

Разработка стандартного образца массовой доли титана в твердой матрице

Кузнецова М. Ф., Собина А. В., Засухин А. С.

Уральский научно-исследовательский институт метрологии – филиал
ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д.И. Менделеева»,
г. Екатеринбург, Россия, e-mail: kmf@uniim.ru

Аннотация: Разработан стандартный образец (СО) массовой доли титана в твердой матрице, предназначенный для метрологического обеспечения рентгенофлуоресцентного анализа. Аттестованное значение данного СО прослеживается к Государственному первичному эталону единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии (ГЭТ 176-2019).

Ключевые слова: стандартный образец, рентгенофлуоресцентный анализ, метрологическая прослеживаемость, массовая доля титана

Применение стандартных образцов (СО) с установленной прослеживаемостью - одно из требований к аккредитованным лабораториям, установленных в [1–3]. Разработка СО массовой доли титана в твердой матрице для метрологического обеспечения рентгенофлуоресцентного анализа необходима, поскольку в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений (ФИФ ОЕИ) отсутствуют такие СО с установленной прослеживаемостью. Однако, применение СО с установленными значениями массовой доли титана регламентировано в ряде методик поверки средств измерений утвержденных типов. Для проведения поверки данных средств измерений применяется СО массовой доли титана в твердой основе, метрологические характеристики которого установлены расчетно-экспериментальным методом. Аттестованные значения разработанного СО установлены на Государственном вторичном эталоне единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации металлов в жидких и твердых веществах и материалах (ГВЭТ 196-1-2012) и прослеживаются к Государственному первичному эталону единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии (ГЭТ 176-2019) посредством применения эталона сравнения титана высокой чистоты ЭС-1.3-196-005-2016-Ti. Метрологические характеристики ГВЭТ 196-1-2012 описаны ранее [4].

Для обеспечения потребности аккредитованных лабораторий в СО с установленной прослеживаемостью начата разработка линейки СО массовой доли элементов в твердой матрице, аттестованные значения которых прослеживаются к ГЭТ 176-2019. В настоящее время производятся следующие СО:

- СО массовой доли натрия и хлора в твердой матрице (NaCl-ТМ СО УНИИМ) – ГСО 10934-2017;

- СО массовой доли свинца в твердой матрице (Pb-ТМ СО УНИИМ) – ГСО 10991-2017;

- СО массовой доли железа в твердой матрице (Fe-ТМ СО УНИИМ) – ГСО 11036-2018.

Метрологические характеристики данных СО представлены в [5].

Изготовление материала СО массовой доли титана в твердой матрице проводилось методом прессования со связующим (борной кислотой), описанным в [6,7]. Материал СО представляет собой смесь химических реактивов - оксид титана (IV) и борная кислота, спрессованную в виде дисков диаметром (30 ± 1) мм, высотой $(4,5 \pm 0,5)$ мм.

Оценка однородности и стабильности материала СО проведена по [8].

Метрологические характеристики СО установлены на ГВЭТ 196-1-2012.

Утвержден тип СО массовой доли титана в твердой матрице (Ti-TM СО УНИИМ) и внесен в ФИФ ОЕИ под номером 11791-2021.

Метрологические характеристики СО приведены в таблице 1.

Таблица 1. Метрологические характеристики стандартного образца массовой доли титана в твердой матрице (Ti-TM СО УНИИМ)

Наименование аттестуемой характеристики СО	Интервал допускаемых аттестованных значений СО, %	Расширенная относительная неопределённость аттестованного значения U, % (при k=2)	Границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения СО (P = 0,95), δ, %
Массовая доля титана	0,90 – 1,10	4	±4



На рисунке 1 приведена фотография СО в упаковке. Применение СО массовой доли элементов в твердой матрице с установленной прослеживаемостью обеспечивает лаборатории надежным инструментом для контроля точности результатов измерений.

В дальнейшем УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» планирует разработать СО массовой доли борной кислоты в твердой матрице, выполняющего функцию фонового образца в рентгенофлуоресцентном анализе и расширять номенклатуру СО массовой доли элементов в твердой матрице.

Рис. 1. Фото стандартного образца массовой доли титана в твердой матрице (Ti-TM СО УНИИМ) в упаковке.

ЛИТЕРАТУРА

- ГОСТ ISO/IEC 17025-2019 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий. М.: Стандартинформ, 2019.
- Политика ИЛАК по прослеживаемости результатов измерений (ИЛАК Р10:01/2013) // Национальная система аккредитации [сайт]. URL: <https://fsa.gov.ru/documents/9682/>
- Политика Росаккредитации по метрологической прослеживаемости результатов измерений» СМ № 04.01-9.0011 // Национальная система аккредитации [сайт]. URL: <https://fsa.gov.ru/documents/7503/>
- Государственный вторичный эталон единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации металлов в жидких и твердых веществах и материалах / Е.М. Горбунова [и др.] // Измерительная техника. 2013. Т. 56, № 7. С. 743–746.
- Собина А.В., Зыскин В.М., Шимолин А.Ю. Разработка стандартных образцов массовой доли элементов в твердой матрице для метрологического обеспечения рентгенофлуоресцентного и атомно-эмиссионного анализа / М.Ф. Кузнецова [и др.] // Стандартные образцы в измерениях и технологиях: сб. тез. доклада III Междунар. науч. конф., Екатеринбург, 11-14 сентября 2018 г. / Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии [и др.]. Екатеринбург: УНИИМ, 2018. С. 109–111.
- Рентгенофлуоресцентный анализ. Применение в заводских лабораториях. Сб. научных трудов: Пер. с нем. / Под ред. Эрхарта Х. М.: Металлургия, 1985, 256 с.
- Лосев Н.Ф., Смагунова А.Н. Основы рентгеноспектрального флуоресцентного анализа. Химия, 1982. 207 с.
- Р 50.2.058-2007 Оценивание неопределенностей аттестованных значений стандартных образцов. М.: Стандартинформ, 2008.