



Вопросы аккредитации методик рентгеноспектрального анализа

А.Г. Чесноков, М.В. Сыпченко,

ОАО «Институт стекла»,

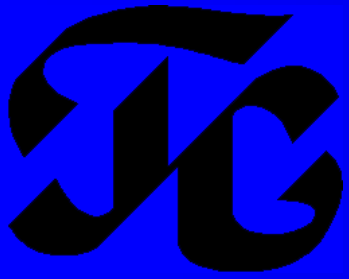
Москва

09.12.2008



Варианты применения РСФА

- Анализ сырьевых материалов
- Анализ готовой продукции
- Анализ полуфабрикатов
- Анализ включений

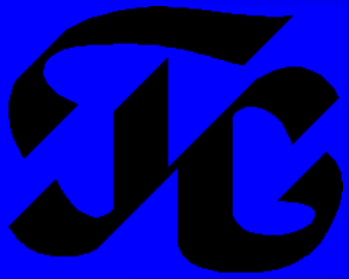


Разработка методики РСФА

1. Исходные данные:

- назначение МВИ (объект измерений, область использования, наименование измеряемой величины, характеристики измеряемой величины, характеристики объекта измерения)
- требования к погрешности измерений,
- условия измерений и др.

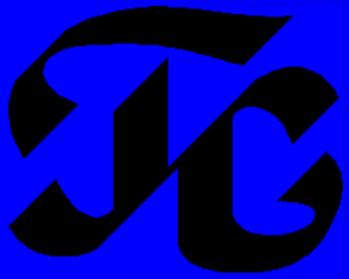
ГОСТ Р 8.563 – 96 «Методики выполнения измерений»(МВИ)



Разработка методики РСФА

2. Разработка МВИ включает в себя следующие этапы:

- выбор метода и средств измерений, вспомогательных технических средств, подготовка стандартных образцов,
- установление последовательности и содержания операций, в том числе пробоподготовка, технические параметры проведения анализа,
- обработка промежуточных результатов,
- вычисление окончательных результатов,
- установление приписанных характеристик погрешности,
- разработка нормативов и процедур контроля точности получаемых результатов,
- разработка документа на МВИ,
- метрологическая экспертиза проекта документа МВИ,
- аттестация МВИ
- стандартизация МВИ



Цель аттестации методики выполнения измерений (РСФА) –
подтверждение возможности измерений по данной методике с погрешностью измерений, не превышающую указанную в документе, регламентирующем методику

Для аттестации методики предоставляют:

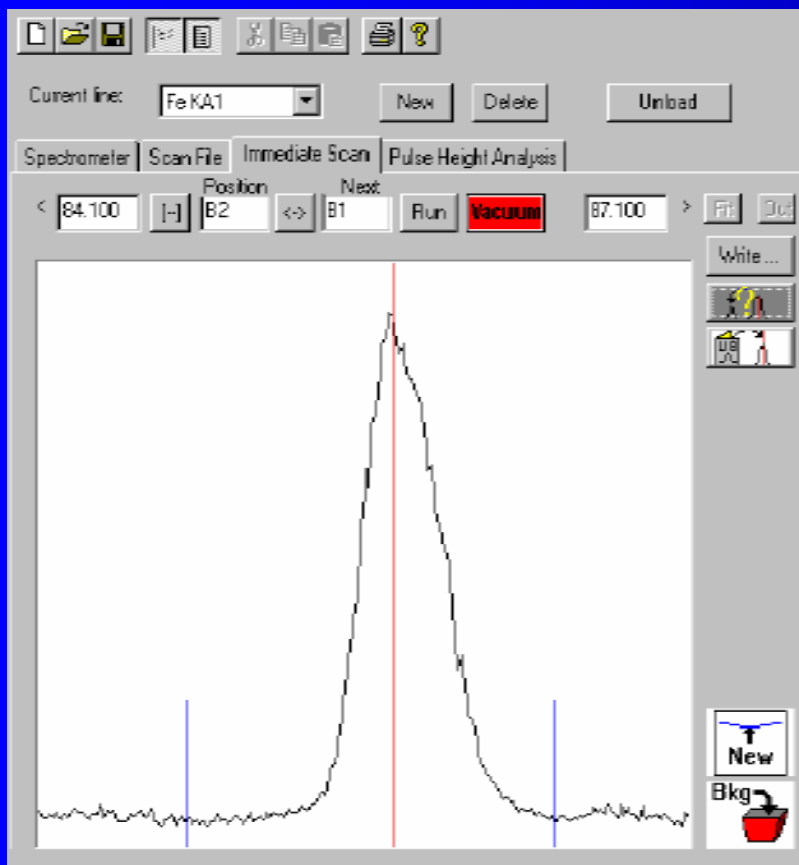
1. исходные требования на разработку методики
2. документ, регламентирующий методику
3. программу и результаты экспериментального или расчетного оценивания характеристик погрешности методики



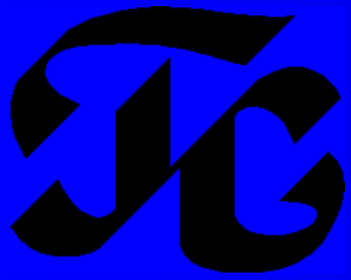
Тип получаемых результатов

Рентген

Химия



	Полевой шпат ПШС 0,50-21	
	Хим. Анализ	
	Лаб. 1	Лаб. 2
Si2O	57,2	59,2
Fe2O3	0,422	0,38
Al2O3	21,65	21,6
K2O	8,3	
Na2O	6,7	14,9
CaO	1,75	
Ti2O	0,06	



Что сделано в настоящий момент

- Подготовлены стандартные образцы кварцевого песка и полевого шпата;
- Проведены предварительные измерения массовых долей компонент в нескольких образцах;
- Подготовлены для измерения несколько проб кварцевого песка и полевого шпата



Сравнение результатов

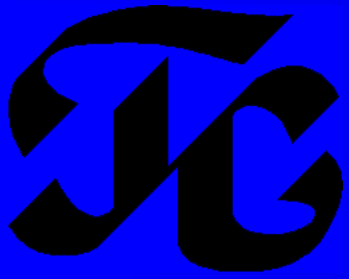
Измерения двух проб (кварцевый песок и полевой шпат) проводились в лаборатории РИЦ «Курчатовский институт»

	Кварцевый песок ВС 050-1				Полевой шпат ПШС 0,50-21				
	Хим. Анализ		Рентген		Хим. Анализ			Рентген	
	Лаб.1	Лаб. 2	норм.10 0%	матрица Si2O	Лаб.1	Лаб. 2	Лаб. 3	норм. 100%	матрица Si2O
Si2O	99,49	99,49	99,4	99,4	57,2	59,2	59,3	57,9	58,1
Fe2O3	0,045	0,049	0,0716	0,761	0,422	0,38	0,301	0,281	0,282
Al2O3	0,152	0,094	0,272	0,289	21,65	21,6	21,46	23,5	23,6
K2O			0,0326	0,0347	8,3		6,25	6,97	6,98
Na2O			0,0222	0,0236	6,7	14,9	8,25	10	10
CaO			0,0394	0,0418	1,75		0,7	0,743	0,746
Ti2O		0,048	0,0257	0,0273	0,06		0,032	0,0416	0,0418



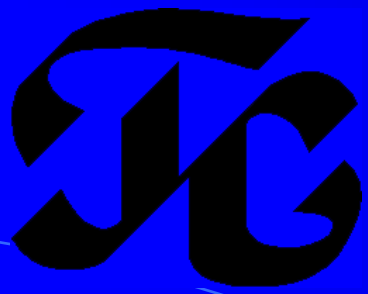
Вопросы разработки методик РСФА

- Проблема определения пробоподготовки, дающей устойчивые результаты
- Вопрос воспроизводимости результатов на разных установках
- Вопрос воспроизводимости пробоподготовки в различных лабораториях



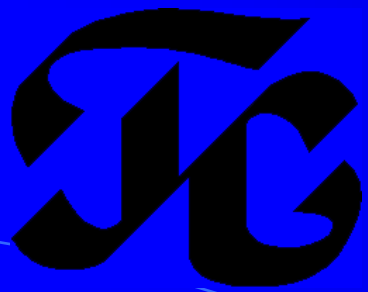
Планируемая дальнейшая работа

- Проведение измерений уже измеренных проб для изучения вопроса согласия результатов, полученных на разных установках и в химических лабораториях



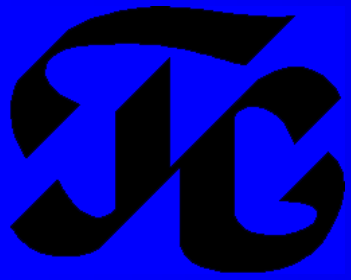
Организационная основа разработки стандартов на стекло и изделия из него

Технический комитет по
стандартизации «Стекло»,
утвержденный
Ростехрегулированием



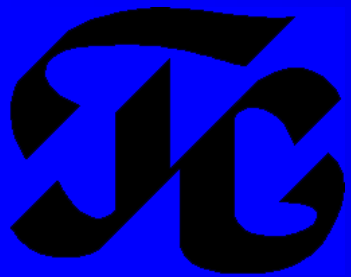
План разработки ГОСТ на 2008-2012 годы

- 1. Автостекло: 1 новый ГОСТ, 3 ГОСТ - переработать**
 - 2. Декоративные стекла: 6 новых ГОСТ, 3 ГОСТ - переработать**
 - 3. Многослойное стекло, безопасное остекление: 8 новых ГОСТ, 1 ГОСТ - переработать**
 - 4. Низкоэмиссионное стекло, энергосберегающие стеклопакеты: 5 новых ГОСТ, 1 ГОСТ - переработать**
 - 5. Пожаростойкое стекло и остекление: 1 новый ГОСТ**
 - 6. Стекло с покрытием: 1 новый ГОСТ**
 - 7. Стекло, остекление: 18 новых ГОСТ, 8 ГОСТ - переработать**
 - 8. Флоат-стекло: 4 новых ГОСТ, 2 ГОСТ - переработать.**
- Всего: 44 новых ГОСТ, 18 ГОСТ – переработать**

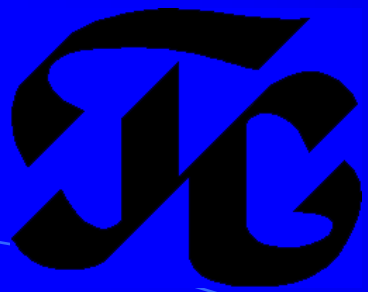


Зачем участвовать в программе стандартизации?

- **Каждый производитель заинтересован в расширении рынка своей продукции, а следовательно как в наличии соответствующего ГОСТ, так и в его содержании**
- **Каждый производитель заинтересован в увеличении у себя доли продуктов с высокой добавленной стоимостью**
- **Совместная работа сплачивает – партнерские отношения в современном бизнесе очень важны**



Резюме



По всем интересующим
вопросам обращайтесь к
докладчику или в:

ОАО «Институт стекла»

111024, Москва, ул. Душинская, д.7

+7 495 363-9687, 361-15-02 (тел)

+7 495 363-9688 (факс)

E-mail: stateglass@co.ru,

ic.steklo@mail.ru



Спасибо за внимание!