

ГП «Центральная лаборатория»
при Государственном комитете промышленности,
энергетики и недропользования Кыргызской Республики.
Провайдер межлабораторных сличительных испытаний
Аттестат аккредитации КГ №417/КЦА.ППТ.002

УТВЕРЖДАЮ:

Директор ГП «Центральная
лаборатория» при Государственном
комитете
промышленности, энергетики и
недропользования Кыргызской
Республики


« » 2021 г. Мурзаев К.З.



ОТЧЕТ
по проверке квалификации лабораторий
выполняющих анализ различных типов руд и горных пород

Раунд: МЛС № 0010-ГП-2020,

(окончательный)

Координатор МЛС №0010-ГП-2020
Полевая А.В.
г. Бишкек, бул. Эркиндик, 2
тел. + 996 (312) 300-255
e_mail: central1940@gmail.com

*Все сведения, предоставленные лабораториями в рамках данной программы
межлабораторных сличительных испытаний, считаются конфиденциальными.
Эта информация, однако, может быть предоставлена органам по оценке лабораторий.*

СОДЕРЖАНИЕ

1. Введение.....	3 стр.
2. Участники проверки квалификации МЛС №0010-ГП-2020	4 стр.
3. Контрольные образцы.....	5 стр.
4. Методы испытаний	6 стр.
5. Результаты измерений	7 стр.
6. Оценка качества работы участников.....	8 стр.
7. Оценка качества результатов испытаний с использованием z-индекса.....	9 стр.
8. Графическое представление результатов.....	10 стр.
9. Анализ результатов раунда МЛС	11 стр.
10. Выводы.....	11 стр.
11. Рекомендации	11 стр.
12. Используемая литература.....	12 стр.

1. Введение

Данная программа проверки квалификации (далее - МЛС) испытательных лабораторий (далее – ИЛ) выполнена согласно требованиям ГОСТ ИСО/МЭК 17043-2013, ГОСТ Р ИСО 5725-2-2002, ГОСТ Р 50779.60-2017 (ИСО 13528:2015).

Проверка квалификации лаборатории – это организация, проведение и оценка качества результатов испытаний конкретного объекта по одним и тем же показателям в нескольких лабораториях в соответствии с заранее разработанной схемой.

Согласно ГОСТ ИСО/МЭК 17043-2013 основными задачами проверки квалификации лабораторий являются:

- определение оценок характеристик функционирования лабораторий;
- выявление проблем в лабораториях;
- установление результативности и сопоставление методов испытаний или измерений;
- обеспечение дополнительного доверия заказчиков лаборатории;
- подтверждение заявленной неопределенности;
- обучение участвующих лабораторий.

Способом оценивания характеристик функционирования лабораторий-участников в программе проверки квалификации лабораторий посредством МСИ является определение содержания золота и серебра в стандартны образцах состава горных пород, руд..

Каждой лаборатории-участнику МЛС был предоставлен контрольный образец для проверки квалификации под номером КО 0010-ГП-1. К каждому образцу прилагалась инструкция по применению.

В проверке квалификации МЛС №0010-ГП-2020 приняли участие 8 лабораторий. Все лаборатории-участники в целях сохранения конфиденциальности зашифрованы провайдером в случайном порядке с присвоением индивидуальных идентификационных номеров (код лаборатории).

Меры для соблюдения конфиденциальности:

- Документы, которыми обменивается провайдер и участник МЛС в процессе проведения раунда (в т.ч. по электронной почте), являются конфиденциальными;
- В отчете участники МЛС представлены под кодовыми номерами;
- Каждому участнику МЛС был сообщен только его кодовый номер;
- Доступ к сведениям о кодовых номерах и наименованиях участников имеют только координаторы раунда.

Участником МЛС может быть любая лаборатория, выполняющая анализ различных типов руд и пород, изъявившая желание принять участие в данном раунде МЛС на добровольной основе.

Все сведения, предоставленные лабораториями в рамках данной программы межлабораторных сличительных испытаний, считаются конфиденциальными. Эта информация, однако, может быть предоставлена органам по оценке лабораторий.

2. Участники проверки квалификации МЛС №0010-ГП-2020

Порядковые номера, указанные в Таблице №1 **не соответствуют** кодам лабораторий. Поэтому участники МЛС при рассмотрении данного отчета должны ориентироваться не на порядковые номера, а только на присвоенные им коды.

Таблица №1

№ п/п	Название лаборатории
1.	ОсОО «Алтынкен» (лаборатория)
2.	ОАО «Карабалтинский горно-рудный комбинат» (КГРК), Центральная научно исследовательская лаборатория (ЦНИЛ)
3.	ЗАО «Kumtor Gold Company» (лаборатория)
4.	ЗАО «Кичи-Чаарат» (лаборатория)
5.	ОсОО «KAZ Minerals Bozymchak» (лаборатория)
6.	ОсОО «STEWART ASSAY AND ENVIRONMENTAL LABORATORIES LLC»
7	ГП Центральная лаборатория при Государственном комитете промышленности, энергетики и недропользования Кыргызской Республики
8.	ОсОО «Информационно-исследовательский центр»

3. Контрольные образцы

При проведении квалификации по данной программе в качестве контрольного образца был использован стандартный образец (далее - СО) состава руды золотосодержащей ОСО № 0286/ГП -2010 (СОП 23, СОС 31, МТ-12).

Приписанные значения содержаний ингредиентов в контрольном образце приняты в соответствии с требованиями ГОСТ Р 50779.60-2017 (ИСО 13528:2015) аттестованные содержания, указанные в Паспорте на СО.

Значение метрологических характеристик СО приведены в Таблице 2.

Оборудование, используемое провайдером при приготовлении контрольного образца, и проведении испытаний при установлении стабильности и однородности проверено и откалибровано.

Провайдер самостоятельно проводил контроль однородности и стабильности контрольного образца как аккредитованная испытательная лаборатория по ГОСТ ИСО/МЭК 17025-2017

Однородность контрольного образца проверена в процессе подготовки к программе проверки квалификации, в соответствии с требованиями [2] (Приложение В).

В течение периода проведения МЛС провайдером в оценивалась стабильность контрольного образца, в соответствии с требованиями [2] (Приложение В).

Таблица 2

Аттестованная характеристика СО, единица величины	Индекс СО	Аттестованное значение СО	Погрешность аттестованного значения при $P=0,95$
Массовая доля золота, г/т	ОСО 0286/ГП-2010 (СОП 23, СОС 31, МТ-12)	32,50	$\pm 1,36$
Массовая доля серебра, г/т		13,50	$\pm 1,70$

4. Методы испытаний

При проведении испытаний участники МЛС использовали внутренние методики организаций, разработанные ими на основе стандартизированных методик. Конкретные методы измерений, используемые участниками МЛС, указаны в Таблице 3.

Таблица 3.

код	Золото, г/т	код	Серебро, г/т
6 ПА	Пробирно-гравиметрический анализ	6 ААА	Атомно-абсорбционный анализ
6 СА	Спектральный атомно-эмиссионный анализ	6 ПА	Пробирно-гравиметрический анализ
11	Пробирно-гравиметрический анализ	6 СА	Спектральный атомно-эмиссионный анализ
14	Пробирно-гравиметрический анализ с атомно-абсорбционным окончанием	11	Атомно-эмиссионный анализ с индуктивно связанной плазмой
22	Пробирно-гравиметрический анализ	14	Атомно-эмиссионный анализ с индуктивно связанной плазмой
24	Атомно-абсорбционный анализ	22	Атомно-абсорбционный анализ
28	*	24	Атомно-абсорбционный анализ
30	Пробирно-гравиметрический анализ	28	*
40 ПА ААА	Пробирно-гравиметрический анализ с атомно-абсорбционным окончанием	30 ААА	Атомно-абсорбционный анализ
40 ААА	Атомно-абсорбционный анализ	30 ПА	Пробирно-гравиметрический анализ
		40 АЭМ	Атомно-эмиссионный анализ с индуктивно связанной плазмой
		40 РФА	Рентгено-флуоресцентный анализ

*-методы испытаний участниками не указаны.

5. Результаты измерений

Координаторам были получены протоколы результатов измерений от 8 лабораторий. Результаты измерений представлены в Таблице 4.

Некоторые участники не указали параллельные определения или неопределенность результата, поэтому координатор не смог провести более глубокий анализ представленных результатов.

Таблица 4.

Код	Золото, г/т	Код	Серебро, г/т
6 ПА	32,9	6 ААА	12,10
6 СА	30	6 ПА	13,20
11	30,9	6 СА	15,00
14	31,1	11	11,94
22	29,25	14	11,95
24	31,67	22	10,25
28	27,82	24	9,68
30	30,15	28	11,15
40 ПА ААА	26,48	30 ААА	10,03
40 ААА	26,19	30 ПА	13,33
		40 АЭМ	11,02
		40 РФА	11,86

6. Оценка качества работы участников.

После проведения аналитических работ, полученные результаты были проанализированы и обработаны в соответствии с учетом требований [1, 2, 3, 4].

В ходе метрологической обработки данных получены итоговые статистики и статистики функционирования лабораторий. Определение оценки компетентности проведено в соответствии с [2].

Выявление выбросов на итоговые статистики минимизировано посредством допускаемых погрешностей, указанных в ОСТ 41-08-214-2004, а так же посредством критерия Граббса [3]. Выбросы в дальнейшем не должны участвовать в метрологической обработке результатов испытаний, т.к. они могут оказать большое отрицательное воздействие на реальную оценку результата МЛС.

Диапазон приемлемых результатов испытаний для процентной разности определяли в соответствии с [4, Приложение В]. Если значение фактической процентной разности превышало значение допускаемого норматива, т.е. погрешность результата лаборатории по конкретному ингредиенту превышала допустимое значение, указанное в ОСТ 41-08-214-2004, то в этом случае результат лаборатории считали ВЫБРОСОМ.

В данном раунде выбросы результатов на основе допускаемых нормативов отсутствуют.

Величину наибольшего и наименьшего результата испытаний из всех результатов лабораторий, для определения выбросов оценивали по таблице «Критические значения для критерия Граббса» [3, разд. 8 Таблица 5].

Сведения по фактическим значениям Граббса в данном раунде для каждого ингредиента даны в Таблице 6.

Таблица 6.

ингредиент	кол-во результатов	критические значения критерия Граббса		фактические значения критерия Граббса		оценка
		Гтаб 99%	Гтаб 95%	Gmax	Gmin	
золото	10	2,482	2,290	1,468	1,561	удов
серебро	12	2,636	2,412	1,699	1,618	удов

В данном раунде выбросы результатов по критерию Граббса отсутствуют.

7. Оценка качества результатов испытаний с использованием z-индекса.

Оценка качества результатов испытаний участников МЛС была проведена с использованием z-индекса в соответствии с [2, п.9.4].

z-индексы были рассчитаны для приписанных значений содержания ингредиентов в контрольном образце.

$$z = (x_i - x_{pt}) / \sigma_{pt}$$

где: x_i – результат участника,

x_{pt} – приписанное значение содержания ингредиента в образце

σ_{pt} – стандартное отклонению оценки компетентности.

Определение стандартного отклонения оценки компетентности выполнено в соответствии с [2]. Значение стандартного отклонения оценки компетентности по каждому определяемому ингредиенту даны в Таблице 5.

Таблица 5.

Ингредиент	Ед. измерения	Стандартное отклонение оценки компетентности
золото	г/г	3,90
серебро	г/г	2,03

- результат считают приемлемым, если $|z| \leq 2,0$;
- результат находится в зоне предупреждения (сигнал предупреждения), если $2,0 < |z| < 3,0$;
- результат считают неприемлемым (сигнал к действиям), если $|z| \geq 3,0$.

Значение числа Z-индекса и оценка результатов измерений полученные лабораториями – участниками приведены в Таблице 7.

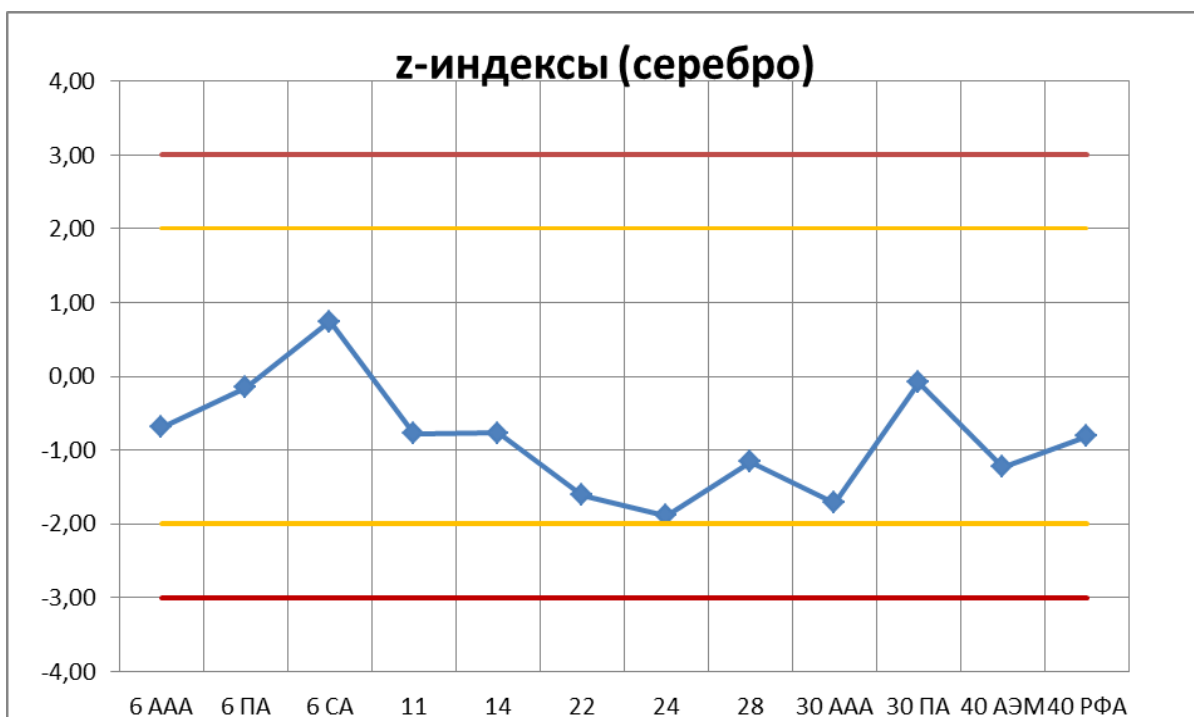
Таблица 7.

Золото, г/г			Серебро, г/г		
Код	z-индекс	Оценка	Код	z-индекс	Оценка
6 ПА	0,10	удов.	6 ААА	-0,69	удов.
6 СА	-0,64	удов.	6 ПА	-0,15	удов.
11	-0,41	удов.	6 СА	0,74	удов.
14	-0,36	удов.	11	-0,77	удов.
22	-0,83	удов.	14	-0,77	удов.
24	-0,21	удов.	22	-1,60	удов.
28	-1,20	удов.	24	-1,89	удов.
30	-0,60	удов.	28	-1,16	удов.
40 ПА ААА	-1,54	удов.	30 ААА	-1,71	удов.
40 ААА	-1,62	удов.	30 ПА	-0,08	удов.
			40 АЭМ	-1,23	удов.
			40 РФА	-0,81	удов.

8. Графическое представление результатов

Графически z-индексы представлены в виде диаграмм с учетом знака погрешности результатов испытаний.

На данных диаграммах по оси Y указаны z-индексы, по оси X – номера лабораторий. Сопоставительные диаграммы z-индексов, полученные в ходе статистической обработки данных указаны ниже.



9. Анализ результатов раунда МЛС

Обобщенные результаты оценивания качества результатов измерений приведены в Таблице 5.

Таблица 5

Измеряемый показатель	Золото	Серебро
Общее число результатов измерений	10	12
Число удовлетворительных результатов	10	12
Число сомнительных результатов	0	0
Число выбросов	0	0

10. Выводы

- Проведенная проверка квалификации показала, что все лаборатории-участники получили удовлетворительные результаты измерений.
- При оценке выявлено, что отсутствуют результаты испытаний, которые не укладываются в интервал нормированных допустимых погрешностей, а также отсутствуют неудовлетворительные результаты, оценённые по z-индексу.
- Однако оценка полноты выполнения участниками всех требований провайдера, указанных в инструкции, прилагаемой к контрольным образцам, показала, что со стороны некоторых участников были допущены нарушения в выполнении требований провайдера, а именно:
 - не указаны методы выполнения анализа, а так же не указаны параллельные определения (лаб. №28)
 - не указаны внутрилабораторные неопределенности результатов испытаний (лаб. № 14, №22, №24, №28).

11. Рекомендации

- Указывать всю информацию запрашиваемую координатором (неопределенность результатов, характеристика метода испытаний и его идентификация, значения необходимого количества параллельных определений и т.д.)
- Проверять данные, указанные в протоколах испытаний перед отправкой провайдеру.

12. Используемая литература

1. ГОСТ ИСО/МЭК 17043-2013 оценка соответствия. Основные требования к проведению проверки квалификации.
2. ГОСТ Р 50779.60-2017 (ИСО 13528:2015) Статистические методы. Применение при проверке квалификации посредством межлабораторных испытаний.
3. ГОСТ Р ИСО 5725-2-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2.
4. ОСТ 41-08-214-2004 Управление качеством аналитических работ. Оперативный лабораторный контроль воспроизводимости результатов количественных анализов минерального сырья.
5. ГОСТ ИСО/МЭК 17025-2019 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий.