

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

Провайдер межлабораторных сличительных испытаний (МЛСИ)
Аттестат аккредитации KG № 417/КЦА.ППТ.002

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

_____ Мурзабеков К.З.
" ____ " _____ 2020 г.

ОТЧЕТ

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

Раунд: МЛСИ № 0009-ГП-19,

(окончательный)

Координатор МЛСИ №0009-В-19
Алымканова Н.М
г. Бишкек, бул. Эркиндик, 2
тел. 30-02-55
e mail: nano_1980@inbox.ru

Автор отчета: Князькова А.И.

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

2020 г

СОДЕРЖАНИЕ

Общее количество страниц **25**

Стр.

Введение

1.	Общие сведения	4
2.	Лаборатории-участники МЛСИ	5
3.	Образцы для контроля (ОК).....	5
4.	Методы измерений	6
5.	Результаты измерений	6
6.	Оценка качества работы участников	7
7.	Графическое представление результатов	9
8.	Анализ результатов раунда МЛСИ	9
ВЫВОДЫ И РЕКОМЕНДАЦИИ		10
ИСПОЛЬЗУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА		11
ПРИЛОЖЕНИЯ.....		12
Приложение 1	УЧАСТНИКИ ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ МЛСИ №0009-ГП-19.....	13
Приложение 2	МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ГСО.....	15
Приложение 3	МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ И ОБОЗНАЧЕНИЕ МЕТОДИК ИСПЫТАНИЙ.....	17
Приложение 4	РЕЗУЛЬТАТЫ ИСПЫТАНИЙ.....	19
Приложение 5	КРИТИЧЕСКИЕ И ФАКТИЧЕСКИЕ ЗНАЧЕНИЯ КРИТЕРИЕВ ГРАББСА	21
Приложение 6	ОЦЕНКА КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ИСПЫТАНИЙ ПО Z-ИНДЕКСАМ.....	23

ВВЕДЕНИЕ

В соответствии с требованиями ГОСТ ISO/IEC 17025-2019 система менеджмента любой испытательной лаборатории должна предусматривать как обязательный элемент участие в программах проверки квалификации или в других видах межлабораторных сличительных испытаний (МЛСИ).

Настоящая программа проверки квалификации (далее – МЛСИ) испытательных лабораторий (далее – ИЛ) выполнена согласно требованиям ГОСТ ИСО/МЭК 17043-2013, ГОСТ Р ИСО 13528:2010, ГОСТ Р ИСО 5725-2-2002 и ОСТ 41-08-214-2004 .

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.

Основные принципы организации проверок квалификации: добровольность, открытость, компетентность, независимость, отсутствие дискриминации и конфиденциальность.

Настоящий документ содержит общие сведения о программе проверки квалификации, информацию о методах оценки, использованных при обработке полученных результатов. В отчете приведена графическая обработка данных.

Участие в проверке квалификации позволяет лабораториям:

- сопоставить свои результаты измерений с результатами других лабораторий, полученными по той же методике измерений;
- сравнить между собой результаты измерений, полученные по различным методикам измерений;
- получить независимую оценку качества результатов измерений внешней организацией.

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

1. Общие сведения

Общие сведения о раунде схемы проведения межлабораторных сличительных испытаний приведены в таблице 1.

Таблица 1 - Общие сведения о раунде МЛСИ

Наименование и обозначение раунда МЛСИ	Раунд проведения МЛСИ по измерениям показателей минерального состава воды (МЛСИ № 0009-ГП-19)
Цель	Проверка квалификации лабораторий, выполняющих испытания различных типов руд и пород, с целью оценки способности их выполнять испытания с точностью, установленной в методиках испытаний и ОСТ 41-08-214-2004.
Провайдер МЛСИ	ГП «Центральная лаборатория» при Государственном комитете промышленности, энергетики и недропользования Кыргызской Республики. Аттестат аккредитации KG № 417/КЦА.ППТ.002
Координатор МЛСИ	Менеджер по качеству Алымканова Н.М
Ответственный за подготовку образца для МЛСИ	Менеджер по качеству Алымканова Н.М
Адрес, телефон, электронная почта координатора	г. Бишкек, бул. Эркиндик, 2. тел. 30-02-55 e mail: nano_1980@inbox.ru
Обеспечение конфиденциальности	Меры для соблюдения конфиденциальности - документы, которыми обменивается провайдер и участник МЛСИ в процессе проведения раунда МЛСИ (в т.ч. по электронной почте), являются конфиденциальными; - в отчете участника МЛСИ представлены под кодовыми номерами; - каждому участнику МЛСИ был сообщен только его кодовый номер; - доступ к сведениям о кодовых номерах и наименованиях участников имеют только координаторы раунда МЛСИ; - провайдер обязуется не передавать результаты участия в МЛСИ третьим лицам без согласия Заказчика. Информация об участии испытательных лабораторий в МЛСИ предоставляется в Орган по аккредитации лабораторий
Контролируемые показатели	Массовая концентрация золота и серебра в руде (в образце контроля КО 0009-ГП-1)

Продолжение Таблицы 1

Критерии выбора участников МЛСИ	Любые лаборатории, выполняющие анализ различных типов руд и пород, изъявившие желание принять участие в данном раунде МЛСИ на добровольной основе,
Методы испытаний	Проведение испытаний в соответствии с НД на методы испытаний, используемыми в контролируемых лабораториях.

Каждый участник МЛСИ при выполнении контрольных испытаний мог исключить какие-либо ингредиенты из указанного выше списка контролируемых показателей.

Все работы по разработке программы, ее реализации, подготовке и рассылке образцов участникам были выполнены провайдером, в намеченные сроки.

2. Лаборатории-участники МЛСИ

В раунде МЛСИ №0009-ГП-19 приняли участие 8 лабораторий Кыргызской Республики и одна лаборатория Республики Узбекистан, выполняющие анализ горных пород и руд. Список лабораторий-участниц представлен в Приложении 1.

Каждой лаборатории-участнице МЛСИ в целях сохранения конфиденциальности был присвоен индивидуальный идентификационный номер (код лаборатории).

3. Образцы для контроля (ОК)

При проведении проверки квалификации по данной программе в качестве образца контроля был использован стандартный образец состава руды злotosодержащей ОСО № 0285/ГП-2010 (СОП 22, СОС 30, МТ 11).

Значения метрологических характеристик СО приведены в Приложении 2

Оборудование, использованное провайдером при приготовлении контрольных образцов, и проведении испытаний поверено и откалибровано.

При определении серебра для калибровки приборов использовались импортные стандартные растворы, с указанием аттестованных значений концентраций ингредиентов и их неопределенностей.

Экземпляр образца для МЛСИ представлял собой порошок в герметично запаянном полиэтиленовом пакете с этикеткой. На этикетке был указан номер контрольной пробы и номер раунда МЛСИ.

Оценка однородности контрольных образцов проводилась, в соответствии с требованиями [2] (Приложение В).

Стабильность образцов контроля оценивалась в течение периода проведения МЛСИ. Проверка стабильности образцов контроля проведена в соответствии с [2] (Приложение В).

Подробности по обращению с образцами для проверки квалификации были указаны в «Инструкции по применению контрольных образцов», которая прилагалась к контрольным образцам при их пересылке участникам данного раунда. В инструкциях были указаны также требования к проведению испытаний и рекомендации по оформлению результатов испытаний.

Каждой лаборатории-участнику был предоставлен один или несколько экземпляров образца для МЛСИ с инструкцией по применению.

4. Методы измерений

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

В таблице 2 представлены общие сведения о методах измерений, которыми пользовались участники МЛСИ.

Таблица 2 – Общая сводная таблица по Методам измерений

Метод измерений	Золото	Серебро
Число результатов	11	11
Пробирно-гравиметрический	7	
Спектральный атомно-эмиссионный	1	1
Атомно-абсорбционный	2	2
Рентгено-флуоресцентный	-	1
Атомно-эмиссионный с индуктивно-связанной плазмой	-	3

Остальные методы проведения испытаний не указаны участниками

5. Результаты измерений

В установленные сроки были получены протоколы результатов измерений от 9 лабораторий.

Результаты измерений представлены в Приложении 4.

Некоторые участники указали более двух параллельных определений (лаб. №28 – 5 параллелей, № 60 – 3 параллели).

Поэтому координатор не смог провести более глубокий анализ представленных результатов.

Приписанные значения

За приписанные значения содержаний ингредиентов в образце приняты в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 13528 аттестованные содержания, указанные в Паспорте на СО. За неопределенность приписанных значений приняты неопределенности аттестованных значений, также указанные в Паспорте на СО в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 13528.

Приписанные значения определяемых ингредиентов и сведения по оцененной неопределенности приписанных значений указаны в Таблице 3.

Таблица 3 - Приписанные значения ингредиентов в контрольных образцах

Ингредиент	Ед. измер	Приписанное значение (аттестованное)	Неопределенность приписанного значения
Золото	г/г	4,68	0,127
Серебро	г/г	6,35	0,485

6. Оценка качества работы участников

По окончании выполненных 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].

6.1 Выявление выбросов

Влияние выбросов на итоговые статистики минимизировано посредством допускаемых погрешностей, указанных в ОСТ 41-08-214-2004 [4], а также посредством критерия Граббса [3]. Выбросы (определенные по допускаемым нормативам и, определенные по критерию Граббса), в дальнейшем не должны участвовать в метрологической обработке результатов испытаний, т.к. они могут оказать большое отрицательное воздействие на реальную оценку результата МЛСИ.

6.1.1 *Соответствие результатов испытаний допускаемым нормативам.*

Диапазон приемлемых результатов испытаний для процентной разности определяли в соответствии с [4 п.5.3, п.5.4].

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.

6.1.2 *Оценка результатов испытаний по критерию Граббса.*

Критерий Граббса – это отношение абсолютной разности наибольшего (или наименьшего) результата испытаний и приписанного значения ингредиента к стандартному отклонению приписанного значения.

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 Приложении 5.

В данном раунде выбросы результатов по критерию Граббса отсутствуют.

6.2 Стандартное отклонение оценки компетентности

Определение стандартного отклонения оценки компетентности выполнено в соответствии с [2]. Значения стандартного отклонения оценки компетентности по каждому определяемому ингредиенту даны в Таблице 4.

За стандартное отклонение оценки компетентности было принято значение допустимого стандартного отклонения по ОСТ 41-08-214-2004.

Таблица 4 - Стандартное отклонение оценки компетентности

Ингредиент	Ед. измерения	Стандартное отклонение оценки компетентности
Золото	г/г	0,842
Серебро	г/г	1,143

6.3 Оценка качества результатов испытаний с использованием z-индекса.

7.4 Вычисление z-индекса.

Оценка качества результатов испытаний участников МЛСИ была проведена с использованием **z-индекса** в соответствии с [2, п. 7.4].

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

$$Z = (x - X_0) / S, \quad (5)$$

где x – результат участника,
 X_0 – приписанное значение содержания ингредиента в образце.
 S – показатель изменчивости, равный стандартному отклонению оценки компетентности.

- При $|Z| \leq 2$ результаты признаны удовлетворительными.
- При $2 < |Z| < 3$ результаты признаны сомнительными.
- При $|Z| \geq 3$ результаты признаны неудовлетворительными.

Результаты оценки работы участников МЛСИ с использованием **z-индекса** и численные значения Z-индексов, полученные в ходе статистической обработки данных, указаны в Таблице 5.

Таблица 5 - Значения числа Z и оценка качества результатов измерений, полученные лабораториями-участниками

Код	Ед. изм	Золото	оценка	Код	Серебро	оценка
6 пр	г/т	-0,52	Удов	6 исп	0,74	Удов
6 сп	г/т	0,38	Удов	6 сп	-0,31	Удов
11	г/т	-0,04	Удов	11	0,03	Удов
14	г/т	-0,40	Удов	14	-0,31	Удов
22	г/т	-0,27	Удов	22	-0,90	Удов
24	г/т	-0,14	Удов	24	-0,40	Удов
28	г/т	0,35	Удов	28	0,47	Удов
30	г/т	-0,47	Удов	30	0,88	Удов
40 ааа	г/т	0,40	Удов	40 фл	0,25	Удов
40 пр	г/т	0,49	Удов	40 исп	0,34	Удов
60	г/т	-0,57	Удов	60	0,08	Удов

7. Графическое представление результатов

Графически Z – индексы представлены в виде диаграмм с учетом знака погрешности результатов испытаний.

Диаграмма служит иллюстрацией, позволяющей наглядно сравнить результаты всех участников и выявить лаборатории, погрешность определения которых выше или ниже допустимого значения.

На данных диаграммах по оси Y указаны z -индексы, по оси X - номера лабораторий. Данные диаграммы дают возможность каждому участнику увидеть, где находится его собственный результат по отношению к результатам, представленным другими участниками, и наглядно показывает, при определении каких параметров лаборатория представила неудовлетворительные результаты в данном раунде МЛСИ.

Сопоставительные диаграммы Z -индексов, полученные в ходе статистической обработки данных, указаны в Приложении 6.

8. Анализ результатов раунда МЛСИ

Обобщенные результаты оценивания качества результатов измерений приведены в таблицах 5.

Таблица 5 - Обобщенные результаты, полученные участниками МЛСИ

Измеряемый показатель	Золото	Серебро
Общее число результатов измерений	11	11
Число удовлетворительн результатов	11	11
Число сомнительных результатов	0	0
Число неудовлетворит результатов	0	0
Число выбросов	0	0

Оценка полноты выполнения участниками требований провайдера.

При оценке компетентности участников рассматривали также выполнение лабораториями требований заказчика – провайдера. А именно: наличие в протоколах испытаний сведений по обозначению методик испытаний, соблюдению сроков представления провайдеру протоколов испытаний, соблюдению требований по количеству значащих цифр в результатах испытаний, по количеству параллельных определений и их значения и т.д.

ВЫВОДЫ И РЕКОМЕНДАЦИИ.

1 Выводы

1. Проведенная проверка квалификации показала, что все лаборатории-участники получили удовлетворительные результаты измерений.
2. При оценке выявлено, что отсутствуют результаты испытаний, которые не укладываются в интервал нормированных допустимых погрешностей, а также отсутствуют неудовлетворительные результаты, оцененные по Z-индексу.
3. Это свидетельствует о хорошем уровне технической компетентности участников данного раунда МЛСИ.
4. 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 определения золота и серебра (лаб. № 24, № 28, № 30, № 60) .

2 Рекомендации:

При участии в профтестировании необходимо:

- 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 и отправкой провайдеру.

Важно, чтобы все аспекты деятельности лаборатории оценивались регулярно.

При необходимости координатор может дать консультации по интерпретации статистического анализа.

В случае принятия участия в последующих раундах МЛСИ просим участников строго соблюдать условия, оговоренные в уведомлении, иначе результаты испытаний не будут рассмотрены.

ИСПОЛЬЗУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. ГОСТ ИСО/МЭК 17043-2013 Оценка соответствия. Основные требования к проведению проверки квалификации.
2. ГОСТ Р ИСО 13528-2010 Статистические методы. Применение при экспериментальной проверке компетентности посредством межлабораторных сравнительных испытаний.
3. ГОСТ Р ИСО 5725-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Части 2.
4. ОСТ 41-08-214-2004 Управление качеством аналитических работ. Оперативный лабораторный контроль воспроизводимости результатов количественных анализов минерального сырья.
5. ГОСТ ИСО/МЭК 17025-2013 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий.

ПРИЛОЖЕНИЯ

ПРИЛОЖЕНИЕ 1

УЧАСТНИКИ ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ МЛСИ №0009-ГП-19

Участники проверки квалификации МЛСИ №0009-ГП-19

Порядковые номера, указанные в таблице не соответствуют кодам лабораторий. Поэтому участники МЛСИ при рассмотрении данного отчета должны ориентироваться не на порядковые номера, а только на присвоенные им коды.

Таблица 1

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

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ГСО

Метрологические характеристики СО

Аттестованная характеристика СО, единица величины	Индекс СО	Аттестованное значение СО	Погрешность аттесто- ванного значения СО, при P=0,95
Массовая доля золота, г/т	СОП 22-06 (СОС 30, МТ-11)	4,68	± 0,22
Массовая доля серебра, г/т		6,35	± 0,84

ПРИЛОЖЕНИЕ 3
МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

Код	Золото	Код	Серебро
6 пр	Пробирно-гравиметрический	6 исп	Атомно-эмиссионный с индуктивно-связанной плазмой
6 сп	Спектральный атомно-эмиссионный	6 сп	Спектральный атомно-эмиссионный
11	Пробирно-гравиметрический	11	Атомно-эмиссионный с индуктивно-связанной плазмой
14	Пробирно-гравиметрический	14	Атомно-эмиссионный с индуктивно-связанной плазмой
22	Пробирно-гравиметрический	22	Атомно-абсорбционный
24	Атомно-абсорбционный	24	?
28	?	28	?
30	Пробирно-гравиметрический	30	?
40 пр	Пробирно-гравиметрический	40 исп	Атомно-эмиссионный с индуктивно-связанной плазмой
40 ааа	Атомно-абсорбционный	40 фл	Рентгено-флуоресцентный
60	Пробирно-гравиметрический	60	?

ПРИЛОЖЕНИЕ 4
РЕЗУЛЬТАТЫ ИСПЫТАНИЙ

РЕЗУЛЬТАТЫ ИСПЫТАНИЙ

Код	Ед. изм	Золото	Код	Серебро
6 пр	г/т	4,245	6 исп	7,2
6 сп	г/т	5,0	6 сп	6,0
11	г/т	4,65	11	6,385
14	г/т	4,34	14	6,0
22	г/т	4,45	22	5,32
24	г/т	4,56	24	5,895
28	г/т	4,976	28	6,885
30	г/т	4,285	30	7,355
40 пр	г/т	5,09	40 исп	6,735
40 ааа	г/т	5,015	40 фл	6,635
60	г/т	4,2	60	6,44

ПРИЛОЖЕНИЕ 5
КРИТИЧЕСКИЕ И ФАКТИЧЕСКИЕ ЗНАЧЕНИЯ
КРИТЕРИЕВ ГРАББСА

КРИТИЧЕСКИЕ И ФАКТИЧЕСКИЕ ЗНАЧЕНИЯ
КРИТЕРИЕВ ГРАББСА

Ингредиент	Кол-во результатов	Критические значения критерия Граббса		Фактические значения критерия Граббса		Оценка
		Gтаб 0,01	Gтаб 0,05	Gб	Gм	
Золото	11	2,564	2,355	0,487	0,570	удов
Серебро	11	2,564	2,355	1,659	1,700	удов

ПРИЛОЖЕНИЕ 6

**ОЦЕНКА КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ИСПЫТАНИЙ
ПО Z-ИНДЕКСАМ**