■ СЛИЧЕНИЯ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ / REFERENCE MATERIAL COMPARISONS

DOI: 10.20915/2077-1177-2017-13-2-37-47

УДК 549.08:550.8.08

МЕЖЛАБОРАТОРНЫЕ СРАВНИТЕЛЬНЫЕ ИСПЫТАНИЯ В МИНЕРАЛОГИЧЕСКИХ РАБОТАХ

© Е. Г. Ожогина, М. И. Лебедева, Е. А. Горбатова

ФГБУ «Всероссийский институт минерального сырья им. Н. М. Федоровского»,
Москва, Российская Федерация
e-mail: vims-ozhogina@mail.ru, ORCID: 6603335616

Поступила в редакцию 20 июня 2017 г., после доработки – 18 июля 2017 г.

Принята к публикации – 20 июля 2017 г.

Введение. Деятельность ФГБУ «ВИМС» направлена на обеспечение точности и сопоставимости результатов минералого-аналитических исследований, сопровождающих геологоразведочные и технологические работы. Оценка качества результатов исследований осуществляется метрологическими инструментами, одним из которых являются межлабораторные сравнительные испытания.

Цель работы. Цель межлабораторных сравнительных испытаний (МСИ) – оценка результатов рентгенографического количественного фазового анализа искусственной смеси минералов и подтверждение технической компетентности испытательных лабораторий.

Методы исследования. Порядок проведения межлабораторных сравнительных испытаний: разработка программы и ее утверждение; сбор и регистрация заявок от лабораторий, желающих принять участие в Программе МСИ; подготовка и единовременная рассылка образцов для контроля с сопутствующими информационными материалами участникам эксперимента; статистическая обработка полученных результатов; оформление, утверждение и рассылка документов, подтверждающих участие лабораторий. Образец для контроля представлен гомогенизированной искусственной смесью минералов (кварц, каолинит, кальцит и пирит). Контроль точности (качества) результатов испытаний осуществлялся рентгенографическим количественным фазовым анализом.

Результаты. Результаты МСИ показали высокий уровень компетентности испытательных лабораторий. Суммарный процент сомнительных и неудовлетворительных результатов составил менее 11%, процент невыполненных равен нулю. Межлабораторные сравнительные испытания в минералогических работах являются важным инструментом для контроля компетентности испытательных лабораторий.

Ключевые слова: испытательные лаборатории, межлабораторные сравнительные испытания, точность и сопоставимость результатов испытаний, образец для контроля точности результатов испытаний, рентгенографический количественный фазовый анализ, метрологическая оценка, однофакторный дисперсионный анализ, однородность искусственной смеси минералов

Ссылка при цитировании:

Ожогина Е. Г., Лебедева М. И., Горбатова Е. А. Межлабораторные сравнительные испытания в минералогических работах // Стандартные образцы. 2017. Т. 13. № 2. С. 37–47. DOI 10.20915/2077-1177-2017-13-2-37-47.

For citation:

Ozhogina E. G., Lebedeva M. I., Gorbatova E. A. Interlaboratory comparison tests in mineralogical works. Standartnye obrazcy = Reference materials, 2017, vol. 13, no. 2, pp. 37–47. DOI 10.20915/2077-1177-2017-13-2-37-47 (In Russ.)

INTERLABORATORY COMPARISON TESTS IN MINERALOGICAL WORKS

© Elena G. Ozhogina, Maria I. Lebedeva, Elena A. Gorbatova

All-Russian Scientific-Research Institute of Mineral Resources
Named After N. M. Fedorovsky (VIMS)
Moscow, the Russian Federation
E-mail: vims-ozhogina@mail.ru

Received – June 20, 2017; Revised – July 18, 2017
Accepted for publication – July 20, 2017

Introduction. Activities of FSBI «VIMS» are aimed at ensuring accuracy and comparability of the results of mineralogical analyses accompanying exploration and technological work. Evaluation of the research result quality is carried out with the help of various metrological instruments, one of which is an interlaboratory comparison test.

Purpose. The purpose of interlaboratory comparison tests (ICTs) is to assess the results of X-ray quantitative phase analysis of an artificial mixture of minerals and to confirm the level of competence of testing laboratories.

Methods. The procedure of conducting interlaboratory comparison tests is as follows: development of the programme and its approval; collecting and registering applications from laboratories, willing to participate in the ICT programme; preparation and simultaneous sending control samples with accompanying information materials to those participating in the experiment; statistical processing of obtained results; drawing up, approval and circulation of documents confirming participation of the laboratories. The control sample is a homogenized artificial mixture of minerals (quartz, kaolinite, calcite and pyrite). The accuracy (quality) control of the test results was carried out by X-ray quantitative phase analysis.

Results. The ICT results show a high level of competence of testing laboratories. For unreliable and unsatisfactory results percentages total less than 11 %, the percentage for unfulfilled results is equal to zero. Interlaboratory comparison tests in mineralogical works are an important means for controlling competence of testing laboratories.

Keywords: testing laboratories, interlaboratory comparison tests, accuracy and comparability of test results, a sample for accuracy control of test results, X-ray quantitative phase analysis, metrological evaluation, one-way analysis of variance, homogeneity of an artificial mixture of minerals

Используемые в статье сокращения

ФГБУ «ВИМС» – Федеральное государственное бюджетное учреждение «Всероссийский институт минерального сырья им. Н. М. Федоровского»
МСИ – межлабораторные сравнительные испытания
УКАРМ – система управления качеством минералогических работ
ОК – образец для контроля
СОФС – стандартный образец фазового состава и свойств минералов
НСАМ – Научный совет по аналитическим методам
МП – методика предприятия
МУ – методические указания
РКФА – рентгенографический количественный фазовый анализ
МНР – Министерство природных ресурсов

Abbreviations used in the article

FSBI «VIMS» – Federal State Budgetary Institution
«All-Russian Scientific-Research Institute of Mineral Resources named after N. M. Fedorovsky».
ICT – interlaboratory comparison tests
QMSMW – the quality management system of mineralogical works
SC – control sample
RMPC – reference material for phase composition and properties of minerals
SCAM – The scientific Council on analytical methods
EM – enterprise methodology
MI – methodical instructions
Q-PXRD – X-ray quantitative phase analysis
MNR – The Ministry of Natural Resources

Введение

Минералогические исследования являются неотъемлемой частью геологоразведочных работ на твердые полезные ископаемые, эффективность которых непосредственно зависит от качества проведенных измерений. Главным требованием к минералогическому изучению является получение полной, достоверной, метрологически оцененной и имеющей юридическую силу информации о вещественном составе и строении горных пород и руд.

Многообразие и сложность объектов природного и техногенного происхождения, подвергающихся минералогическим исследованиям для решения различных задач, требует практически всегда привлечения комплекса физических методов анализа. Поэтому современный минералогический анализ – это комплекс методов изучения горных пород, руд и техногенного сырья, позволяющий получить необходимую и достаточную информацию об их минеральном составе, морфоструктурных характеристиках, реальном химическом составе, строении и свойствах слагающих их минералов. В этом комплексе уверенно лидируют количественные методы минералогического анализа – рентгенографический, оптико-минералогический и оптико-геометрический [1]. Следует отметить, что рентгенографический количественный фазовый анализ (РКФА) является ведущим методом количественного анализа природного и техногенного минералогического сырья [2–6].

Широкое использование количественных методов минералогического анализа в геологической и в смежных областях народного хозяйства определяет необходимость совершенствования и развития системы управления качеством минералогических работ (УКАРМ), охватывающей все этапы работ и включающей в себя нормативные документы, методики анализа и стандартные образцы состава и свойств минералов. Нормативные документы системы УКАРМ регламентируют нормы погрешности, процедуры разработки и аттестации методик анализа и порядок испытаний стандартных образцов фазового состава и свойств минералов, проведение всех видов контроля качества результатов анализа, тем самым устанавливая требования к лабораториям, выполняющим минералогические анализы [7].

Минералогические исследования полезных ископаемых проводятся в организациях различной ведомственной принадлежности, имеющих отличающиеся приборную и методическую базы, кадровый состав, поэтому принципиальное значение приобретает внеш-

ний лабораторный контроль, предусматриваемый системой УКАРМ. Одной из эффективных форм внешнего контроля являются МСИ, позволяющие оценить достоверность результатов, полученных в каждой отдельной лаборатории, и получить информацию о реальной точности методик измерений в целом. МСИ дают возможность оценить качество проводимых измерений в лабораториях, провести корректирующие действия для обеспечения единства измерений и показать техническую компетентность лабораторий.

В настоящее время МСИ проводятся в основном в аналитических лабораториях и испытательных центрах при определении элементного состава исследуемых образцов. МСИ для оценки качества минералогических работ в мировой практике осуществляются крайне редко. Например, Геологической службой США (USGS) организованы сравнительные испытания для комплекса минералого-аналитических методов изучения угля [8], Технологическим центром керамических изделий и стекла (CTCV, Португалия) проведены межлабораторные сравнения по гранулометрическому анализу порошка кварца [9]. В Российской Федерации МСИ для оценки качества минералогических работ ранее не проводились.

Цель настоящей работы заключалась в организации МСИ для оценки качества результатов РКФА и подтверждения технической компетентности испытательных лабораторий, осуществляющих минералогические исследования полезных ископаемых.

Обзор литературы

Основным документом, регламентирующим порядок использования проверки квалификации деятельности лабораторий в процессе их аккредитации, является Руководство Международной организации по аккредитации лабораторий *ILAC P9:06/2014* «Политика *ILAC* по участию в деятельности по проверке квалификации» [10].

Требования к обеспечению качества результатов испытаний, позволяющих контролировать их достоверность, определены п. 5.9 ГОСТ ИСО/МЭК 17025 «Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий» [11] и п. 23.11 приказа Минэкономразвития России [12].

ГОСТ ISO/IEC 17043 «Оценка соответствия. Основные требования к проведению проверки квалификации» [13], РМГ 103 «Государственная система обеспечения единства измерений. Проверка квалификации испытательных (измерительных) лабораторий, осуществляющих испытания веществ, материалов и объектов

окружающей среды (по составу и физико-механическим свойствам) посредством межлабораторных сравнительных испытаний» [14], РД «Управление качеством аналитических и минералогических работ. Организация и проведение межлабораторных сравнительных испытаний в лабораторной службе МПР России» [15] устанавливающие требования к компетентности провайдеров программ проверки квалификации, а также к разработке и реализации этих программ.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Процедура приготовления и методы исследования образца для контроля

В ФГБУ «ВИМС» разработан ОК, представляющий собой гомогенизированную искусственную смесь минералов, содержащую кварц, каолинит, кальцит, пирит с незначительной примесью доломита и гидрослюда.

Для составления искусственной смеси использовались СОФС и мономинеральная фракция кварца, выделенная из природного маршалита (рис. 1, табл. 1) [16].

Изготовление искусственной смеси минералов осуществлялось весовым методом (табл. 2) [17].

Оценка однородности материала ОК проводилась способом, основанным на многократных измерениях содержания компонентов в нескольких пробах, отобранных случайным образом от всего материала ОК, с последующей обработкой результатов по схеме однофакторного дисперсионного анализа. Измерения при определении составляющей погрешности от неоднородности материала ОК осуществлялись рентгенографическим методом [17].

Рентгенографические измерения были выполнены на автоматическом рентгеновском дифрактометре X'Pert PRO MPD (PANalytical, Нидерланды) с вертикальным θ - θ гониометром и следующей комплектацией: рентгеновская трубка PW 3373/00 с Cu-анодом ($\lambda K\alpha 1 = 1,5406 \text{ \AA}$, $\lambda K\alpha 2 = 1,54443 \text{ \AA}$), пропорциональный детектор, графитовый монохроматор перед детектором. Диаметр гониометра 240 мм.

Целью дисперсионного анализа является разложение суммарной дисперсии результатов на 2 группы:

а

б

Рис. 1. Составляющие искусственной смеси минералов: а – минералы СОФС; б – мономинеральная фракция кварца

Fig. 1. Components of the artificial mixture of minerals: a – RMPC minerals; b – monomineralic fraction of quartz

Таблица 1. Характеристика минералов

Table 1. Characteristics of minerals

Минерал	Источник	Аттестованное значение массовой доли минералов, % отн.	Абсолютная погрешность аттестованного значения, % отн. $P = 0,95$
Кварц	Мономинеральная фракция	100,0	0,3
Кальцит	СОФС 53/91 ОСО 262–92	95,0	0,5
Каолинит	СОФС 40/89 ОСО 175–85	82,0	3,7
Пирит	СОФС 16/86 ОСО 76–86	100,0	0,1

Таблица 2. Состав искусственной смеси минералов

Table 2. The composition of the artificial mixture of minerals

№	Минерал	Масса, г	Содержание мономинеральной фракции, % отн.	Приписанное значение массовой доли минералов в смеси, % отн.
1	Кварц	415	83	83,0 ± 1,1
2	Кальцит	50	10*	9,5 ± 0,3
3	Пирит	10	2	2,0 ± 0,3
4	Каолинит	25	5**	4,1 ± 0,1

Примечание: *мономинеральная фракция кальцита содержит 5% доломита, **мономинеральная фракция каолинита – 11 % гидрослюда

а) дисперсию, обусловленную сходимостью измерений ($\sigma_{\text{сх}}^2$);

б) дисперсию, обусловленную воздействием неоднородности материала ОК ($\sigma_{\text{НО}}^2$). При однофакторном дисперсном анализе суммарная погрешность определения (σ_{Σ}^2) складывается из составляющих:

$$\sigma_{\Sigma}^2 = \sigma_{\text{сх}}^2 + \sigma_{\text{НО}}^2. \quad (1)$$

Для расчета оцениваемых дисперсий необходимы следующие вычисления:

а) сумма квадратов всех данных:

$$S_1 = \sum_{i=1}^K \sum_{j=1}^n x_{ij}^2, \quad (2)$$

где x_{ij} – единичное определение, K – количество случайным образом отобранных проб, n – количество параллельных измерений;

б) сумма квадратов итогов по строкам, делимая на число параллельных определений:

$$S_2 = \frac{\sum_{i=1}^K X_i^2}{n}; \quad (3)$$

в) квадрат общего итога, деленный на общее число данных:

$$S_3 = \frac{\left(\sum_{i=1}^K X_i\right)^2}{K \cdot n}; \quad (4)$$

г) $\bar{x}$ – общее среднее всех результатов (x_{ij}):

$$\bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^K \sum_{j=1}^n x_{ij}}{K \cdot n}. \quad (5)$$

Дисперсия σ_1^2 характеризует рассеяние результатов анализа отдельных проб от общего среднего результата:

$$\sigma_1^2 = \frac{S_2 - S_3}{K - 1}. \quad (6)$$

Дисперсию σ_2^2 , характеризующую сходимостью измерений, рассчитываются по формуле:

$$\sigma_2^2 = \sigma_{\text{сх}}^2 = \frac{S_1 - S_2}{K(n-1)}. \quad (7)$$

Чтобы оценить, значимо ли дисперсия σ_1^2 превосходит дисперсию σ_2^2 , вычисляют отношение $F_{\text{расч.}}$ и сравнивают его с табличным значением F -критерия, при уровне значимости $\alpha=0,05$ или достоверной вероятности $P=0,95$ и числе степеней свободы (f) сравниваемых дисперсий $f_1 = K - 1, f_2 = K(n - 1)$.

Если $F_{\text{расч.}} \leq F_{f_1, f_2, \alpha}$, то в этом случае абсолютное и относительное значения верхней границы параметра неоднородности определяются по формулам (8) и (9):

$$\sigma_{\text{НО, max}} = \sqrt{\frac{F_{f_1, f_2, \alpha} - 1}{n}} \cdot \sigma_{\text{сх}}, \quad (8)$$

$$\sigma_{\text{НО, max, r}} = \frac{\sigma_{\text{НО, max}}}{\bar{x}} \cdot 100\%. \quad (9)$$

Величину параметра неоднородности ($\sigma_{\text{НО, r}}$) или верхнюю границу параметра неоднородности ($\sigma_{\text{НО, max, r}}$) сравнивают с величиной $\sigma_{\text{Д, r}}$. Допустимые значения параметров неоднородности распределения минералов в материале ОК ($\sigma_{\text{НО, r}}$) не должны превышать $0,33 \cdot \sigma_{\text{Д, r}}$, где $\sigma_{\text{Д, r}}$ – допустимые относительные среднеквадратичные отклонения согласно требованиям к точности количественного фазового минералогического анализа [18].

Результаты и их обсуждение

Программа МСИ искусственной смеси минералов зарегистрирована рабочим аппаратом Провайдера МСИ ФГБУ «ВИМС» под номером МСИ № 4.3/2016-

ИСМ «Искусственные смеси минералов». В программе приняли участие 7 лабораторий разных ведомственных принадлежностей. В каждую лабораторию было направлено по 1 экземпляру ОК. Согласно инструкции по выполнению анализа необходимо было провести 2 измерения указанных показателей в условиях внутрилабораторной прецизионности.

При проведении РКФА лаборатории-участники МСИ использовали оборудование и методики, перечисленные в табл. 3.

Результаты контроля гранулярного состава материала ОК методом оптико-геометрического анализа в четырех параллелях представлены на рис. 2.

Результаты дисперсного анализа представлены в табл. 4. Полученные результаты позволили сделать заключение об однородности материала ОК.

Данные анализа для порообразующих минералов относятся к III категории точности, а для каолинита – к V категории точности. Допустимое среднее квадратичное отклонение для минералов составляет: кварца – 4 %, кальцита – 12 %, пирита – 14 %, каолинита – 50 % [18]. Стабильность аттестованных значений массовой доли минералов обеспечивалась физико-химической устойчивостью минералов ОК. Масса 1 экземпляра материала ОК составляет 10 г, что является достаточным для проведения МСИ.

Таблица 3. Приборно-методическое оснащение лабораторий-участниц МСИ

Table 3. Instrument and methodical equipment of laboratories participating in interlaboratory comparison tests

Номер лаборатории	Используемое оборудование	Применяемые алгоритмы и методики
1	Дифрактометр рентгеновский SHIMADZU XRD-6000	Количественный расчет с использованием программного продукта SIROQUOANT Version 4.0
2	Дифрактометр рентгеновский XRD-7000	Количественный расчет с использованием программного продукта SIROQUOANT
3	Дифрактометр рентгеновский ART X'TRA	МУ НСАМ № 21 «Рентгенографический количественный фазовый анализ с использованием метода внутреннего стандарта»
4	Дифрактометр рентгеновский XRD-7000	МУ НСАМ № 21 «Рентгенографический количественный фазовый анализ с использованием метода внутреннего стандарта»
5	Дифрактометр рентгеновский Maxima XRD-7000	Метод Ритвельда с использованием программного продукта SIROQUOANT Version 4.0
6	Дифрактометр рентгеновский D2 PHASER	МП-03/РФ-2015 «Рентгенографический фазовый анализ осадочных горных пород»

Рис. 2. Результаты оптико-геометрического анализа искусственной смеси минералов по одному определению: а – микрофотография препарата в проходящем свете, б – гистограмма и таблица распределения массового гранулярного состава по классам крупности

Fig. 2. The results of the opto-geometrical analysis of the artificial mixture of minerals by one definition: а – micrograph of the drug in transmitted light; б – the bar chart and the table showing distribution of the mass granular composition by size classes

Таблица 4. Результаты однофакторного дисперсионного анализа
Table 4. The results of variance analysis

Минерал				
Кварц	4	1,6	1,28	1,32
Кальцит	12	0,23	2,59	3,96
Пирит	14	0,07	3,45	4,62
Каолинит	50	0,32	6,94	16,50

Результаты межлабораторных сравнительных испытаний

Результаты МСИ в графической интерпретации приведены на рис. 3.

Обработка экспериментальных данных, полученных при проведении МСИ, проведена в соответствии с требованиями РМГ 103 по алгоритму оценки качества результатов испытаний при проверке квалификации испытательных лабораторий с использованием Z-индексов.

Для каждого полученного от испытательной лаборатории-участницы МСИ среднего значения вычислено значение Z-индекса (Z) результата испытаний по следующей формуле:

$$Z = \frac{X - C}{\sigma(\Delta_d)}$$

где X – результат испытаний, полученный от лаборатории, представляющий собой среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений;

C – приписанное значение ОК для определяемого показателя;

$\sigma(\Delta_d)$ – среднее квадратическое отклонение допускаемой погрешности, равное $\Delta_d/2$;

Δ_d – допускаемая погрешность – значение характеристики погрешности, установленное для методики испытаний, соответствующее приписанному значению ОК.

Заключение о качестве результатов испытаний контролируемого объекта по каждому определяемо-

Рис. 3. Графики распределения полученных результатов испытаний. Пунктирной линией ограничен интервал $(C \pm \Delta_d)$, в котором результаты анализов признаны удовлетворительными ($\Delta_d = 1,96 \sigma_d$), сплошной линией отмечено приписанное значение ОК

Fig. 3. Graphs showing distribution of the obtained test results. A dashed line indicates the interval $(C \pm \Delta_d)$ in which the analysis results were found to be satisfactory ($\Delta_d = 1,96 \sigma_d$); a solid line shows the assigned value of the control sample

му показателю принято на основе сравнения значения индекса $|Z|$ с установленными нормативами контроля 2,0 и 3,0:

- при $|Z| \leq 2,0$ качество результатов испытаний признают удовлетворительным;
- при $2,0 < |Z| \leq 3,0$ качество результатов испытаний признают сомнительным и подлежащим дополнительной проверке;
- при $|Z| > 3,0$ качество результатов испытаний признают неудовлетворительным.

В результате статистической обработки данных, представленных лабораториями-участниками, была построена диаграмма количественного соотношения результатов анализов, признанных удовлетворительными, сомнительными, неудовлетворительными и невыполненными, приведенная на рис. 4.

Суммарный процент сомнительных и неудовлетворительных результатов составил менее 11 %. Процент невыполненных равен нулю – все лаборатории выполнили измерения по всем заданным показателям.

Неудовлетворительные и сомнительные результаты получены только при определении содержания пирита – доля удовлетворительных результатов составляет всего 57,1 % (рис. 5), по остальным минералам получены удовлетворительные оценки.

Неудовлетворительные результаты при определении пирита связаны с применением разных вариантов метода РКФА. Максимальные погрешности

Рис. 4. Соотношение результатов реализации программы МСИ № 4.3/2016 – ИСМ

Fig. 4. The ratio of the results of the program No. 4.3/2016 – AMM

получены при выполнении РКФА на дифрактометре XRD-7000 с использованием программного продукта SIROQUANT Version 4.0, а также выбранной методики МП-03/ПФ-2015 «Рентгенографический фазовый анализ осадочных горных пород».

По итогам сформирован отчет по реализации Программы МСИ № 4.3/2016 – ИСМ, содержащий сводные таблицы и графики с результатами участия всех лабораторий, используемые методики и методы анализа, диаграммы количественного соотношения результатов анализов, признанных удовлетворительными, сомнительными, неудовлетворительными и невыполненными как в целом по Программе, так и отдельно по определяемым компонентам. В свя-

Рис. 5. Соотношение результатов анализов по определяемым минералам

Fig. 5. The ratio of the test results for specific minerals

зи с тем, что результаты испытаний, полученные участниками МСИ, и оценка качества этих результатов являются конфиденциальной информацией, которая без согласия лаборатории не подлежит разглашению, в сводном отчете названия лабораторий не раскрываются, а приводятся под кодовыми номерами (шифрами). Это один из основных принципов проведения МСИ.

Таким образом, по окончании Программы МСИ каждый участник получил следующий комплект документов: свидетельство участника МСИ, заключение и сводный отчет по результатам участия лаборатории с указанием только собственного кодового номера.

Выводы

В ФГБУ «ВИМС» впервые реализован алгоритм контроля качества результатов минералогических исследований посредством МСИ. Полученные результаты могут быть использованы лабораториями при прохождении процедур аккредитации и подтверждения технической компетентности.

Вклад соавторов

Вклад всех авторов в организации и проведение МСИ является равнозначным.

Все авторы прочли и одобрили окончательный вариант рукописи.

ЛИТЕРАТУРА

1. Ожогин Д. О., Ожогина Е. Г. Перспективы развития количественных методов минералогического анализа // Разведка и охрана недр. 2017. № 4. С. 33–36.
2. Tamer M. Quantitative Phase Analysis Based on Rietveld Structure Refinement for Carbonate Rocks // Journal of Modern Physics. 2013. № 4. pp. 1149–1157.
3. AL-Dhahir T. Quantitative Phase Analysis for Titanium Dioxid From X-Ray Powder Diffraction Data Using The Rietveld Method // Diyala Journal For Pure Sciences. 2013. Vol. 9. № 2. pp. 108–119.
4. Quantification of crystalline fraction of solid slag film using X-ray powder diffraction / Yang Changlin et al // Powder Diffraction. Vol. 31, № 1. 2016, pp. 40–51
5. Sun M. X. Hu, X. Zhou, J. Gu Determination of minor quantities of linezolid polymorphs in a drug substance and tablet formulation by powder X-ray diffraction technique // Powder Diffraction. Vol. 32. 2017. № 2. pp. 78–85. doi: <https://doi.org/10.1017/S0885715617000069>.
6. Uday Das, Tanusri Dey, Paramita Chatterjee, Alok K. Mukherjee Structure determination from X-ray powder diffraction, DFT calculation, and Hirshfeld surface analysis of two fused bicyclic and tricyclic compounds // Powder Diffraction. 2017. Vol. 32. № 2. pp. 86–92. doi: <https://doi.org/10.1017/S0885715617000173>
7. Мошкова М. В. Обеспечение качества лабораторно-аналитических исследований твердых полезных ископаемых // Недропользование XXI век. 2001. № 3 (78). С. 68–71.
8. Finkelman R. B., Fiene F. L., Miller R. N., Simon F. O. Interlaboratory Comparison of Mineral Constituents in a Sample from the Herrin (No. 6) Coal Bed from Illinois // U. S. GEOLOGICAL SURVEY CIRCULAR 932. 1984. URL: <https://pubs.usgs.gov/circ/1984/0932/report.pdf>.

REFERENCES

1. Ozhogin D. O., Ozhogina E. G. Future development of quantitative methods of mineralogical analysis. Prospect of mineral resources, 2017, no.4, pp. 33–36.
2. Tamer M. Quantitative Phase Analysis Based on Rietveld Structure Refinement for Carbonate Rocks. Journal of Modern Physics, 2013, no. 4, pp. 1149–1157.
3. AL-Dhahir T. Quantitative Phase Analysis for Titanium Dioxid From X-Ray Powder Diffraction Data Using The Rietveld Method. Diyala Journal For Pure Sciences, 2013, Vol. 9, no. 2, pp. 108–119.
4. Changlin Yang, Guanghua Wen, Ping Tang, Chaochao Xi and Qihao Sun. Quantification of crystalline fraction of solid slag film using X-ray powder diffraction. Powder Diffraction, Vol. 31, 2016, no. 1, pp. 40–51
5. Sun M. X. Hu, X. Zhou, J. Gu Determination of minor quantities of linezolid polymorphs in a drug substance and tablet formulation by powder X-ray diffraction technique. Powder Diffraction, 2017, Vol. 32, no. 2, pp. 78–85. doi: <https://doi.org/10.1017/S0885715617000069>.
6. Uday Das, Tanusri Dey, Paramita Chatterjee, Alok K. Mukherjee Structure determination from X-ray powder diffraction, DFT calculation, and Hirshfeld surface analysis of two fused bicyclic and tricyclic compounds. Powder Diffraction, 2017, Vol. 32, no. 2, pp. 86–92. doi: <https://doi.org/10.1017/S0885715617000173>
7. Moshkova M. V. Quality assurance laboratory and analytic researches of firm minerals. Subsurface management XXI century. 2001. no. 3 (78). pp. 68–71.
8. Finkelman R. B., Fiene F. L., Miller R. N., Simon F. O. Interlaboratory Comparison of Mineral Constituents in a Sample from the Herrin (No. 6) Coal Bed from Illinois. U. S. GEOLOGICAL SURVEY CIRCULAR 932. 1984. Available at: <https://pubs.usgs.gov/circ/1984/0932/report.pdf>.

9. By Eng, Dra. RosárioAmaral, Rui Lucas. Interlaboratory Comparison of Analytical Results a Measure of Quality Control // URL: http://www.micromeritics.com/Repository/Files/Interlaboratory_Comparison_of_Analytical_Results_a_Measure_of_Quality_Control.pdf.
10. ILAC–P9:06/2014 ILAC Policy for Participation in Proiciency Testing Activities in the accreditation process for inspection bodies.
11. ГОСТ ИСО/МЭК 17025–2009 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий. Стандартиформ, 2012. 29 с.
12. Об утверждении Критериев аккредитации, перечня документов, подтверждающих соответствие заявителя, аккредитованного лица критериям аккредитации, и перечня документов в области стандартизации, соблюдения требований которых заявителями, аккредитованными лицами обеспечивает их соответствие критериям аккредитации: приказ Минэкономразвития РФ от 30 мая 2014 г. № 326 (Москва) // Рос.газета.– 2014.– 27 авг. URL: <http://www.rg.ru/2014/08/27/akkreditacia-dok.html>.
13. ГОСТ ИСО/МЭК 17043–2013 Оценка соответствия. Основные требования к проведению проверки квалификации // Стандартиформ, 2014. 34 с.
14. РМГ 103-2010 ГСИ. Проверка квалификации испытательных (измерительных) лабораторий, осуществляющих испытания веществ, материалов и объектов окружающей среды (по составу и физико–химическим свойствам) посредством межлабораторных сравнительных испытаний // Стандартиформ, 2011. 39 с.
15. РД «Управление качеством аналитических и минералогических работ. Организация и проведение межлабораторных сравнительных испытаний в лабораторной службе МПР России». 2003.
16. МР НСОММИ № 162. Оптико-минералогический анализ шлиховых и дробленых проб.
17. ОСТ 41-08-266-04 Методики количественного фазового анализа горных пород, руд и техногенных образований. Разработка, аттестация, утверждение.
18. ОСТ 41-08-267-04 «Разработка, изготовление и применение аттестованных смесей для фазового анализа минерального сырья».
9. By Eng, Dra. RosárioAmaral, Rui Lucas. Interlaboratory Comparison of Analytical Results a Measure of Quality Control. Available at: http://www.micromeritics.com/Repository/Files/Interlaboratory_Comparison_of_Analytical_Results_a_Measure_of_Quality_Control.pdf.
10. ILAC–P9:06/2014 ILAC Policy for Participation in Proiciency Testing Activities in the accreditation process for inspection bodies.
11. GOST ISO/IEC 17025:2009 General requirements for the competence of testing and calibration laboratories. Moscow, Standartinform Publ., 2012, 29 p. (In Russ.)
12. Order of the Ministry of Economic Development No. 326 of 30/05/2014 «On approval of accreditation criteria, of the list of documents confirming the compliance of applicant and accredited entity's with accreditation criteria, and the list of regulatory documents in the field of standardization, the compliance with which ensures the applicants' and accredited entities' conformity with accreditation criteria». (In Russ.)
13. GOST ISO/IEC 17043:2013 Conformity assessment. General requirements for proficiency testing. Moscow, Standartinform Publ., 2014, 34 p. (In Russ.)
14. RMG 103-2010 State system for ensuring the uniformity of measurements. Proficiency testing of test (measurement) laboratories, conducting the tests of substances, materials and environmental objects (for composition and physico–chemical properties) by means of interlaboratory comparisons. Moscow, Standartinform Publ., 2011, 39 p. (In Russ.)
15. GD «Quality management of analytical and mineralogical work. The organization and carrying out of comparative tests in the laboratory service of the MNR of Russia». 2003.
16. MR SCMRM № 162. Optical mineralogical analysis of placer and crushed samples.
17. IS 41-08-266-04 Methods of quantitative phase analysis of rocks, ores and technogenic formations. Development, certification, and approval.
18. IS 41-08-267-04 «Development, production and use of certified mixtures for phase analysis of mineral raw materials».

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Ожогина Елена Германовна – д. геол.-минерал. наук, зав. минералогическим отделом Федерального государственного бюджетного учреждения «Всероссийский институт минерального сырья им. Н. М. Федоровского» (ФБГУ «ВИМС»). Российская Федерация, 119017, Москва, пер. Старомонетный, 31
e-mail: vims-ozhogina@mail.ru

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Elena G. Ozhogina – Dr. Sci. (Geol.-Min.), Head of the Mineralogy Department, Federal State Budgetary Institution «All-Russian Scientific-Research Institute of Mineral Resources named after N. M. Fedorovsky». 31 Staromonetny lane, Moscow, 119017, the Russian Federation
e-mail: vims-ozhogina@mail.ru

Лебедева Мария Игоревна – гл. метролог Федерального государственного бюджетного учреждения «Всероссийский институт минерального сырья им. Н. М. Федоровского» (ФБГУ «ВИМС»).
Российская Федерация, 119017, Москва,
пер. Старомонетный, 31
e-mail: lebedeva.vims@gmail.com

Горбатова Елена Александровна – д. геол.-минерал. наук, зам. заведующего минералогического отдела Федерального государственного бюджетного учреждения «Всероссийский институт минерального сырья им. Н. М. Федоровского» (ФБГУ «ВИМС»).
Российская Федерация, 119017, Москва,
пер. Старомонетный, 31
e-mail: lena_gorbatova@mail.ru

Maria I. Lebedeva – Head metrologist, Federal State Budgetary Institution «All-Russian Scientific-Research Institute of Mineral Resources named after N. M. Fedorovsky».
31 Staromonetny lane, Moscow, 119017, the Russian Federation
e-mail: lebedeva.vims@gmail.com

Elena A. Gorbatova – Dr. Sci. (Geol.-Min.), Deputy Head of the Mineralogy Department, Federal State Budgetary Institution «All-Russian Scientific-Research Institute of Mineral Resources named after N. M. Fedorovsky».
31 Staromonetny lane, Moscow, 119017, the Russian Federation
e-mail: lena_gorbatova@mail.ru