

Провайдер программ проверки квалификации
ГП «Центральная лаборатория»
при МПРЭТН КР



УТВЕРЖДАЮ:

Директор ГП «Центральная лаборатория»
при МПРЭТН КР

Мурзабеков К.З.

«30» апреля 2025 г.

ОТЧЕТ

*по проверке квалификации лабораторий
выполняющих анализ различных типов вод
Раунд: ПК № 0014-В-2024*

Координатор ПК:

Табылды к. Э.

г. Бишкек, бул. Эркиндик, 2

тел. + 996 700 16 53 63

e_mail: pt.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.*

2025 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1. Введение.....	3 стр.
2. Контрольные образцы	4 стр.
3. Методы испытаний.....	5 стр.
4. Результаты испытаний.....	7 стр.
5. Оценка качества результатов испытаний с использованием z' -индекса.....	12 стр.
6. Графическое представление результатов с использованием z' -индекса	23 стр.
7. Анализ результатов ПК	28 стр.
8. Выводы	29 стр.
9. Используемая литература	29стр.

1. Введение

Данная программа проверки квалификации (далее - ПК) испытательных лабораторий (далее – ИЛ) выполнена согласно требованиям, КМС ИСО/МЭК 17043-2024, 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 КМС ИСО/МЭК 17043-2024 основными задачами проверки квалификации лабораторий являются:

- оценка эффективности работы лабораторий при проведении конкретных измерений и испытаний;
- выявление проблем в лабораториях;
- установление эффективности методов измерений или испытаний и сопоставимости результатов измерений или испытаний;
- обеспечение дополнительного доверия заказчиков лаборатории;
- подтверждение заявленной неопределенности;

Оцениваемые характеристики функционирования лабораторий-участников в данной программе проверки квалификации лабораторий посредством ПК являются:

- Определение общей жесткости;
- Определение сухого остатка;
- Определение хлорид-иона;
- Определение нитрат-иона
- Определение сульфат-иона;
- Определение мышьяка;
- Определение кадмия;
- Определение цинка;
- Определения свинца;
- Определения меди.

Каждой лаборатории-участнику ПК были предоставлены контрольные образцы для проверки квалификации под номерами:

- КО 0014-В-1 природная вода;
- КО 0014-В-2 – модельный раствор.

К образцам прилагалась инструкция по применению контрольного образца.

В проверке квалификации ПК №0014- В -2024 приняли участие 32 лабораторий. Всем лабораториям-участницам в целях сохранения конфиденциальности в случайном порядке были присвоены индивидуальные идентификационные номера (код лаборатории).

Меры для соблюдения конфиденциальности:

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

Участником ПК может быть любая лаборатория, выполняющая анализ различных типов вод, изъявившая желание принять участие в данном ПК на добровольной основе. Все сведения, предоставленные лабораториями в рамках данной программы проверки квалификации, считаются конфиденциальными. Эта информация, однако, может быть предоставлена органам, по оценке лабораторий.

2. Контрольные образцы

При проведении программы проверки квалификации по данной программе в качестве контрольных образцов были использованы:

КО 0014 – В – 1 - представляющий собой природную воду – для определения сухого остатка, общей жесткости, хлорид-иона, нитрат-иона, сульфат-иона;

КО 0014 – В – 2- представляющий собой модельный раствор, приготовленный из стандартного образца состава раствора ионов мышьяка, кадмия, меди, свинца, цинка.

Приписанные робастные значения содержаний ингредиентов в контрольном образце КО 0014-В-1 и их неопределенность рассчитаны при метрологической обработке данных, полученных от лабораторий в соответствии с требованиями ГОСТ Р 50779.60-2017 (ИСО 13528:2015) (Приложение С, алгоритм А). Значения содержания ингредиентов в контрольном образце КО 0014-В-2 взято из сертифицированного стандартного образца в соответствии с требованиями ГОСТ Р 50779.60-2017 (ИСО 13528:2015) (п.7.4).

Оборудование, используемое провайдером при приготовлении контрольных образцов, и проведении испытаний проверено и откалибровано. Стандартные образцы, применяемые провайдером от производителей аккредитованных в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО/МЭК 17034-2016.

Провайдер самостоятельно проводил контроль стабильности контрольного образца в течение всего периода проведения ПК как аккредитованная испытательная лаборатория по ГОСТ ИСО/МЭК 17025-2017 в соответствии с требованиями [2] (Приложение В) Значение характеристик КО приведены в Таблице 1,2.

Таблица 1

КО 0014-В-1		
Определяемый показатель	Приписанное значение (робастное)	Неопределённость приписанного значения (робастное)
Общая жесткость	3,45	0,03
Сухой остаток	251,13	5,30
Хлорид-ион	14,75	0,55
Сульфат-ион	36,62	1,05
Нитрат-ион	14,55	0,45

Таблица 2

КО 0014-В-2		
Определяемый показатель	Заложенное значение	Неопределённость
Мышьяк	0,25	0,003
Кадмий	0,25	0,002
Медь	0,25	0,002
Свинец	0,25	0,002
Цинк	0,25	0,002

3. Методы испытаний

При проведении испытаний участники ПК использовали стандартизованные методики измерений. Конкретные методы измерений, используемые участниками ПК, указаны в Таблице 3.

Таблица 3.

КОД	Хлор-ион	Нитрат -ион	Сульфат -ион	Общая жёсткость	Сухой остаток	медь, цинк, свинец, кадмий, мышьяк
1	Титрометрический	Фотоколориметрия	Гравиметрия	Комплексонометрический	Гравиметрия	-
2	Титрометрический	Фотоколориметрия	Турбидиметрический	Комплексонометрический	Гравиметрия	-
3	Титриметрия	Фотоколориметрия	Весовой АЭС	Объёмный	Весовой	АЭС
4	Титриметрия	Ионометрия	Турбидиметрический	Титриметрия	Гравиметрия	
5	Титриметрический	Колориметрия метод Д	Турбидиметрический	Комплексонометрический	Гравиметрия	
6	Аргонометрия	Колориметрия	Весовой	Комплексонометрический	Весовой	
7	Фотоколориметрия	Фотоколориметрия	Фотометрия		Весовой	
8	ГОСТ 4245-72	ГОСТ 33045-2014	ГОСТ 4389-72	ГОСТ 31954-2012	ГОСТ 18164-72	ГОСТ31870-12
9						ИВА
10	Титриметрический	Фотоколориметрия	Гравиметрический	Титриметрический	Весовой	
11	Титриметрический	Колориметрия	Турбидиметрический	Комплексонометрический	Гравиметрия	
12		Колориметрия		Титриметрический		
13	Титрование	Фотометрия	Гравиметрический			
14						ААС
15	Титриметрический	Фотометрия				
16	Титриметрический	Колориметрия	Турбидиметрический	Комплексонометрический	Весовой	ИВА
17	Титрование			Комплексонометрия		
18	Титриметрия	Фотометрия	Титриметрический		Гравиметрия	
19	ГОСТ 4245-72	ГОСТ 33045-2014	ГОСТ 4389-72	ГОСТ 31954-2012	ГОСТ 18164-72	ГОСТ 31866-12 ИВА
20				Комплексонометрический		
21			ГОСТ 13685-84			
22						МВИ МН 3057-2008 ААС
23	Титриметрический			Комплексонометрический	Весовой	

КОД	Хлор-ион	Нитрат -ион	Сульфат -ион	Общая жёсткость	Сухой остаток	медь, цинк, свинец, кадмий, мышьяк
24	Титриметрия	Фотометрия		Комплексонометрический	Весовой	
25					Гравиметрия	ИСП-МС
26					Весовой	
27						ИВА
28						ГОСТ 57165-2016
29	ИС	ИС	ИС	Титрование	Гравиметрия	ICP-OES, ICP-MS
30	Титриметрия	Фотоколориметрия	Титриметрия	Комплексонометрический	Гравиметрия	
31					Гравиметрия	
32					Гравиметрия	

4. Результаты испытаний

Координатором ПК были получены протоколы результатов измерений от 32 лабораторий. Результаты испытаний представлены в Таблицах 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14 и 15.

Таблица 4.

КО 0014-В-1		
Сухой остаток		
Код лаборатории	Значение	Неопределенность
2	205,00	20,5
3	259,00	10
4	232,00	23,2
5	270,00	27
6	277,00	11,88
7	252,00	33,81
10	248,00	24,8
11	258,00	25,8
16	360,00	
18	320,00	64
19	233,00	11,6
23	270,00	13,5
24	265,00	26
25	250,00	25
30	257,00	11,56
8	247,50	24,7
1	375,80	
29	250,75	9,7
31	216,14	6,2
26	250,00	
32	199,90	

КО 0014-В-1		
Общая жесткость		
Код лаборатории	Значение	Неопределенность
2	3,44	0,52
3	3,52	0,3
4	1,63	0,15
5	3,38	0,5
6	3,4	0,5
10	3,4	0,03
11	3,465	0,52
12	3,16	0,24
16	4,44	
17	3,38	
19	3,98	0,29
23	3,44	0,26
24	3,48	0,26
30	3,48	0,1
20	3,31	
29	3,48	0,14
1	4,44	
8	3,4	0,7

Таблица 5.

КО 0014-В-1		
Нитрат – ион		
Код лаборатории	Значение	Неопределенность
1	6,65	
2	14,00	2,1
3	15,2	0,12
4	14,03	2,81
5	18,27	2,74
6	15,14	1,07
7	13,89	1,87
8	15,71	2,35
10	12,748	1,3
11	16,24	2,44
12	24,5	3,06
13	13,00	1,37
15	14,35	1,4
16	6,64	
18	10,4	2,6
19	15,18	1,14
24	16,97	1,3
29	13,07	1,38
30	14,58	0,73

КО 0014-В-1		
Сульфат – ион		
Код лаборатории	Значение	Неопределенность
2	39,03	4,3
3	39,92	0,28
4	29,75	3,27
5	34,46	3,44
6	34,15	1,54
7	37,95	9,92
10	41,56	5,5
11	35,48	4,61
13	33,50	4,69
16	23,76	
18	76,82	19,21
19	23,46	1,17
21	34,15	0,04
30	38,38	2,88
3*	37,64	2
29	36,44	1,46
1	24,76	
8	38,10	3,9

Таблицы 7.

КО 0014-В-1		
Хлорид –ион		
Код лаборатории	Значение	Неопределенность
2	15,16	2,27
3	8,96	0,5
4	8,08	1,21
5	14,14	2,12
6	18,50	0,58
7	8,09	1,22
10	9,95	2,5
11	14,46	2,17
13	30,44	2,44
15	16,15	2,4
16	15,50	
17	12,74	
18	12,06	3,01
19	20,34	1,53
23	14,78	1,1
24	14,68	2,2
25	16,00	2,4
30	19,98	0,8
29	8,58	0,43
1	15,50	
8	13,0	2,0

КО 0014-В-2		
Кадмий		
Код лаборатории	Значение	Неопределенность
3	0,250	0,005
9	0,240	0,005
14	0,220	0,004
16	0,240	0,04
19	0,260	0,005
22	0,250	0,002
25	0,230	0,024
27	0,290	0,006
28	0,242	0,02
29	0,253	0,01
29*	0,249	0,01
8	0,258	0,043

Таблицы 8.

КО 0014-В-2		
Медь		
Код лаборатории	Значение	Неопределенность
3	0,2500	0,005
9	0,2300	0,006
14	0,2100	0,006
16	0,2100	0,05
22	0,3100	0,002
25	0,2400	0,024
27	0,2000	0,006
28	0,2850	0,03
29	0,2570	0,01
29*	0,2490	0,01
8	0,241	0,087

Таблица 9.

КО 0014-В-2		
Свинец		
Код лаборатории	Значение	Неопределенность
3	0,250	0,005
9	0,220	0,006
14	0,190	0,006
16	0,190	0,006
19	0,200	0,006
22	0,260	0,002
25	0,240	0,024
27	0,240	0,005
28	0,291	0,03
29	0,247	0,03
29*	0,244	0,01
8	0,251	0,090

Таблица 10.

КО 0014-В-2		
Цинк		
Код лаборатории	Значение	Неопределенность
3	0,260	0,005
9	0,260	0,008
14	0,200	0,005
16	0,260	0,08
22	0,270	0,002
25	0,240	0,024
27	0,190	0,005
28	0,287	0,03
29	0,268	0,01
29*	0,258	0,03
8	0,257	0,087

Таблица 11.

КО 0014-В-2		
Мышьяк		
Код лаборатории	Значение	Неопределенность
9	0,210	0,006
14	0,190	0,007
19	0,210	0,006
25	0,230	0,023
28	0,254	0,02
29	0,244	0,02
29*	0,250	0,01
8	0,246	0,078

5. Оценка качества результатов испытаний с использованием z'-индекса.

При анализе данных провайдером ПК было установлено, что стандартная неопределенность приписанного значения велика по сравнению с критерием для определения оценки функционирования, т.е. не выполняется критерий $u(x_{pt}) > 0,3\sigma_{pt}$, поэтому согласно стандарту КМС ГОСТ Р 50779.60:2018[2, п.9.5] оценка качества результатов испытаний участников ПК была проведена с использованием z'-индекса.

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

$$z'_i = \frac{x_i - x_{pt}}{\sqrt{\sigma_{pt}^2 + u^2(x_{pt})}}$$

где: x_i – результат участника,

x_{pt} – приписанное значение содержания ингредиента в образце

σ_{pt} – стандартное отклонению оценки компетентности

u_{pt} – неопределенность оценки компетентности

Определение стандартного отклонения оценки компетентности выполнено в соответствии с [2, С.3.2]. Значение стандартного отклонения оценки компетентности по каждому определяемому ингредиенту даны в Таблице 16.

Таблице 16.

КО 0014-В-1		
Определяемый показатель	Единица измерения	Стандартное отклонение оценки компетентности
Сухой остаток	мг/дм ³	17,49
Общая жесткость	мг/дм ³	0,10
Нитрат-ион	мг/дм ³	1,35
Сульфат-ион	мг/дм ³	3,13
Хлорид-ион	мг/дм ³	1,60
КО 0014-В-2		
Кадмий	мг/л	0,02
Медь	мг/л	0,03
Свинец	мг/л	0,03
Цинк	мг/л	0,03
Мышьяк	мг/л	0,02

Интерпретация оценки качества результатов испытаний:

- при $z' \leq 2$ результаты приемлемы
- при $2 < z' < 3$ результаты находятся в зоне предупреждения
- при $z' \geq 3$ результат неприемлем.

Значение числа и графическое представление Z' -индекса и оценка результатов испытаний, полученные лабораториями – участницами приведены в Таблицах 18-27.

Таблица 18.

КО 0014-В-1		
Сухой остаток		
Код	Z' -индекс	Оценка
32	-2,80	сомнит
2	-2,52	сомнит
31	-1,91	удов.
4	-1,05	удов.
19	-0,99	удов.
8	-0,20	удов.
10	-0,17	удов.
25	-0,06	удов.
26	-0,06	удов.
29	-0,02	удов.
7	0,05	удов.
30	0,32	удов.
11	0,38	удов.
3	0,43	удов.
24	0,76	удов.
5	1,03	удов.
23	1,03	удов.
6	1,42	удов.
18	3,77	выброс
16	5,96	выброс
1	6,82	выброс



Рисунок №1.

КО 0014-В-1		
Общая жесткость		
Код	z'-индекс	Оценка
12	-17,20	выброс
4	-16,74	выброс
20	-1,30	удов.
5	-0,66	удов.
17	-0,66	удов.
6	-0,47	удов.
10	-0,47	удов.
8	-0,47	удов.
2	-0,11	удов.
23	-0,11	удов.
11	0,12	удов.
24	0,26	удов.
30	0,26	удов.
29	0,26	удов.
3	0,63	удов.
19	4,86	выброс
16	9,09	выброс
1	9,09	выброс

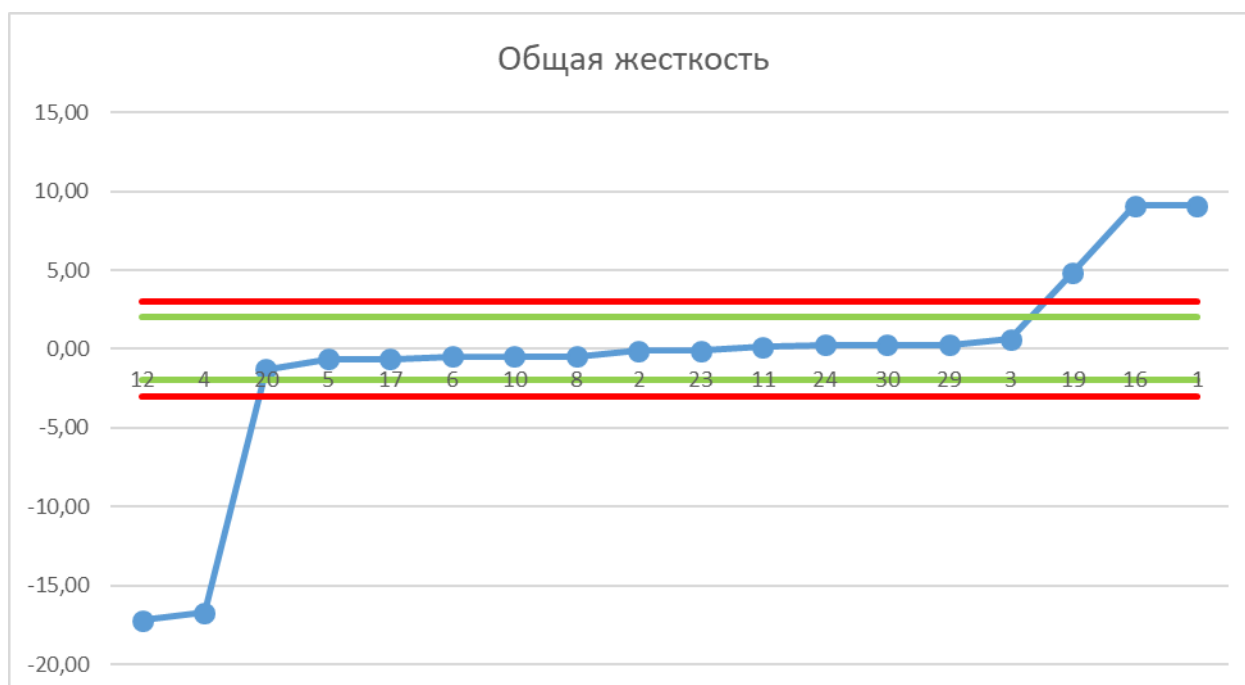


Рисунок №2.

КО 0014-В-1		
Нитрат – ион		
Код	z'-индекс	Оценка
16	-5,57	выброс
1	-5,56	выброс
18	-2,92	сомнит
10	-1,27	удов.
13	-1,09	удов.
29	-1,04	удов.
7	-0,47	удов.
2	-0,39	удов.
4	-0,37	удов.
15	-0,14	удов.
30	0,02	удов.
6	0,42	удов.
19	0,44	удов.
3	0,46	удов.
8	0,82	удов.
11	1,19	удов.
24	1,70	удов.
5	2,62	сомнит
12	7,01	выброс

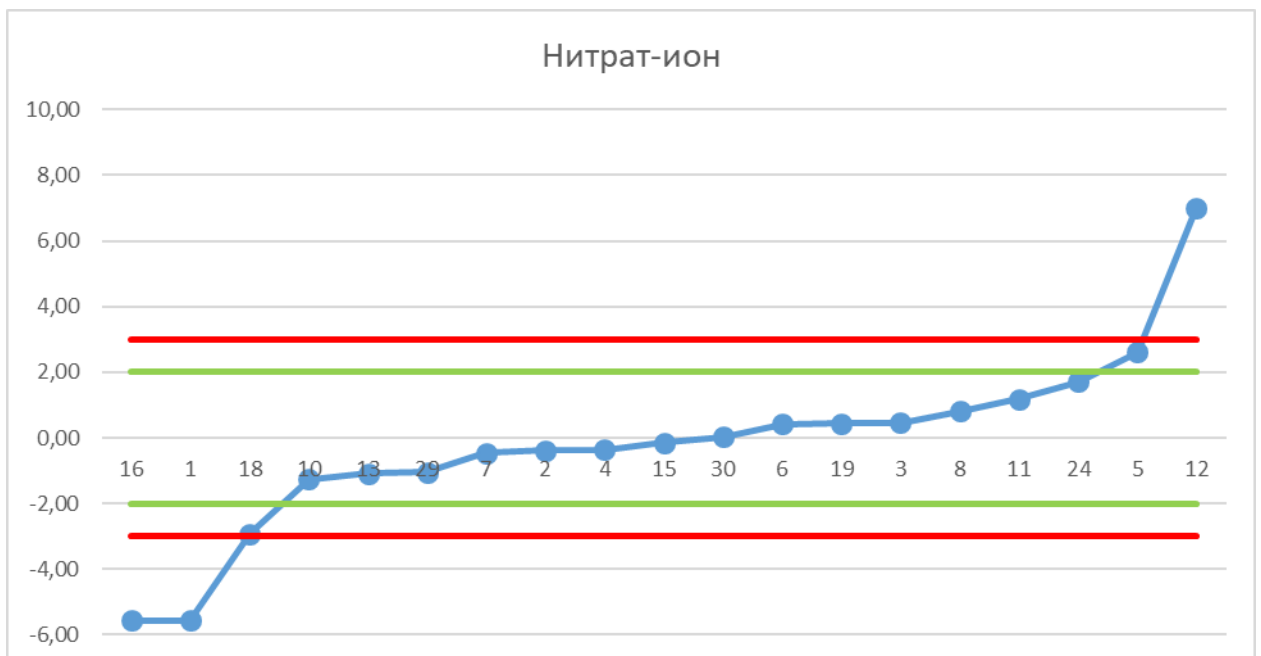


Рисунок №3.

КО 0014-В-1		
Хлорид – ион		
Код	z'-индекс	Оценка
4	-3,93	выброс
7	-3,93	выброс
29	-3,64	выброс
3	-3,41	выброс
10	-2,83	сомнит
18	-1,58	удов.
17	-1,18	удов.
8	-1,03	удов.
5	-0,35	удов.
11	-0,16	удов.
24	-0,03	удов.
23	0,03	удов.
2	0,25	удов.
16	0,45	удов.
1	0,45	удов.
25	0,75	удов.
15	0,84	удов.
6	2,22	сомнит
30	3,10	выброс
19	3,31	выброс
13	9,28	выброс

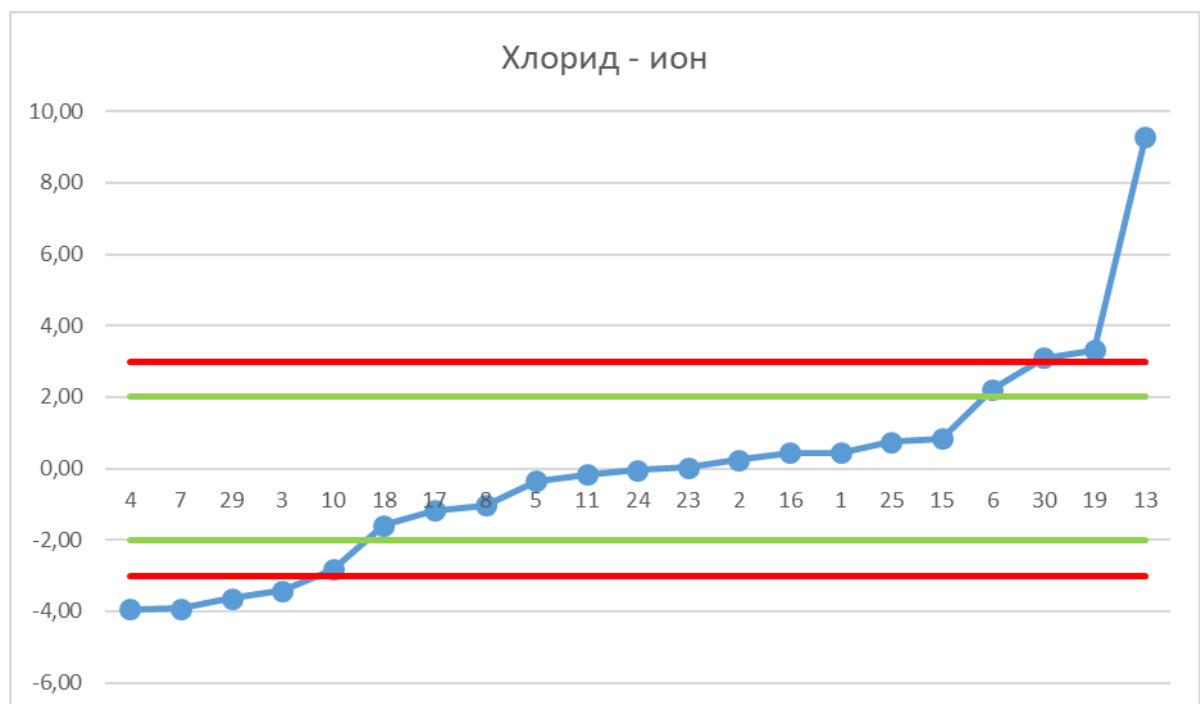


Рисунок №4.

КО 0014-В-1		
Сульфат - ион		
Код	z^2 -индекс	Оценка
19	-3,98	выброс
16	-3,89	выброс
1	-3,59	выброс
4	-2,08	сомнит
13	-0,94	удов.
6	-0,75	удов.
21	-0,75	удов.
5	-0,65	удов.
11	-0,35	удов.
29	-0,05	удов.
3*	0,31	удов.
7	0,40	удов.
8	0,45	удов.
30	0,53	удов.
2	0,73	удов.
3	1,00	удов.
10	1,50	удов.
18	12,17	выброс

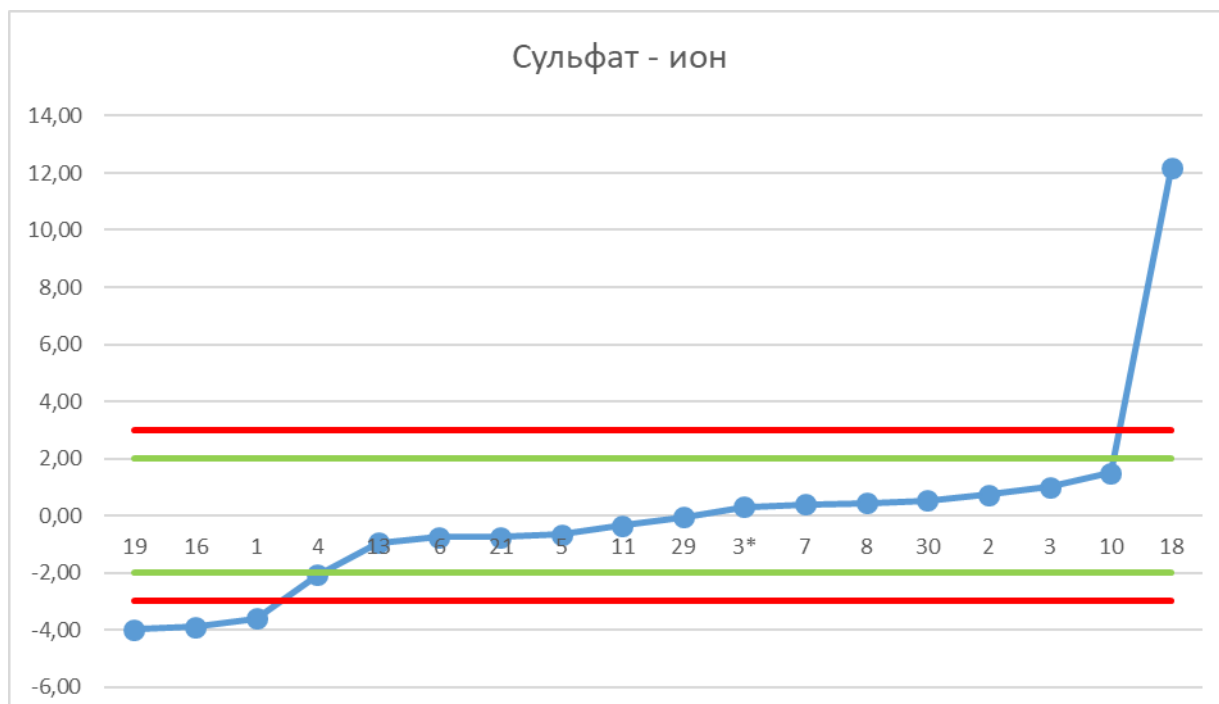


Рисунок №5.

КО 0014-В-2		
Кадмий		
Код	z' -индекс	Оценка
14	-1,81	удов.
9	-0,60	удов.
16	-0,60	удов.
25	-0,60	удов.
28	-0,48	удов.
29*	-0,06	удов.
3	0,00	удов.
22	0,00	удов.
29	0,18	удов.
8	0,46	удов.
19	0,60	удов.
27	2,41	СОМНИТ

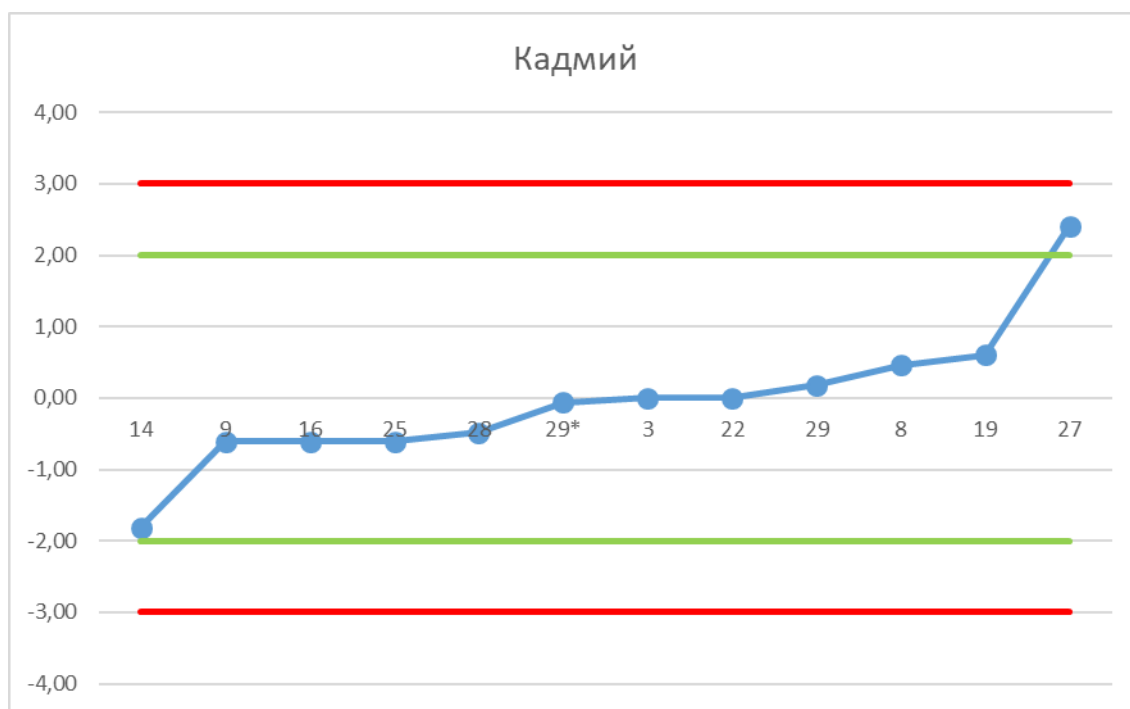


Рисунок №6.

КО 0014-В-2		
Медь		
Код	z'-индекс	Оценка
27	-1,27	удов.
16	-1,02	удов.
14	-1,02	удов.
9	-0,51	удов.
25	-0,25	удов.
8	-0,21	удов.
29*	-0,03	удов.
3	0,00	удов.
29	0,18	удов.
28	0,89	удов.
27	1,02	удов.
22	1,52	удов.

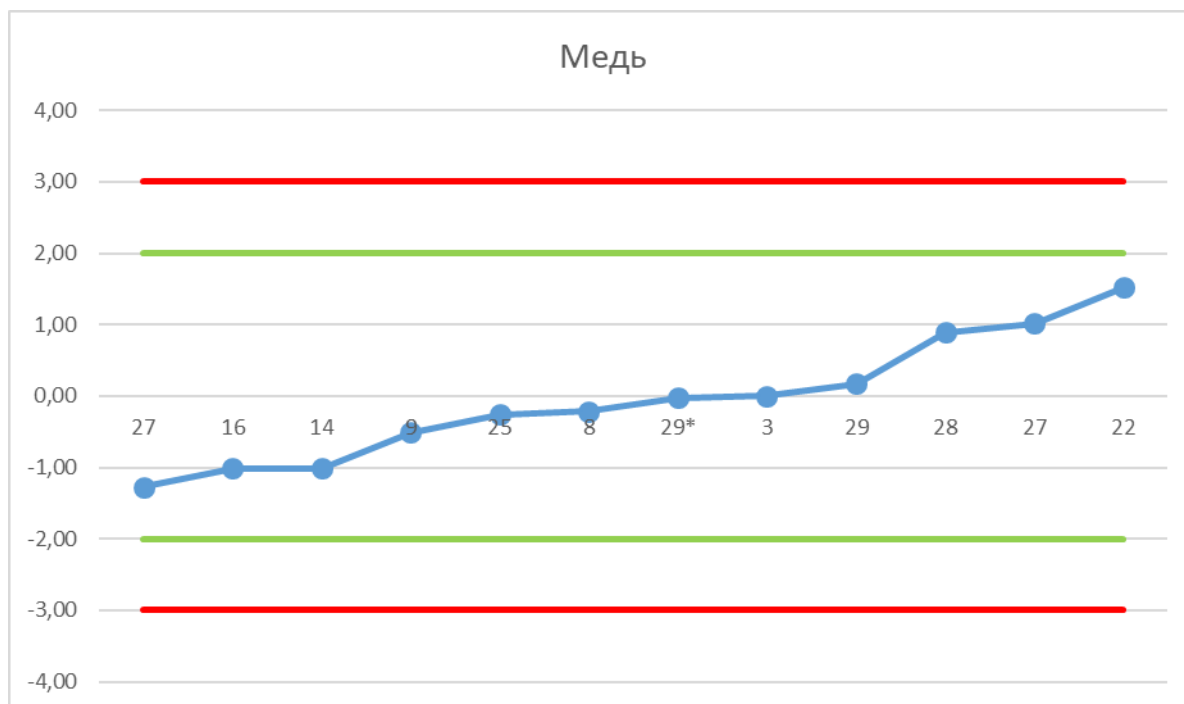


Рисунок №7.

КО 0014-В-2		
Свинец		
Код	z'-индекс	Оценка
14	-1,52	удов.
16	-1,52	удов.
19	-1,27	удов.
9	-0,76	удов.
25	-0,25	удов.
27	-0,25	удов.
29*	-0,15	удов.
29	-0,08	удов.
3	0,00	удов.
8	0,03	удов.
22	0,25	удов.
28	1,04	удов.

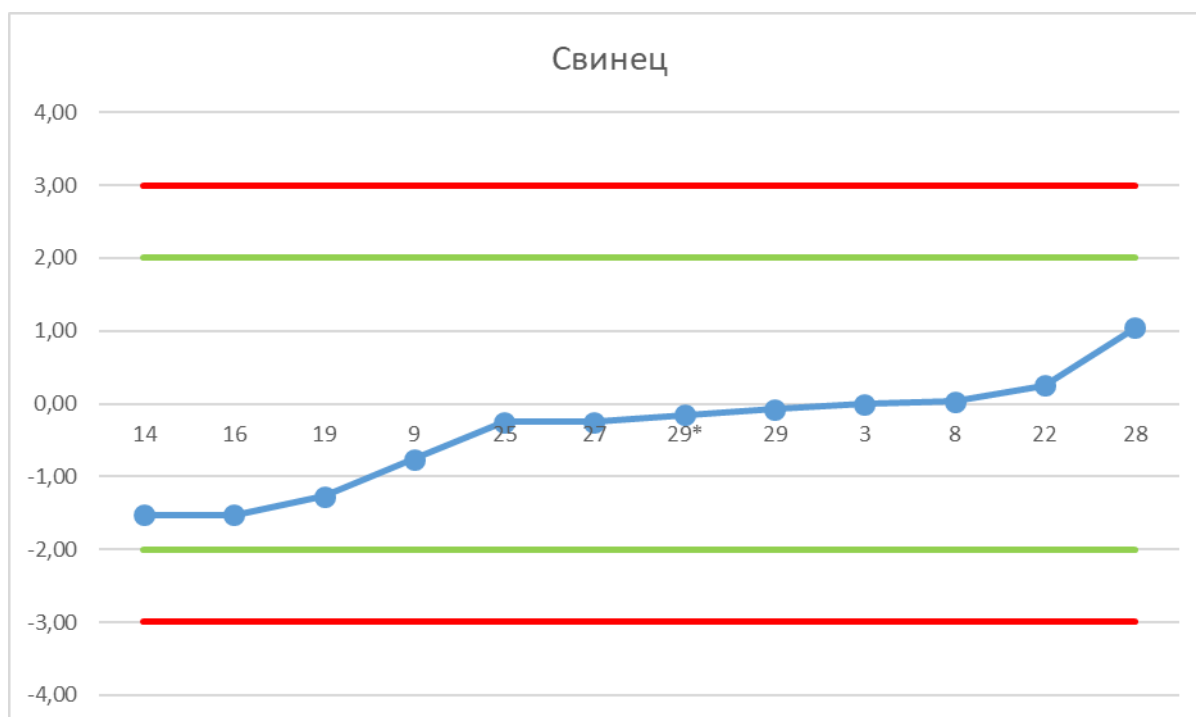


Рисунок №8.

КО 0014-В-2		
Цинк		
Код	z^2 -индекс	Оценка
27	-1,52	удов.
14	-1,27	удов.
25	-0,25	удов.
8	0,16	удов.
29*	0,20	удов.
3	0,25	удов.
9	0,25	удов.
16	0,25	удов.
29	0,46	удов.
22	0,51	удов.
28	0,94	удов.

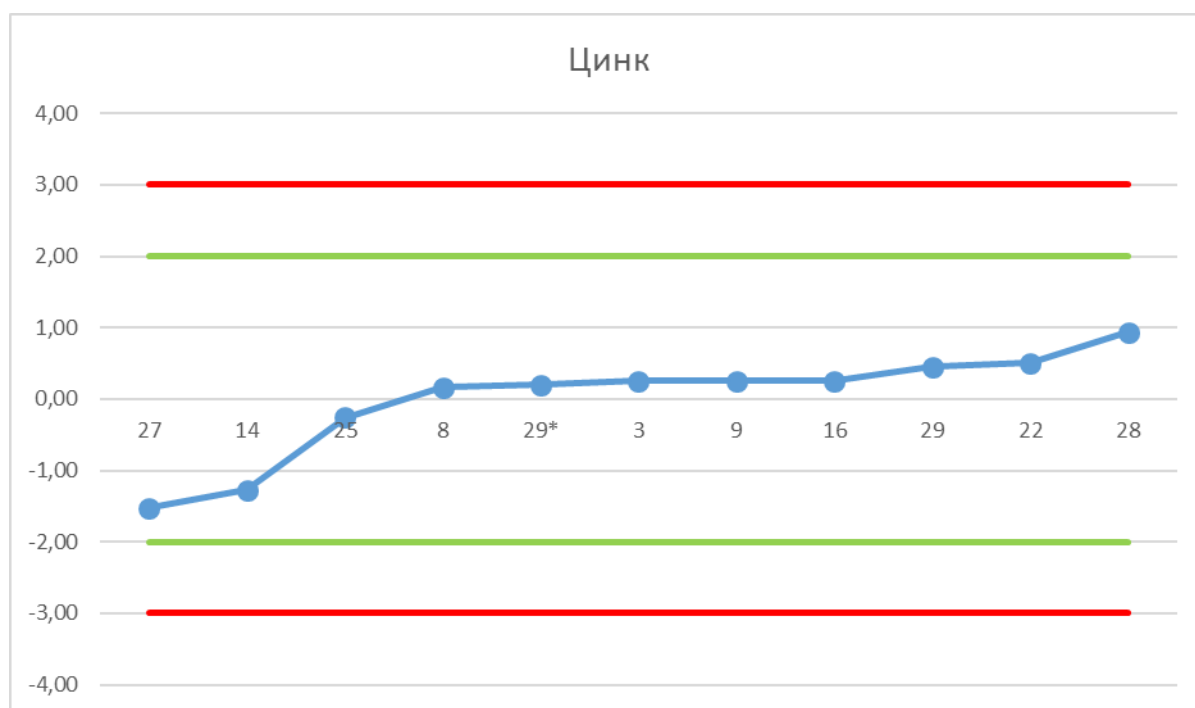


Рисунок №9.

КО 0014-В-2		
Мышьяк		
Код	z'-индекс	Оценка
14	-1,52	удов.
9	-1,02	удов.
19	-1,02	удов.
25	-0,51	удов.
29	-0,15	удов.
8	-0,10	удов.
29*	0,00	удов.
28	0,10	удов.

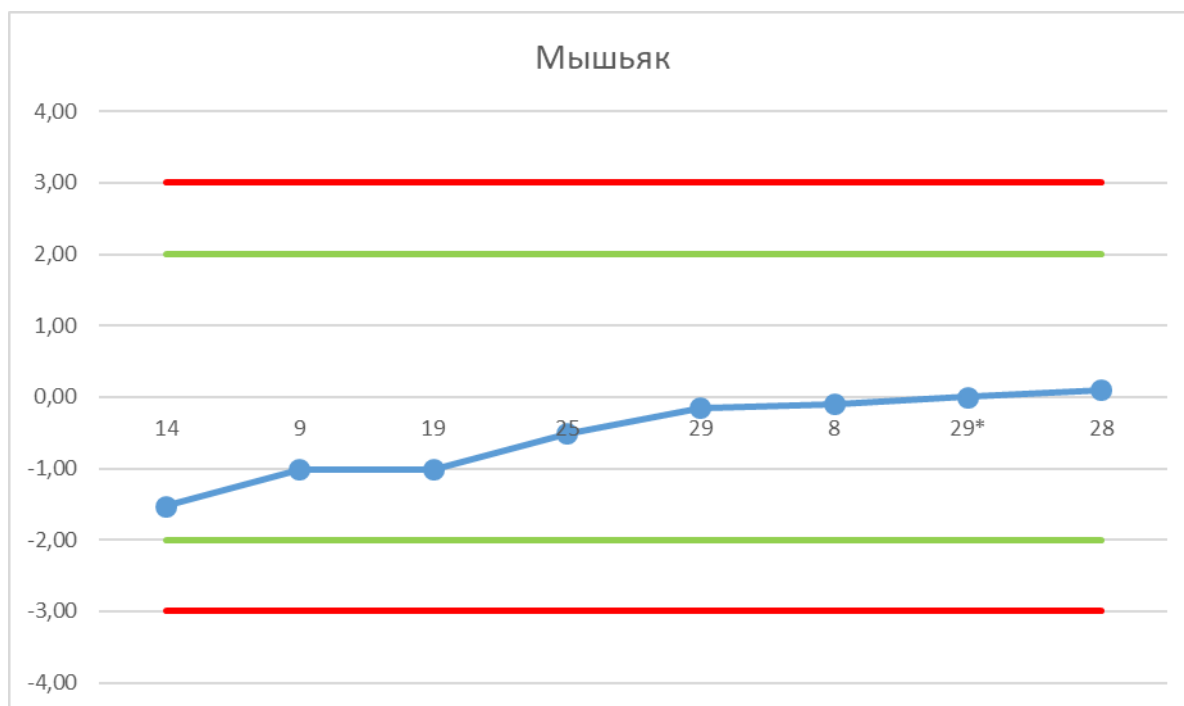


Рисунок №10.

6. Графическое представление результатов и неопределенности измерений

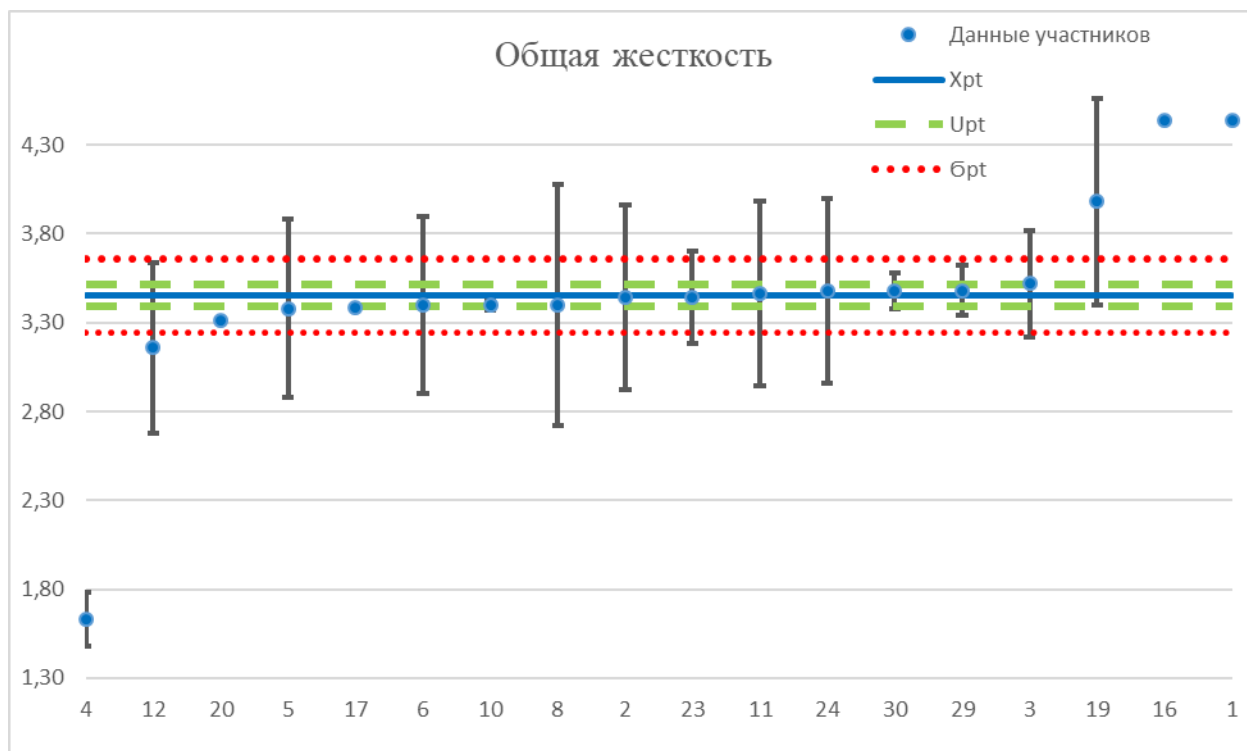


Рисунок №1. Результаты участников и соответствующие неопределенности при определении концентрации общей жесткости.

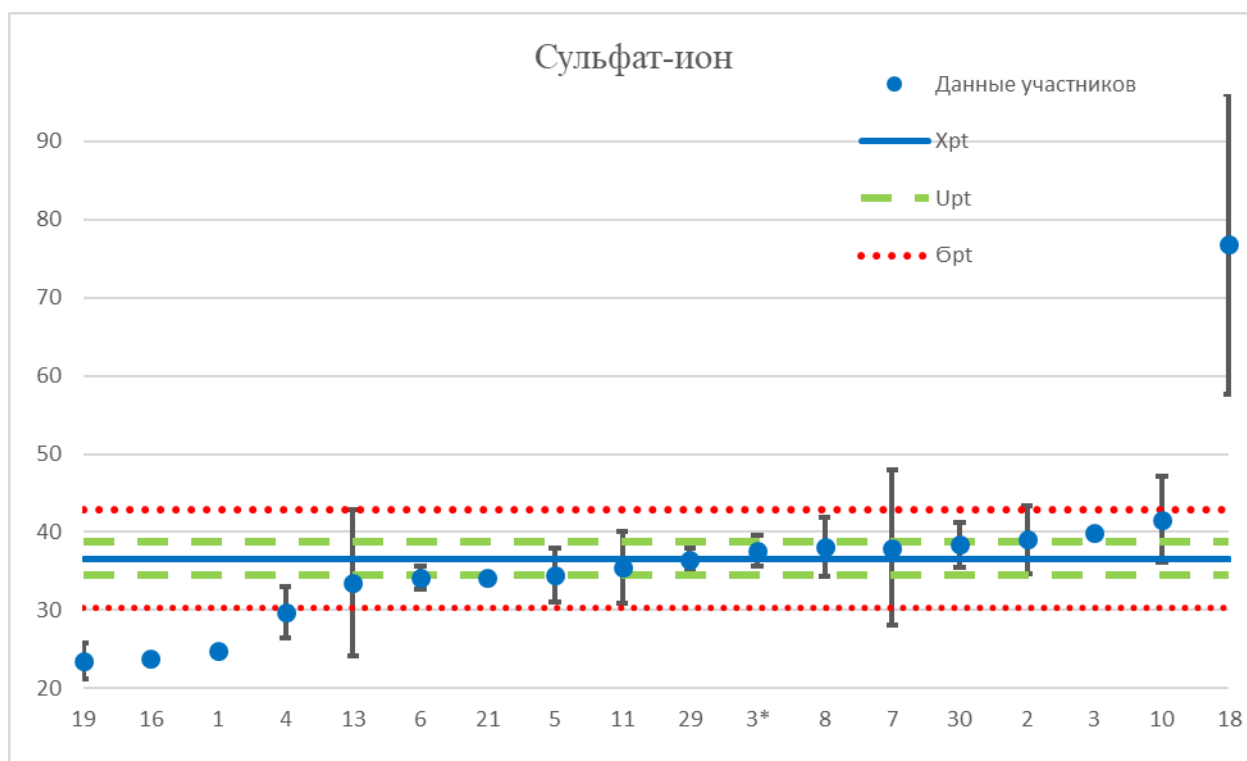


Рисунок №2. Результаты участников и соответствующие неопределенности при определении концентрации сульфат-иона.

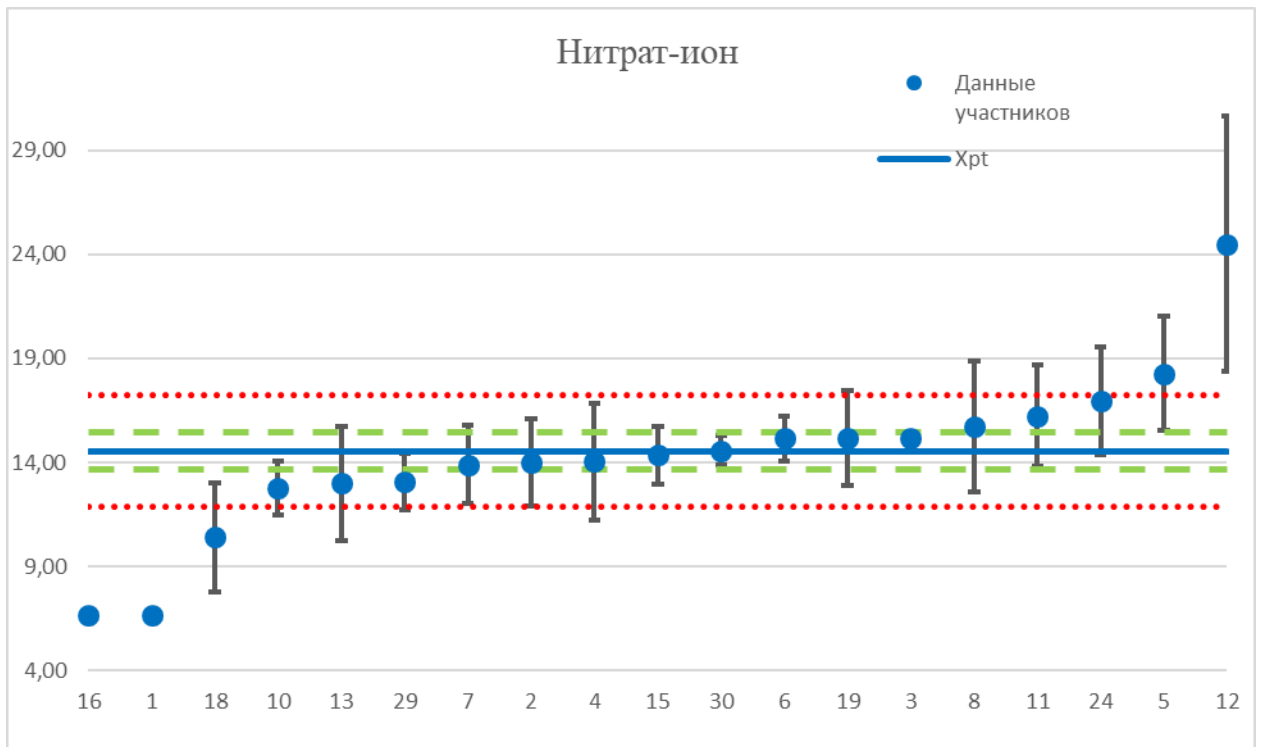


Рисунок №3. Результаты участников и соответствующие неопределенности при определении концентрации нитрат-иона.

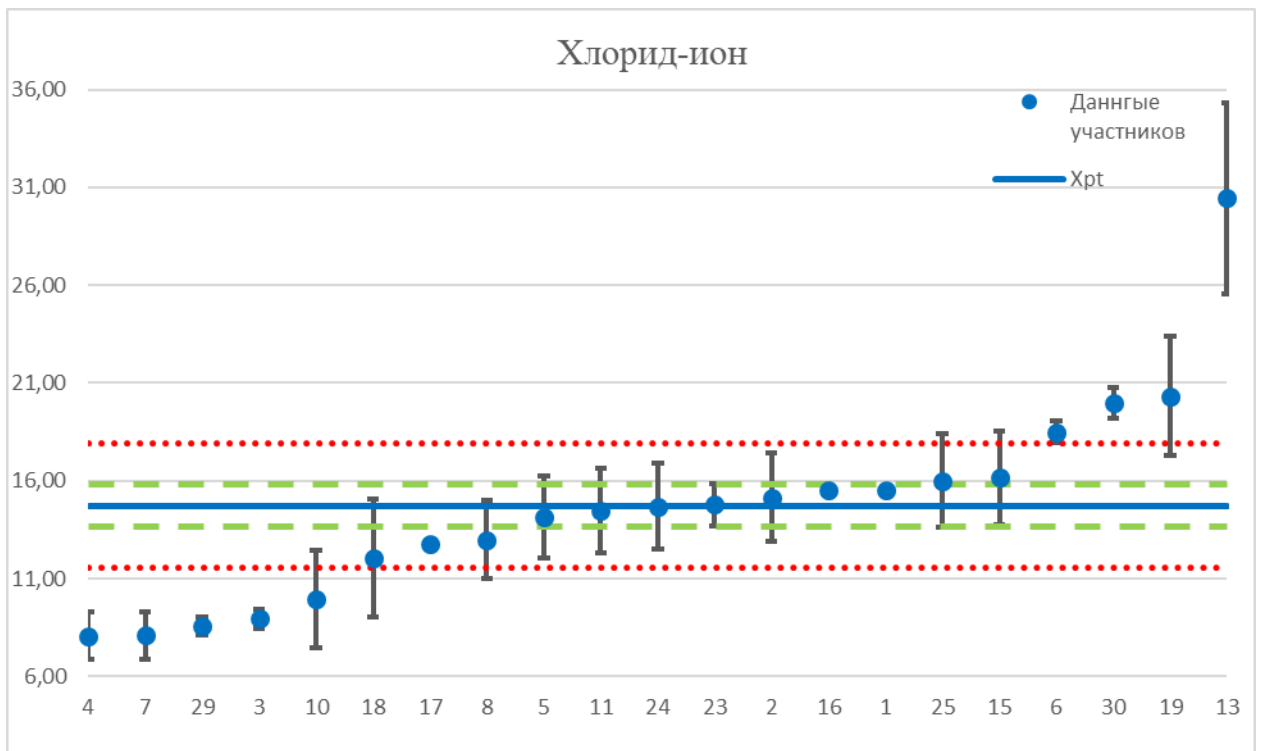


Рисунок №4. Результаты участников и соответствующие неопределенности при определении концентрации хлорид-иона.

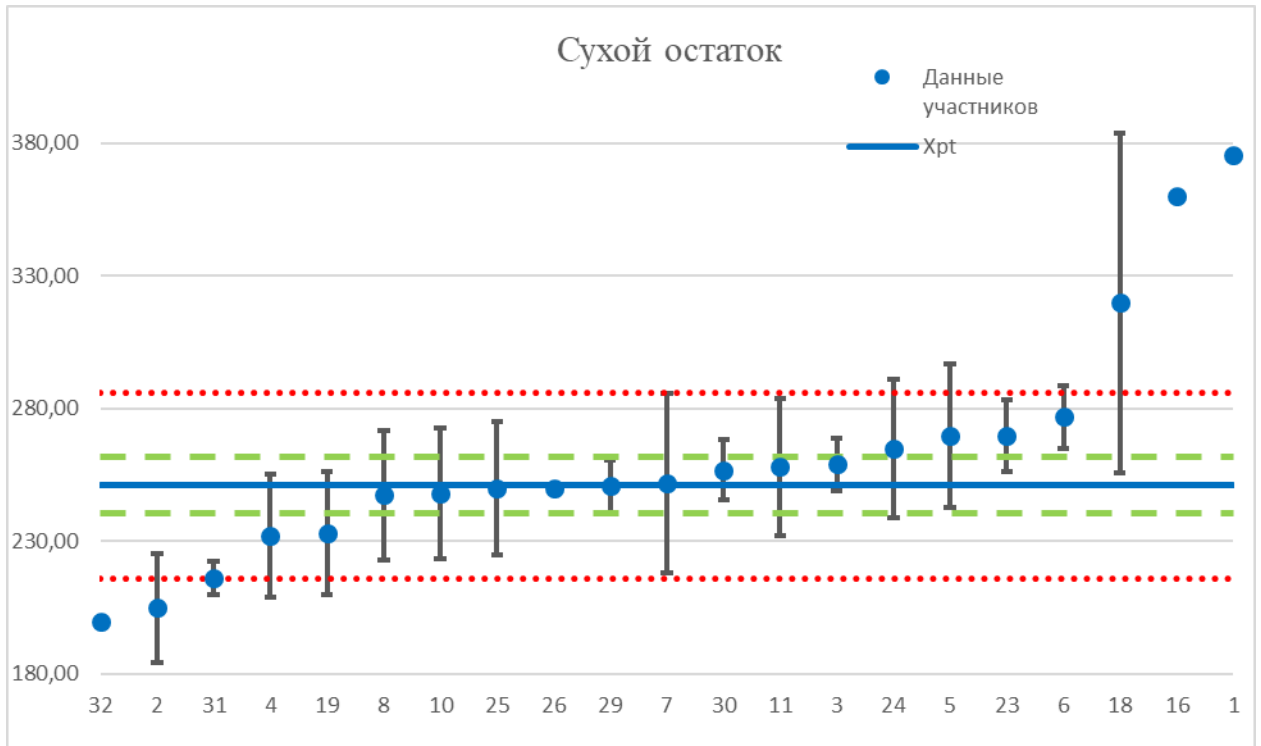


Рисунок №5. Результаты участников и соответствующие неопределенности при определении концентрации сухого остатка.

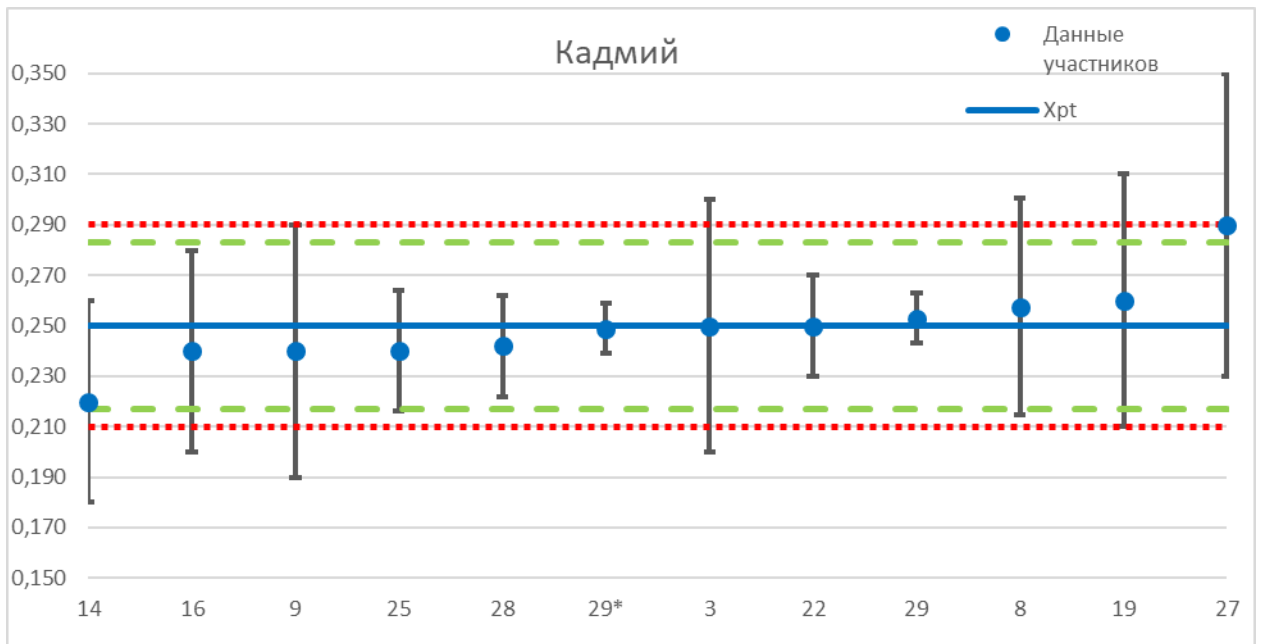


Рисунок №6. Результаты участников и соответствующие неопределенности при определении концентрации кадмия.

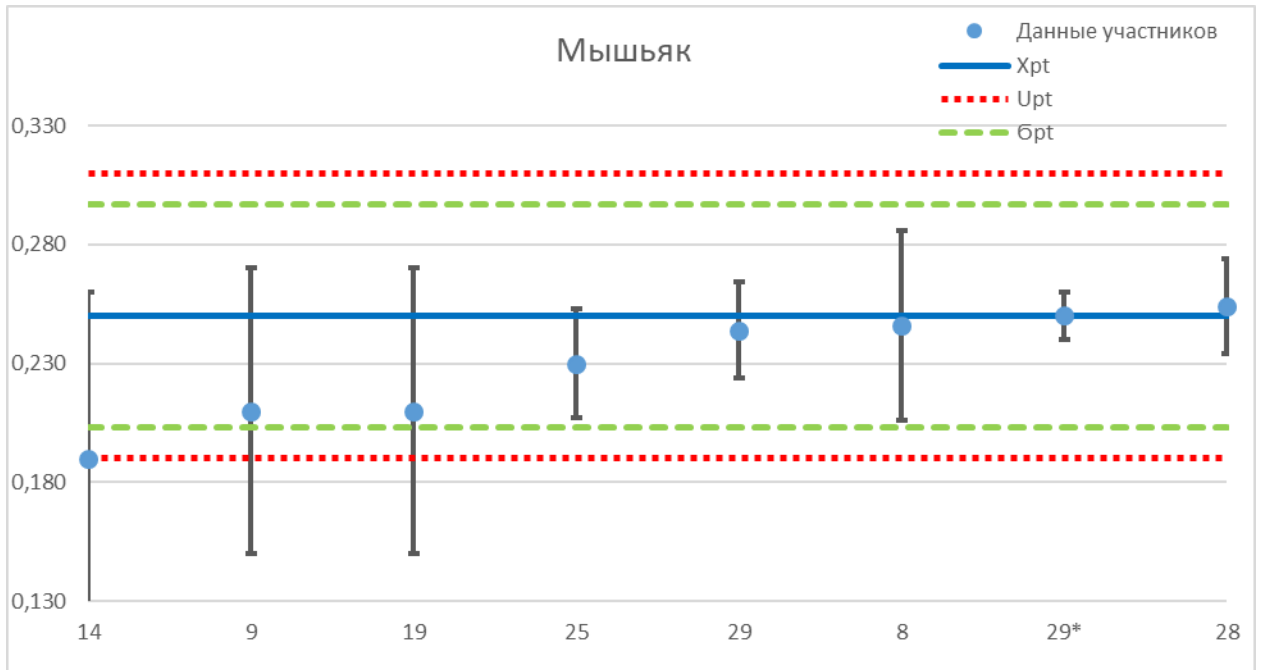


Рисунок №7. Результаты участников и соответствующие неопределенности при определении концентрации мышьяка.

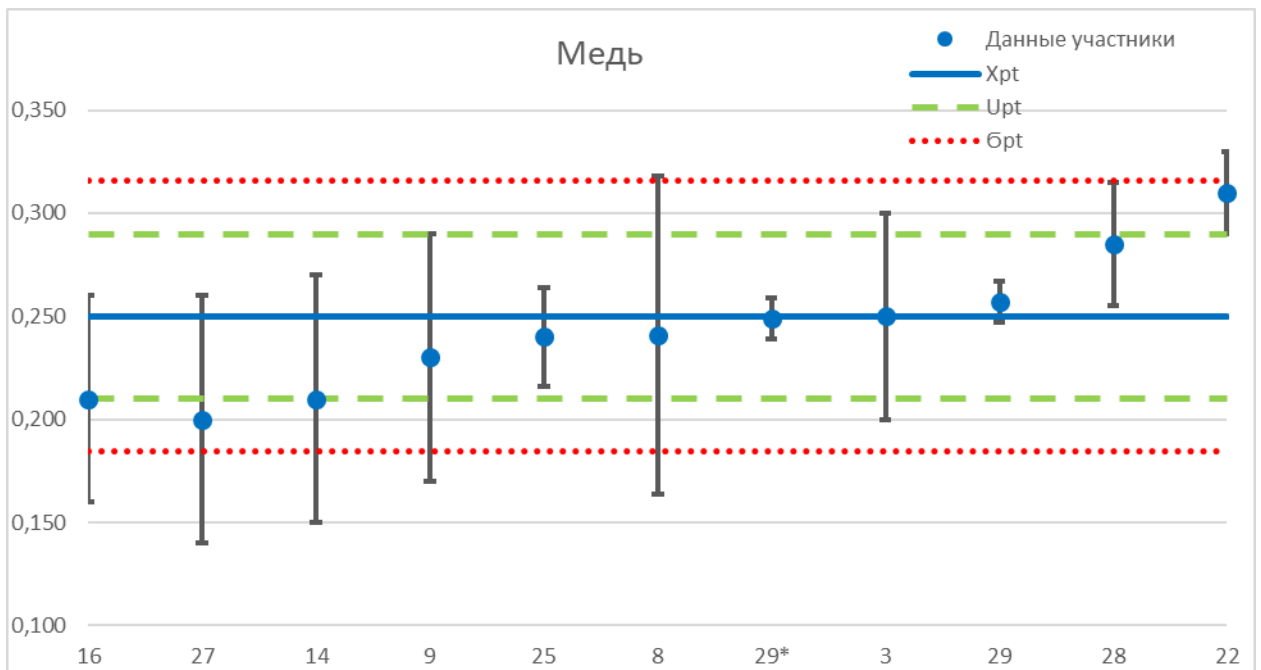


Рисунок №8. Результаты участников и соответствующие неопределенности при определении концентрации меди.

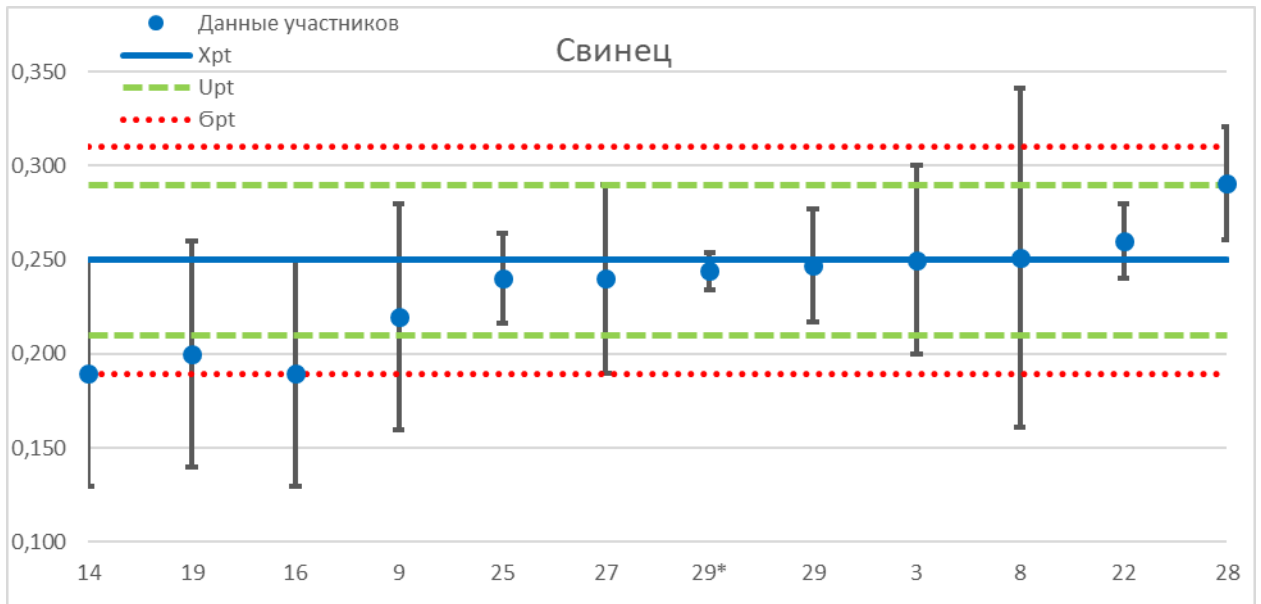


Рисунок №8. Результаты участников и соответствующие неопределенности при определении концентрации свинца.

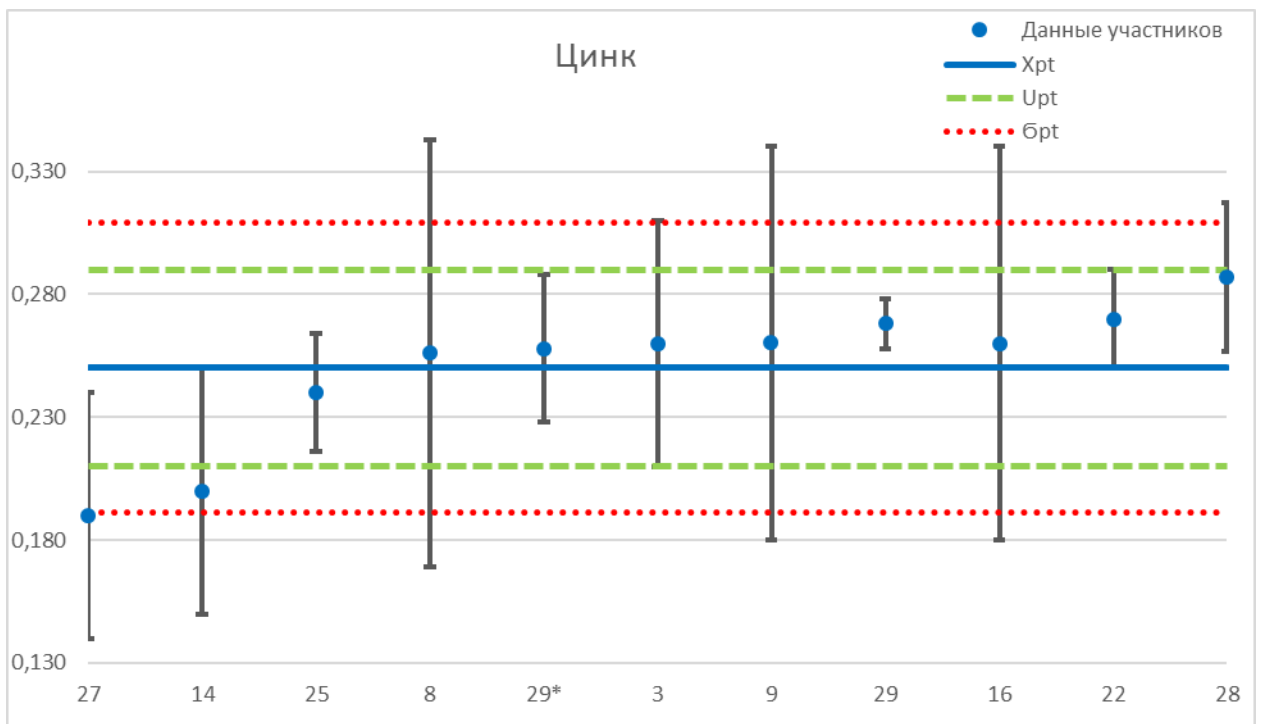


Рисунок №8. Результаты участников и соответствующие неопределенности при определении концентрации цинка.

7. Анализ результатов ПК

Обобщенные результаты оценивания качества результатов измерений приведены в Таблице 29-31.

Таблица 29.

Контрольный образец	КО 0014-В-1				
	Сухой остаток	Общая жесткость	Хлорид-ион	Сульфат - ион	Нитрат-ион
Общее число результатов	21	18	21	18	19
Число удовлетворительных результатов	16	13	12	13	14
Число сомнительных результатов	2	0	2	1	2
Число выбросов	3	5	7	4	3

Таблица 30.

Контрольный образец	КО 0014-В-2				
	Кадмий	Медь	Свинец	Цинк	Мышьяк
Общее число результатов	12	12	12	11	8
Число удовлетворительных результатов	11	12	12	11	8
Число сомнительных результатов	1	0	0	0	0
Число выбросов	0	0	0	0	0

8. Выводы

- Проведенная программа проверки квалификации показала, что результаты испытаний по лабораториям-участницам в целом можно признать удовлетворительными.
- При оценке выявлено, что имеются неудовлетворительные и сомнительные результаты, оценённые по z' -индексу.
- 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:
 - нарушены сроки предоставления результатов испытаний провайдеру;
 - не у всех лабораторий-участников указаны внутрилабораторные неопределенности результатов испытаний.

9. 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. ГОСТ ИСО/МЭК 17025-2019 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий.

Лист информации о внесенных изменениях

№ издание	Дата выпуска отчета	Краткое описание изменения
1	23.04.2025 г.	Предварительный
2	30.04.2025 г.	Код №4 Протокол испытаний был составлен без учета коэффициента разбавления. Однако статистическая обработка результатов проведена с его учетом. Окончательный

Конец отчета