

Tytuł pracy: Badania nad opracowaniem nowych certyfikowanych materiałów odniesienia dla wybranych produktów przemysłu krzemowego

Autor: Justyna Kostrzewa

Streszczenie:

Celem doktoratu wdrożeniowego było opracowanie, wytworzenie i wdrożenie trzech certyfikowanych materiałów odniesienia (CRM): pyłu krzemionkowego, krzemu oraz stopu żelazokrzemu magnezowego (FSM). Niniejsza dysertacja zawiera opis kolejno wykonanych działań, prowadzących do realizacji tego celu. W części teoretycznej pracy dokonano przeglądu literatury dotyczącej metod analitycznych stosowanych do określania składu pierwiastkowego materiałów krzemowych oraz rynku wzorców krzemowych. W części doświadczalnej opisano kolejne etapy opracowywania nowych CRM-ów. Obejmowało to przygotowanie materiałów kandydackich na CRM-y poprzez ich mieszanie, ujednorodnienie i rozdział na finalne jednostki. W ramach pracy opracowano także procedury analityczne dla badań wstępnych, stabilności, jednorodności oraz charakteryzowania materiałów przeznaczonych na CRM-y. Wykorzystano różne techniki analityczne, takie jak: ICP-OES, XRF oraz analiza elementarna z detekcją w podczerwieni. Jednocześnie zbadano różne sposoby preparatyki próbek materiałów krzemowych: roztwarzanie kwasowe w układzie otwartym, roztwarzanie mikrofalowe, stapianie do postaci pereł boranowych, a także prasowanie do postaci pastylek. Wyznaczone parametry walidacyjne potwierdziły przydatność opracowanych metod do stosowania w poszczególnych procesach oraz do zastosowania w analizach usługowych. Dalsze badania pozwoliły stwierdzić stabilność krótko- i długoterminową wszystkich trzech materiałów, a statystyczna ocena wyników potwierdziła pomijalną wielkość niepewności wynikającą z tych parametrów. Przeprowadzono także badania jednorodności, połączone ze statystyczną oceną wyników i wyznaczeniem niepewności wynikającej z niejednorodności materiałów, która spełniła oczekiwane kryteria i potwierdziła skuteczność przeprowadzonych operacji ujednorodniania. Kolejny proces – charakteryzowanie - oparto o wyniki uzyskane przez sieć kompetentnych laboratoriów, z zastosowaniem różnych technik analitycznych. Ta strategia badawcza doprowadziła do wyznaczenia ostatecznych wartości certyfikowanych oraz towarzyszących im niepewności rozszerzonych. W ramach działań mających wspierać analizę XRF materiałów krzemowych, sprawdzono możliwość zastosowania dodatku wzorca wewnętrznego do korekt efektów uziarnienia w analizie pastylek. Zaobserwowano przy tym pozytywny wpływ na precyzję krzywych kalibracyjnych w pyłe krzemionkowym oraz w stopie FSM. Dla materiału FSM sprawdzono także możliwość zastosowania preparatyki próbek w postaci cienkiej warstwy do oznaczania Fe, Ca, Mg, Al i Mn. Kalibrację spektrometru przeprowadzono w oparciu o wzorce syntetyczne, co jest dużą zaletą w przypadku braku komercyjnie dostępnych wzorców stałych. Przeprowadzono także próby pirometalurgicznego wytworzenia materiałów kalibracyjnych dla krzemu, których rezultaty były niezadowolające, ale sama metodyka wykazuje potencjał i będzie rozwijana w kolejnych latach. Aspekt wdrożeniowy doktoratu obejmował działania związane z wprowadzeniem nowych wzorców w zakres akredytacji ISO 17034, działania promocyjne m.in. w międzynarodowej sieci dystrybucji oraz opracowanie niezbędnej dokumentacji do sprzedaży nowych CRM-ów.

Prace w ramach realizowanego doktoratu wdrożeniowego zostały zakończone wdrożeniem opracowanych CRM-ów do oferty komercyjnej Łukasiewicz-IMN dla rynku międzynarodowego oraz wdrożeniem opracowanych procedur analitycznych w celu świadczenia usług analiz materiałów krzemowych na zasadach komercyjnych.