

Провайдер межлабораторных сличительных испытаний
ГП «Центральная лаборатория»
при МПРЭТН КР



УТВЕРЖДАЮ:
Директор ГП «Центральная лаборатория»
при МПРЭТН КР

Мурзабеков К.З.

« 17 » апреля 2023 г.

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

Раунд: МЛС № 0012-ГП-2022

Координаторы МЛС №0012-ГП-2022
Табылды к. Э.
Асанакунова Э.А.
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.*

2023 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1. Введение.....	3стр.
2. Участники проверки квалификации МЛС №0012-ГП-2022.....	4стр.
3. Контрольные образцы	5стр.
4. Методы испытаний.....	6стр.
5. Результаты измерений.....	7стр.
6. Графическое представление результатов и неопределенности измерений...9стр.	
7. Оценка качества результатов испытаний с использованием z-индекса.....	11стр.
8. Анализ результатов раунда МЛС.....	13 стр.
9. Выводы	13стр.
10. Рекомендации	14стр.
11. Используемая литература	14стр.

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, серебра и меди в флотоконцентрате.

Каждой лаборатории-участнику МЛС были предоставлены контрольные образцы для проверки квалификации под номерами КО 0012-ГП-1, КО 0012-ГП-2. К каждому образцу прилагалась инструкция по применению.

В проверке квалификации МЛС №0012-ГП-2022 приняли участие 14 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 №0012-ГП-2022

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.	ОА «Узбекгеологоразведка» Центральная лаборатория
2.	ОА «Узбекгеологоразведка» Восточно-Курминская ППРЭ
3.	ГУП «Регионалгеология» АЛК Пробирная лаборатория
4.	ОА «Узбекгеологоразведка» Пробирная лаборатория Даугизтауской ППРЭ
5.	ОА «Узбекгеологоразведка» Центральная лаборатория Ингичкильская
6.	ОсОО «SAEL»
7	ОсОО «Информационно-Исследовательский Центр»
8.	ОсОО «Центральная Научно –Исследовательская лаборатория ОАО КГРК»
9.	ОсОО “Куранды девелопинг»
10.	ОсОО «Казминералз Бозвмчак»
11.	ОсОО «Альянс Алтын»
12.	ЗАО «Кумтор Голд Компани» Пробирно-Аналитическая лаборатория
13.	ОсОО «Эти Бакыр Терексай»
14.	ГП «Центральная Лаборатория»
15	ОсОО «Алтынкен»

3. Контрольные образцы

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

- КО 0012-ГП-1 – *Стандартный образец состава золотосодержащей руды.* Значение метрологических характеристик СО приведены в Таблице 2.
- КО 0012-ГП-2 – *Золото-медный флотационный концентрат.* Приписанные значения содержаний ингредиентов в контрольном образце приняты в соответствии с требованиями ГОСТ Р 50779.60-2017 (ИСО 13528:2015) на основе робастного значения результатов участников. Значение характеристик КО 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 на соответствие 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	Неопределенность аттестованного значения при P=0,95
Золото (Au), г/т	ОСО 0210-2010	6,0	0,3

Таблица 3

Аттестованная характеристика СО, единица величины	Приписанное значение (робастное)	Неопределенность измерений(робастное)
Золото (Au), г/т	14,47	0,48
Серебро (Ag), г/т	81,59	1,82
Медь (Cu),%	18,40	0,30

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.

код	Золото, г/т	Серебро, г/т	Медь, %
1	Пробирный анализ с атомно-абсорбционным окончанием	Атомно-абсорбционный метод	Атомно-эмиссионный метод с индуктивно-связанной плазмой
2	Пробирный анализ с атомно-абсорбционным окончанием	Атомно-эмиссионный метод с индуктивно-связанной плазмой *Рентгено-флуоресцентный метод	Атомно-эмиссионный метод с индуктивно-связанной плазмой *Рентгено-флуоресцентный метод
3	Пробирный анализ с гравиметрическим окончанием	Атомно-эмиссионный метод с индуктивно-связанной плазмой	Атомно-эмиссионный метод с индуктивно-связанной плазмой
4	Атомно-абсорбционный метод	Атомно-абсорбционный метод	Атомно-абсорбционный метод
5	Пробирный анализ с гравиметрическим окончанием	Атомно-абсорбционный метод	Йодометрический метод
6	Пробирный анализ с гравиметрическим окончанием	—	—
8	Пробирный анализ с гравиметрическим окончанием	—	—
9	Пробирный анализ с гравиметрическим окончанием	Атомно-абсорбционный метод	Атомно-эмиссионный метод
10	Атомно-абсорбционный метод	Метод химического анализа	Метод химического анализа
11	Пробирный анализ с гравиметрическим окончанием	—	Атомно-эмиссионный метод с индуктивно-связанной плазмой
12	Атомно-абсорбционный метод	—	Атомно-абсорбционный метод
13	Пробирный анализ с гравиметрическим окончанием	—	Атомно-абсорбционный метод
14	Пробирный анализ с гравиметрическим окончанием	—	—
15	Пробирный анализ с гравиметрическим окончанием	—	Атомно-абсорбционный метод

5. Результаты измерений

Координатором были получены протоколы результатов измерений от 14 лабораторий. Результаты измерений представлены в Таблицах 5 и 6.

Таблица 5.

КО-0012-ГП-1		
Код	Определяемый показатель, Аи, г/т	Расширенная неопределенность, г/т
1	5,92	0,53
2	6,67	1,57
3	6,24	1,25
4	6,0	0,24
5	6,25	0,62
6	7,20	-
8	6,08	-
9	6,0	1,08
10	5,93	-
11	5,99	0,54
12	6,018	0,45
13	6,04	0,05
14	5,92	-
15	6,25	0,54

КО-0012-ГП-2						
Код	Определяемый показатель, Au, г/т	Расширенная неопределенность, г/т	Определяемый показатель, Ag, г/т	Расширенная неопределенность, г/т	Определяемый показатель, Cu,%	Расширенная неопределенность, %
1	14,90	0,75	83,2 *83,36 **82,28	6,5 5,84 3,3	18,62 18,65	0,68 1,02
2	14,32	2,30	77,96 81,10	19,10 30,04	18,11 18,09	1,42 0,53
3	14,25	1,65	82,93	5,0	18,56	1,15
4	14,78	1,21	83,02	7,47	18,65	0,75
5	14,20	1,42	80,11	4,01	18,16	0,24
9	14,03	1,68	81,55	7,34	18,13	0,38
10	15,62	-	79,09	-	18,34	-
11	13,91	0,83	-	-	18,25	0,19
12	14,558	0,98	-	-	18,45	0,26
13	-	-	-	-	18,251	0,6
14	14,13	-	-	-	-	-
15	15,0	0,83	-	-	19,90	0,42

Графически данные результатов участников представлены в виде диаграмм. На данных диаграммах по оси Y указаны результаты участников с неопределенностью, по оси X – номера лабораторий. На графике представляются результаты участников с неопределенностью измерений в сопоставлении с приписанным значением и его неопределенностью. На представленных графиках наглядно видно распределение результатов по отношению к приписанному значению.

6. Графическое представление результатов и неопределенности измерений

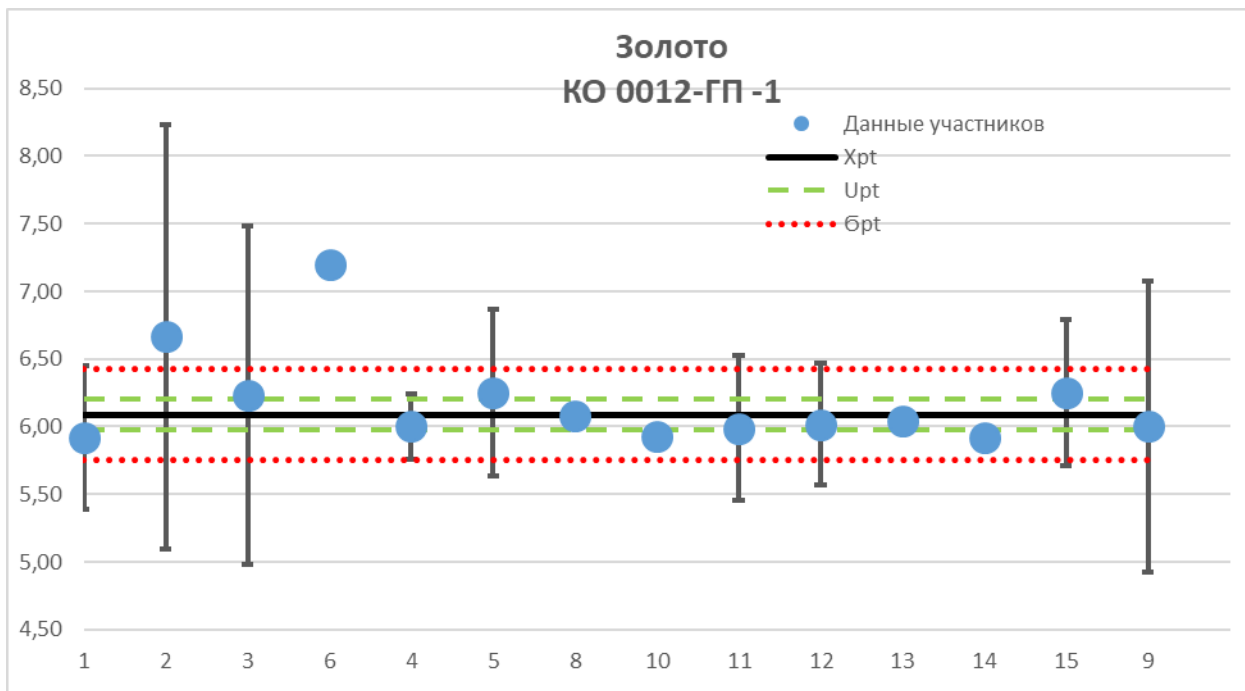


Рисунок №1. Результаты участников и соответствующие неопределенности при определении концентрации золота КО 0012-ГП-1.

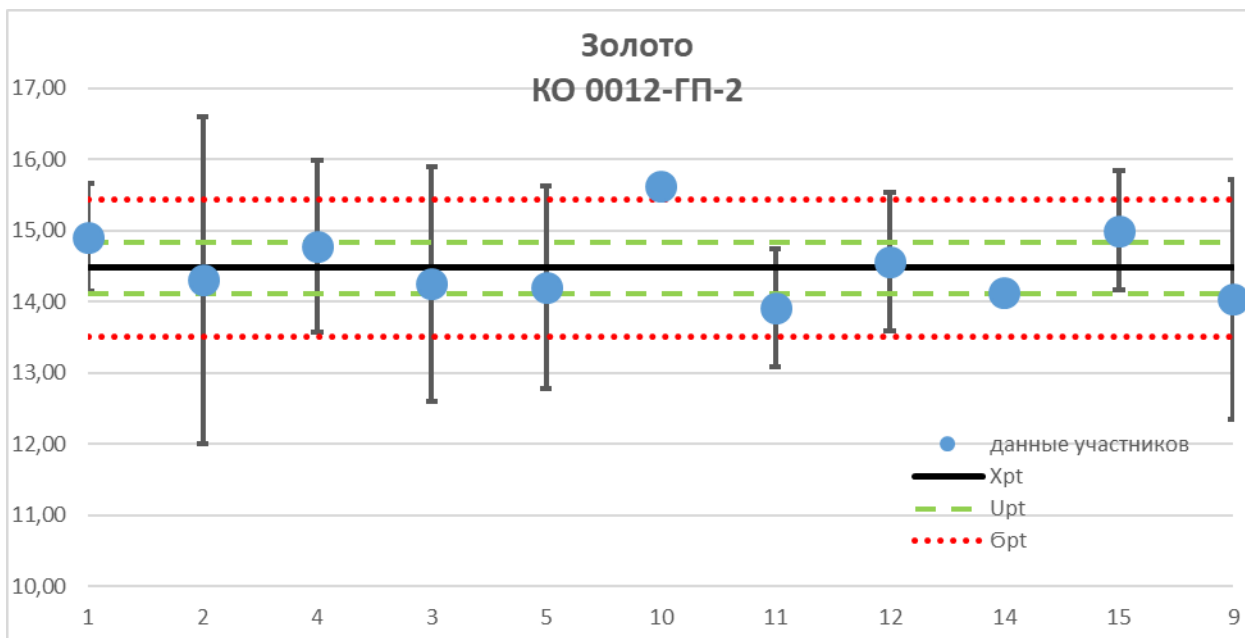


Рисунок №2. Результаты участников и соответствующие неопределенности при определении концентрации золота КО 0012-ГП-2.

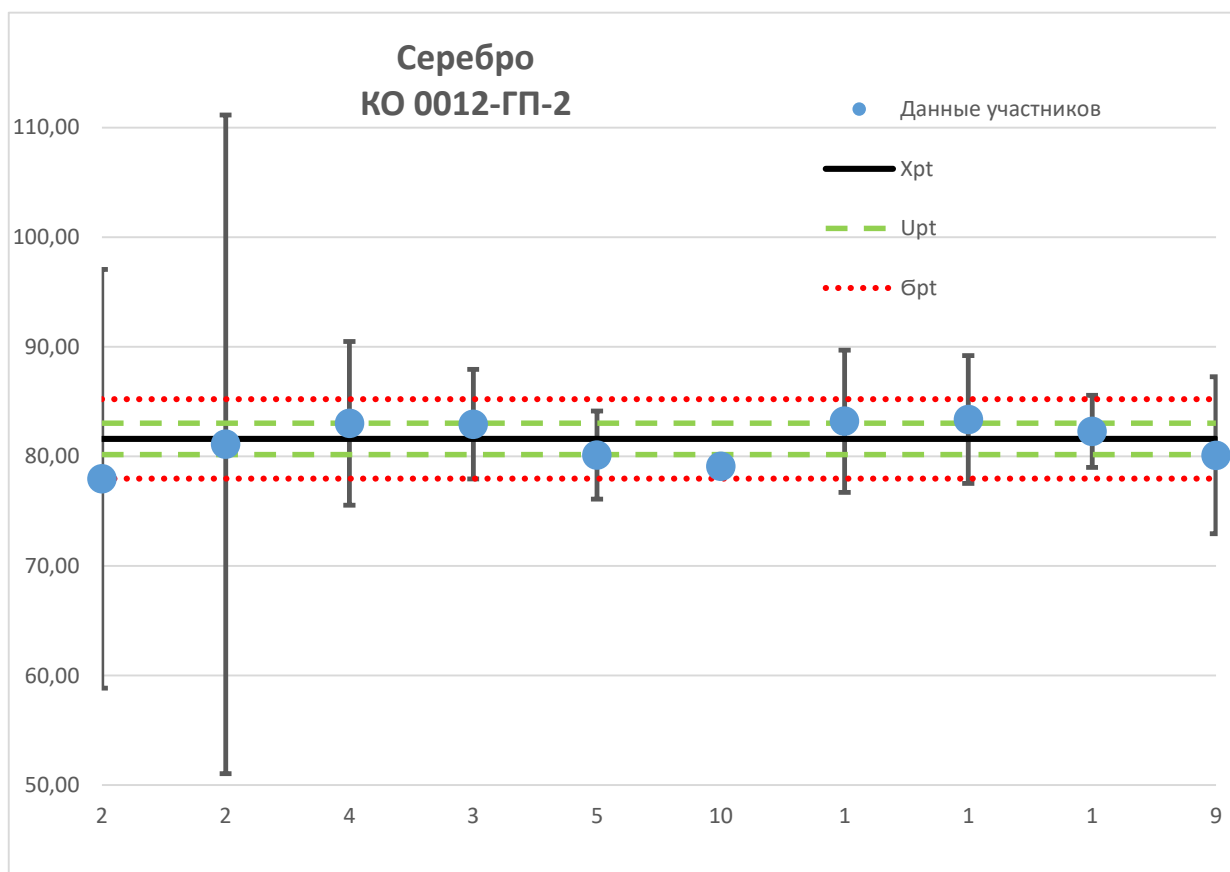


Рисунок №3. Результаты участников и соответствующие неопределенности при определении концентрации серебра КО 0012-ГП-2.

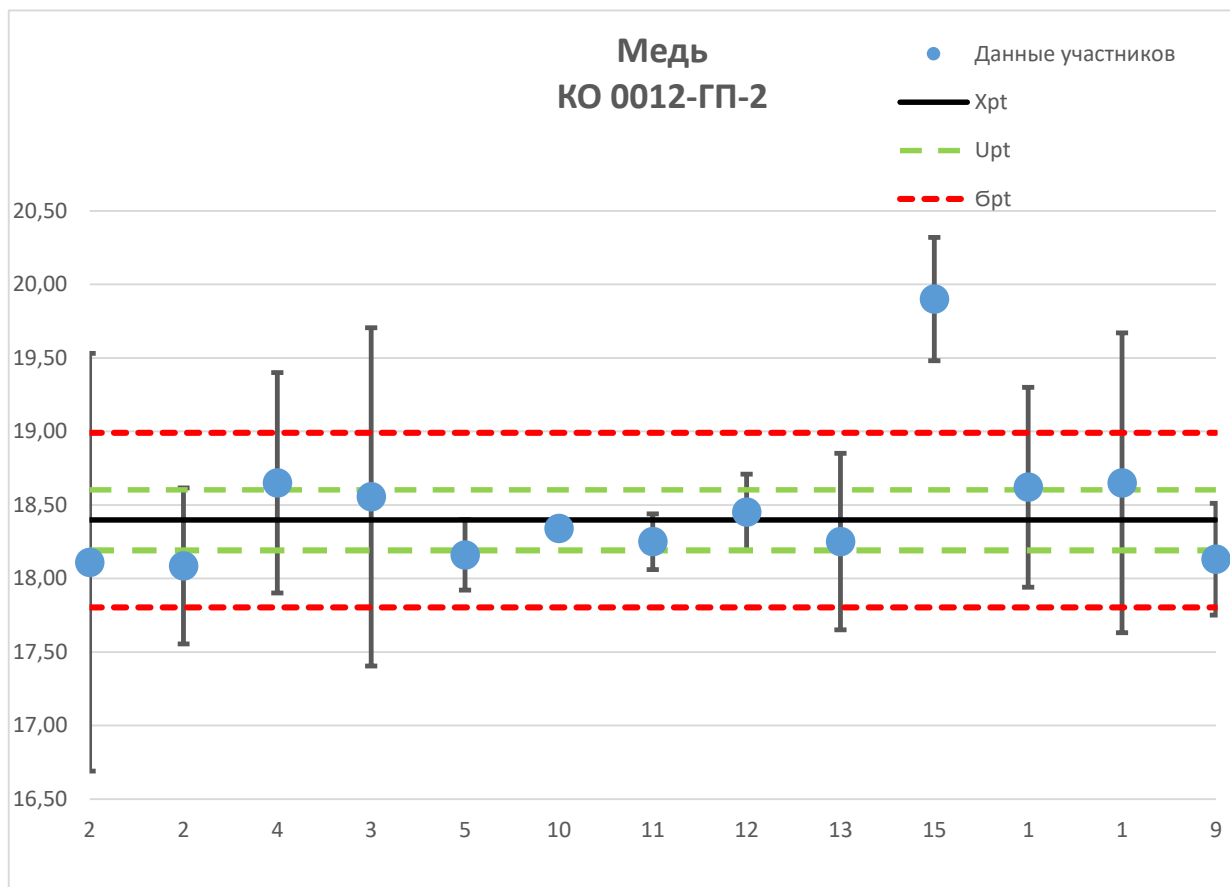


Рисунок №4. Результаты участников и соответствующие неопределенности при определении концентрации меди КО 0012-ГП-2.

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 7.

Таблица 7.

Ингредиент	Ед. измерения	Стандартное отклонение оценки компетентности
КО 0012-ГП-1		
Золото	г/т	0,17
КО 0012-ГП-2		
Золото	г/т	0,48
Серебро	г/т	1,82
Медь	%	0,3

- 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.

КО 0012-ГП-1		
Аu, г/т		
Код	z-индекс	Оценка
1	-0,08	Удов.
2	3,95	Неудов.
3	1,40	Удов.
4	0,0	Удов.
5	1,49	Удов.
6	7,13	Неудов.
8	0,48	Удов.
9	0,0	Удов.
10	-0,42	Удов.
11	-0,06	Удов.
12	0,11	Удов.
13	0,24	Удов.
14	-0,48	Удов.
15	1,49	Удов.

Таблица 8(продолжение)

КО 0012-ГП-2								
Аu, г/т			Аg, г/т			Сu, %		
Код	z-индекс	Оценка	Код	z-индекс	Оценка	Код	z-индекс	Оценка
1	0,89	Удов.	1	0,89	Удов.	1	0,75	Удов.
2	-0,36	Удов.	1*	0,98	Удов.	1*	0,85	Удов.
3	-0,46	Удов.	1**	0,38	Удов.	2	-1,05	Удов.
4	0,64	Удов.	2	-2,0	Удов.	2*	-0,97	Удов.
5	-0,57	Удов.	2*	-0,27	Удов.	3	0,53	Удов.
9	-0,92	Удов.	3	0,74	Удов.	4	0,85	Удов.
10	2,38	Сомн.	4	0,79	Удов.	5	-0,80	Удов.
11	-1,17	Удов.	5	-0,81	Удов.	9	-0,90	Удов.
12	0,18	Удов.	9	-0,82	Удов.	10	-0,19	Удов.
14	-0,71	Удов.	10	-1,37	Удов.	11	-0,50	Удов.
15	1,09	Удов.				12	0,18	Удов.
						13	-0,49	Удов.
						15	5,06	Неудов.

8. Анализ результатов раунда МЛС

Обобщенные результаты оценивания качества результатов измерений приведены в Таблице 9.

Таблица 9

Контрольный образец	0012-ГП-2022	0012-ГП-2022		
	Аu, г/г	Аu, г/г	Аg г/г	Сu,%
Общее число результатов измерений	14	11	8	13
Число удовлетворительных результатов	12	10	8	12
Число сомнительных результатов	-	1	-	-
Число выбросов	2	-	-	1

9. Выводы

- Проведенная проверка квалификации показала, что результаты испытаний по лабораториям-участникам 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 указаны параллельные определения;
 - не указаны внутрилабораторные неопределенности результатов испытаний.

10. 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.

11. 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.

Лист информации о внесенных изменениях

№ издание	Дата выпуска отчета	Краткое описание изменения
1	17.04.2023	Первый выпуск
2	24.04.2023	Таблица 8 – добавлено значение z-индекс лаборатории под кодом 2* Таблица 9 – исправлено число удовлетворительных результатов

Конец отчета