій же

лабораторії, яка виконувала основні аналізи (лабораторія Bureau Veritas, м. Ванкувер, Канада).

Для виявлення і оцінки можливих **систематичних похибок** здійснювався зовнішній контроль (QC) в лабораторії SGS (м. Лейкфілд, Канада), прийнятої ТОВ «УКРЛІТІЙВИДОБУВАННЯ» в якості контрольної. На зовнішній контроль надсилались дублікати аналітичних проб, які пройшли внутрішній контроль і зберігались в основній лабораторії.

**Обсяг внутрішнього і зовнішнього контролю** повинен був забезпечувати представництво виборки по кожному класу вмісту  $\text{Li}_2\text{O}$ . По кожному з виділених класів вмістів корисного компонента виконувалось більше 30 контрольних аналізів (для внутрішнього контролю в середньому 46 проб, для зовнішнього 36 проб).

Контроль якості визначення вмістів корисних компонентів оцінювався за результатами аналізів із комбінації проб:

**Первинні стандарти** – проби із відомим вмістом  $\text{Li}_2\text{O}$  представлені пробами сертифікованого референтного матеріалу (таблиця 3), які представляють високі, середні і низькі вмісти  $\text{Li}_2\text{O}$  (придбані на комерційній основі у компанії OREAS, Australia).

**Чисті (бланкові) проби** – проби стандартного зразку кварцу порожні щодо вмісту  $\text{Li}_2\text{O}$  (придбані на комерційній основі у компанії OREAS, Australia).

**Дублікати** – проба з аналітичних дублікатів з відомим вмістом  $\text{Li}_2\text{O}$  за попередніми аналітичними вимірюваннями. Дублікати проб основного аналізу, що направляються на внутрішній контроль, характеризують основні класи вмісту  $\text{Li}_2\text{O}$  (%):  $\geq 1$ ; 0,5-1; 0,2-0,5. Для забезпечення представництва вибірки по класам вмісту  $\text{Li}_2\text{O}$  до контролю залучено від 39 до 57 проб.

Частка проб внутрішнього контролю якості в середньому склала **12,7% (280 проб)**, в тому **4,7% проб сертифікованого референтного матеріалу (OREAS)**, **6,3% проб з аналітичних дублікатів і 1,7% бланкових проб**.

Проби, що відправлені для аналізу в лабораторію BV були розділені на 7 партій (таблиця 4). За програмою контролю у партію рядових проб, що надсилаються у лабораторію BV, в середньому включались у зашифрованому вигляді 1 проба стандартного зразку на кожні 20 проб, 1 проба з аналітичних дублікатів на кожні 20 проб і 1 бланкова проба на кожні 60 проб.

Таблиця 4

Характеристика партій проб на хімічний аналіз

Номери партій	Кількість проб всього, в тому числі				
	загальна	рядові	стандарти	бланкові	дублікати
1	250	223	18	9	0
2	209	185	17	7	0
3	421	383	14	3	21
4	459	415	16	5	23
5	478	430	18	5	25
6	575	523	21	6	25
7	94	47	0	2	45
ВСЬОГО	2486	2206	104	37	139

На зовнішній контроль в лабораторію SGS (м. Лейкфілд, Канада), прийнятої в якості контрольної, надіслано і проаналізовано **120 проб, в тому числі 109 дублікати аналітичних проб, які пройшли внутрішній контроль, 8 проб сертифікованого референтного матеріалу (OREAS) і 3 бланкові проби**.

Обробка даних контрольного аналізу здійснювалась за методикою визначеною інструктивним документом ДКЗ СРСР, згідно якого визначалась методика і основні обсяги геологорозвідувальних робіт з вивчення Полохівського родовища в 1989-2002 роках:

«Инструкция по применению классификации запасов к месторождениям литиевых и цезиевых руд».

За результатами обробки даних контролю відносна середньоквадратична похибка, яка визначена за результатами внутрішнього і зовнішнього контролю, не перевищує значень, вказаних в інструкції ДКЗ СРСР.

**Висновок щодо програми внутрішнього і зовнішнього контролю аналізів**

**Стандарти OREAS, дублікати проб, бланкові проби**

Всі проаналізовані проби по всім класам вмісту Li<sub>2</sub>O знаходяться в допустимих межах, що вказує на відсутність забруднення під час підготовки /аналізу проб та хорошу відтворюваність результатів.

**Рекомендовані обсяги включення.** Чітких норм щодо обсягу контролю міжнародні стандарти не містять. Компанії керуються «усталеною практикою» геологорозвідувальних робіт. Узагальнені рекомендації, на основі аналізу десятків реалізованих проектів, найбільш повно викладені в статті Armando Simón Méndez «Питання сучасної практики контролю якості при геологорозвідувальних роботах» [4].

Для правильної оцінки прецизійності, точності та ймовірного рівня зараження проб на всіх етапах ланцюжка «випробування – підготовка проб – аналіз», до комплексної програми контролю якості слід включати всі види та підвиди контрольних проб.

Загальні пропозиції щодо пропорцій включення контрольних проб наведені в табл. 5.

**Таблиця 5**

**Програма контролю якості ядерних проб: пропозиції по пропорції включення [4]**

Вид контрольної проби	Підвид		Пропонована пропорція включення
Дублікат	Парні взірці	2%	6%
	Дублікати грубого помолу	2%	
	Аналітичні дублікати	2%	
Стандартний взірець	Стандарти	6%	6%
Холоста проба	Холоста грубого помолу	2%	4%
	Холоста тонкого помолу	2%	
Проби контрольних партій (зовнішній контроль)	Проби контрольних партій (зовнішній контроль)	4%	4%

**ВИСНОВКИ**

На Полохівському родовищі, у 2019-2020 роках була проведена розвідка родовища літєвих руд за міжнародними стандартами оцінки ресурсів і запасів. В першу чергу це стосується широкого застосування процедури QA/QC-забезпечення і контролю якості при аналітичних дослідженнях.

1 Процедури QA/QC, стосовно аналітичних досліджень, є ключовими для можливості оцінки мінеральних ресурсів і запасів корисних копалин за міжнародними стандартами.

2 Необхідно виконати перегляд існуючих та розробку нових нормативних документів (методик та інструкцій) стосовно застосування сучасних процедур і методів забезпечення і контролю якості при аналітичних роботах.

3 Наявність оцінки мінеральних ресурсів і запасів корисних за міжнародними стандартами ( JORC Code , NI 43-101 та інші) є ключовою умовою залучення інвестицій від провідних гірничорудних компаній світу.

### Список використаних джерел:

1. Інструкція із застосування класифікації ДКЗ СРСР до запасів літєвих руд, Москва, 1982 р.
2. Кодекс *JORC 2012* [https://admin.ponen.kz/uploads/files/libraryDocuments/izdannyi\\_perevod\\_JORC\\_2012.pdf](https://admin.ponen.kz/uploads/files/libraryDocuments/izdannyi_perevod_JORC_2012.pdf)
3. Методичні рекомендації щодо змісту, оформлення і порядок подання на розгляд Державної Комісії по запасах корисних копалин матеріалів геолого-економічних оцінок родовищ металічних і неметалічних корисних копалин. Затверджені наказом ДКЗ України № 293 від 1 липня 2015 р.
4. Armando Simón Méndez The issue of modern quality control practice in geological exploration AMEC International Ingeniería y Construcciones Limitada (Chile), 2009
5. Pavel Mukhin, FAIG and FPONEN, 2019р, КазЦинк, Усть-Каменогорськ.