



XRF

گزارش مطالعات بین آزمایشگاهی

شرکت کیفیت گستر هوپاد

نشانی: تهران، خیابان ولیعصر، مقابل پارک ملت، کوچه انصاری، پلاک ۵۸، واحد ۴

تلفن تماس: ۲۲۶۵۳۲۸۹

موبایل: ۰۹۱۲۷۹۰۱۵۲۹

ایمیل: info@houpad.com

فهرست مطالب

شماره صفحه	عنوان
۲	۱- مقدمه
۲	۲- هدف
۲	۳- مراجع
۲	۴- علائم و نشانه ها
۳	۵- طراحی و ویژگی های برنامه
۳	۶- اقلام آزمون
۴	۷- روش انجام آزمون
۴	۸- شرکت کنندگان در آزمون
۵	۹- نحوه محاسبه عملکرد آزمایشگاه ها
۶	۱۰- ارزیابی و تحلیل نتایج

۱- مقدمه

شرکت کیفیت گستر هوپاد با هدف ایجاد بستر مناسب برای تضمین کیفیت نتایج اندازه‌گیری و آزمون و ارزیابی توانمندی و صلاحیت آزمایشگاه‌ها با هماهنگی و تایید شبکه آزمایشگاهی فناوری‌های راهبردی اقدام به برگزاری طرح مطالعات بین آزمایشگاهی برای آزمون آنالیز شیمیایی به روش XRF نموده است.

الگوی این مطالعات توسط شرکت کیفیت گستر هوپاد تهیه و به تصویب شبکه آزمایشگاهی فناوری‌های راهبردی رسید. تعداد ۸ آزمایشگاه در این طرح شرکت و نمونه‌های آزمون را به همراه دستورالعمل و فرم‌های مربوطه تحویل گرفتند. گزارش حاضر، مقایسه‌ای تحلیلی از نتایج ارسال شده از طرف آزمایشگاه‌ها است.

۲- هدف

هدف اصلی این طرح، ارزیابی عملکرد آزمایشگاه‌های شرکت‌کننده و در نهایت مقایسه با نتایج دیگر شرکت‌کنندگان در آزمون است.

۳- مراجع

1. **ASTM E691**, Standard Practice for Conducting an Inter laboratory Study to Determine the Precision of a Test Method
2. **ISO 13528**, Statistical methods for use in proficiency testing by inter laboratory comparison.
3. **ASTM E1621**, Elemental Analysis by Wavelength Dispersive X-Ray Fluorescence Spectrometry

۴- علائم و نشانه‌ها

d = Cell deviation

Sx = Standard deviation of the cell averages

Sr = Repeatability standard deviation

h = Between-laboratory consistency statistic

k = Within-laboratory consistency statistic

۵- طراحی و ویژگی‌های برنامه

این برنامه اولین دوره مطالعات بین آزمایشگاهی در زمینه آنالیز شیمیایی به روش XRF است که توسط شرکت کیفیت گستر هوپاد برگزار شد. مراحل اصلی این برنامه شامل ارسال نامه فراخوان، تهیه نمونه های مناسب، تهیه دستورالعمل و فرم های مورد نیاز، ثبت نام، توزیع نمونه‌ها، انجام آزمون، دریافت نتایج و تحلیل آن مطابق با برنامه زمان‌بندی پیش‌بینی شده بود.

۶- اقسام آزمون

نمونه مورد استفاده در این برنامه سلسنتین حاوی سولفات باریوم و کربنات کلسیم است.

۱-۶ بررسی همگن بودن نمونه

یک مطالعه همگنی بر روی ۱۰ نمونه که به طور تصادفی انتخاب شده بودند انجام شد. هر نمونه ۳ بار مورد اندازه‌گیری قرار گرفته و نتیجه آنالیز واریانس در جدول زیر قابل مشاهده است:

Item	F	P	Result
Al ₂ O ₃	0.79	0.677	✓
BaO	*	*	*
CaO	1.17	0.593	✓
MgO	0.02	0.999	✓
SiO ₂	30.10	0.136	✓
SO ₃	1.42	0.552	✓
SrO	*	*	*

همانطور که از جدول بالا قابل مشاهده است در تمامی موارد به جز BaO و SrO مقدار P از 0.05 بزرگتر بوده و این مسئله نشان‌دهنده آن است که نمونه‌ها به اندازه کافی همگن هستند. در مورد دو آیتیم BaO و SrO با توجه به نزدیکی بیش از حد اعداد به یکدیگر که خود نشان‌دهنده همگنی بسیار زیاد نمونه‌ها در این دو ترکیب است، امکان انجام آزمون آماری F وجود ندارد.

۲-۶ بررسی پایداری نمونه

با توجه به ماهیت نمونه‌ها، نیازی به بررسی پایداری نمونه‌ها نیست.

۷- روش انجام آزمون

✓ آنالیز شیمیایی

نمونه‌ها به صورت پودر در اختیار آزمایشگاه‌ها قرار داده شد. هر آزمایشگاه طبق دستورالعمل ارایه شده لازم بود ۶ نمونه تهیه کرده و نتایج حاصل از آنالیز آیت‌های SiO_2 , CaO , SO_3 , BaO , Al_2O_3 , SrO , MgO و K_2O را در فرم مربوطه ثبت و ارسال کنند.

✓ تعیین L.O.I

مطابق با دستورالعمل ارائه شده، لازم بود هر یک از شرکت‌کنندگان برای تعیین میزان L.O.I دو نمونه را در دمای 900°C به مدت یک ساعت نگهداری و میزان افت وزن را محاسبه و در فرم مربوطه ثبت و ارسال کنند.

۸- شرکت کنندگان در آزمون

در این دوره از مطالعات بین آزمایشگاهی، آزمایشگاه‌های زیر مشارکت داشته‌اند:

- آزمایشگاه XRF سازمان زمین شناسی و اکتشافات معدنی ایران
- پژوهشکده علوم فناوری نانو دانشگاه صنعتی شریف
- آزمایشگاه پلیمر پژوهشکده سامانه های حمل و نقل فضایی
- مرکز پژوهش متالورژی رازی
- دانشگاه بوعلی سینا همدان
- پژوهشکده کیمیازی
- آزمایشگاه مرکزی دانشگاه اصفهان
- موسسه تحقیقاتی پر طاووس

توضیح: جهت حفظ محرمانه بودن نتایج، در ادامه گزارش، به هر کدام از آزمایشگاه‌ها یک کد به صورت تصادفی اختصاص داده شده است که هر آزمایشگاه به صورت محرمانه به خود آزمایشگاه اطلاع داده خواهد شد.

Test Items								Lab No.
SrO	SO ₃	SiO ₂	MgO	L.O.I	CaO	BaO	Al ₂ O ₃	
✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	1
✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	2
✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	3
-	-	✓	✓	✓	✓	-	✓	4
✓	-	-	-	✓	✓	-	-	5
✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	6
✓	✓	✓	-	✓	✓	✓	✓	7
✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	8

۹- نحوه محاسبه عملکرد آزمایشگاه ها

آزمایشگاهها بر اساس دو پارامتر h و k مورد ارزیابی قرار گرفته‌اند.

پارامتر h نشان دهنده قابلیت مقایسه‌پذیری آزمایشگاهها است. در صورتی که تمامی مقادیر h یک آزمایشگاه مثبت (یا منفی) باشد و با همه آزمایشگاههای دیگر دارای مقادیر h منفی (یا مثبت) متفاوت باشد؛ آن آزمایشگاه نیاز به بررسی دارد. پارامتر k برای سازگاری درون آزمایشگاهی به کار می‌رود و نشان‌دهنده تغییرات درون آزمایشگاهی تحت شرایط تکرارپذیری است که در همه آزمایشگاهها مقایسه می‌شود. مقدار k بزرگتر از ۱ تغییرپذیری درون آزمایشگاهی بیشتری را نسبت به میانگین همه آزمایشگاهها نشان می‌دهد.

۱۰- ارزیابی و تجزیه و تحلیل نتایج

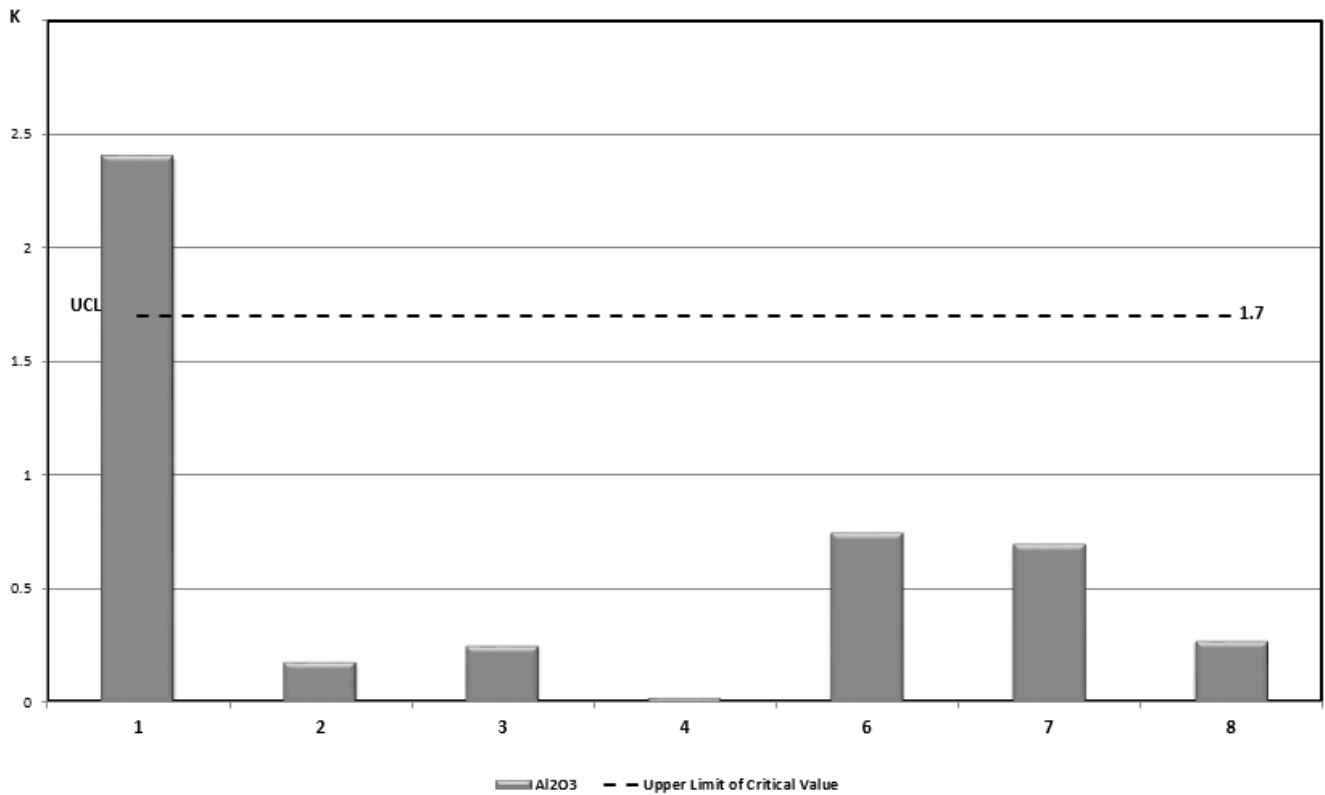
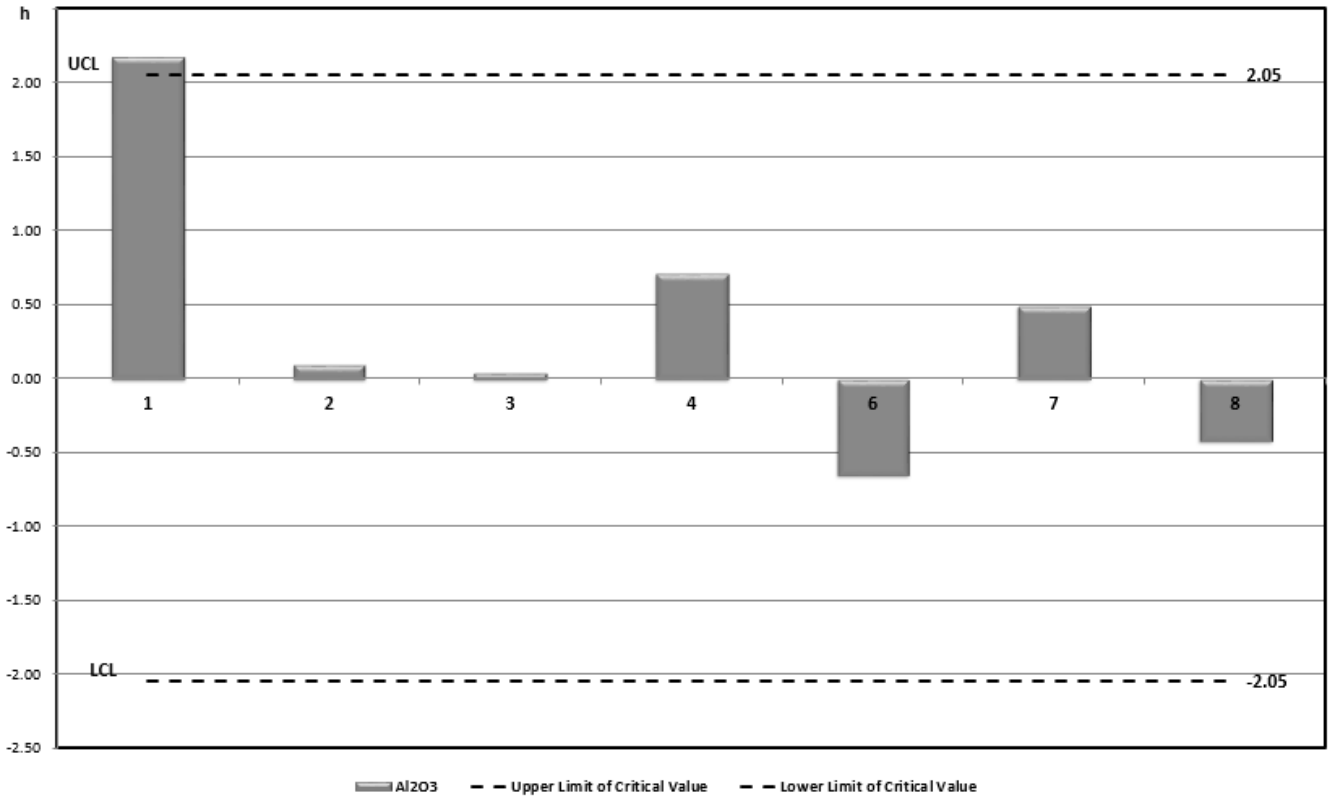
خلاصه ارزیابی عملکرد آزمایشگاه‌ها در این طرح در جدول زیر ارائه شده است:

نتایج ارزیابی								آزمایشگاه
SrO	SO ₃	SiO ₂	MgO	L.O.I	CaO	BaO	Al ₂ O ₃	
Ok	Not Ok	Not Ok	Not Ok	Ok	Ok	Ok	Not Ok	1
Ok	Ok	Ok	Ok	Ok	Ok	Ok	Ok	2
Not Ok	Ok	Not Ok	Ok	Not Ok	Ok	Not Ok	Ok	3
-	-	Ok	Ok	Not Ok	Ok	-	Ok	4
Ok	-	-	-	Ok	Ok	-	-	5
Not Ok	Questionable	Ok	Ok	Ok	Ok	Ok	Ok	6
Not Ok	Not Ok	Ok	-	Not Ok	Ok	Questionable	Ok	7
Ok	Ok	Ok	Ok	Ok	Ok	Ok	Ok	8

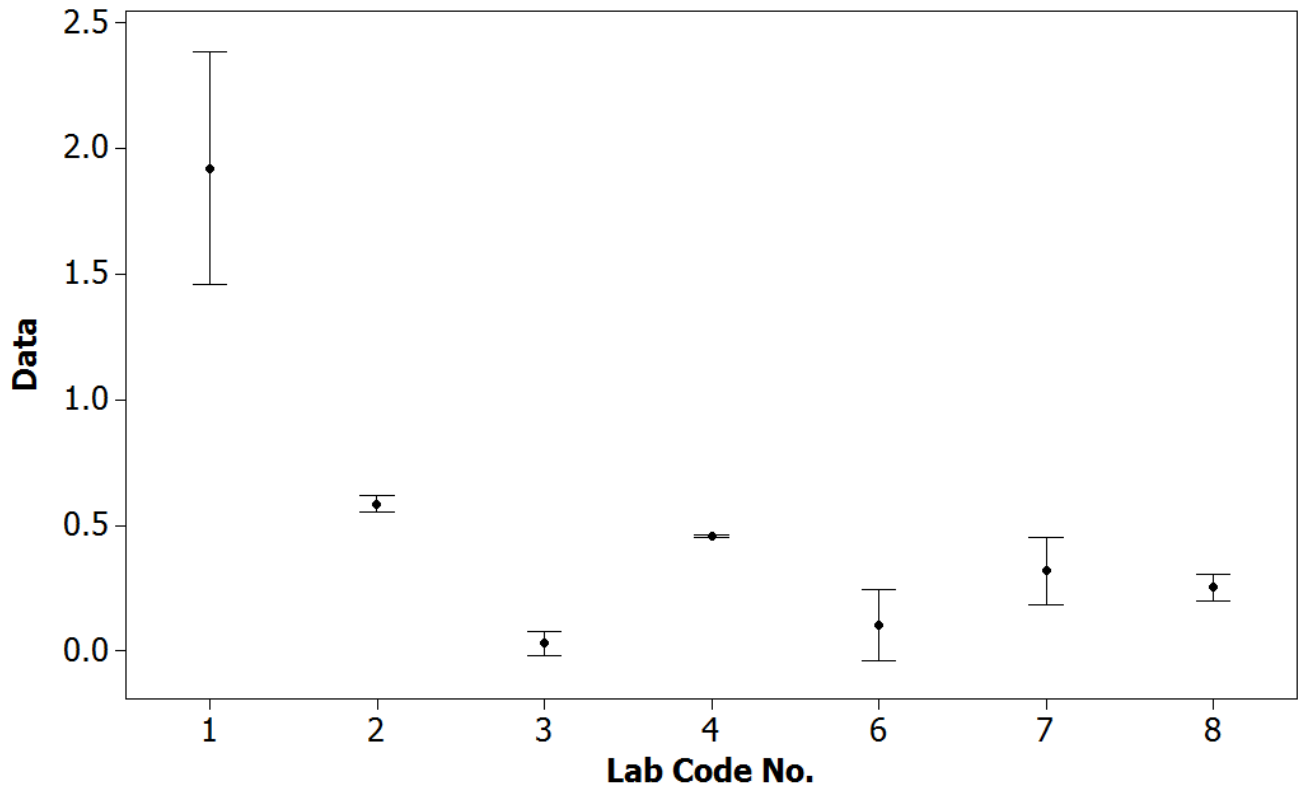
نتایج ارائه شده توسط شرکت کنندگان

Laboratory	Al ₂ O ₃									
	Results	\bar{X}	$\bar{\bar{X}}$	$S_{\bar{X}}$	S	S^2	d	S_r	h	k
1	1.86	1.92	0.52	0.65	0.34	0.11	1.40	0.14	2.17	2.40
	1.47									
	1.67									
	1.99									
	2.43									
	2.11									
2	0.61	0.58	0.52	0.65	0.03	0.00	0.06	0.14	0.10	0.18
	0.57									
	0.61									
	0.56									
	0.56									
	0.58									
3	0.00	0.03	0.52	0.65	0.04	0.00	0.03	0.14	0.04	0.25
	0.08									
	0.06									
	0.00									
	0.02									
	0.00									
4	0.45	0.46	0.52	0.65	0.00	0.00	0.46	0.14	0.70	0.03
	0.45									
	0.46									
	0.45									
	0.46									
	0.45									
6	0.11	0.10	0.52	0.65	0.10	0.01	-0.42	0.14	-0.65	0.74
	0.01									
	0.25									
	0.20									
	0.01									
	0.02									
7	0.50	0.32	0.52	0.65	0.10	0.01	0.32	0.14	0.49	0.70
	0.20									
	0.30									
	0.30									
	0.30									
	0.30									
8	0.23	0.25	0.52	0.65	0.04	0.00	-0.27	0.14	-0.42	0.28
	0.20									
	0.30									
	0.23									
	0.29									
	0.26									

عملکرد آزمایشگاه ها در اندازه گیری (Al_2O_3)



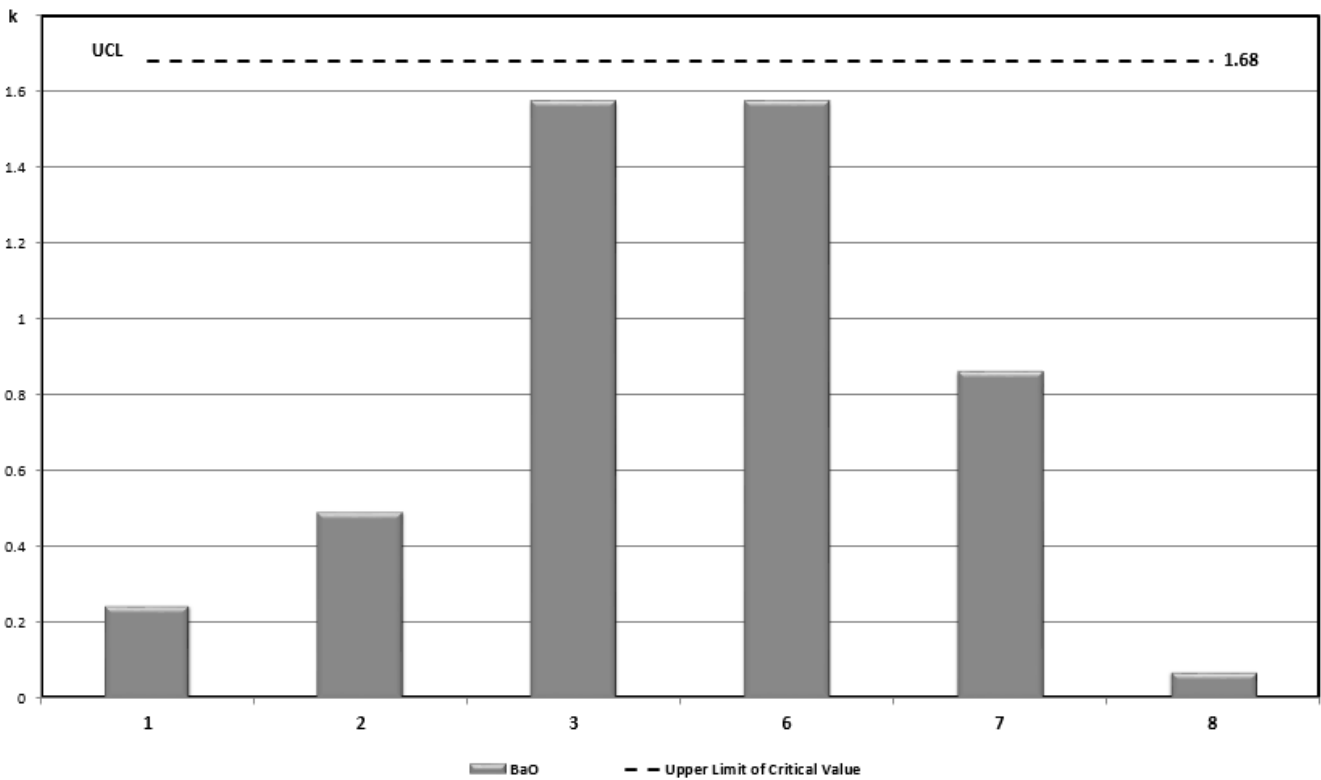
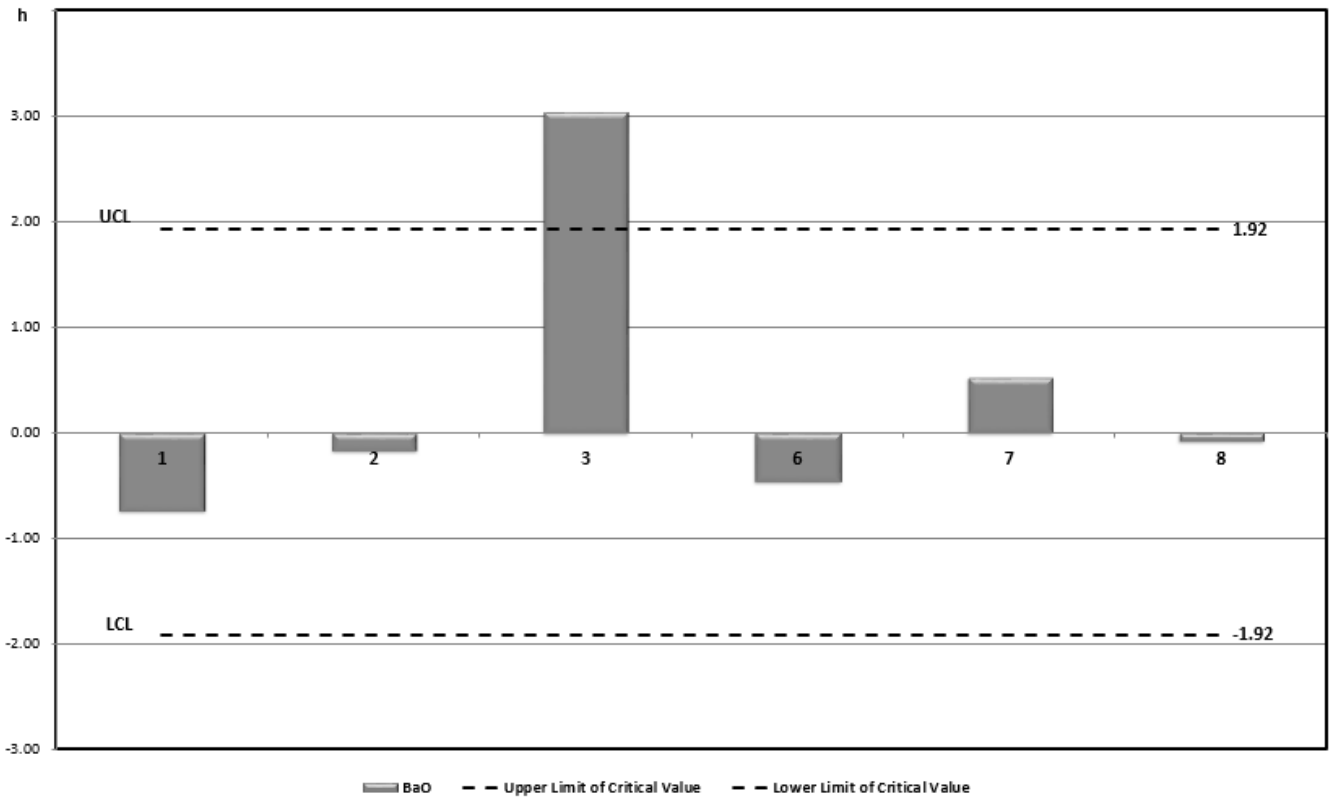
Performance of individual laboratories in the Al₂O₃ measurment



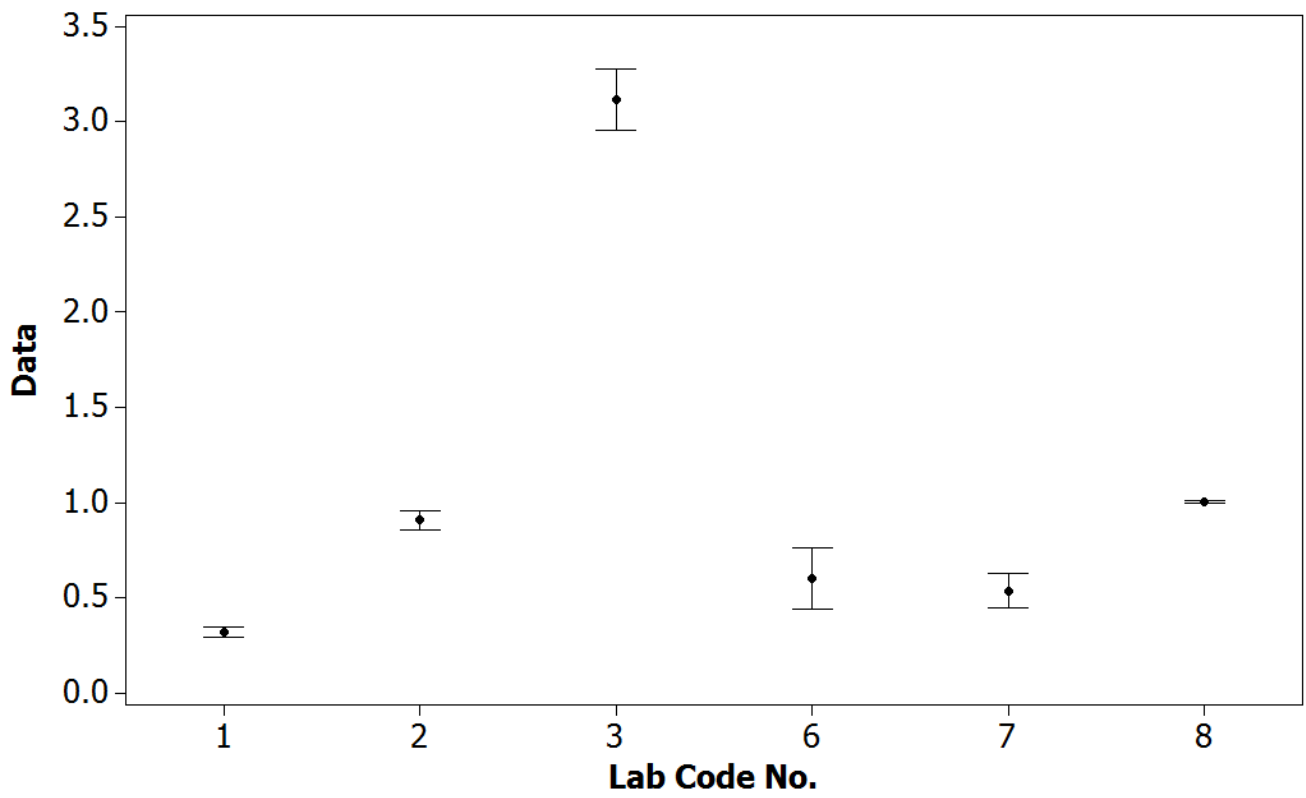
نتایج ارائه شده توسط شرکت کنندگان

Laboratory	BaO										
	Results	\bar{X}	$\bar{\bar{X}}$	$S_{\bar{X}}$	S	S^2	d	S_r	h	k	
1	0.32	0.32	1.08	1.03	0.01	0.00	-0.76	0.06	-0.74	0.25	
	0.33										
	0.33										
	0.32										
	0.29										
	0.32										
2	0.91	0.91			0.03	0.00	-0.17		3.12	3.03	1.57
	0.92										
	0.87										
	0.88										
	0.95										
	0.90										
3	3.06	3.12	0.09	0.01	-0.48	0.53	0.52	0.86			
	3.02										
	3.07										
	3.17										
	3.28										
	3.11										
6	0.57	0.60	0.05	0.00	0.53	0.53	0.52	0.86			
	0.61										
	0.53										
	0.55										
	0.54										
	0.78										
7	0.50	0.53	0.05	0.00	0.53	0.53	0.52	0.86			
	0.60										
	0.50										
	0.50										
	0.60										
	0.50										
8	1.00	1.00	0.00	0.00	-0.08	-0.08	-0.08	0.07			
	1.00										
	1.00										
	1.00										
	1.00										
	0.99										

عملکرد آزمایشگاه ها در اندازه گیری (BaO)



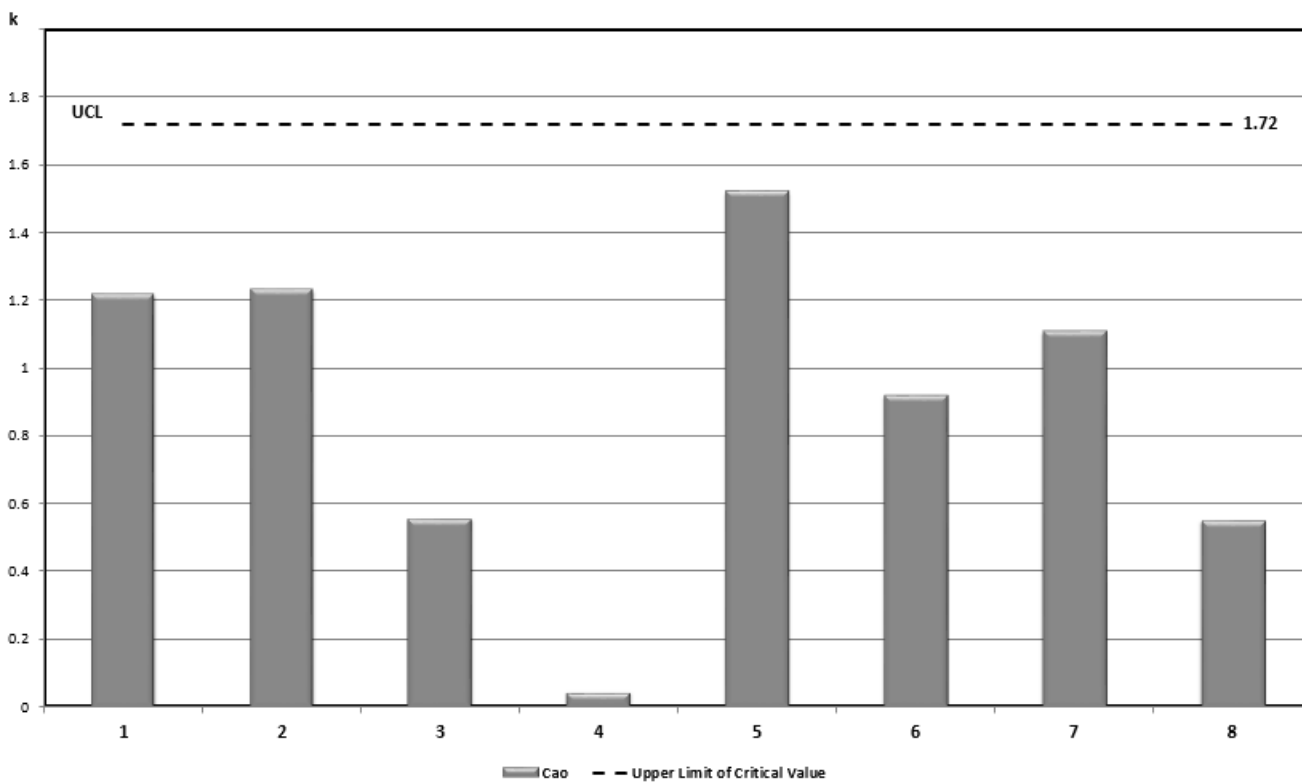
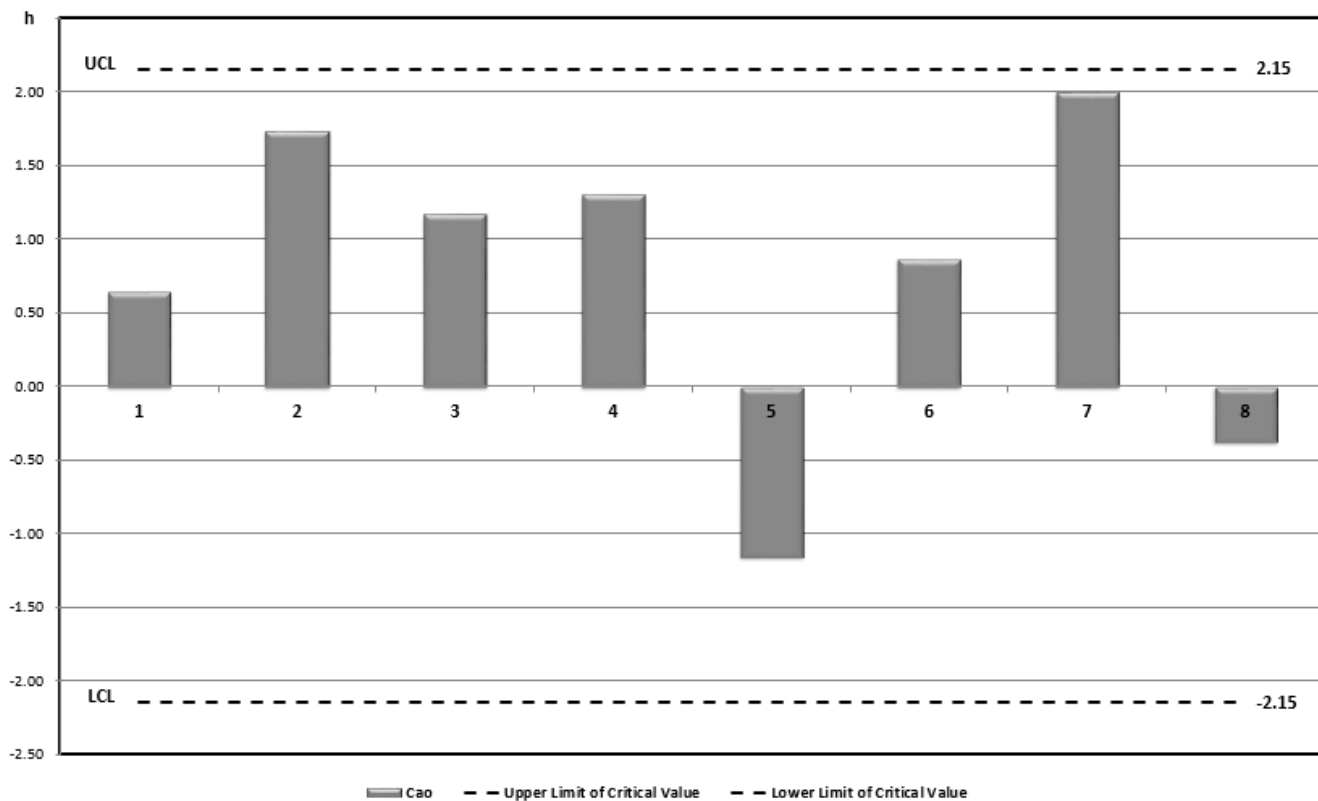
Performance of individual laboratories in BaO measurment



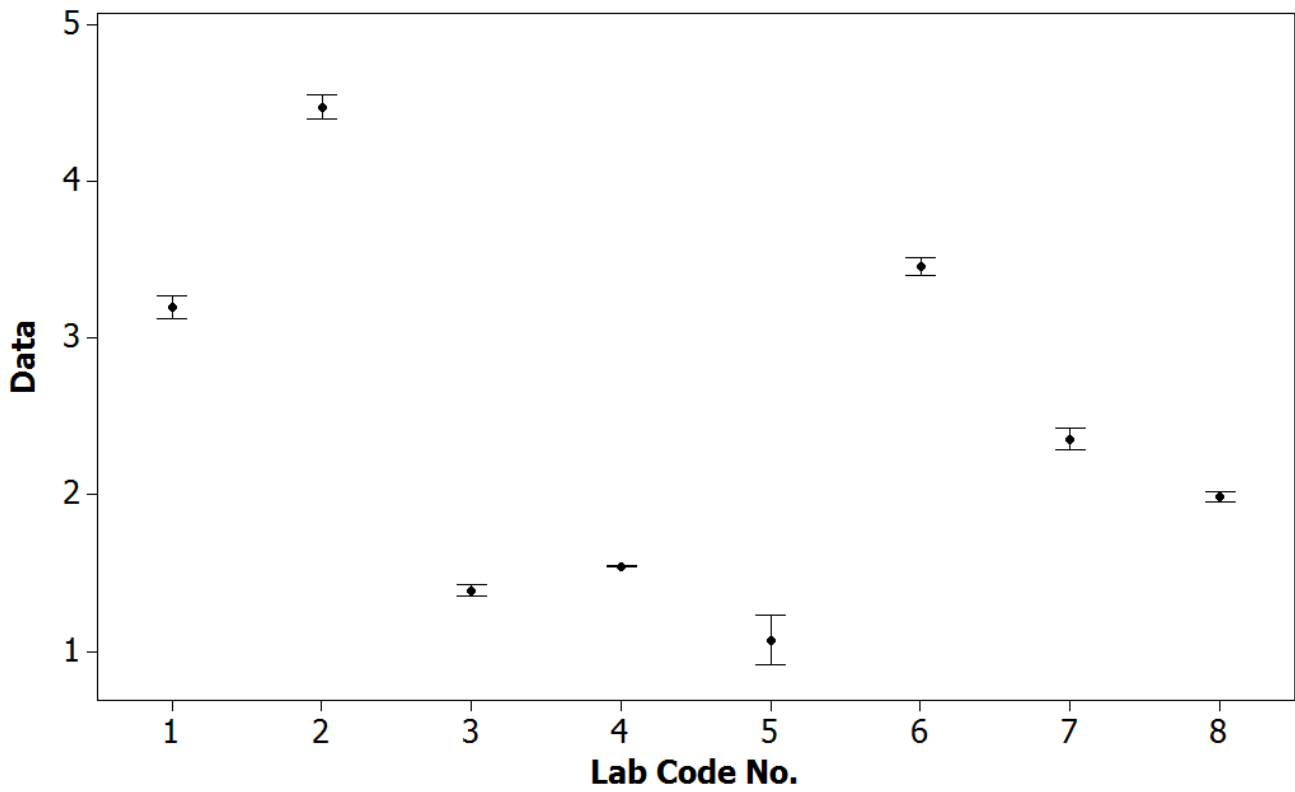
نتایج ارائه شده توسط شرکت کنندگان

Laboratory	CaO									
	Results	\bar{x}	$\bar{\bar{x}}$	$S_{\bar{x}}$	S	S^2	d	S_r	h	k
1	3.13	3.20	2.43	1.18	0.17	0.03	0.77	0.14	0.65	1.22
	3.19									
	3.32									
	3.45									
	2.98									
	3.11									
2	4.44	4.47			0.17	0.03	2.04		1.73	1.23
	4.39									
	4.35									
	4.44									
	4.81									
	4.41									
3	1.40	1.39			0.08	0.01	1.39		1.17	0.55
	1.32									
	1.48									
	1.45									
	1.28									
	1.38									
4	1.54	1.54	0.01	0.00	1.54	1.30	0.05			
	1.53									
	1.54									
	1.54									
	1.55									
	1.54									
5	1.30	1.07	0.21	0.04	-1.36	-1.16	1.52			
	1.00									
	*									
	*									
	0.90									
	*									
6	3.41	3.45	0.13	0.02	1.02	0.87	0.92			
	3.39									
	3.52									
	3.35									
	3.37									
	3.68									
7	2.40	2.35	0.15	0.02	2.35	1.99	1.11			
	2.30									
	2.40									
	2.20									
	2.20									
	2.60									
8	2.10	1.98	0.08	0.01	-0.45	-0.38	0.55			
	2.00									
	2.00									
	2.00									
	1.90									
	1.90									

عملکرد آزمایشگاه ها در اندازه گیری (CaO)



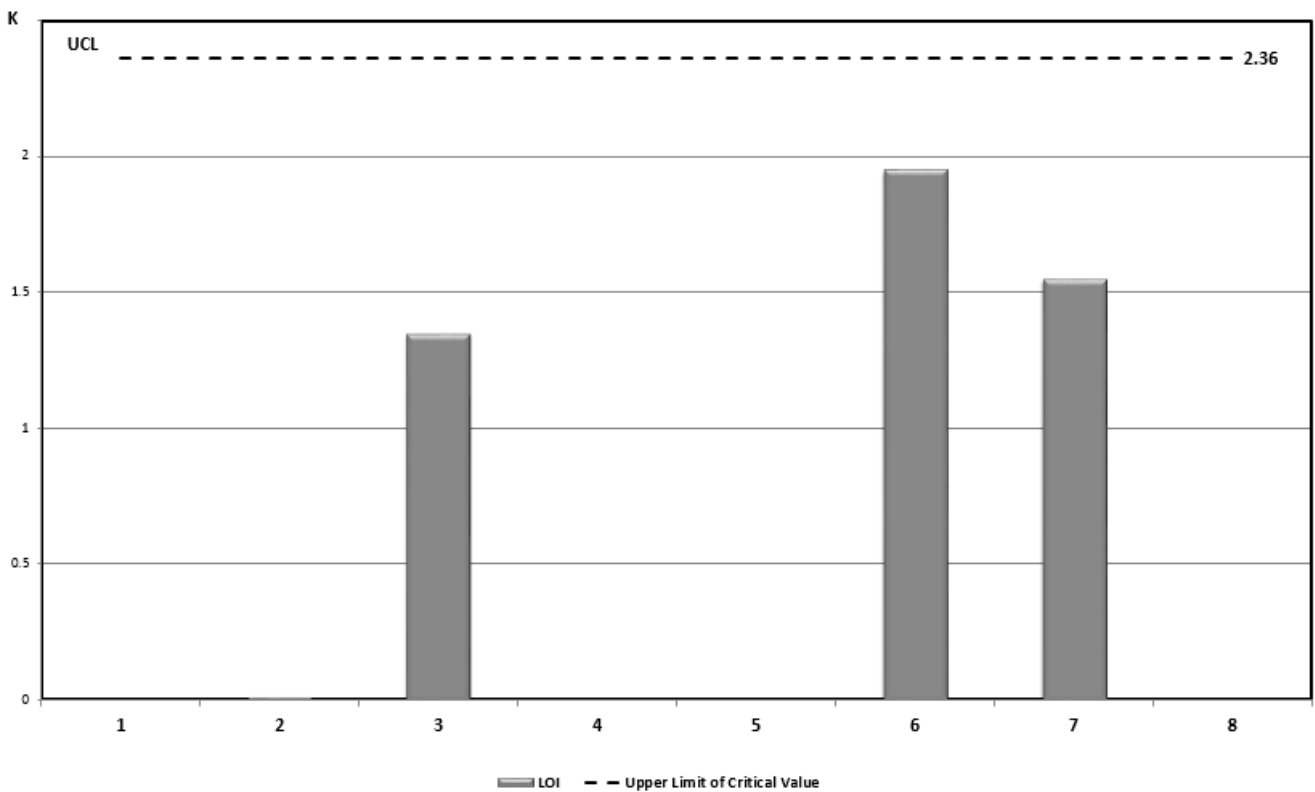
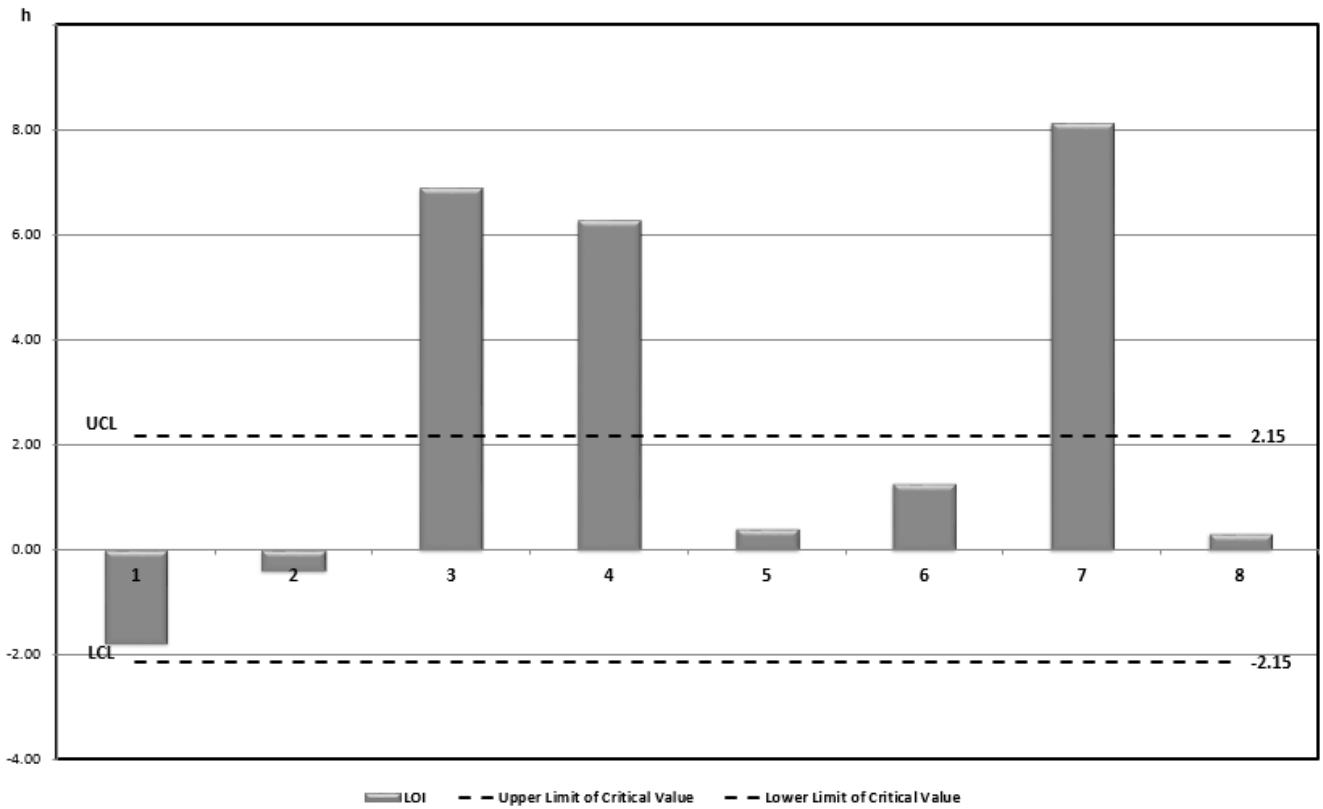
Performance of individual laboratories in CaO measurment



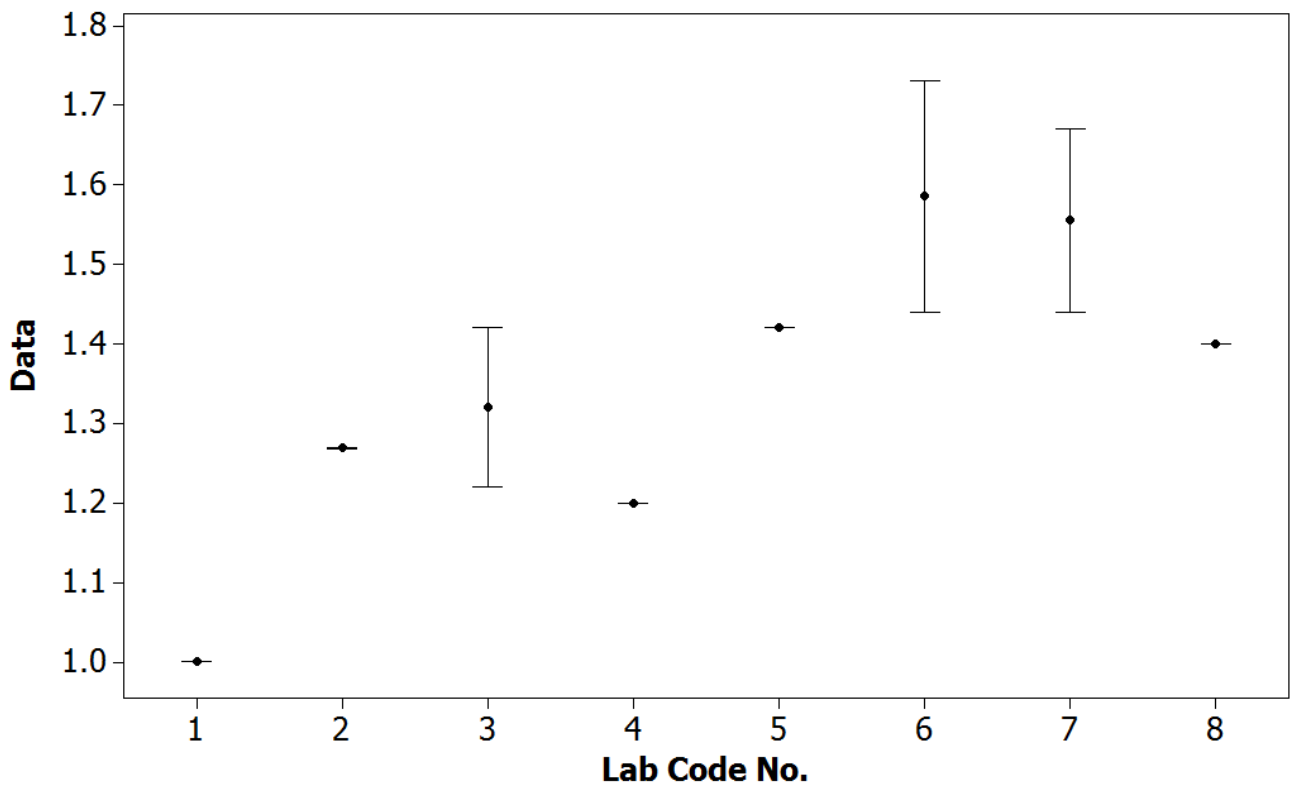
نتایج ارائه شده توسط شرکت کنندگان

Laboratory	LOI										
	Results	\bar{X}	$\bar{\bar{X}}$	$S_{\bar{X}}$	S	S^2	d	S_r	h	k	
1	1.00	1.00	1.34	0.19	0.00	0.00	-0.34	0.11	-1.79	0.00	
	1.00										
2	1.27	1.27			0.00	0.00	-0.07		0.01	-0.39	0.01
	1.27										
3	1.42	1.32			0.14	0.02	1.32		1.34	6.89	1.34
	1.22										
4	1.20	1.20			0.00	0.00	1.20		0.00	6.27	0.00
	1.20										
5	1.42	1.42			0.00	0.00	0.08		0.00	0.40	0.00
	1.42										
6	1.73	1.59			0.21	0.04	0.24		1.95	1.26	1.95
	1.44										
7	1.44	1.56			0.16	0.03	1.56		1.55	8.12	1.55
	1.67										
8	1.40	1.40			0.00	0.00	0.06		0.00	0.29	0.00
	1.40										

عملکرد آزمایشگاه ها در اندازه گیری (L.O.I)



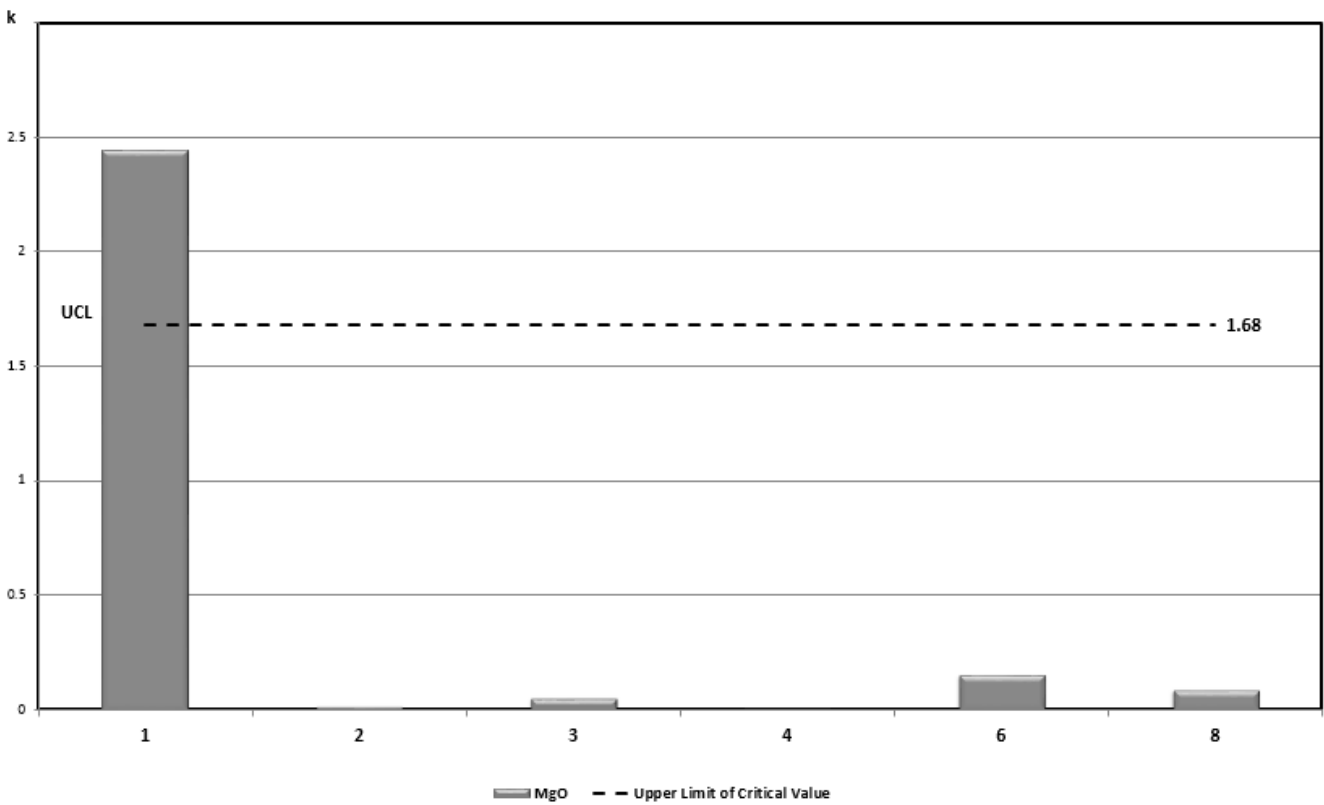
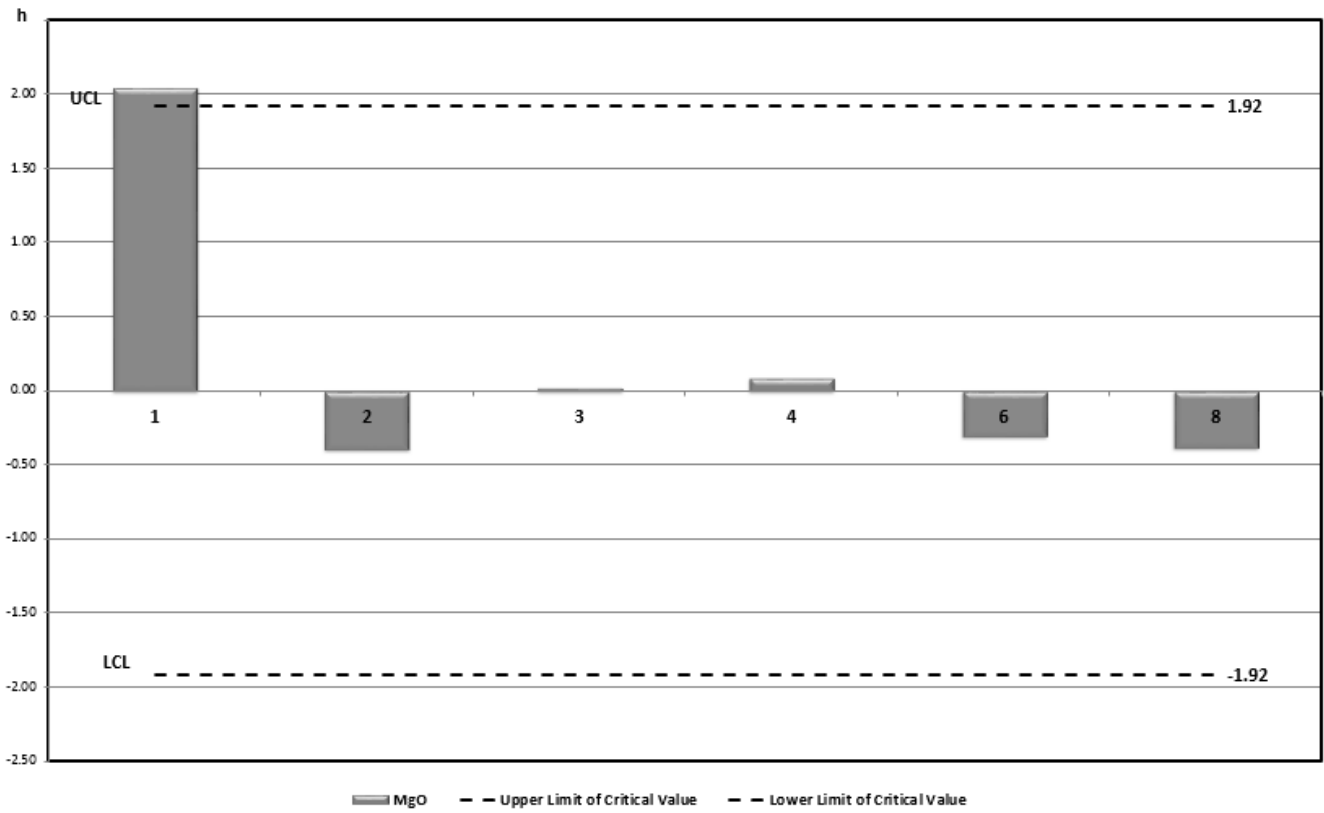
Performance of individual laboratories in L.O.I measurment



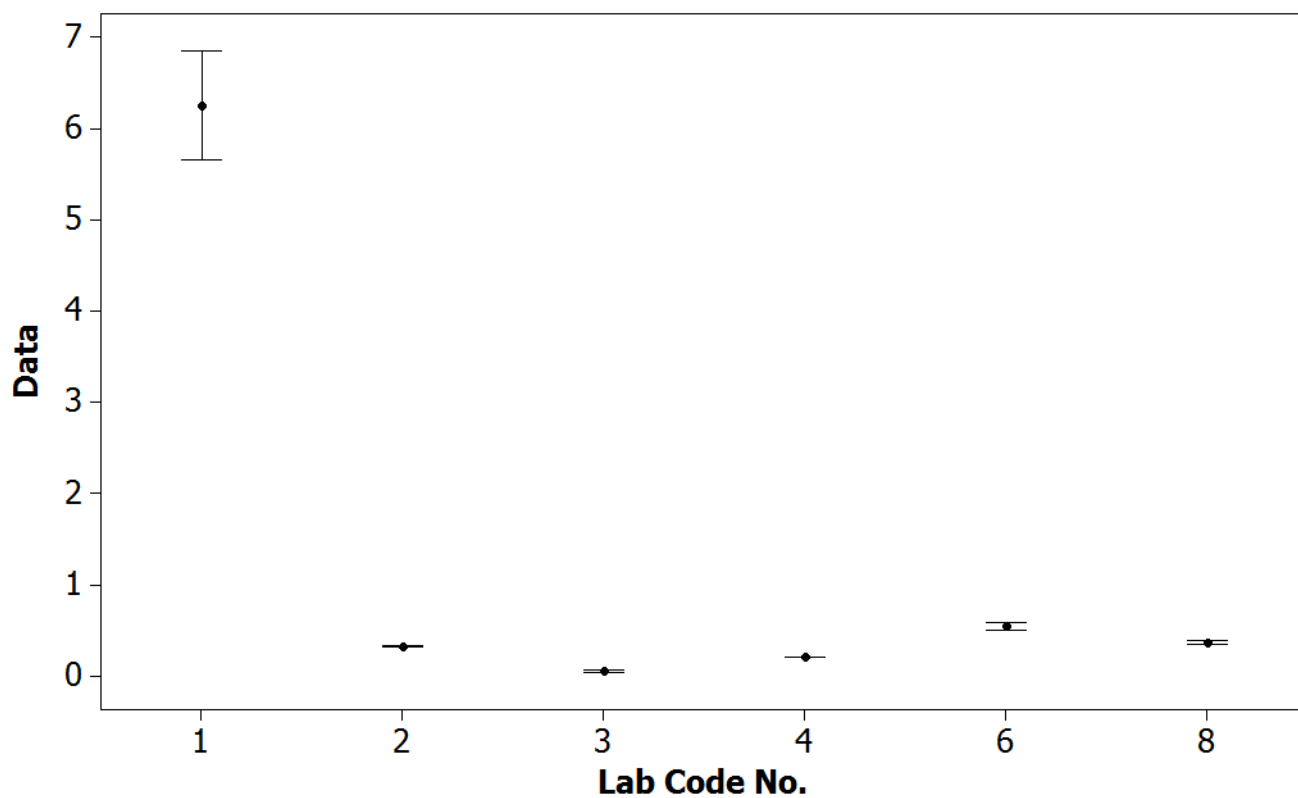
نتایج ارائه شده توسط شرکت کنندگان

Laboratory	MgO									
	Results	\bar{X}	$\bar{\bar{X}}$	$S_{\bar{X}}$	S	S^2	d	S_r	h	k
1	8.96	6.25	1.29	2.43	1.46	2.14	4.96	0.60	2.04	2.44
	6.28									
	4.94									
	5.08									
	6.48									
	5.77									
2	0.34	0.33								
	0.32									
	0.32									
	0.33									
	0.34									
	0.32									
3	0.08	0.06								
	0.08									
	0.05									
	0.00									
	0.06									
	0.06									
4	0.21	0.21								
	0.21									
	0.21									
	0.21									
	0.21									
	0.22									
6	0.47	0.55								
	0.68									
	0.49									
	0.65									
	0.48									
	0.52									
8	0.35	0.37								
	0.37									
	0.36									
	0.30									
	0.46									
	0.38									

عملکرد آزمایشگاه ها در اندازه گیری (MgO)



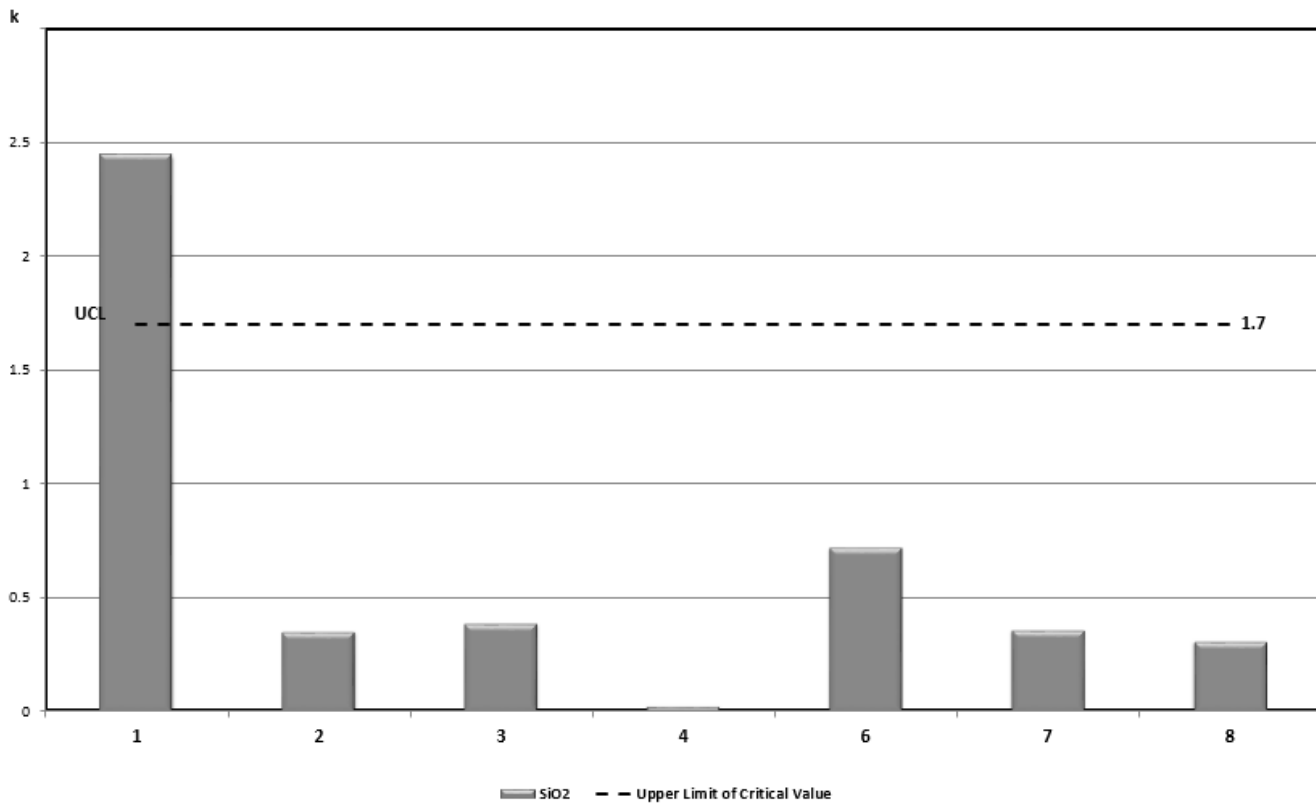
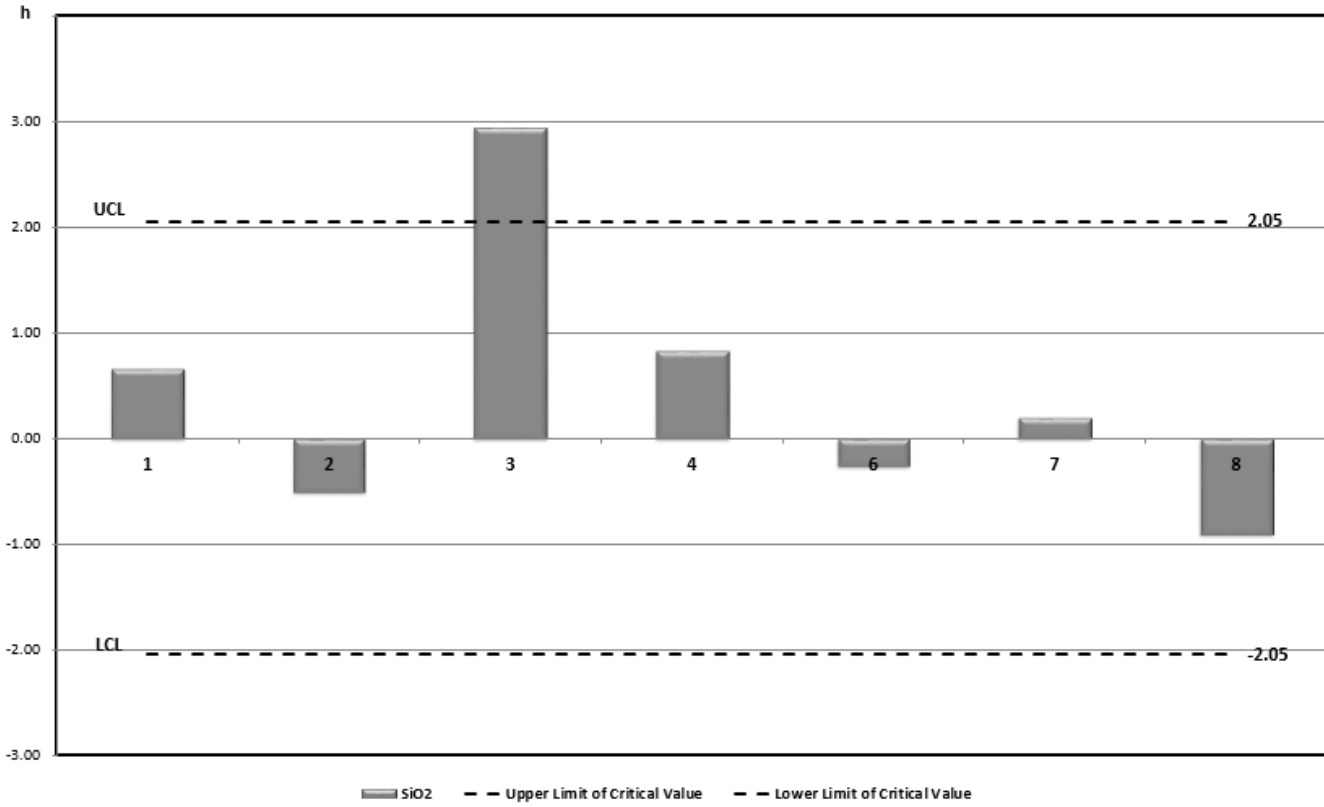
Performance of individual laboratories in MgO measurement



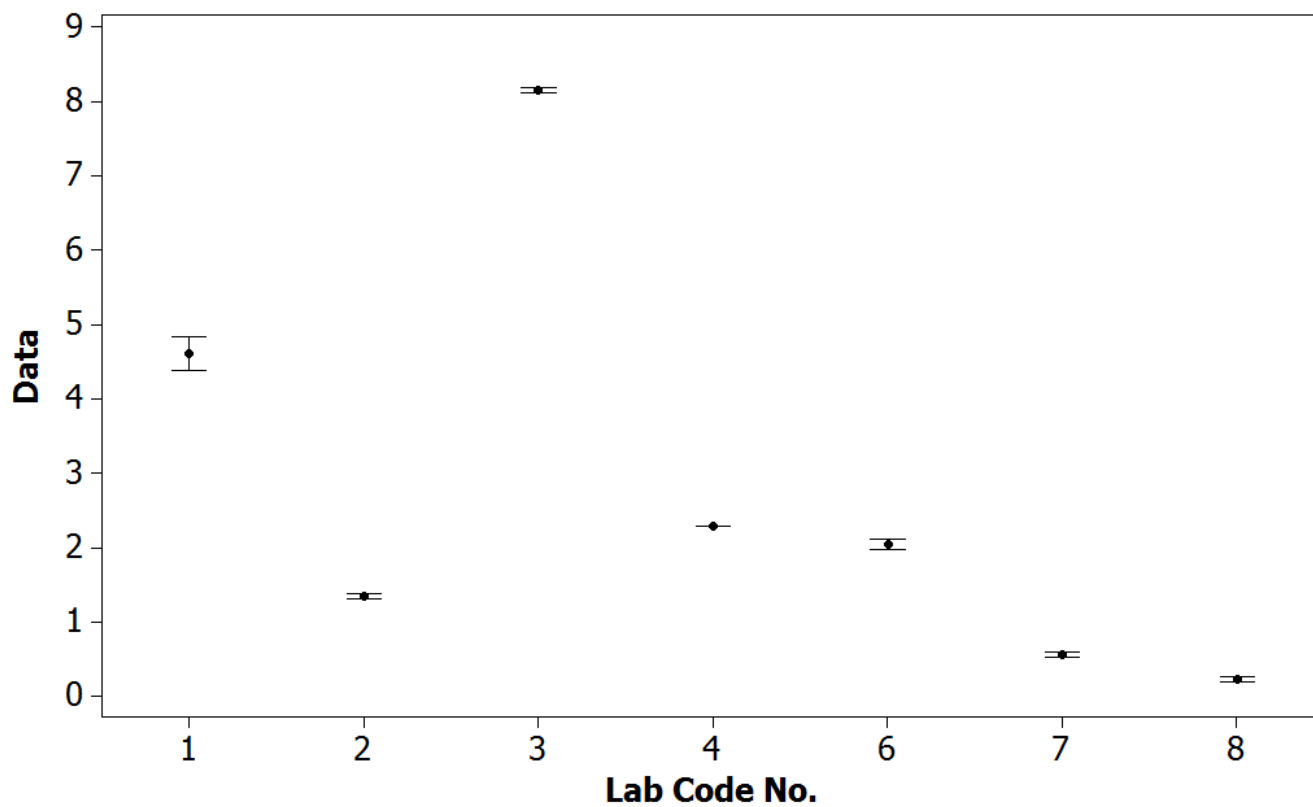
نتایج ارائه شده توسط شرکت کنندگان

Laboratory	SiO2									
	Results	\bar{X}	$\bar{\bar{X}}$	$S_{\bar{X}}$	S	S^2	d	S_r	h	k
1	4.13	4.61	2.75	2.78	0.56	0.31	1.86	0.23	0.67	2.45
	4.83									
	4.87									
	3.82									
	5.37									
	4.64									
2	1.40	1.35								
	1.30									
	1.40									
	1.35									
	1.21									
	1.42									
3	8.12	8.15								
	8.20									
	8.18									
	8.12									
	8.02									
	8.28									
4	2.30	2.30								
	2.29									
	2.30									
	2.29									
	2.29									
	2.29									
6	2.07	2.05								
	2.01									
	2.14									
	1.74									
	2.21									
	2.10									
7	0.70	0.57								
	0.60									
	0.50									
	0.50									
	0.50									
	0.60									
8	0.30	0.24								
	0.32									
	0.22									
	0.17									
	0.15									
	0.27									

عملکرد آزمایشگاه ها در اندازه گیری (SiO_2)



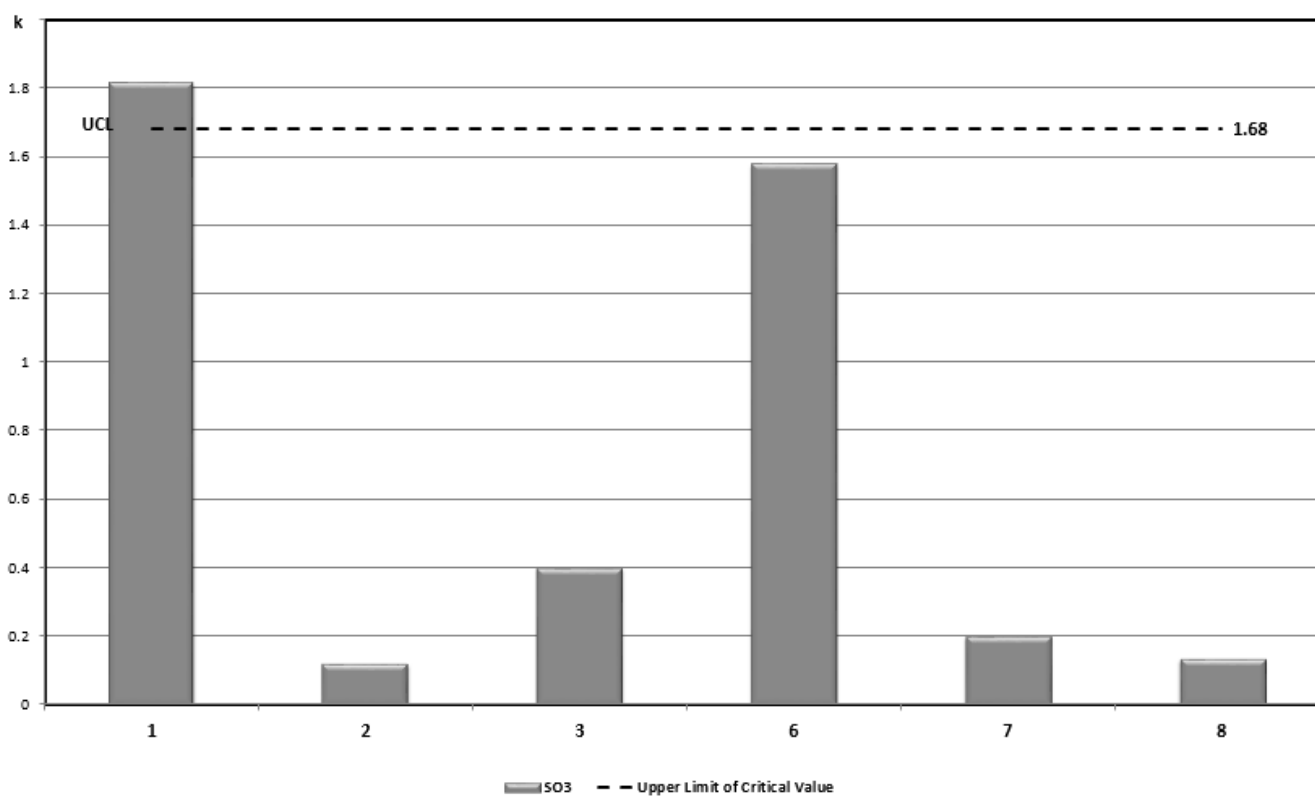
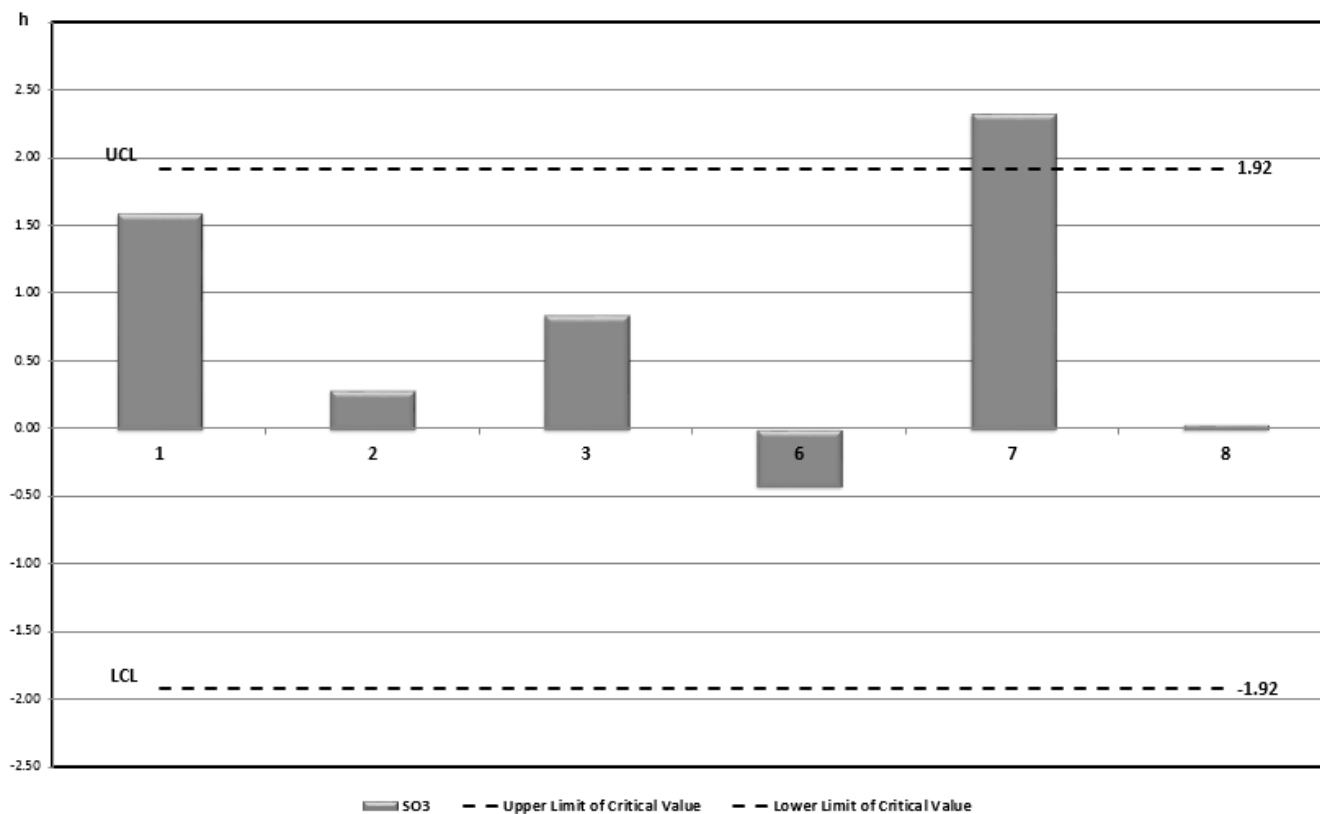
Performance of individual laboratories in SiO₂ measurment



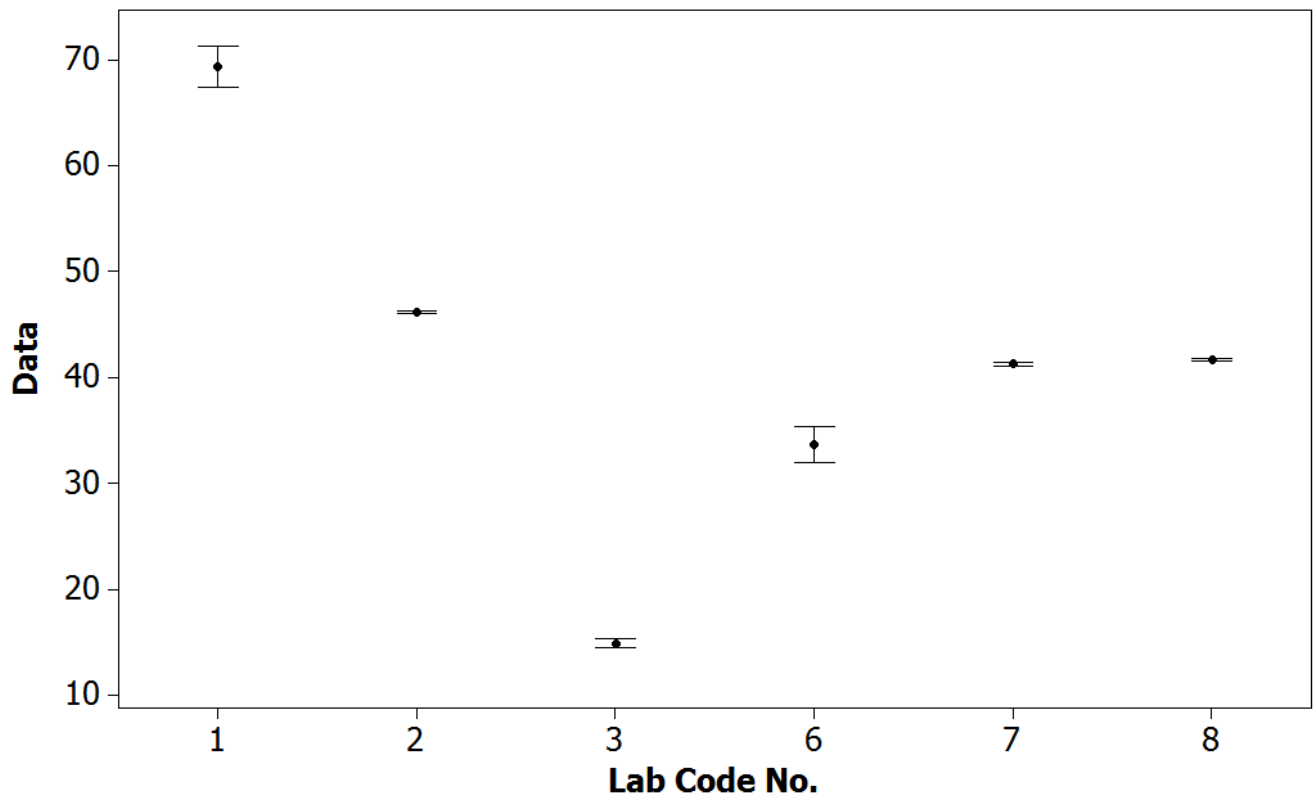
نتایج ارائه شده توسط شرکت کنندگان

Laboratory	SO3												
	Results	\bar{X}	$\bar{\bar{X}}$	$S_{\bar{X}}$	S	S^2	d	S_r	h	k			
1	67.73	69.34	41.16	17.70	1.12	1.25	28.18	0.62	1.59	1.81			
	68.94												
	70.41												
	70.57												
	68.57												
	69.84												
2	46.16	46.19			41.16	17.70	0.07		0.01	5.02	0.62	0.28	0.12
	46.20												
	46.19												
	46.09												
	46.31												
	46.17												
3	14.97	14.87			41.16	17.70	0.25		0.06	14.87	0.62	0.84	0.40
	14.44												
	14.99												
	14.71												
	15.09												
	15.01												
6	33.17	33.66	41.16	17.70	0.97	0.95	-7.50	0.62	-0.42	1.58			
	34.02												
	33.60												
	32.15												
	33.95												
	35.07												
7	41.10	41.25	41.16	17.70	0.12	0.01	41.25	0.62	2.33	0.20			
	41.30												
	41.40												
	41.30												
	41.30												
	41.10												
8	41.60	41.67	41.16	17.70	0.08	0.01	0.50	0.62	0.03	0.13			
	41.60												
	41.70												
	41.80												
	41.70												
	41.60												

عملکرد آزمایشگاه ها در اندازه گیری (SO₃)



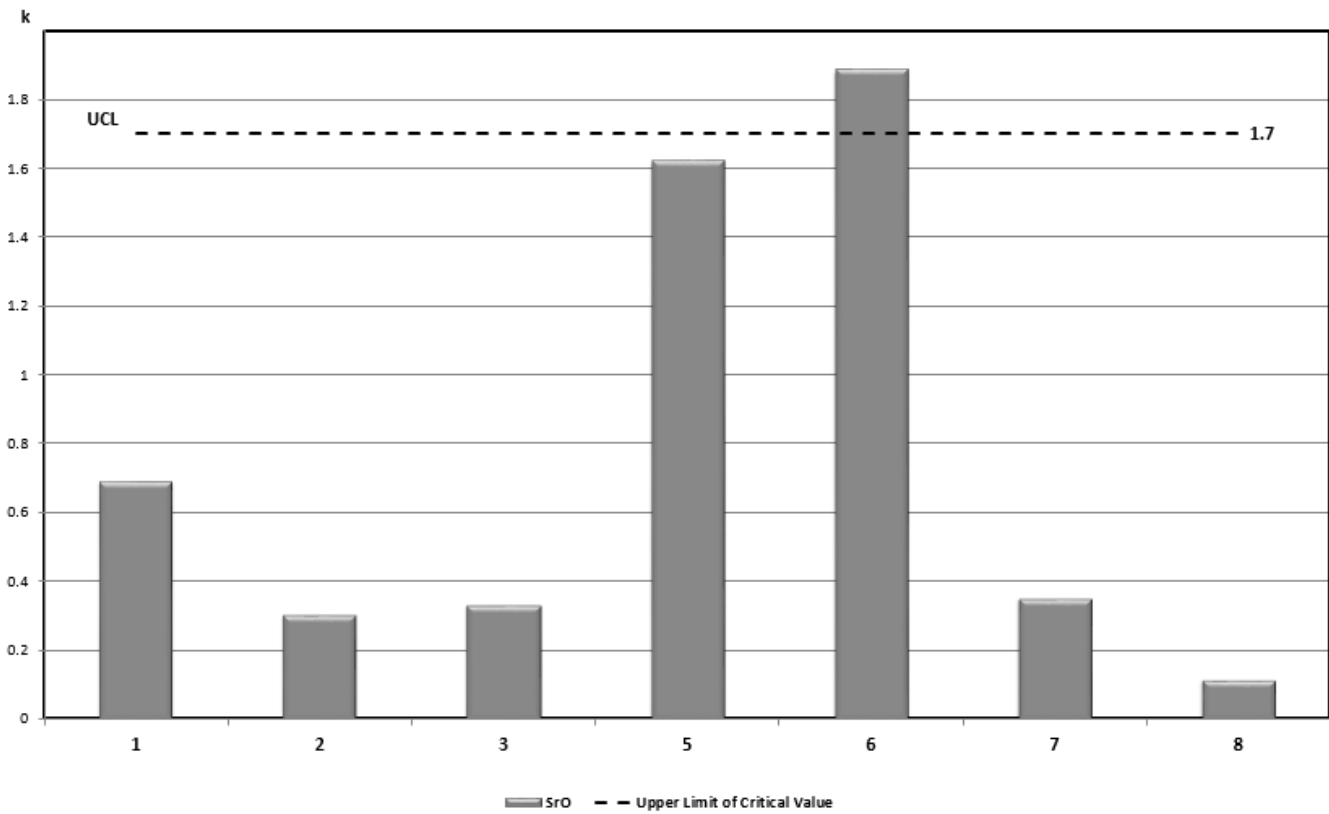
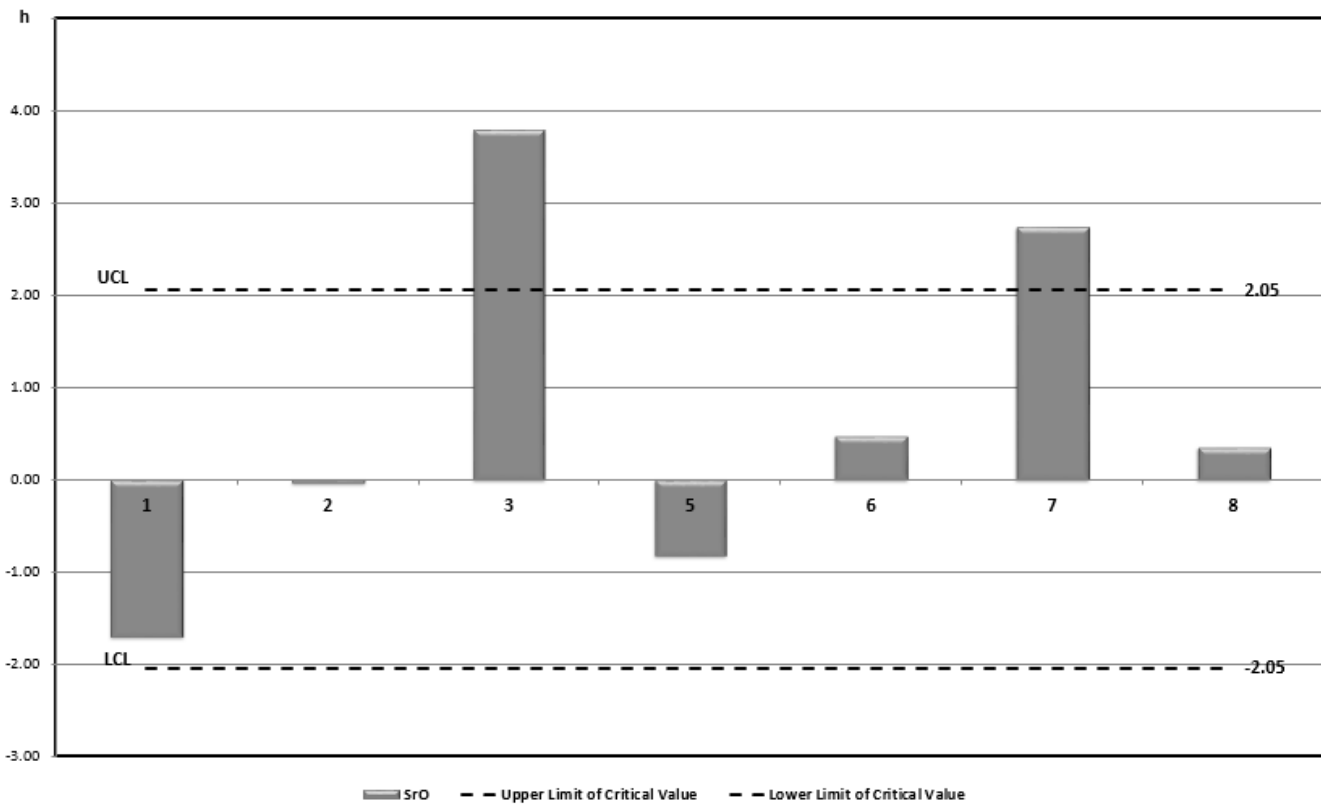
Performance of individual laboratories in SO3 measurment



نتایج ارائه شده توسط شرکت کنندگان

Laboratory	SrO									
	Results	\bar{X}	$\bar{\bar{X}}$	$S_{\bar{X}}$	S	S^2	d	S_r	h	k
1	12.86	13.33	46.29	19.32	0.45	0.20	-32.96	0.65	-1.71	0.69
	13.93									
	13.43									
	13.75									
	12.85									
	13.18									
2	45.55	45.54								
	45.65									
	45.63									
	45.67									
	45.15									
	45.61									
3	73.23	73.26								
	73.62									
	73.02									
	73.25									
	73.06									
	73.35									
5	29.60	30.42								
	31.80									
	30.70									
	30.30									
	31.20									
	28.90									
6	56.59	55.40								
	55.11									
	54.99									
	57.03									
	55.07									
	53.63									
7	52.60	53.00								
	53.10									
	53.00									
	53.20									
	53.20									
	52.90									
8	53.00	53.08								
	53.10									
	53.00									
	53.10									
	53.10									
	53.20									

عملکرد آزمایشگاه ها در اندازه گیری (SrO)



Performance of individual laboratories in SrO measurment

