

МЕТРОЛОГИЯ И СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ

АТТЕСТАЦИЯ МЕТОДИК СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА В СВЕТЕ ТРЕБОВАНИЙ ГОСТ Р ИСО 5725-(1-6)-2002 «ТОЧНОСТЬ (ПРАВИЛЬНОСТЬ И ПРЕЦИЗИОННОСТЬ) МЕТОДОВ И РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ»

*В.И.Панева, Н.В.Тоболкина
ФГУП «Уральский НИИ метрологии»
620000, Екатеринбург, Красноармейская, 4*

С 1 ноября 2002 г. на территории Российской Федерации введены в действие государственные стандарты Российской Федерации ГОСТ Р ИСО 5725-(1-6)-2002 под общим заголовком «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений».

Стандарты ГОСТ Р ИСО 5725 направлены:

- на прямое применение международных правил планирования и проведения межлабораторных экспериментов по оценке показателей точности результатов измерений (испытаний, определений, анализа), обработке и использованию результатов этих экспериментов на практике;
- более эффективную реализацию требований Государственной системы стандартизации Российской Федерации при разработке стандартов на методы контроля (измерений, испытаний, определений, анализа);
- реализацию требований ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025-2000 при оценке компетентности испытательных лабораторий.

Внедрение стандартов ГОСТ Р ИСО 5725 позволит значительно повысить качество измерений и испытаний, совершенствовать методы оценки и контроля точности измерений.

В соответствии с утвержденным Госстандартом Порядком введения в действие стандартов ГОСТ Р ИСО 5725 до 1 ноября 2002 г. внесены необходимые изменения в целый ряд действующих нормативных документов, в частности, в ГОСТ Р 8.563 «ГСИ. Методики выполнения измерений», РМГ 29-99 «ГСИ. Метрология. Основные термины и определения» и др.

Пересмотрены с учетом требований стандартов ГОСТ Р ИСО 5725 Рекомендации МИ 2336 «ГСИ. Показатели точности, правильности и прецизионности методик количественного хими-

ческого анализа. Методы оценки». В Рекомендациях рассмотрены различные методы оценки показателей качества методик анализа, которые могут быть применены в том числе и для аттестации методик спектрального анализа. Большое внимание в МИ 2336 уделено планированию эксперимента по набору данных для оценки показателей качества методик анализа с учетом современных требований.

Для каждого из приведенных алгоритмов оценивания подробно описаны основные допущения и ограничения, приведены способы оценки показателей прецизионности (повторяемости и воспроизводимости), показателя правильности и показателя точности.

Предложенные в Рекомендациях способы оценки широко применяются в УНИИМ для аттестации методик спектрального анализа, предназначенных для контроля качества готовой продукции, контроля за состоянием окружающей среды и др.

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЗАИМНОЙ СОГЛАСОВАННОСТИ ОБРАЗЦОВ КОМПЛЕКТА РГ1-РГ23 НА РАЗЛИЧНЫХ ТИПАХ СПЕКТРАЛЬНЫХ УСТАНОВОК

*А.Г.Трофимова, Г.А.Самарина, Т.И.Игнатенко
ЗАО "Институт стандартных образцов"
620219, Екатеринбург, ГСП-784, пр.Ленина, 101, корп. 2*

Номенклатура ГСО химического состава сталей предназначена, в основном, для эмиссионного спектрального анализа. Поскольку в настоящее время для контроля химического состава широко применяется рентгенофлуоресцентный метод анализа (РФА), ЗАО "ИСО" совместно с Иркутским госуниверситетом разработан комплект ГСО для градуировки рентгеновских спектрометров. Полный комплект состоит из 35 образцов и позволяет анализировать более 400 различных марок сталей.

Сформированный комплект предназначен в первую очередь для предприятий с широкой номенклатурой анализируемых сталей. При контроле состава ограниченного круга марок подобный комплект является избыточным, поэтому экономически целесообразно было дифференцировать комплект на группы СО, позволяющие определять индивидуальные градуировочные функции для РФА низко- и среднелегированных, быстрорежущих и высоколегированных сталей. Из группы ГСО высоколеги-

рованных сталей был выделен отдельный комплект для анализа марганцовистых сталей.

В настоящее время ЗАО "ИСО" выпущено 3 комплекта ГСО для рентгенофлуоресцентного спектрального анализа: РГ1-РГ8 (низко- и среднелегированные стали), РГ9-РГ18 (быстрорежущие стали) и РГ19-РГ23 (марганцовистые стали). Представляется целесообразным оценить взаимную согласованность образцов всех выпущенных комплектов и возможность использования его как единого комплекта для градуировки рентгено-спектральных установок.

В группе спектрального анализа ЗАО "ИСО" был выполнен эксперимент по исследованию согласованности образцов РГ1-РГ23 и ЛРГ1в-ЛРГ12в на рентгеновском спектрометре СРМ-25. Также на спектрометре фирмы LECO SA-2000 была проведена совместная съемка комплекта ГСО ЛГ32в-ЛГ36в, предназначенного для эмиссионного спектрального анализа, с комплектами РГ1-РГ23 и ЛРГ1в-ЛРГ12в. Проведенные исследования показали, что образцы серии РГ могут быть использованы для градуировки эмиссионных спектрометров.

К ВОПРОСУ ОБ УСЛОВИЯХ ХРАНЕНИЯ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ СОСТАВА РАСТВОРОВ ИОНОВ МЕТАЛЛОВ

*Д.Г.Лисиенко, М.А.Домбровская, М.Д.Лисиенко, С.С.Светлакова,
Н.А.Маслова*

*Уральский государственный технический университет-УПИ,
физико-технический факультет
620002, Екатеринбург, Мира, 19
lisienko@dpt.ustu.ru*

Фасовка и хранение кислых растворов стандартных образцов (СО) состава растворов ионов металлов в нашей стране традиционно осуществляется в стеклянных ампулах, большинство зарубежных фирм разливает СО растворов в полиэтиленовые емкости. Наиболее часто в качестве фонового раствора используется азотная кислота концентрации от 1 до 10 % (в основном 5 %), поэтому нами была оценена возможность хранения именно азотнокислых растворов в доступных емкостях, изготовленных из различных материалов.

Полимерная посуда незаменима при фасовке фторидных растворов, однако, проведенные исследования устойчивости име-

ющихся в нашем распоряжении отечественных и импортных пробирок из полиэтилена, полистирола и полипропилена к растворам азотной кислоты выявили их непригодность к такому применению. Работы проведены методом ускоренного "старения" с выдержкой в полимерных емкостях 2, 5 и 10 % азотной кислоты при 70 и 90 °С в течение различного времени: от нескольких часов до нескольких суток. Сравнением спектров поглощения исходной и подвергнутой термообработке кислот были выбраны условия регистрации окраски растворов, появляющейся после хранения при повышенной температуре. Контроль за изменением цветности выполняли на колориметре КФК 2МП. Отмечено, что при хранении азотнокислых растворов в условиях ускоренного "старения" особенно значительное изменение окраски растворов наблюдается для полипропиленовой посуды. Для азотнокислых растворов оценены энергии активации реакций взаимодействия с материалом посуды и температурные коэффициенты скорости реакции. Лучшей устойчивостью характеризуется полистирол, однако продолжительность хранения без гарантированного изменения общего состава даже 1 %-ных по азотной кислоте растворов не превышает 1 - 1,5 лет.

Большой интерес представляют результаты, полученные при изучении устойчивости стеклянных ампул, изготовленных из дробта марки НС-1, к 8 % (или 1 М) азотнокислым растворам в условиях, соответствующих описанному выше. Состав исходных растворов и растворов, подвергнутых термообработке, устанавливали методом масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой на спектрометре Elan-6000 в режиме TotalQuant. Из сравнения полученных результатов следует, что при выдержке растворов в течение 17 суток при 90 °С концентрация натрия, кальция, алюминия, кремния, бора, магния, калия, титана, стронция и бария повышается в десятки раз вплоть до единиц (или десятков) мг/кг. Выполнены оценки энергии активации реакции взаимодействия растворов со стеклом и температурного коэффициента реакции. Проведена аппроксимация условий ускоренного "старения" к обычным условиям хранения, свидетельствующая о том, что осуществленный режим термообработки не эквивалентен полному сроку годности фасовки СО, обычно составляющему 3 года. Установленные изменения состава растворов СО ионов металлов необходимо учитывать при использовании растворов для приготовления многокомпонентных смесей в случае градуировки особенно таких высоко чувствительных методов, как эмиссионная и масс-спектрометрия с индуктивно-связанной плазмой, также в спектрофотометрических ме-

тодиках из-за возможного участия выщелачиваемых из стекла элементов в аналитических реакциях комплексообразования.

Как следует из рассмотрения приведенных данных к выбору материала емкостей для хранения СО состава растворов ионов металлов следует подходить с большой осмотрительностью, сопровождая исследования стабильности растворов не только проверкой сохранности аттестованного значения СО, но и оценением концентрации сопутствующих элементов.

МЕТРОЛОГИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ТЕХНИЧЕСКИХ СРЕДСТВ В ОБЛАСТИ СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА

*А.С.Тетюрев, В.П.Ёлтышев
ФГУП «Уральский НИИ метрологии»
620000, Екатеринбург, Красноармейская, 4
alex@uniim.ru*

Одним из главных критериев в системе требований компетентности испытательных лабораторий, в том числе осуществляющих аналитический контроль с использованием средств измерений для спектрального анализа, является наличие технически исправных и метрологически обеспеченных технических средств. Общие требования к оборудованию испытательных лабораторий, к комплектности, регистрации, обслуживанию, управлению, установлены ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025. Исходя из указанного стандарта, в каждой испытательной лаборатории должен осуществляться установленный регламент обслуживания, который включает: техническое обслуживание (регламентные профилактические работы, настройка блоков управления и регулирования, наладка программ, градуировка, юстировка и пр.), метрологическое обеспечение (испытания, поверка, калибровка, аттестация), документирование проводимых процедур. При этом работы по техническому обслуживанию, как правило, проводят согласно эксплуатационной документации на конкретное оборудование. Метрологические работы осуществляются в соответствии с документацией, которая относится к статусу нормативной. Объем и содержание работ, их периодичность применительно к конкретному оборудованию зависят от того, к какому классу (виду) оно относится – средствам измерений, испытательному оборудованию, оборудованию для отбора проб, вспомогательному оборудованию. В связи с этим классификация

технических средств испытательных лабораторий приобретает принципиальное значение. Если относительно средств измерений и оборудования для отбора проб, как правило, спорных ситуаций не возникает, то при градуации оборудования на испытательное или вспомогательное зачастую необходимы серьезные обоснования, и часто в качестве арбитра требуется вмешательство третьей стороны. Подобная ситуация, в принципе, наблюдается при испытании многих видов продукции.

В круг вопросов метрологического обеспечения спектрального анализа, кроме метрологического обеспечения спектрометров и т. д., целесообразно включить обсуждение работ по обеспечению иного оборудования, используемого при подготовке проб, контроле условий измерений и др.

Метрологическое обеспечение технических средств в области спектрального анализа включает:

- государственные испытания средств измерений для целей утверждения типа или сертификации;
- поверку средств измерений (спектрометры, анализаторы состава и свойств);
- поверку средств измерений, используемых для контроля условий испытаний проб в составе испытательного оборудования;
- поверку (или калибровку) средств измерений, применяемых для контроля режимов (условий) обработки проб при подготовке к анализам или испытаниям в составе вспомогательного оборудования;
- поверку средств измерений, применяемых для контроля параметров внешних условий измерений или испытаний;
- поверку оборудования для отбора проб, если оно имеет нормированные метрологические характеристики и имеется методика поверки;
- аттестацию испытательного оборудования (при его наличии).

Процедура аттестации испытательного оборудования осуществляется по ГОСТ Р 8.568-97 с учетом последних изменений.

Особенности и условия поверки средств измерений, в основном это касается вопросов поверки, - в комплекте с оборудованием или после демонтажа средства измерений, устанавливается для каждого конкретного случая отдельно.

Для вспомогательного оборудования, которое используется при подготовке образцов к испытаниям или анализам следует предусмотреть проверку технических характеристик и оценку

соответствия технических характеристик требованиям соответствующих разделов методик испытаний или методик выполнения измерений. Эти процедуры должны быть обязательными, порядок их выполнения, включая периодичность, алгоритмы проверки и оформление результатов измерений, допускается устанавливать во внутреннем документе предприятия.

РАЗРАБОТКА СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ СОСТАВА ДРАГОЦЕННЫХ МЕТАЛЛОВ

Е.В.Купряжкина, И.П.Демин, С.В.Мазгалин, А.Ю.Патрушев
ОАО "Уралэлектромедь"
624091, Верхняя Пышма Свердловской обл., Ленина, 1
mazgalin@elem.ru

В соответствии с требованиями международного стандарта ИСО 9001: 2000 и ГОСТ Р 17025 лаборатория, проводящая аттестацию продукции должна иметь систему контроля качества результатов испытаний. При проведении испытаний в сфере распространения государственного метрологического надзора и контроля предусматривается применение только государственных образцов состава (ГСО), что бывает не всегда выполнимым из-за существенно ограниченного рынка продаж, невысокого ассортимента продукции, высокой номинальной стоимости. При отсутствии ГСО и вне сферы действия государственного метрологического надзора и контроля допускается применение стандартных образцов предприятия (СОП). Преимуществом при использовании СОП является следующее:

- адекватность производственным пробам по процедуре отбора и подготовки, структуре и составу металла, содержанию примесей;
- возможность оперативного изготовления силами предприятия;
- снижение затрат по приобретению (изготовлению) (см. табл.).

Правомерность применения СОП и образцов для корректировки дрейфа аналитического сигнала (ОКД) опирается на общую схему метрологического обеспечения спектрального анализа:

- градуировка приборов по СОП, аттестованным с использованием аттестованных методик выполнения измерений (МВИ);
- корректировка градуировочных характеристик при исполь-

зовании метода постоянного графика с применением ОКД;
- оперативный контроль прецизионности, точности.

Таблица

Оценка затрат на стандартные образцы состава

Наименование	ГСО	СОП		ОКД
		внешние	внутренние	
Метрологическая характеристика				
1.				
- Массовая доля определяемого элемента	+	+	+	-
- интенсивность выходного сигнала	-	-	-	+
2. Аттестованное значение характеристики	+	+	+	-
3. Погрешность аттестованной характеристики	+	+	+	-
Ориентировочная стоимость, г/\$	25	20		

Примечание. В таблице приведена стоимость изготовления без учета стоимости давальческого металла.

В центральной лаборатории Управления контроля продукции ОАО «Уралэлектромедь» проводятся работы по изготовлению и аттестации СОП и ОКД для спектрального анализа состава золота лигатурного, золота в слитках, серебра в слитках, сплава серебряно – золотого. СОП предназначен для метрологического обеспечения спектрального пробирно – гравиметрического и атомно – эмиссионного методов анализа. Исходным материалом для приготовления СОП и ОКД является предварительно проанализированный пробный материал из различных металлов аффинированных. Изготовление СОП и ОКД проводится методом индукционного плавления, что позволяет гарантировать получение однородных образцов.

Работа проводится по следующим этапам: получение пробного материала и его анализ, подбор материала для изготовления СОП или ОКД, плавление образца с введением добавок определяемых примесных компонентов, исследование однородности полученного материала, установление значений аттестуемых характеристик СОП и значений их погрешностей, оценка однородности ОКД по выходным сигналам, оформление отчетов; метрологическая экспертиза и утверждение свидетельств (оформляется Отделом метрологии и управления документации Управления контроля продукции).

Разовое изъятие из внутреннего оборота предприятия драгоценных металлов для приготовления одного СОП или ОКД внутреннего пользования в конечном итоге приводит к сокращению затрат на несколько тысяч долларов США в сравнении с изготовлением стандартного образца сторонней организацией.

Внедрение СОП и ОКД внутреннего производства и использования позволяет проводить испытания качественно, при отсутствии рекламаций потребителей и гарантировать достоверность результатов испытаний.

СОВЕРШЕНСТВОВАНИЕ И АТТЕСТАЦИЯ МКХА БЛАГОРОДНЫХ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ НА ИХ ОСНОВЕ

И.Б.Курбатова, М.Д.Лисиенко, Е.Ю.Петреева
ОАО «Екатеринбургский завод по обработке цветных металлов»
620014, Екатеринбург, пр.Ленина, 8
triod@r66.ru

В спектральной лаборатории ОАО «ЕЗ ОЦМ» была осуществлена модернизация оборудования – квантометров МФС-8, НА-12 ВАIRD и спектрографа ДФС-8 путем установки многоканальных анализаторов эмиссионных спектров (МАЭС) АО «ВМК-Оптоэлектроника», г. Новосибирск. Эти приборы использовались для определения примесей в аффинированных благородных металлах и сплавах на их основе методом испарения из глобулы (капли расплава) в дуге постоянного или переменного тока.

В связи с внедрением нового способа регистрации спектров, на основе изучения кривых выгорания примесей из объектов, были вновь выбраны условия возбуждения, позволяющие одновременно проводить определение до 30 примесей. Подобраны аналитические линии контролируемых элементов, свободные от наложений и линии сравнения, причем за счет увеличения числа аналитических спектральных линий удалось расширить динамический диапазон определяемых концентраций для некоторых примесей. Выбраны режимы измерения спектров МАЭС – длительность единичных накоплений сигнала, которая зависит от уровня контролируемых содержаний примесей, способы измерения интенсивностей спектральных линий и фона. Для всех аналитических линий обоснован вид используемых

градуировочных зависимостей.

В итоге этой работы методики претерпели существенные изменения, в связи с чем возникла необходимость их новой аттестации, которая выполнена лабораторией и метрологической службой завода. При установлении метрологических характеристик МКХА массовой доли примесей в серебре, золоте, платине, палладии и иридии использованы Государственные стандартные образцы состава, а в сплавах ПлРд- 7,- 10, ПлПдРд-4 - 3,5, ПлПдРдРу-15-3,5-0,5, СрМ 500 – 960, ЗлСрМ-585-80, ПдСрМ-36-4 – стандартные образцы предприятия.

Полученные метрологические характеристики методик – повторяемость, внутрилабораторная воспроизводимость и точность не превышают установленных действующими стандартами на методы анализа и марки.

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ СОСТАВА ГРАФИТОВОГО КОЛЛЕКТОРА МИКРОПРИМЕСЕЙ: СИНТЕЗ, АТТЕСТАЦИЯ, ПРИМЕНЕНИЕ

*Д.Г.Лисиенко, М.А.Домбровская
Уральский государственный технический университет-УПИ,
физико-технический факультет
620002, Екатеринбург, Мира, 19
lisienko@dpt.ustu.ru*

При разработке методик химико-спектрального анализа материалов высокой чистоты широко применяются различные способы концентрирования определяемых элементов, предполагающие использование в качестве коллектора графитового порошка. Завершающим этапом МВИ в этих случаях является выполнение атомного эмиссионного спектрального анализа полученного концентрата с использованием для градуировки аппаратуры стандартных образцов (СО) состава графита. Разработка технологии, синтез и аттестация таких стандартных образцов являются одним из важнейших направлений деятельности Российской арбитражной лаборатории (РАЛ) испытания материалов ядерной энергетики, работающей на базе кафедры физико-химических методов анализа УГТУ-УПИ.

В основе реализуемых технологических приемов приготовления СО лежит возможность установления метрологических характеристик образцов по процедуре приготовления. В резуль-

тате обеспечивается достаточно высокая достоверность получаемых значений аттестуемых содержаний контролируемых примесей при удовлетворительном значении погрешности. Сущность методики синтеза заключается во введении дозированных количеств элементов-примесей в подавляющем большинстве случаев в виде растворов в графит порошковый особой чистоты, термической обработке материала, измельчении и усреднении. Приготовленные таким образом головные смеси содержат достаточно высокие количества аттестуемых элементов. Смешением головных смесей и основы, или их последовательным разбавлением графитом, получают все образцы комплекта. Указанный способ практически идеально моделирует процесс получения реальной анализируемой пробы. К настоящему времени накоплен достаточно большой банк исходных реагентов - носителей аттестуемых элементов, даны рекомендации по выбору способов перевода этих веществ в раствор, условий термической обработки материалов при введении более, чем 50 элементов-примесей.

Изучены особенности процессов гомогенизации материалов СО в смесителях различных типов и показано, что лучшее усреднение обеспечивается в цилиндрическом смесителе с продольной полкой и перемешивающим стержнем. Стерильность процесса гарантируется изготовлением смесителей из плексигласа.

Анализ погрешности расчета аттестованных содержаний показал, что наиболее значимыми компонентами являются для образца с минимальной концентрацией примесей погрешность установления состава основы, а для "старшего" образца - погрешность определения содержания основного компонента в реагенте-носителе. Полная погрешность аттестованных значений рассчитывается суммированием погрешностей синтеза и неоднородности материалов. Последняя часто доминирует в итоговом результате, в связи с чем даны рекомендации по снижению уровня выявляемой неоднородности за счет использования при оценке точных методов и малых навесок материалов.

Наиболее сложным этапом синтеза является анализ матричного материала, требующий совершенствования существующих или разработки новых методик. В настоящее время в УНИИМ аттестована методика спектрального определения более 50 примесных элементов в графите порошковым особой чистоты. Снижение пределов обнаружения по сравнению с традиционными вариантами достигнуто применением спектроскопических (NaCl) и химически активных (BiF_3) добавок, использованием больших

навесок материала и применением метода “испарения на воздухе”.

Оценена стабильность образцов методом “ускоренного старения”. При этом показана возможность протекания сегрегационных процессов, ухудшающих характеристики однородности образцов, и взаимодействия материалов с агрессивными компонентами атмосферы. Основным способом, обеспечивающим долговременную сохранность аттестованных значений, на наш взгляд, является фасовка материалов СО мелкими порциями для разового использования в герметически закрытые пробирки.

В настоящее время в Лаборатории стандартных образцов выпущены и аттестованы в категории ГСО комплекты СО состава графита СОГ-21 (ГСО 4519 - 4523-89), СОГ-24 (ГСО 7751-2000), СОГ-28 (ГСО 4166 - 4171-87), СОГ-37, ведутся работы по синтезу материалов с аттестованным содержанием благородных металлов.

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ СОСТАВА РАСТВОРОВ ИОНОВ РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ, ТОРИЯ И УРАНА

Д.Г.Лисиенко, М.А.Домбровская, С.С.Светлакова
Уральский государственный технический университет -УПИ,
физико-технический факультет
620002, Екатеринбург, Мира, 19
lisienko@dpt.ustu.ru

Данная работа посвящена восполнению имеющегося пробела в утвержденных типах государственных стандартных образцов (ГСО) состава растворов ионов металлов, предназначенных для градуировки, поверки и калибровки средств измерения концентрации элементов в растворах методами фотометрического, атомно-абсорбционного, атомно-эмиссионного и масс-спектрального (с использованием источников с индуктивно-связанной плазмой - ICP) анализа при определении этих элементов в производственных пробах и растворах объектов окружающей среды. Аттестация образцов проведена комбинированным способом с установлением содержания контролируемого элемента в головном растворе с концентрацией ионов примерно в десять раз большей, чем в растворе ГСО, аттестованной мето-

дикой, а затем расчетом метрологических характеристик растворов по процедуре приготовления. При синтезе растворов использованы реактивы (кислоты и вода) специальной очистки.

При разработке ГСО состава растворов ионов редкоземельных элементов (РЗЭ) в качестве исходных веществ использованы оксиды высокой чистоты, состав которых подтвержден паспортами предприятия-изготовителя. Перед отбором навесок оксиды прокаливали до постоянной массы в условиях, приведенных в соответствующей нормативной документации на материалы. Растворение проводили в хлороводородной кислоте с последующим переводом хлоридов в нитраты.

ГСО состава растворов ионов тория синтезировали растворением нитрата в 1 М растворе азотной кислоты. Массовую долю тория в нитрате установили гравиметрически по весовой форме - оксиду.

Анализ головных растворов ионов РЗЭ и тория выполнен комплексонометрическим методом с применением ГСО состава трилона Б 1-го разряда (ГСО 2960-84). Оценку погрешности установления содержания иона металла в головном растворе выполняли по ГОСТ 8.207-76, при этом систематическую составляющую представляли как совокупность химической, индикаторной и капельной компонент. Разработанные методики прошли метрологическую аттестацию в УНИИМ.

Растворы ГСО получены разбавлением головных фондом - 1 М раствором азотной кислоты. В результате приготовлены ГСО состава растворов ионов европия, диспрозия, гадолиния и тория, интервал значений аттестуемой характеристики ГСО - массовой доли иона элемента - составляет 0,950-1,050 мг/г, относительная погрешность не превышает 1 % (при доверительной вероятности 0,95).

При разработке ГСО состава растворов ионов урана кроме традиционно аттестуемого содержания урана (общего) в число метрологических характеристик было включено и содержание изотопа урана-235. Приготовлены два типа ГСО состава. Первый предназначен для поверки и градуировки сцинтилляционного спектрометра СС 7А и представляет комплект из шести образцов с аттестованной массовой концентрацией ионов урана от 1,0 до 15,0 г/дм³ и урана-235 с массовой концентрацией от 0,017 до 0,250 г/дм³. Во втором типе ГСО аттестована массовая доля ионов урана (0,950-1,050) мг/г и урана-235 (0,014-0,020) мг/г. В обоих случаях исходной весовой формой служил оксид урана (U₃O₈) известного изотопного состава, который растворяли в азотной кислоте. Определение содержания урана в голов-

ном растворе проводили аттестованной гравиметрической методикой, основанной на пероксидном осаждении. Фоновыми растворами являются 2-х и 1 молярные растворы азотной кислоты соответственно.

Для всех растворов ГСО методом ICP масс-спектрометрии проведен обзорный анализ. Пикнометрическим методом измерена плотность растворов. Оценена стабильность и установлен срок годности экземпляра каждого типа ГСО - 3 года.

Рассмотрена возможность повторных выпусков ГСО с аттестацией по процедуре приготовления при условии применения того же набора исходных реактивов - носителей.
