

УТВЕРЖДАЮ:

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

_____ Айтбаев Д.В.
" ____ " _____ 2018 г..

ОТЧЕТ

**по проверке квалификации лабораторий Кыргызской Республики,
выполняющими анализ горных пород**

Раунд: МЛСИ № 0007-ГП-17,

(окончательный)

Координатор МЛСИ №0007-В-17
Рахимбеккызы Мээрим
г. Бишкек, бул. Эркиндик, 2
тел. 30-02-55
e mail merkuriv84myr@mail.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.*

СОДЕРЖАНИЕ
(общее количество листов – 25)

Стр.

Оглавление

ВВЕДЕНИЕ.....	3
1. Цель	4
2. Область проверки квалификации	4
3. Контролируемый объект	4
4. Контролируемые показатели	4
5. Провайдер проверок квалификации посредством МЛСИ	4
6. Информация о разработке и реализации программы проверки квалификации.	4
7. Образцы для контроля (ОК).....	5
8. Определение приписанных значений и их стандартной неопределенности	5
9. Результаты испытаний	5
10. Нормативные документы по проведению испытаний	6
11. Оценка компетентности (качества результатов испытаний).....	6
12. Графическое представление результатов	7
ВЫВОДЫ И РЕКОМЕНДАЦИИ.....	8
ИСПОЛЬЗУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА	9
ПРИЛОЖЕНИЯ.....	10
ПРИЛОЖЕНИЕ 1. УЧАСТНИКИ ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ МЛСИ.....	11
ПРИЛОЖЕНИЕ 2. КОПИЯ СВИДЕТЕЛЬСТВА НА СТАНДАРТНЫЙ ОБРАЗЕЦ.....	13
ПРИЛОЖЕНИЕ 3. РЕЗУЛЬТАТЫ И МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ.....	17
ПРИЛОЖЕНИЕ 4. СВЕДЕНИЯ ПО ОЦЕНКЕ РЕЗУЛЬТАТОВ МЛСИ.....	19
ПРИЛОЖЕНИЕ 5. ОЦЕНКА КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ИСПЫТАНИЙ ПО ДОПУСТИМЫМ ПОГРЕШНОСТЯМ И ПО Z-ИНДЕКСАМ	21

ВВЕДЕНИЕ

Настоящая программа проверки квалификации испытательных лабораторий (далее - МЛСИ) выполнена согласно требованиям ГОСТ ИСО/МЭК 17043-2013, ISO 13528:2005 и ОСТ 41-08-214-2004.

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

В проверке квалификации МЛСИ №0007-ГП-17 принимали участие 7 лабораторий Киргизской Республики, выполняющие анализ горных пород. Список лабораторий-участниц представлен в Приложении 1.

Участие испытательных лабораторий в данной проверке квалификации было добровольным.

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

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

ПРОВЕДЕНИЕ ПРОФТЕСТИРОВАНИЯ

1. Цель

Данная проверка квалификации лабораторий, выполняющих испытания горных пород, проведена посредством МЛСИ с целью оценки достоверности и правильности результатов испытаний, т.е. оценки способности их выполнять испытания с точностью, соответствующей установленной в методиках анализа.

2. Область проверки квалификации

Проверка квалификации в области анализа горных пород.

3. Контролируемый объект

Образцы для контроля – стандартный образец состава горных пород.

4. Контролируемые показатели

Содержание в горных породах золота и серебра.

Каждый участник МЛСИ мог исключить какие-либо параметры из указанного выше списка для проведения испытаний и представления своих результатов.

5. Провайдер проверок квалификации посредством МЛСИ

Программа проведения работ была разработана и реализована Программой проведения работ была разработана и реализована ГП «Центральная лаборатория» при Государственном комитете промышленности, энергетики и недропользования Кыргызской Республики, которая имеет признание в качестве координатора межлабораторных сличений (Свидетельство о признании компетентности координатора межлабораторных сличений Кыргызского центра аккредитации № KG 417/КЦА.КМЛСИ.П.0001, действительно до 07.08.2018г.).

6. Информация о разработке и реализации программы проверки квалификации.

В программе были установлены следующие требования к условиям проведения испытаний:

- сроки представления результатов испытаний в ГП ЦЛ до 25.12.2017
- испытания должны проводиться в соответствии с НД, используемыми в лабораториях.

Все работы, выполненные провайдером, по разработке программы, ее реализации, подготовке и рассылке образцов в лаборатории были реализованы в намеченные сроки.

В проверке квалификации МЛСИ №0007-ГП-17 принимали участие 7 лабораторий.

7. Образцы для контроля (ОК)

При проведении проверки квалификации по данной программе в качестве контрольного образца использован стандартный образец:

- КП – стандартный образец горной породы ОСО № 0210/ГП-2010 для определения содержания золота и серебра

Копия Свидетельства на стандартный образец представлена в Приложении 2

Перед началом рассылки контрольных проб участникам была проведена оценка однородности контрольного образца. В процессе выполнения работ по МЛСИ была также проведена оценка стабильности образца контроля.

Для рассылки участникам МЛСИ контрольные пробы были расфасованы в кальковые пакеты каждая, которые были помещены в полиэтиленовые пакеты.

Для проведения испытаний каждый участник получил по одному экземпляру контрольного образца.

Подробности подготовки образцов для проверки квалификации указаны в «Инструкциях по применению контрольных образцов», которые прилагаются к контрольным образцам при их рассылке. В инструкциях также указаны требования к проведению испытаний и рекомендации по оформлению результатов испытаний.

8. Определение приписанных значений и их стандартной неопределенности

В качестве приписанных значений и их неопределенностей использованы аттестованные значения вышеназванного стандартного образца, указанные в Свидетельстве (см. Приложение 2).

В данном раунде МЛСИ принимали участие аккредитованные лаборатории, оборудование которых поверено и калибровано, а также в качестве контрольного образца был использован аттестованный стандартный образец, поэтому можно говорить, что метрологическая прослеживаемость проведенных измерений к первичным эталонам установлена.

9. Результаты испытаний

Участники провели испытания в период с ноября 2017г – декабрь 2017г. Протоколы с результатами измерений были представлены провайдеру до 25.12.17г.

Все участники МЛСИ прислали свои протоколы испытаний в указанный срок.

Испытания в каждой лаборатории проводились в условиях повторяемости (сходимости) метода.

Лаборатории с кодовыми номерами 11 и 14 прислали результаты определения золота и серебра, выполненные разными методами. Эти результаты были учтены при статистической обработке данных и включены в итоговые результаты данного раунда МЛСИ.

Результаты испытаний, полученные от участников МЛСИ, представлены в Приложении 3 «Результаты испытаний и методы испытаний».

10. Нормативные документы по проведению испытаний

В качестве нормативных документов по проведению испытаний лаборатория № 6 использовала методики проведения анализа горных пород, аттестованные ВИМС (Всесоюзный институт минерального сырья).

Другие лаборатории использовали свои утвержденные внутренние документы.

В Приложении 3 в таблице «Результаты испытаний и методы испытаний» указаны методы испытаний, использованные участниками при анализе образцов контроля.

11. Оценка компетентности (качества результатов испытаний)

По окончании выполненных аналитических работ, полученные результаты были проанализированы и обработаны в соответствии с учетом требований ГОСТ ИСО/МЭК 17043-2013, ISO 13528:2005 ISO 5725:1994, ОСТ 41-08-214-2004.

В ходе метрологической обработки данных получены итоговые статистики и статистики функционирования лабораторий

Экспертиза данных МЛСИ, представленных лабораториями-участницам, включала 2 этапа:

1 этап: оценка приемлемости представленных участниками МЛСИ результатов (с использованием процентной разности);

2 этап: оценка качества результатов испытаний участников МЛСИ (с использованием Z-индексов).

При статистическом анализе результатов использовались следующие характеристики качества результатов испытаний: абсолютная погрешность (разность D-индекс [1]), относительная погрешность (процентная разность D%- индекс [1]), стандартное отклонение, Z-индекс [1], медиана.

Влияние выбросов на итоговые статистики минимизировано посредством использования допускаемых погрешностей, указанных в ОСТ 41-08-214-2004.

В Приложении 4 «Сведения по оценке результатов МЛСИ» указаны данные по оценке качества результатов испытаний по допустимым погрешностям и по Z-индексу.

1) Оценка приемлемости результатов

Диапазон приемлемых результатов испытаний определяется для процентной разности в соответствии с в ОСТ 41-08-214-2004.

Процентная разность, $D\%$ (относительная погрешность, δ), вычисляется по формуле:

$$D\% = |x - X_0| * 100/x_0 \quad (1)$$

где x – результат участника,
 X_o – приписанное значение содержания ингредиента в образце.

При $D\% > \delta_n$ – результат лаборатории является **неудовлетворительным**, т.е. он считается «ВЫБРОСОМ». Поэтому такой результат **не использовался** для метрологической статистической оценки, т.к. мог оказать большое отрицательное воздействие на реальную оценку результата МЛСИ.

2) Оценка компетентности (качества результатов испытаний) с использованием Z-индекса.

В целях проведения статистической оценки результатов испытаний, погрешности которых не превышали допускаемые, были использованы Z – индексы.

Z-индекс точки указывает, как далеко и в каком направлении эта точка отклоняется от его среднего распределения.

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

$$Z = (x - X_o) / S, \quad (2)$$

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

За показатель изменчивости принято стандартное отклонение результатов анализов, полученных участниками МЛСИ, за исключением отбракованных результатов.

- При $|Z| \leq 2$ результаты признаются удовлетворительными
- При $2 < |Z| < 3$ результаты считаются сомнительными
- При $|Z| \geq 3$ результаты аномальные, т.е. они являются неудовлетворительными.

Численные значения Z-индексов, полученных в результате статистической обработки данных, указаны в Приложении 5. В этом Приложении указаны результаты лабораторий без результатов квалифицированных как «ВЫБРОСЫ» для устранения негативного влияния «выбросов» на статистическую картину оценки результатов МЛСИ.

12. Графическое представление результатов

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

В Приложении 5 даны сопоставительные диаграммы по допустимым погрешностям. На данных диаграммах по оси Y отложены содержания ингредиентов, по оси X - номера лабораторий. Данные диаграммы дают возможность каждому участнику увидеть, где находится его собственный результат по отношению к результатам, представленным другими участниками.

ВЫВОДЫ И РЕКОМЕНДАЦИИ.

1 Выводы

1. Результаты межлабораторных сравнительных испытаний по лабораториям, проводящим исследование горных пород, в целом можно признать удовлетворительными.
2. При оценке выявлено, что все участники данного раунда МЛСИ показали удовлетворительную компетентность при выполнении испытаний по определению золота и серебра в горных породах.

При необходимости координатор может дать консультации по интерпретации статистического анализа.

2 Рекомендации:

При участии в профтестировании в дальнейшем необходимо:

- Соблюдать сроки выполнения испытаний.
- Соблюдать сроки представления результатов испытаний провайдеру.
- Указывать всю информацию, запрашиваемую координатором (неопределенность результатов, характеристика метода испытаний и его идентификация).
- Проверять присылаемые данные.

Важно, чтобы все аспекты деятельности лаборатории оценивались регулярно.

Следующий раунд МЛСИ по анализу горных пород запланирован на 4 кв. 2018 г.

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

ИСПОЛЬЗУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. ГОСТ ИСО 17043-2013 Оценка соответствия. Основные требования к проведению проверки квалификации.
2. ISO 13528:2005 Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons (Статистические методы, применяемые при проверке технической компетентности лабораторий посредством межлабораторных сличений).
3. ISO 5725:1994 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – Part 1: General principles and definitions (Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Части 1-6)
4. ГОСТ ИСО/МЭК 17025-2009 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий
5. ОСТ 41-08-214-2004 Управление качеством аналитических работ. Оперативный лабораторный контроль воспроизводимости результатов количественных анализов минерального сырья

ПРИЛОЖЕНИЯ

ПРИЛОЖЕНИЕ 1

УЧАСТНИКИ ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ МЛСИ №0007-ГП-17

Участники проверки квалификации МЛСИ №0007-ГП-17

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 лаборатория» при Государственном комитете промышленности, энергетики и недропользования Кыргызской Республики
2.	ОАО «Карабалтинский горно-рудный комбинат» (КГРК), Центральная научно-исследовательская лаборатория (ЦНИЛ)
3.	ОсОО «Информационно-исследовательский центр»
4.	ОсОО «STEWART ASSAY AND ENVIRONMENTAL LABORATORIES LLC»
5.	Kumtor Gold Company, Лаборатория
6.	ОсОО «Алтынкен», Лаборатория
7.	Компания «Кичи Чаарат». Лаборатория

ПРИЛОЖЕНИЕ 2

**КОПИЯ СВИДЕТЕЛЬСТВА
НА СТАНДАРТНЫЙ ОБРАЗЕЦ**

УТВЕРЖДАЮ:
Заместитель Министра природных ресурсов
Кыргызской Республики

_____ Оселедько Л.А.

« 01 » ноября 2010 г

СВИДЕТЕЛЬСТВО № 0210/ЦЛ-2010
ОТРАСЛЕВОЙ СТАНДАРТНЫЙ ОБРАЗЕЦ СОСТАВА РУДЫ
ОСО № 0210/ГП-2010

1. ОБЩИЕ СВЕДЕНИЯ О СО

НАИМЕНОВАНИЕ СО: Стандартный образец состава руды золотосодержащей из черносланцевых толщ (СОС 7)

РАЗРАБОТЧИК СО: Центральная лаборатория Министерства природных ресурсов Кыргызской Республики.

ИЗГОТОВИТЕЛЬ СО: Центральная лаборатория Министерства природных ресурсов Кыргызской Республики.

2. МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

Индекс СО	Аттестованная характеристика СО: массовая доля компонентов	Обозначение единицы физической величины	Аттестованное значение СО (массовая доля)	Абсолютная погрешность аттестованного значения СО (при $P = 0,95$)
СОС 7	Золото	млн ⁻¹	6,0	0,3
	Серебро	млн ⁻¹	0,69	0,08
	Вольфрама оксид	%	0,005	0,002

Срок годности СО не ограничен.

3. ДОПОЛНИТЕЛЬНЫЕ СВЕДЕНИЯ:

- а) наименьшая представительная навеска при анализе 0,1 г,
 - золота – 6г;
 - серебра – 1,2г;
 - вольфрама оксида – 0,5г
- б) сведения о золоте: максимальный размер частиц самородного золота 0,001 x 0,01 мм

Дата выпуска СО – декабрь 2009 года

4. ТЕХНИЧЕСКИЕ ДАННЫЕ

Агрегатное состояние материала СО – твердое, порошкообразное

5. ИЗМЕНЕНИЕ РАНГА СО

В связи с окончанием срока действия сертификата ЦИСМ об утверждении типа (№ КГ 417/01/СУ.0029-2005) на СОС-7 в ранге ГСО (ГСО 0106-2005) и на основании положительных результатов внутрилабораторного контроля качества испытаний данного СО, проведенных в Центральной лаборатории Министерства природных ресурсов Кыргызской Республики в период 2004-2009гг и Республиканских межлабораторных сличительных испытаний (2009 г), утвердить СОС-7 в ранге Отраслевого стандартного образца с присвоением ему номера ОСО №0210/ГП-2010.

6. ПОРЯДОК ПРИМЕНЕНИЯ

Перед взятием навески материал СО должен быть тщательно перемешан.

Нормативные документы, определяющие необходимость применения СО:

- ГОСТ 8.315-97 Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения.
- Инструкции по применению стандартного образца руды золотосодержащей.

КОМПЛЕКТ ПОСТАВКИ

Материал СО в полиэтиленовой упаковке, весом 100 г и Свидетельство на данный СО

7. УСЛОВИЯ ТРАНСПОРТИРОВАНИЯ И ХРАНЕНИЯ

Стандартные образцы следует хранить в условиях, исключающих вибрацию, воздействие химических веществ и влаги.

Условия транспортирования также должны исключать воздействие химических веществ и влаги.

8. ГАРАНТИЙНЫЕ ОБЯЗАТЕЛЬСТВА

Центральная лаборатория Министерства природных ресурсов Кыргызской Республики гарантирует стабильность метрологических характеристик в течение срока годности экземпляра СО при соблюдении условий хранения и применения

Отчет МЛСИ №0007-ГП-17

Начальник Центральной лаборатории
Министерства природных ресурсов
Кыргызской Республики

Д.В.АЙТБАЕВ

ПРИЛОЖЕНИЕ 3
РЕЗУЛЬТАТЫ ИСПЫТАНИЙ И
МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

Сводная таблица результатов испытаний контрольной пробы

Ингредиент	Атт значен	Ед изм	Код лабораторий											
			6	11	14а	14б	14в	14г	14д	24	28	30	40а	40б
Au	6,00	г/т	6,2	6,26	5,97	6,08	-	-	-	6,05	5,77	5,87	6,05	5,56
Ag	0,69	г/т	1,65	-			1,1	1,1	1,1	0,91	1,09	0,853	<1	

Методы испытаний КП

Код лаборатории	Золото	Серебро
6	Пробирный	Атомно-абсорбционный
11	Пробирный	-
14а	Пробирно-атомно-абсорбционный Au2	
14б	Пробирно-атомно-абсорбционный Au4	
14в		ICP с царско-водочным разложением
14г		ICP с многокислотным разложением
14д		Атомно-абсорбц с царско-водоч разложением
24		Химический
28	Атомно-абсорбционный	Атомно-абсорбционный
30	Пробирный	Атомно-абсорбционный
40а	Пробирно-атомно-абсорбционный Au2	ICP
40б	Атомно-абсорбционный	

ПРИЛОЖЕНИЕ 4

СВЕДЕНИЯ ПО ОЦЕНКЕ РЕЗУЛЬТАТОВ МЛСИ

Общая таблица оценки результатов МЛСИ по КП.

Показатель	Кол-во результатов	Кол-во выбросов	Код лаб-рии	Кол-во неудов результатов, $Z \geq 3$	Код лаб-рии	Кол-во сомнит результатов, $2 < Z < 3$	Код лаб-рии
Au	9	0	-	0	-	0	-
Ag	7	0	-	0	-	0	-

ПРИЛОЖЕНИЕ 5

**ОЦЕНКА КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ИСПЫТАНИЙ
ПО ДОПУСТИМЫМ ПОГРЕШНОСТЯМ**

И

ПО Z-ИНДЕКСАМ