

Стандартные образцы состава иридия

Домбровская М. А., Лисиенко Д. Г., Кубрина Е. Д.

ФГАОУ ВО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина»,
г. Екатеринбург, Россия, e-mail: m.a.dombrovskaia@urfu.ru

Аннотация: изготовление и установление метрологических характеристик стандартных образцов состава иридия (набор СОИр-23), оценивание неоднородности, стабильности материалов, сравнение с ранее выпущенным комплектом СО состава иридия (ГСО 10284-2013).

Ключевые слова: стандартные образцы состава иридия, синтез, однородность, стабильность, метрологические характеристики

В Аналитическом испытательном центре – Российской арбитражной лаборатории по испытаниям материалов ядерной энергетики (АИЦ-РАЛ) УрФУ по заказу АО «Екатеринбургский завод по обработке цветных металлов» («ЕЗ ОЦМ») завершены работы по выпуску и испытаниям стандартных образцов (СО) состава иридия (набор СОИр-23), предназначенных для градуировки аппаратуры в атомно-эмиссионном анализе всех марок металла в компактном (по ГОСТ 13099-2006) и порошковом (по ГОСТ 12338-81) состояниях, аттестации и контроля точности методик измерений состава иридия. При изготовлении СО реализована технология, позволившая установить метрологические характеристики образцов по расчетно-экспериментальной процедуре в соответствии с МИ 1992-98, аналогичная реализованная ранее при выпуске ГСО 7292-97 и ГСО 10284-2013. Набор из 6-ти образцов приготовлен последовательным разбавлением образца с максимальным содержанием аттестуемых элементов (СО-1) матрицей и смешением с дополнительными порциями материалов, содержащих индивидуальные группы элементов. Основой СО служил порошковый иридий, изготовленный ОАО «Красцветмет». В число аттестуемых элементов в СО-1 включены Al, Au, Cu, Fe, Ni, Pd, Pt, Rh, Si, в СО-2 - Ag, Ba, Mg, Os, Pb, Ru, Sn и Ti, в СО-3 - As, Bi, Cd, Co, Cr и Zn. Объединение примесей в группы выполнено с учетом диапазонов контролируемых содержаний и позволило оптимизировать суммарную загруженность примесями материалов образцов.

Все элементы, за исключением Os, Rh, Ru и Si, введены в основу заданной крупности в виде азотнокислых или царсководочных растворов металлов или устойчивых молекулярных форм. После внесения растворов материалы подвергли термической обработке в токе водорода и измельчили. Седиментацией получены микроразмерные порошки оксида кремния, осмия, родия и рутения, которые ввели в материалы на стадии усреднения.

Испытания СО набора включили оценивание однородности распределения аттестуемых элементов и установление их содержания в основе, сличение с ГСО 10284-2013 для подтверждения прослеживаемости. Для установления однородности в ходе разгрузки равномерно по высоте смесителя отбирали по 10 проб каждого образца. Аттестуемые элементы определяли масс-спектральным методом на спектрометре NexION-350 в растворе выщелачивания из навески СО, формирующей аналитический сигнал. Относительные стандартные отклонения химической неоднородности распределения аттестуемых элементов в образцах набора на уровне представительной навески учтены при расчете погрешности СО, не зависят от способа введения элемента.

Содержание примесей в матричном материале установлено по аттестованным методикам в лаборатории «Ансертэко» при НИТУ «МИСиС», Центральной аналитической лаборатории «ЕЗ ОЦМ» и лаборатории спектрального анализа АИЦ-РАЛ. Методом ускоренного старения в ходе выдержки материалов при 200⁰ С подтверждена стабильность состава образцов в течение 370 лет, что позволяет назначить срок годности экземпляра 50 лет.

В ходе сличения набора СОИр-23 и комплекта СОИ-23 подтверждена их удовлетворительная согласованность и взаимозаменяемость при использовании. Прослеживаемость аттестованных значений СО к единицам массы реализована использованием поверенных средств измерений, аттестованных методик измерений и испытаниями на Государственном первичном эталоне ГЭТ 176-2019 методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой. Массовая доля элементов рассчитана относительно суммы масс аттестуемых элементов и иридия; наименьшая представительная масса образца при анализе - 300 мг.