



ВИКТОРИ-СТАНДАРТ

Сравнение метрологических характеристик
матричных СО состава цветных металлов с
помощью государственного эталона и
межлабораторного эксперимента

Постановка задачи

- Основная проблема в производстве образцов состава цветных металлов – не набирается достаточное количество лабораторий для полноценного межлабораторного эксперимента
- Причина -переход заводов ОЦМ к более “узкой специализации” и соответственно сокращение персонала и аналитических возможностей лабораторий

Участники МЛЭ

- В МЛЭ принимали участие аккредитованные лаборатории всех крупнейших производителей меди России
- 1. ЗАО «Новгородский металлургический завод».
- 2. АО «Кыштымский медеэлектролитный завод»
- 3. ОАО «Ревдинский завод ОЦМ»
- 4. ООО «Институт Гипроникель», г. Санкт_Петербург (ГМК “Норильский Никель)”
- 5. УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»
- 6. АО «Уралэлектромедь», ЦЛ г. Верхняя Пышма
- 7. АО «Уралэлектромедь», ЦЛ г. Кировград
- 8. ПГ «Цветметтехнология», Полевской
- 9. Концерн Thermo Scientific

Примененные в МЛЭ методы

1. Атомно-эмиссионный метод анализа с искровым возбуждением спектра.
2. Масс-спектральный метод анализа.
3. Атомно-эмиссионный метод анализа с индуктивно-связанной плазмой.
4. Атомно-абсорбционный метод анализа.
5. Пробирно-гравиметрический метод анализа.
6. Метод инфракрасной спектromетрии.

Сравнение характеристик образца VSM16- K1 при использовании МЛЭ и ГЭТ

Элемент		VSM16-K1		Границы абсолютной погрешности аттестованных значений СО при P=0,95, (± Δ), % МЛЭ	Границы абсолютной погрешности аттестованных значений СО при P=0,95, (± Δ), % ГЭТ
		Аттестованные значения СО МЛЭ, %	Аттестованные значения СО методом ГЭТ, %		
Алюминий	Al	-	0,00011	-	0,00004
Висмут	Bi	0,00106	0,00111	0,00010	0,00009
Железо	Fe	0,00091	0,00094	0,00005	0,00005
Золото	Au	-	0,000064	-	0,000016
Кадмий	Cd	0,00098	0,000988	0,00007	0,000035
Кобальт	Co	0,00096	0,00100	0,00011	0,00009
Кремний	Si	0,00105	0,00101	0,00016	0,00018
Марганец	Mn	0,00098	0,00102	0,00004	0,00004
Мышьяк	As	0,00117	0,00120	0,00013	0,00012
Никель	Ni	0,00088	0,00089	0,00007	0,00005
Олово	Sn	0,00105	0,00109	0,00009	0,00008
Палладий	Pd	-	-	-	-
Платина	Pt	-	-	-	-
Свинец	Pb	0,00104	0,00105	0,00014	0,00013
Сера	S	0,00118	-*	0,00015	-*
Селен	Se	0,00111	0,00112	0,00014	0,00016
Серебро	Ag	0,00137	0,00127	0,00014	0,00012
Сурьма	Sb	0,00157	0,00157	0,00017	0,00014
Теллур	Te	-	0,00014	-	0,00005
Фосфор	P	0,00101	0,00100	0,00016	0,00029
Хром	Cr	0,00093	0,00095	0,00011	0,00010
Цинк	Zn	0,00156	0,00160	0,00010	0,00011



Сравнение характеристик образца VSM16- K2 при использовании МЛЭ и ГЭТ

Элемент		VSM16-K2		Границы абсолютной погрешности аттестованных значений СО при P=0,95, (± Δ), % МЛЭ	Границы абсолютной погрешности аттестованных значений СО при P=0,95, (± Δ), % ГЭТ
		Аттестованные значения СО МЛЭ, %	Аттестованные значения СО методом ГЭТ, %		
Алюминий	Al	-	0,000111	-	0,00005
Висмут	Bi	0,00305	0,00309	0,00029	0,00029
Железо	Fe	0,0101	0,00969	0,0005	0,00024
Золото	Au	-	0,00021	-	0,00005
Кадмий	Cd	0,00289	0,00305	0,00022	0,00011
Кобальт	Co	0,00307	0,00314	0,00023	0,0002
Кремний	Si	0,0036	0,0031	0,0005	0,0004
Марганец	Mn	0,00540	0,00545	0,00026	0,00024
Мышьяк	As	0,0054	0,00566	0,0004	0,00034
Никель	Ni	0,00848	0,00830	0,00033	0,00026
Олово	Sn	0,00463	0,00462	0,00033	0,00024
Палладий	Pd	-	0,000082	-	0,000030
Платина	Pt	-	0,000024	-	0,00001
Свинец	Pb	0,0081	0,0080	0,0005	0,0005
Сера	S	0,00326	-	0,00035	-
Селен	Se	0,00398	0,00342	0,00034	0,00034
Серебро	Ag	0,0065	0,00548	0,0005	0,00035
Сурьма	Sb	0,0051	0,00516	0,0004	0,00033
Теллур	Te	0,00164	0,00150	0,00024	0,00019
Фосфор	P	0,00372	0,0034	0,00037	0,0006
Хром	Cr	0,00306	0,00298	0,00028	0,00026
Цинк	Zn	0,0063	0,0062	0,0005	0,0004



Сравнение характеристик образца VSM16- K3 при использовании МЛЭ и ГЭТ

Элемент		VSM16-K3		Границы абсолютной погрешности аттестованных значений СО при P=0,95, ($\pm \Delta$), % МЛЭ	Границы абсолютной погрешности аттестованных значений СО при P=0,95, ($\pm \Delta$), % ГЭТ
		Аттестованные значения СО МЛЭ, %	Аттестованные значения СО методом ГЭТ, %		
Алюминий	Al	-		-	
Висмут	Bi	0,0107	0,0105	0,0007	0,0007
Железо	Fe	0,0398	0,0382	0,0013	0,0015
Золото	Au	0,00049	0,00051	0,00008	0,00007
Кадмий	Cd	0,0287	0,0283	0,0015	0,0014
Кобальт	Co	0,00912	0,00912	0,00033	0,00030
Кремний	Si	0,0095	0,0072	0,0010	0,0019
Марганец	Mn	0,00853	0,00827	0,00031	0,00027
Мышьяк	As	0,0324	0,0316	0,0017	0,0020
Никель	Ni	0,0550	0,0529	0,0023	0,0019
Олово	Sn	0,0498	0,0496	0,0032	0,0026
Палладий	Pd	0,00034	0,00032	0,00004	0,00004
Платина	Pt	0,00034	0,00031	0,00006	0,00004
Свинец	Pb	0,0476	0,0450	0,0037	0,0031
Сера	S	0,0114	-	0,0008	-
Селен	Se	0,0320	0,0309	0,0024	0,0024
Серебро	Ag	0,0313	0,00317	0,0017	0,0019
Сурьма	Sb	0,0309	0,00301	0,0021	0,0022
Теллур	Te	0,0094	0,0090	0,0007	0,0005
Фосфор	P	0,0299	0,0301	0,0015	0,0018
Хром	Cr	0,0115	0,0113	0,0005	0,0005
Цинк	Zn	0,0365	0,0347	0,0020	0,0016



Обобщение статистики

- Всего в 3-х образцах могло быть аттестовано 63 значения
- С использованием МЛЭ было аттестовано 56 значений (89% от максимума возможных значений)
- С использованием ГЭТ могло быть получено 60 аттестованных значений (95% от всех возможных значений)
- 98% всех аттестованных значений, полученных с использованием МЛЭ, могли быть получены с использованием ГЭТ с получением сравнимых или более низких характеристик погрешности/неопределенности

Выводы

- Использование ГЭТ как единственного источника аттестованного значения несет как плюсы, так и риски.
- Плюсы: возможность аттестации низких содержаний примесей, которые заводские лаборатории не имеют возможности анализировать.
- Высокая достоверность результатов ГЭТ – 98% результатов и погрешностей совпали с результатами МЛЭ.
- Риск : некоторые проблемы метода масс-спектрального анализа (основы ГЭТ) с отдельными элементами, такими как кремний и отчасти фосфор.
- Риск, связанный с тем , что аттестованное значение вычисляется единственной лабораторией, пусть и с наивысшей точностью.

- Благодарю за внимание