



	Провайдер проверок квалификации лабораторий ФГБУ «ВИМС»	Программа ПК МСИ № 2.5/2024-МС
		Лист 2 / 10

## ПРОГРАММА ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ

МСИ № 2.5/2024 – МС

### «МИНЕРАЛЬНОЕ СЫРЬЕ И ПРОДУКТЫ ЕГО ПЕРЕРАБОТКИ»

Провайдер	Федеральное государственное бюджетное учреждение «Всероссийский научно-исследовательский институт минерального сырья им. Н.М. Федоровского» (ФГБУ «ВИМС») 119017, Москва, Старомонетный пер., 31
Координатор	Будаева Елена Николаевна
Контакты координатора	Тел.: (495) 950-33-74, e-mail: budaeva@vims-geo.ru
Цель	Контроль сопоставимости используемых в испытательной лаборатории (далее – ИЛ) методик испытаний, определение сопоставимости результатов испытаний, полученных в различных ИЛ
Тип программы	Параллельная
Участники программы ПК	ИЛ, выполняющие анализ минерального сырья и продуктов его переработки, изъявившие желание участвовать в программе проверки квалификации, независимо от организационно-правовой формы и статуса аккредитации, а также системы аккредитации, в которой аккредитована ИЛ.
Регламентируемое количество участников	Количество участников не менее 5 по определению каждой характеристики, но не более 20
Стоимость участия	<b>30 000 (Тридцать тысяч) рублей с учетом НДС</b>

	Провайдер проверок квалификации лабораторий ФГБУ «ВИМС»	Программа ПК МСИ № 2.5/2024-МС
		Лист 3 / 10

## 1. Сроки реализации программы ПК май – сентябрь 2024г

1.1 Прием заявок на участие в программе ПК	<b>не позднее 03.06.2024</b> <i>(возможно досрочное прекращение принятия заявок при количестве лабораторий более регламентированного программой ПК)</i>
1.2. Отправка образцов для контроля	<b>Централизованно в течение 4-х недель</b> после завершения приема заявок <i>(дополнительно координатор программы сообщает в информационном письме точную дату отправки, трек-номер отправления; сроки доставки ОК доступны по ссылке трек-номера)</i>
1.3. Прием результатов испытаний	<b>не позднее 22.07.2024 г.*</b>
1.4. Предоставление заключительных документов участникам программы ПК	<b>сентябрь 2024г</b>

\*Провайдер ПК оставляет за собой право не включать в Сводный отчет результаты испытаний, предоставленные позднее установленного срока.

## 2. Описание Программы проверки квалификации

### 2.1. Общие сведения

Регулярное участие в программах проверки квалификации – обязательное условие для признания деятельности ИЛ, соответствующей требованиям ГОСТ ISO/IEC 17025-2019. В ряду других мероприятий по обеспечению качества лабораторных исследований внешняя оценка качества занимает особое место, поскольку обеспечивает объективную оценку качества исследований по конечному результату.

Участие ИЛ в программах проверки квалификации посредством межлабораторных сличительных испытаний является элементом системы качества лаборатории.

Целями участия ИЛ в программе проверки квалификации является оценка компетентности лаборатории в части проведения испытаний минерального сырья и продуктов его переработки.

Программа составлена в соответствии с документами ГОСТ ISO/IEC 17043-2013 Оценка соответствия – Основные требования к проведению проверки квалификации, РМГ 103-2010 «Проверка квалификации испытательных (измерительных) лабораторий, осуществляющих испытания веществ, материалов и объектов окружающей среды (по составу и физико-химическим свойствам) посредством межлабораторных сравнительных испытаний», Р 50.4.006-2002 «Межлабораторные сравнительные испытания при аккредитации и инспекционном контроле испытательных лабораторий. Методика и порядок проведения», РД «Организация и проведение МСИ в лабораторной службе МПР России».

Тип программы: параллельная, совмещенная с характеристикой СО.

Информация об ИЛ и ее результаты испытаний, на основании ее письменного согласия, на этапе приема заявки на участие, могут быть использованы для характеристики СО и оформления сопроводительных документов.

### 2.2. Образцы для контроля

Образцы расфасовываются в полиэтиленовые пакеты в количестве, достаточном для измерения контролируемых показателей. На полиэтиленовые пакеты с материалом ОК наклеиваются этикетки, содержащие следующую информацию:

- Наименование Программы ПК.
- Название организации, проводящей проверку квалификации.
- Шифр образца.

Информация об образцах для контроля (определяемые показатели, диапазоны ориентировочных содержаний и характеристика материала и т.д.) представлена в Таблице 1.



## Информация об образцах для контроля

Таблица 1

1. Образец для контроля	<b>Подготовленный материал крупностью 0,071 мм для 95% массы пробы.</b>			
2. Объект	<b>Минеральное сырье, а именно: Руды драгоценных металлов и продукты их первичной переработки</b>			
3. Диапазоны ориентировочных содержаний определяемых показателей, характеристика материала образцов для контроля				
№ п/п	Шифр образца для контроля	Определяемая характеристика, ед. изм.	Диапазоны значений	Характеристика материала образцов для контроля
1	<b>ОК 1055/2024</b>	Au, %	15,0 – 20,0	Концентрат золотосеребряной руды (цементат цинковый)
		Ag, %	5,0 – 10,0	
2	<b>ОК 1056/2024</b>	Au, %	25,0 – 30,0	Концентрат золотосеребряной руды (цементат цинковый)
		Ag, %	8,0 – 12,0	
3	<b>ОК 1057/2024</b>	Au, %	40,0 -45,0	Концентрат золотосеребряной руды (цементат цинковый)
		Ag, %	8,0 – 12,0	
<i>Примечания: представленные диапазоны являются ориентировочными. Содержания элементов могут выходить за рамки диапазонов, указанных в Таблице.</i>				
4. Масса предоставляемого ОК, г			<b>5,0 ± 0,5</b>	



### 2.3. Условия транспортировки и хранения ОК

Транспортировка образцов может осуществляться любым видом транспортных средств. При транспортировке образцы не должны подвергаться воздействию атмосферных осадков и агрессивных химических веществ.

Хранение образцов должно осуществляться в сухом помещении в закрытых пакетах (таре) в условиях, исключающих вибрацию, действие химических веществ и влаги, если не указано иное.

Образцы стабильны при соблюдении условий, изложенных в настоящем пункте.

Приемка образцов для контроля осуществляется на основании акта, являющегося приложением к Инструкции для участников программы ПК, направляемой вместе с ОК.

### 2.4. Действия при утере и повреждении образцов

В случае утери или повреждения образцов для контроля не по вине провайдера, ИЛ в оперативном порядке должна известить провайдера о произошедшем в письменном виде. После чего провайдер принимает решение о досылке ОК.

## 3. Условия проведения испытаний

Условия проведения испытаний приведены в Таблице 2.

### Требования к условиям испытаний

Таблица 2

Условия	Требования к условиям
Ограничения по используемым методикам/методам измерений	<b>Отсутствуют</b> Рекомендуется применять методики измерений, разработанные в соответствии с ГОСТ 8.563-2009 и ОСТ 41-08-205-04
Количество испытаний каждого показателя	2 (Два) в условиях внутрилабораторной прецизионности
Испытания проводятся так же, как для рутинных проб. Пробы ОК распределяются среди рутинных проб случайным образом.	

## 4. Потенциальные источники ошибок

– несоблюдение процедур методик (методов) измерений (использование непригодных реактивов, несоблюдение условий проведения анализа, использование непригодного оборудования и т.д.);

– несоблюдение требований по обращению с ОК (п. 2.3);

– использование несоответствующих методик (методов) измерений,

– компетентность персонала не соответствует выполняемой работе;

- человеческий фактор, невнимательность персонала.

## 5. Передача результатов Провайдеру ПК

1) Результаты испытаний предоставляют в виде **протоколов**, соответствующих требованиям ГОСТ ISO/IEC 17025-2019 и действующей СМ лаборатории.

Протокол испытаний должен содержать:

Общая информация об ИЛ:

- наименование организации и наименование лаборатории;

- адрес, телефон, e-mail;

- номер аттестата аккредитации с указанием даты выдачи и срока действия (при наличии);

- номер программы ПК;



- полное наименование методики (метода) измерений, используемых лабораторией при испытании образцов для контроля;
- сведения о метрологической прослеживаемости результатов (сведения о поверке СИ, используемых СО и др.)

Сведения о результатах испытаний:

- шифр образца;
- наименование показателя;
- шифр методики (метода) измерений;
- метод анализа (рекомендуемое обозначение метода анализа приведено в Инструкции для участников программы ПК, направляемой вместе с ОК)
- результат испытаний (**количество испытаний, регламентируемое программой ПК, см. п.3, Таблица 2**), разрядность результатов испытаний предоставляется согласно методике (метода) измерений;
- масса навески;
- в примечании необходимо указать:
  - способ построения градуировочных характеристик (по СО, по чистым веществам, иное),
  - способ разложения пробы (2-х, 3-х, 4-х кислотное, иное),
  - информацию об отклонениях/особенностях, наблюдаемых в ходе анализа (напр. осадок и т.д.);

Рекомендуется результаты предоставлять в виде таблицы, форма которой приведена ниже.

Результаты испытаний

Шифр образца	Определяемая характеристика	Ед. изм.	Шифр методики (метода) измерений	Метод измерений	Результат испытаний, неопределенность		Масса навески, г	Примечание
					Изм.1	Изм.2		

2) Результаты испытаний, полученные вне области аккредитации/сертификации лаборатории рекомендуется предоставлять отдельным протоколом

3) **Копию подписанного протокола**, необходимо отправить на электронный адрес координатора программы ПК.

4) Оригинал протокола испытаний необходимо направить в адрес

ФГБУ «ВИМС»: 119017, г. Москва, Старомонетный пер., д. 31 Отдел метрологии.

Протоколы испытаний, полученные Провайдером от участников программы ПК, являются конфиденциальной информацией. Уклонение от сговора и фальсификации-прямая обязанность участников.

Процедуры провайдера ПК по реагированию в случае подозрений в сговоре и/или фальсификации результатов предусматривают:

- исключение из программы ПК подозреваемых лабораторий без возврата стоимости участия в программе ПК,
- если количество лабораторий, не участвующих в сговоре/фальсификации, менее регламентированного программой ПК (Пять) программа может быть приостановлена.

Участники программы ПК несут-ответственность за фальсификацию результатов испытаний, полученных при реализации программы ПК.

**6. Обработка полученных результатов**

Обработка результатов испытаний, полученных от ИЛ производится в соответствии с алгоритмами, прописанными в ГОСТ ISO/IEC 17043-2013 «Оценка соответствия – Основные требования к проведению проверки квалификации», ГОСТ Р 50779.60-2017 (ИСО 13528:2015) «Статистические методы. Применение при проверке квалификации посредством межлабораторных испытаний», ОСТ 41-08-212-04 «УКАР. Нормы погрешности химического состава минерального сырья и классификация методик лабораторного анализа по точности результатов», ISO Guide 35-2017 «Стандартные образцы. Общие и статистические принципы сертификации (аттестации)».



Протоколы с результатами испытаний, представленные лабораториями, перед статистической обработкой анализируют с точки зрения правильности выполнения требований программы проверки квалификации и формы представления результатов. Проводится визуальный анализ данных для подтверждения ожидаемого распределения результатов, а также для выявления аномалий. Очевидные промахи, такие как данные с некорректными единицами измерений, ошибками, результаты, принадлежащие различным ОК и т.д., удаляются из набора данных до начала их статистической обработки. Оценка нормальности распределения полученных результатов проводится путем построения гистограммы, либо с использованием других наглядных методов.

## 7. Приписанные значения

### 7.1. Подготовленный материал

Если в качестве образца для контроля используется подготовленный материал минерального сырья, приписанное значение устанавливается на основе согласованного результата участников (п.7.7.1 ГОСТ Р 50779.60-2017).

Процедура установления приписанного значения на основе согласованного результата участников (при использовании в качестве образца для контроля подготовленного материала минерального сырья) проводится после проведения предварительного анализа результатов и удаления аномальных значений (ошибок, опечаток и др.) согласно п.6.3 ГОСТ Р 50779.60-2017.

В некоторых случаях провайдер проверки квалификации может использовать только группу участников, которые определены как надежные по некоторым критериям, например, на основе статуса аккредитации или предварительной работы (п.7.7.1.1 ГОСТ Р 50779.60-2017).

В соответствии с п. В.2.5 с) ГОСТ ISO/IEC 17043-2013 и п. 6.3.2 ГОСТ Р 50779.60-2017 результаты, удаленные как выбросы, удаляются только из расчетов приписанного значения, впоследствии выбросы оцениваются в рамках программы проверки квалификации, и на их основе дается соответствующая оценка характеристик функционирования.

Общая модель приписанного значения и его неопределенности согласно п. 7.2.2 ГОСТ Р 50779.60-2017 приведена ниже.

#### 7.1.1 Приписанное значение

Приписанное значение описывается уравнением 1 .

$$x_{pt} = x_{char} + \delta_{hom} + \delta_{trans} + \delta_{stab}, \quad (1)$$

где

$x_{pt}$  - приписанное значение;

$x_{char}$  – значение, полученное при характеристизации (определении приписанного значения);

$\delta_{hom}$  - погрешность, вызванная различиями образцов для проверки квалификации;

$\delta_{trans}$  - погрешность, вызванная нестабильностью условий транспортирования;

$\delta_{stab}$  - погрешность, вызванная нестабильностью процесса проведения проверки квалификации.

Подразумевается, что указанные в формуле 1 погрешности незначимы и приняты равными нулю.

Для оценки  $x_{char}$  применяются алгоритмы, устойчивые к асимметрии распределения и описанные в ISO Guide 35. Алгоритм расчета зависит от распределения результатов.

Если значения набора данных соответствуют приблизительно нормальному распределению, среднее арифметическое набора данных  $p$  принимается как приписанное значение  $x_{char}$ .

$$x_{char} = \frac{\sum x_i}{p}$$

(2)



Если результаты не соответствуют нормальному распределению и/или содержат неисключенные выбросы, то для установления приписанного значения используется средневзвешенное значение:

$$x_{char} = \frac{\sum_{i=1}^p w_i x_i}{\sum_{i=1}^p w_i} \quad (3)$$

где  $w_i$  – весовой коэффициент, применяемый к среднему значению каждого набора данных  $x_i$ . Весовые коэффициенты, а также неопределенность характеристики рассчитываются в соответствии с п.5.5 ГОСТ 8.532-2002.

Если результаты не соответствуют нормальному распределению, но могут быть преобразованы в нормально распределенные данные, данные можно оценить в соответствии со следующими этапами: преобразовать необработанные данные; применить вычисления, как в формуле (2); рассчитать заданное значение и доверительный интервал; применить обратное преобразование к приписанному значению и доверительному интервалу.

### 7.1.2 Неопределенность приписанных значений

Неопределенность приписанных значений рассчитывалась по формуле:

$$u(x_{pt}) = \sqrt{u_{char}^2 + u_{hom}^2 + u_{trans}^2 + u_{stab}^2}, \quad (4)$$

где

$u(x_{pt})$  - стандартная неопределенность приписанного значения;

$u_{char}$  - стандартная неопределенность, соответствующая характеристике;

$u_{hom}$  - стандартная неопределенность, связанная с различиями между образцами (неопределенность от неоднородности материала ОК);

$u_{trans}$  - стандартная неопределенность, соответствующая нестабильности условий транспортирования образцов;

$u_{stab}$  - стандартная неопределенность, соответствующая нестабильности процесса проведения проверки квалификации.

Значения  $u_{trans}$  и  $u_{stab}$  - приняты равными нулю (материал стабилен на время проведения программы ПК, условия транспортировки регламентированы).

Расширенная неопределенность (при коэффициенте охвата  $k=2$ ) приписанных значений рассчитывалась по формуле

$$U(x_{pt}) = k * u(x_{pt}) \quad (5)$$

### 7.2. Состав образцов

Образец для контроля может быть подготовлен путем смешивания материалов с известными уровнями содержания вещества в установленных пропорциях (пункт В 2.1.а ГОСТ ISO/IEC 17043-2013).

Характеризация образца для контроля проводится путем расчета на основе содержания веществ в используемых материалах с учетом требований п. 7.3 ГОСТ Р 50779.60-2017 (ИСО 13528:2015) по алгоритму, описанному в п.9.3.4 ISO Guide 35.

Приписанное значение  $x_{pt}$  вычисляется из масс  $m_i$  отдельных компонентов и массовых долей  $w_i$  каждого материала по формуле:

$$x_{pt} = \frac{\sum w_i m_i}{\sum m_i} \quad (6)$$

Оценка стандартной неопределенности в этом случае проводится путем сочетания основных неопределенностей (неопределенности, связанные с гравиметрическими измерениями и чистотой всех материалов) по алгоритму, приведенному в п. 7.1.2 настоящей программы.

### 7.3 Сертифицированный (аттестованный) стандартный образец

Если в качестве образца для контроля используется сертифицированный (аттестованный) стандартный образец, то согласно п. 7.4 ГОСТ Р 50779.60-2017 приписанным значением



принимается его сертифицированное (аттестованное) значение, а неопределенность приписанного значения - погрешность (неопределенность) сертифицированного (аттестованного) значения. В исключительных случаях, если в процессе реализации программы у провайдера ПК возникают сомнения в достоверности установления сертифицированного (аттестованного) значения, то оценка функционирования лабораторий может быть проведена с использованием согласованного значения лабораторий (см. п. 7.1 настоящей Программы).

#### 7.4 Метрологическая прослеживаемость

Метрологическая прослеживаемость приписанных значений обеспечивается:

- посредством применения в качестве образцов для контроля (или компонентов образцов для контроля) стандартных образцов с установленной прослеживаемостью;
- посредством использования в качестве приписанного значения согласованного результата технически компетентных лабораторий, применяющих: калиброванные/поверенные средства измерений, ССО, выпущенные производителями, соответствующими требованиям ISO 17034:2016 (ГОСТ Р ИСО 17034-2021), а также аттестованные методики измерений.

Прослеживаемость приписанных значений обеспечивается к национальным эталонам единиц величин (например, к единице величины «масса», к единице объема жидкости и др.), и/или к национальным эталонам иностранных государств.

#### 8. Оценка характеристик функционирования

Обработка экспериментальных данных, полученных при проведении проверки квалификации, выполняется по алгоритму оценки качества с использованием z-индексов.

Расчет показателя функционирования для каждой лаборатории проводится на основании разницы между их результатом ( $x_i$ ) и приписанным значением ( $x_{pt}$ ), а оценка качества выполнения КХА по величине z –индекса (по алгоритму, приведенному в ГОСТ Р 50779.60-2017 и РМГ 103-2010).

При  $|z| \leq 2,0$  характеристика функционирования признается удовлетворительной, при  $2,0 < |z| < 3,0$  характеристика функционирования сомнительна, требуется выполнение предупреждающих действий,

значение  $|z| \geq 3,0$  указывает на неудовлетворительную характеристику функционирования, требуется выполнение корректирующих действий.

В случае, когда приписанное значение выражается в виде «<A» (неколичественная характеристика), удовлетворительным результатом лаборатории считается любое значение между 0,000 и A, сомнительным – превышающее A не более чем на 60% (максимально допустимое отклонение для методик III категории точности), неудовлетворительным – превышающее A более чем на 60%.

Для каждого полученного от лаборатории значения вычислено значение z-индекса (z) результата испытаний по следующей формуле:

$$z_i = \frac{(x_i - x_{pt})}{\sigma_{pt}}$$

- где  $x_i$  – результат испытаний, полученный от лаборатории;  
 $x_{pt}$  – приписанное значение образца для ПК (ОК);  
 $\sigma_{pt}$  – стандартное отклонение для оценки квалификации

В качестве нормативного значения стандартного отклонения, используемого для оценки компетентности участников программы проверки, принимается значение допустимого среднего квадратического отклонения  $\sigma_d$ , взятое для соответствующего содержания определяемого показателя (Приложение А к ОСТ 41-08-212-04, при необходимости Приложение Е ОСТ 41-08-266-04).

#### 9. Степень гласности результатов

- По результатам проверки квалификации, в ИЛ направляются (на адреса указанные в заявке):
- Сводный отчет (в электронном виде) с обобщенными результатами всех ИЛ в зашифрованном виде,
  - Заключение по результатам участия лаборатории в программе ПК,



- Свидетельство участника.

#### **10. Степень конфиденциальности**

Конфиденциальность результатов испытаний лабораторий – участников обеспечивается:

- испытательные лаборатории кодируются,
- в сводном отчете по результатам проведения проверки квалификации все лаборатории-участники представлены под кодовыми номерами,
- каждому участнику проверки квалификации сообщается только его кодовый номер.

Результаты участия лабораторий в программах проверки квалификации могут быть предъявлены Органу по аккредитации при условии соблюдения принципа конфиденциальности.

#### **11. Информация о субподрядчиках**

Субподрядчики к реализации программы не привлекаются.

#### **12. Рассмотрение претензий**

Претензии принимаются в письменном виде в течение трех месяцев с момента завершения программы ПК на электронный адрес координаторов программ или на общую почту Отдела метрологии, стандартизации и аккредитации *metrology@vims-geo.ru*.

#### **13. Дополнительные сведения**

Сроки, в которые ИЛ обязаны исследовать образцы для контроля, дополнительно указываются в сопроводительной документации (Инструкции).

Транспортировка образцов осуществляется одобренными поставщиками услуг Провайдера ПК - транспортной компанией (АО «ДПД РУС») и АО «Почта России».