



УТВЕРЖДАЮ

Зав. отделом метрологии,
стандартизации и аккредитации -
Главный метролог ФГБУ «ВИМС»


_____ М. И. Лебедева

«29» марта 2024 г.

ПРОГРАММА ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ

МСИ № 1.3/2024 – МС

«МИНЕРАЛЬНОЕ СЫРЬЕ И ПРОДУКТЫ ЕГО ПЕРЕРАБОТКИ»


Объект: Руды полиметаллические и продукты их первичной переработки

Координатор программы ПК

ведущий специалист
отдела метрологии,
стандартизации и сертификации
ФГБУ «ВИМС»


_____ Будаева Е.Н.

Москва, 2024 г.


	Провайдер проверок квалификации лабораторий ФГБУ «ВИМС»	Программа ПК МСИ № 1.3/2024-МС
		Лист 2 / 9

ПРОГРАММА ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ

МСИ № 1.3/2024 – 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	<i>Будаева Елена Николаевна</i>
Контакты координатора	<i>Тел.: (495) 950-33-74, e-mail: budaeva@vims-geo.ru</i>
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	<i>Бесплатно</i>

	Провайдер проверок квалификации лабораторий ФГБУ «ВИМС»	Программа ПК МСИ № 1.3/2024-МС
		Лист 3 / 9

1. Сроки реализации программы ПК март – июль 2024г

1.1 Прием заявок на участие в программе ПК	не позднее 11.04.2024 <i>(возможно досрочное прекращение принятия заявок при количестве лабораторий более регламентированного программой ПК)</i>
1.2. Отправка образцов для контроля	Централизованно в течение 4-х недель 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	не позднее 07.06.2024 г.*
1.4. Предоставление заключительных документов участникам программы ПК	июль 2024г

*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	Подготовленный материал крупностью 0,071 мм для 95% массы пробы.			
2. Объект	Минеральное сырье, а именно: Руды полиметаллические и продукты их первичной переработки			
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	ОК 1045/2024	Ag, млн ⁻¹ (г/т)	500 - 2000	Руда серебряно-полиметаллическая
		Pb, %	10,0 – 19,9	
		Zn, %	1,0 – 5,0	
		S _{общ.} , %	2,0 – 4,9	
		S _{сульфид.} , %	2,0 – 4,9	
		Cu, %	0,10 – 0,19	
		Sb, %	0,20 - 0,49	
2	ОК 1046/2024	Ag, млн ⁻¹ (г/т)	>2000*	Руда серебряно-полиметаллическая
		Pb, %	5,0 – 10,0	
		Zn, %	1,0 – 5,0	
		S _{общ.} , %	2,0 – 4,9	
		S _{сульфид.} , %	2,0 – 4,9	
		Cu, %	0,20 – 0,49	
		Sb, %	0,50 – 0,99	
As, %	0,20 – 0,49			
<i>Примечания: представленные диапазоны являются ориентировочными. Содержания элементов могут выходить за рамки диапазонов, указанных в Таблице. *верхняя граница диапазона ориентировочного содержания определяемого показателя ограничена диапазоном области аккредитации Провайдера.</i>				
4. Масса предоставляемого ОК, г	150,0 ± 1,0			

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.



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);

δ_{hom} - погрешность, вызванная различиями образцов для проверки квалификации;

δ_{trans} - погрешность, вызванная нестабильностью условий транспортирования;

δ_{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} .

$$x_{char} = \frac{\sum x_i}{p} \quad (2)$$

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 характеристизации 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 характеристизации;

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 (ISO 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 предупредительных 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);
 σ_{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 σ_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:

- 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 транспортной компанией (АО «ДПД РУС») и АО «Почта России».