

ГП Центральная лаборатория  
департамента геологии и недропользования  
при министерстве природных ресурсов,  
экологии и технического надзора Кыргызской Республики  
Провайдер межлабораторных сличительных испытаний



УТВЕРЖДАЮ:

Директор ГП Центральная лаборатория  
департамента геологии и недропользования  
при министерстве природных ресурсов,  
экологии и технического надзора  
Кыргызской Республики

Мурзабеков К.З.

« 3 » марта 2022 г.

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

**Раунд: МЛС № 0011-ГП-2021,**

**(окончательный)**

Координаторы МЛС №0011-ГП-2021  
Полевая А.В., Табылды кызы Эльнура  
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.*

2022 г.

**СОДЕРЖАНИЕ**

1. Введение.....	3 стр.
2. Участники проверки квалификации МЛС №0011-ГП-2021.....	4 стр.
3. Контрольные образцы .....	5 стр.
4. Методы испытаний.....	6 стр.
5. Результаты измерений.....	8 стр.
6. Оценка качества работы участников.....	9 стр.
7. Оценка качества результатов испытаний с использованием z-индекса.....	10 стр.
8. Графическое представление результатов.....	11 стр.
9. Анализ результатов раунда МЛС.....	13 стр.
10. Выводы.....	14 стр.
11. Рекомендации.....	14 стр.
12. Используемая литература.....	15 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 данной программе проверки квалификации лабораторий посредством МСИ является

- определение содержания золота и серебра в стандартном образце состава горных пород, руд.
- определение содержания золота и меди в медно-золотом концентрате

Каждой лаборатории-участнику МЛС были предоставлены контрольные образцы для проверки квалификации под номерами КО 0011-ГП-1 и КО 0011-ГП-2. К каждому образцу прилагалась инструкция по применению.

В проверке квалификации МЛС №0011-ГП-2021 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 №0011-ГП-2021**

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 «Информационно-исследовательский центр»
2.	ОАО «Карабалтинский горно-рудный комбинат» Центральная научно исследовательская лаборатория (ЦНИЛ)
3.	ЗАО Кумтор Голд Компани Пробирно-Аналитическая лаборатория ОТК ЗИФ КГК
4.	ГП Центральная лаборатория департамента геологии и недропользования при министерстве природных ресурсов, экологии и технического надзора Кыргызской Республики
5.	ОсОО «KAZ Minerals Vozymchak» Химико-Аналитическая Лаборатория
6.	ОсОО «Стюарт Эссей энд Инвайронментал Лэборэторис»
7	ОсОО «Альянс Алтын» Центральная пробирно-аналитическая лаборатория
8.	ОсОО «Алтынкен» химическая лаборатория

### 3. Контрольные образцы

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

- КО 0011-ГП-1 - стандартный образец (далее - СО) состава руды золотосодержащей ОСО № 0285/ГП -2010 (СОП 22, СОС 30, МТ-11). 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.
- КО 0011-ГП-1 – медно-золотой флотационный концентрат. Приписанные значения содержаний ингредиентов в контрольном образце приняты в соответствии с требованиями ГОСТ Р 50779.60-2017 (ИСО 13528:2015) на основе согласованного значения результатов участников. Значение метрологических характеристик СО приведены в Таблице 3.

Оборудование, используемое провайдером при приготовлении контрольных образцов, и проведении испытаний при установлении стабильности и однородности проверено и откалибровано.

Провайдер самостоятельно проводил контроль однородности и стабильности контрольных образцов как аккредитованная испытательная лаборатория по ГОСТ ИСО/МЭК 17025-2019

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

В течение периода проведения МЛС провайдером оценивалась стабильность контрольных образцов, 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
Золото (Au), г/т	ОСО 0285/ГП-2010 (СОП 22, СОС 30, МТ-11)	4,68	±0,22
Серебро (Ag), г/т		6,35	±0,84

Определяемая характеристика, единица величины	Приписанное значение	Стандартное отклонение результатов
Золото (Au), г/т	49,58	1,07
Медь (Cu), %	23,75	0,69

#### 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 4.

Таблица 4.

КО-0011-ГП-01			
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 СА	Спектральный атомно-эмиссионный анализ
11	Пробирно-гравиметрический анализ	11	Атомно-эмиссионный анализ с индуктивно связанной плазмой
14	Пробирно-гравиметрический анализ с атомно-абсорбционным окончанием	14	Атомно-абсорбционный анализ
22	Пробирно-гравиметрический анализ	22	Атомно-абсорбционный анализ
24	Атомно-абсорбционный анализ	24	*
25	Пробирно-гравиметрический анализ с атомно-абсорбционным окончанием	25	Атомно-абсорбционный анализ
30	Пробирно-гравиметрический анализ	30	Атомно-абсорбционный анализ
40	Пробирно-гравиметрический анализ с атомно-абсорбционным окончанием	40 АЭС-ИСП	Атомно-эмиссионный анализ с индуктивно связанной плазмой
		40 РФА	Рентгено-флуоресцентный анализ

<b>КО-0011-ГП-02</b>			
<b>код</b>	<b>Золото, г/т</b>	<b>код</b>	<b>Медь, %</b>
<b>6 ПА</b>	Пробирно-гравиметрический анализ	<b>6 ААА</b>	Атомно-абсорбционный анализ
<b>6 СА</b>	Спектральный атомно-эмиссионный анализ	<b>6 АЭС-ИСП</b>	Спектральный атомно-эмиссионный анализ
<b>11</b>	Пробирно-гравиметрический анализ	<b>11</b>	Атомно-эмиссионный анализ с индуктивно связанной плазмой
<b>14</b>	Пробирно-гравиметрический анализ	<b>14</b>	Атомно-эмиссионный анализ с индуктивно связанной плазмой
<b>22</b>	Пробирно-гравиметрический анализ	<b>22</b>	Йодометрический метод
<b>24</b>	*	<b>24</b>	*
<b>30</b>	Пробирно-гравиметрический анализ	<b>30</b>	Атомно-абсорбционный анализ
<b>40</b>	Пробирно-гравиметрический анализ с атомно-абсорбционным окончанием	<b>40 АЭС-ИСП</b>	Атомно-эмиссионный анализ с индуктивно связанной плазмой
		<b>40 РФА</b>	Рентгено-флуоресцентный анализ

\*-методы испытаний участниками не указаны.

**5. Результаты измерений**

Координатором были получены протоколы результатов измерений от 8 лабораторий. Результаты измерений представлены в Таблице 5.

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

Таблица 5.

<b>КО-0011-ГП-1</b>			
<b>Код</b>	<b>Золото, г/т</b>	<b>Код</b>	<b>Серебро, г/т</b>
6 ПА	4,60	6 ААА	6,48
6 СА	5,00	6 СА	6,00
11	4,64	11	6,03
14	4,69	14	6,09
22	5,43	22	6,04
24	4,62	24	6,29
25	4,67	25	5,31
30	4,74	30	5,84
40	3,99	40 АЭС-ИСП	6,53
		40 РФА	6,82
<b>КО-0011-ГП-1</b>			
<b>Код</b>	<b>Золото, г/т</b>	<b>Код</b>	<b>Медь, %</b>
6 ПА	49,00	6 ААА	23,51
6 СА	50,00	6 АЭС-ИСП	23,51
11	49,50	11	24,25
14	47,32	14	24,17
22	50,35	22	23,84
24	49,75	24	23,83
30	48,82	30	25,11
40	57,79	40 АЭС-ИСП	22,16
		40 РФА	22,46

## 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 значения 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	Количество результатов	Критические значения критерия Граббса		Фактические значения критерия Граббса		Оценка
		Gтаб 99%	Gтаб 95%	G max	G min	
<b>КО 0011-ГП-1</b>						
золото	9	2,387	2,215	1,904	1,894	удов
серебро	10	2,482	2,290	1,714	2,099	удов
<b>КО 0011-ГП-2</b>						
золото	8	2,374	2,126	2,365	0,949	удов
медь	7	2,139	2,020	1,619	1,655	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

$\sigma_{pt}$  – 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 7.

Таблица 7.

Ингредиент	Ед. измерения	Стандартное отклонение оценки компетентности
<b>КО 0011-ГП-1</b>		
золото	г/г	1,26
серебро	г/г	1,14
<b>КО 0011-ГП-2</b>		
золото	г/г	4,46
медь	%	1,16

- 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 8.

Таблица 8.

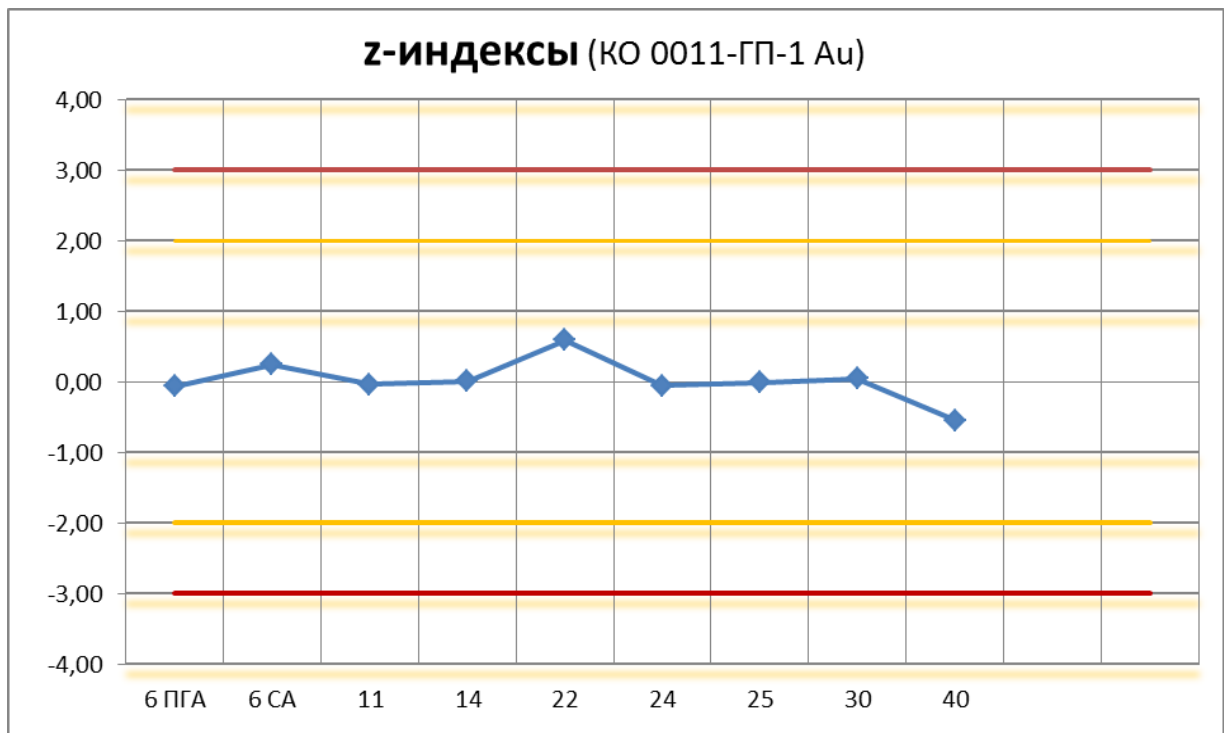
<b>КО 0011-ГП-1</b>					
<b>Золото, г/г</b>			<b>Серебро, г/г</b>		
Код	z-индекс	Оценка	Код	z-индекс	Оценка
6 ПГА	-0,06	удов.	6 ААА	0,11	удов.
6 СА	0,25	удов.	6 СА	-0,31	удов.
11	-0,04	удов.	11	-0,28	удов.
14	0,01	удов.	14	-0,23	удов.
22	0,59	удов.	22	-0,28	удов.
24	-0,05	удов.	24	-0,06	удов.
25	-0,01	удов.	25	-0,91	удов.
30	0,05	удов.	30	-0,44	удов.
40	-0,55	удов.	40 АЭС-ИСП	0,15	удов.
			40 РФА	0,41	удов.

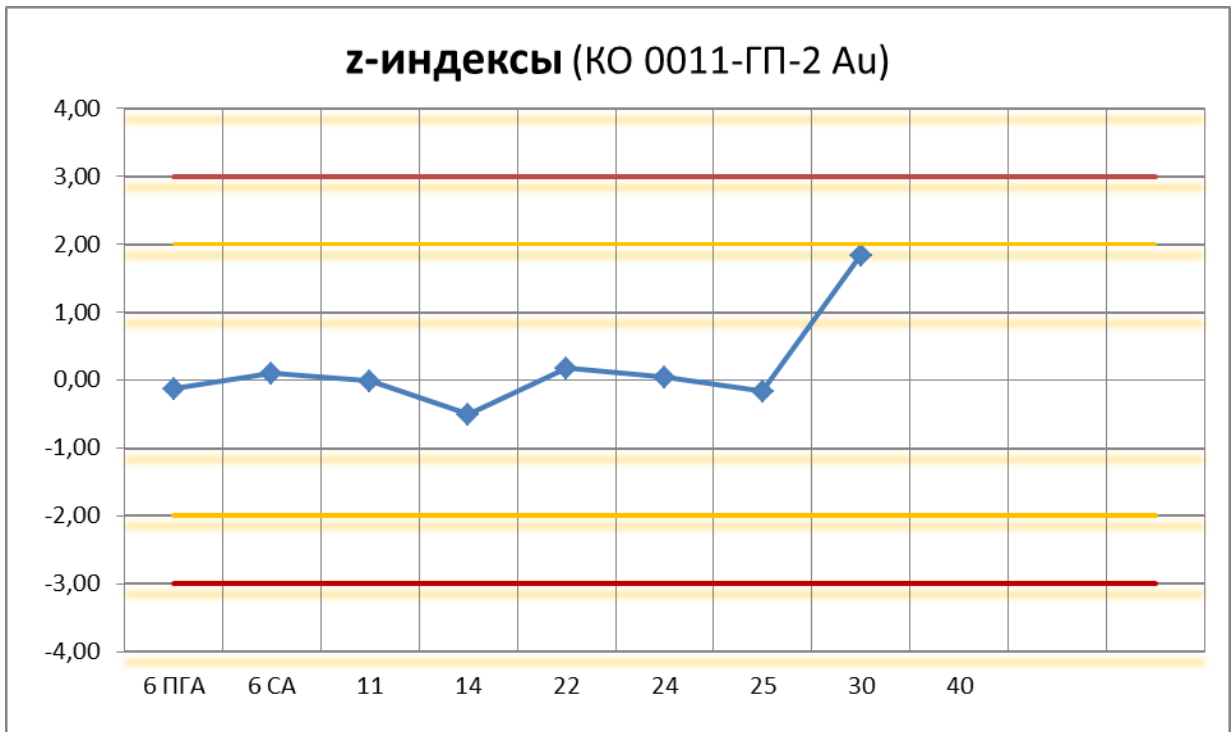
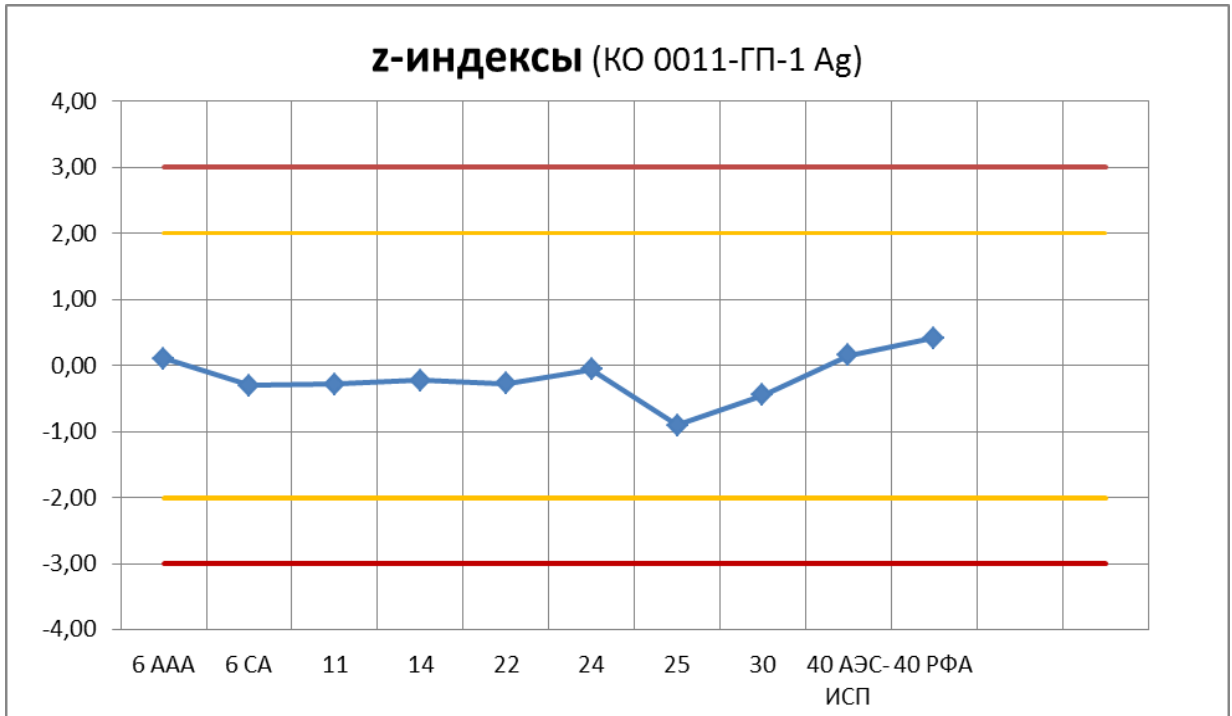
КО 0011-ГП-2					
Золото, г/г			Медь, %		
Код	z-индекс	Оценка	Код	z-индекс	Оценка
6 ПА	-0,13	удов.	6 ААА	-0,21	удов.
6 СА	0,09	удов.	6 АЭС-ИСП	-0,21	удов.
11	-0,02	удов.	11	0,43	удов.
14	-0,51	удов.	14	0,36	удов.
22	0,17	удов.	22	0,08	удов.
24	0,04	удов.	24	0,07	удов.
30	-0,17	удов.	30	1,17	удов.
40	1,84	удов.	40 АЭС-ИСП	-1,38	удов.
			40 РФА	-1,11	удов.

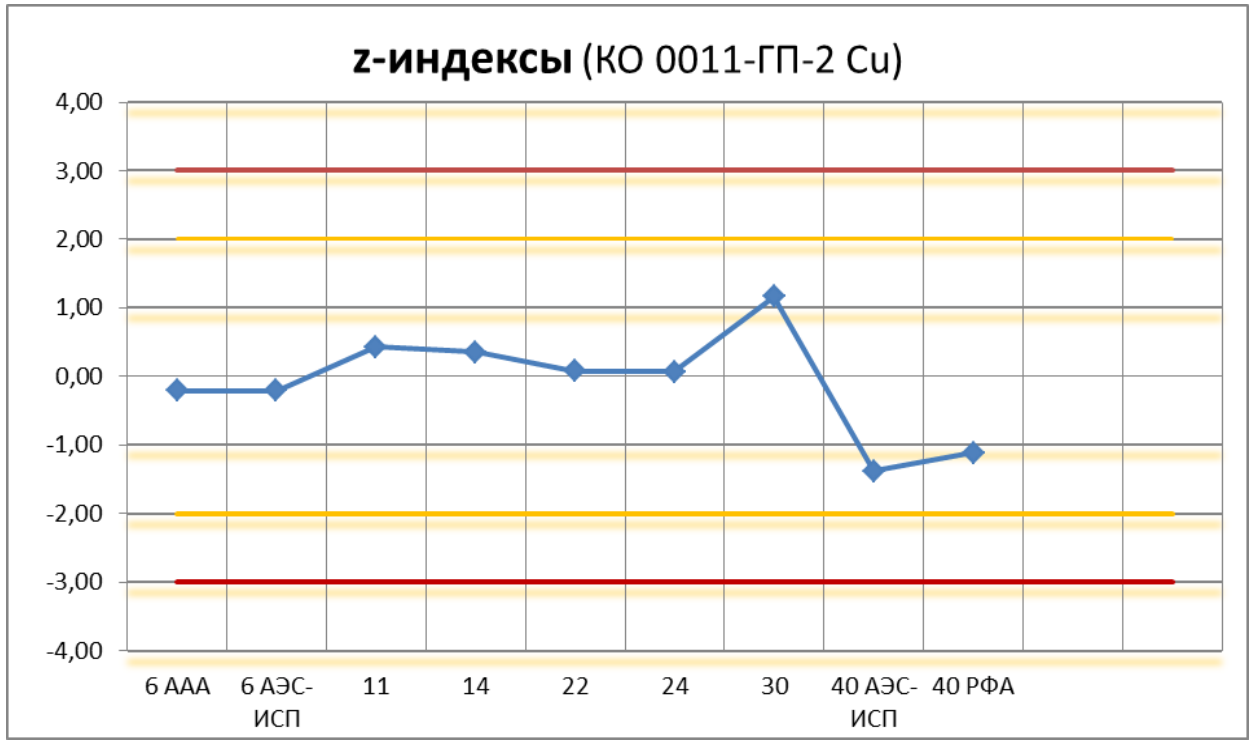
### 8. Графическое представление результатов

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 9.

Таблица 9

Контрольный образец	0011-ГП-1		0011-ГП-2	
	Au, г/т	Ag, г/т	Au, г/т	Cu, %
Общее число результатов измерений	9	10	8	7
Число удовлетворительных результатов	9	10	8	7
Число сомнительных результатов	0	0	0	0
Число выбросов	0	0	0	0

## **10. Выводы**

- Проведенная проверка квалификации показала, что все лаборатории-участники получили удовлетворительные результаты измерений.
- При оценки 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 (лаб. №24)
  - не указаны параллельные определения (лаб. №14, №30)
  - не указаны внутрिलाбораторные неопределенности результатов испытаний (лаб. №24, №25).

## **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.