

## Аттестация стандартных образцов методом АЭС-ИСП с градуировкой по отношениям концентраций

Бухбиндер Г. Л.<sup>1</sup>, Маланчик М. В.<sup>1</sup>, Каримова Т. А.<sup>2</sup>, Качин С. В.<sup>2</sup>

<sup>1</sup> ООО «Сибирские Аналитические Системы», г. Красноярск, Россия

<sup>2</sup> ФГАОУ ВО «Сибирский федеральный университет», г. Красноярск, Россия

**Аннотация:** Анализ стандартных образцов металлов, геологических и технических материалов методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой (АЭС-ИСП) позволяет существенно улучшить точность аттестованных характеристик стандартных образцов. Основными причинами такого улучшения, по сравнению с другими вариантами градуировки являются: исключение из суммарной погрешности анализа погрешности калибровки мерной посуды, погрешности взвешивания навесок анализируемых материалов, более точное измерение больших интенсивностей элемента основы; более высокая точность измерения отношения интенсивностей по сравнению с измерением абсолютных интенсивностей. Построение градуировочных графиков обычным способом или с использованием внутреннего стандарта является использованием одномерного пространства, в то время как система градуировочных графиков по отношениям концентраций создает 2-мерное пространство и становится еще одним фактором улучшения точности. Производителям стандартных образцов при аттестации массовых долей матричных компонентов необходимо использовать основной принцип градуировки по отношениям концентраций: сумма массовых долей определяемых компонентов не может быть больше 100%. Это позволит избежать появления свидетельств на стандартные образцы, в которых сумма аттестованных массовых долей (и плюсовых погрешностей аттестованных значений) существенно больше 100%.

**Ключевые слова:** стандартные образцы металлов, геологических и технических материалов, АЭС-ИСП, градуировка по отношениям концентраций

Применение градуировки по отношениям концентраций позволяет существенно повысить точность метода АЭС-ИСП при анализе металлов и сплавов, геологических и технических материалов. Такой вариант градуировки можно использовать всегда, когда получается, связать все компоненты, присутствующие в образце уравнением:

$$C_{осн} + C_1 + C_2 + \dots + C_n = 100\%,$$

где –  $C_{осн}$  – матричный компонент образца,  $C_1, C_2, \dots, C_n$  – остальные компоненты, присутствующие в образце.

Такой подход позволяет получить результаты анализа с минимальной погрешностью, на уровне 0,1% отн., в отдельных случаях она находится на уровне 0,003% отн. [1, с. 339-354]. Сравнение градуировочных зависимостей, построенных обычным способом, способом с добавлением внутреннего стандарта и способом по отношениям концентраций показало значительное, в 3-4 раза, улучшение метрологических характеристик градуировки по отношениям концентраций [2].

Метод АЭС-ИСП обеспечивает максимальную точность при использовании градуировки по отношениям концентраций по сравнению с другими методами анализа, например, атомно-эмиссионной спектроскопией с искровым возбуждением спектра или рентгенофлуоресцентной спектроскопией. Это происходит благодаря следующим преимуществам: значительно более низкому уровню матричных влияний и линейности градуировочных порядков в пределах 4-6 порядков величины. Кроме того, градуировка АЭС-ИСП спектрометра не зависит от наличия стандартных образцов для градуировки. Соответствующие образцы могут быть легко смоделированы. Это избавляет метод от переноса возможных ошибок предыдущих стандартных образцов на новые образцы.

Производители стандартных образцов при их аттестации должны использовать главный принцип способа градуировки по отношениям концентраций – сумма аттестованных

значений массовых долей определяемых компонентов не должна превышать 100%. Это позволит исключить появления стандартных образцов, в которых это правило не соблюдается. Например, СОП 0276-2015, в котором указаны следующие аттестованные характеристики: массовая доля палладия –  $96,98 \pm 0,08\%$  и массовая доля вольфрама –  $3,00 \pm 0,01\%$ . Минимальное содержание вольфрама в этом образце - 2,99%. Поэтому содержание палладия не может быть более 97,01%, и содержание палладия в СОП 0276-2015 должно быть указано с меньшей погрешностью  $96,98 \pm 0,03\%$ , несмотря на методики, которые были использованы при его аттестации.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Аналитический контроль благородных металлов: Коллективная монография под ред. Карпова Ю.А., Барановской В.Б., Житенко Л.П. М.: Техносфера, 2019. 400 с.
2. Каримова Т.А., Бухбиндер Г.Л. Анализ геологических материалов методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой с градуировкой в относительных концентрациях // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2019. Т. 85. №6. С. 25–29. <https://doi.org/10.26896/1028-6861-2019-85-6-24-29>