

$$I/I_0 = 1/(1+a \cdot C_{\text{туш}}^b),$$

где  $I_0$  ( $I$ ) – интенсивность люминесцентного излучения РЗЭ в отсутствии (присутствии) тушителя;

$C_{\text{туш}}$  – концентрация тушителя в массовой доле.

Наблюдается линейная зависимость в координатах  $\ln C_{\text{туш}} - \ln(I/I_0 - 1)$ , что позволяет по известной величине сигнала определить содержание платины в оксидном материале.

№	$C_{\text{Pt}}$ в $\text{CO}$ , % масс	Определено эксп. $C_{\text{Pt}}$ , % масс	Относительная погрешность	$t_{\text{эсп}}$	$t_{\text{табл}}$
1	0.0512	0.063	0.03	0.88	2.77
2		0.059			
3		0.055			
4		0.049			
5		0.048			

Таким образом, предложен люминесцентный способ определения платины в оксидных соединениях в концентрационном диапазоне от 0.01 до 0.2% по массе, при этом величина относительной погрешности не превышает 0.03.

### **2.31. ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ СОСТАВА РУТЕНИЯ ДЛЯ АТОМНО-ЭМИССИОННОГО СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА – РАЗРАБОТКА И ОСОБЕННОСТИ ПРИМЕНЕНИЯ**

Лисиенко Д.Г., Домбровская М.А., Листарова О.В.

*Уральский государственный технический университет – УПИ,  
620002, РФ, г. Екатеринбург, ул. Мира, 19, [lisienko@dpt.ustu.ru](mailto:lisienko@dpt.ustu.ru)*

С целью совершенствования метрологического обеспечения контроля состава металлического рутения методами атомно-эмиссионного спектрального анализа впервые в России разработан комплект ГСО состава порошкового рутения. При формировании композиции СО обобщены требования российского (ГОСТ 12343-79) и зарубежных стандартов (ASTM В 717-84) на аффинированный рутений. В результате в число аттестуемых включены 19 элементов, в том числе все определяемые по ГОСТ 12228.1-78, а также натрий и кальций. Чтобы аттестовать СО по процедуре приготовления,

головные смеси, содержащие расчетные количества компонентов, синтезировали путем внесения элементов в виде растворов их соединений или металлических порошков с контролируемым размером частиц в специально подготовленный мелкодисперсный матричный материал с последующей термообработкой в атмосфере водорода, измельчением и усреднением. Особое внимание было уделено выбору и определению качества реагентов-носителей аттестуемых элементов, удовлетворяющих требованиям МИ 1992-89 и критерию «прослеживаемости», а также выбору условий растворения и термической обработки материалов. Все образцы комплекта далее получены смешением головных смесей и основы.

Реализованная технология обеспечила достаточно высокую однородность распределения элементов и сегрегационную устойчивость материалов, что было доказано при оценке метрологических характеристик образцов комплекта.

При аттестации по процедуре приготовления одним из важнейших и трудоемких этапов является установление состава основы. Анализ матричного материала и испытания синтезированных образцов рутения выполняли методами спектрального анализа в Российской арбитражной лаборатории УГТУ-УПИ. Определение Pt, Pd, Rh, Ir, Au, Ag, Cu, Fe, Ni, Mg, Al, Pb, Si, Ba, Ti, Os и Sn проводили в соответствии с ГОСТ 12228.1-78 при регистрации спектров с помощью анализатора МАЭС (ВМК "Оптоэлектроника", г. Новосибирск), установленного на спектрографе PGS-2. Градуировку аппаратуры выполняли методом добавок с применением комплектов ГСО и СОП на основе графита (СОГ-21, СОГ-13). Реализованы преимущества фотоэлектронной регистрации спектров анализатором МАЭС. Даны рекомендации по расширению числа свободных от наложений аналитических линий элементов, выбору вида аналитического сигнала, способа построения градуировочной зависимости. Установлены условия спектрального определения натрия и кальция.

Воспроизведением градуировочных зависимостей для различных элементов согласно ГОСТ 12228.1-78 подтверждена хорошая взаимная согласованность образцов в комплекте. Погрешность аттестованных значений составляет от 3 – 5% до 15% при концентрациях аналитов 0.1.-0.03% и 0.001%, соответственно.