

DOI: <https://doi.org/10.26896/1028-6861-2023-89-2-II-70-76>

РАЗРАБОТКА СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ ТИТАНА

© Татьяна Сергеевна Эндебера*, Елена Андреевна Ахметова,
Маргарита Юрьевна Щукина, Вячеслав Владимирович Бодров

Закрытое акционерное общество «Институт стандартных образцов» (ЗАО «ИСО»), Россия, 620057, г. Екатеринбург, Ульяновская ул., д. 13-а, литер А; *e-mail: analitik@icrm-ekb.ru

*Статья поступила 5 декабря 2022 г. Поступила после доработки 16 декабря 2022 г.
Принята к публикации 28 декабря 2022 г.*

Институтом стандартных образцов впервые выпущены стандартные образцы (ГСО 11777–2021) массовой доли водорода, кислорода и азота в материалах на основе титана: титановом сплаве типа 2В (ИСО 1-1) и титане ВТ 1-00 (ИСО 1-2). Готовый материал стандартных образцов представлен в виде цилиндров массой около 0,1 г с диаметром 2,5 мм и высотой 5 – 6 мм. Для аттестации газообразующих элементов применены методы восстановительного плавления в токе инертного газа (водород, кислород, азот) и высокотемпературной вакуумной экстракции с масс-спектрометрическим детектированием (водород); для градуировки анализаторов использованы стандартные образцы, газовая доза (на водород), а также вещество постоянного стехиометрического состава (нитрат калия). Уточнены условия определения водорода, кислорода и азота в титане и титановых сплавах с применением анализатора газов в твердых материалах ONH-2000 (ELTRA). На основе экспериментальных данных установлены показатели точности методики измерений (приписанные характеристики).

Ключевые слова: титан; стандартные образцы; газообразующие элементы; метод восстановительного плавления в токе инертного газа; градуировка; вещество постоянного стехиометрического состава; показатели точности методики измерений.

DEVELOPMENT OF TITANIUM-BASED CERTIFIED REFERENCE MATERIALS

© Tatiana S. Endeberya*, Elena A. Akhmetova,
Margarita Yu. Schukina, Vladislav V. Bodrov

The Institute for Certified Reference Materials (ICRM), 13-a, Ul'yanovskaya ul., Yekaterinburg, 620057, Russia;
*e-mail: analitik@icrm-ekb.ru

Received December 5, 2022. Revised December 16, 2022. Accepted December 28, 2022.

The Institute for Certified Reference Materials (ICRM) issued for the first time certified reference materials (CRM 11777–2021) of the mass fraction of hydrogen, oxygen and nitrogen in titanium-based materials, i.e., titanium alloy 2V (ISO 1-1) and titanium VT 1-00 (ISO 1-2). The finished material is presented in the form of cylinders 2.5 mm in diameter and 5 – 6 mm height. The mass of a cylinder is about 0.1 g. To certify gas-forming elements, we used the methods of fusion under inert gas flow (hydrogen, oxygen, nitrogen) and high-temperature vacuum extraction with mass spectroscopy (hydrogen). The analyzers were calibrated using CRM, a gas dose (for hydrogen), and a substance of constant stoichiometric composition (potassium nitrate). Conditions for the determination of the mass fraction of hydrogen, oxygen, and nitrogen in titanium and titanium alloys using an ELTRA ONH-2000 gas analyzer in solid materials have been refined in the analytical laboratory ICRM. The accuracy indicators (assigned characteristics) of the measurement procedure were determined using a great bulk of experimental data.

Keywords: titanium; standard samples; gas-forming elements; method of fusion under inert gas flow; calibration; substance of constant stoichiometric composition; accuracy indicators of the measurement procedure.

Введение

В настоящее время титан — один из важнейших конструкционных металлических материалов, сплавы которого сочетают в себе легкость, прочность и коррозионную стойкость. С развити-

ем техники требования к титановым сплавам становятся все более высокими.

Присутствующие в титане примеси газообразующих элементов (водорода, кислорода и азота), внедряясь в кристаллическую решетку и образуя

твердые растворы внедрения (или гидриды и нитриды титана), существенным образом влияют на его технологические характеристики: сильно снижают пластичность, а при достаточно высоком содержании превращают его в хрупкий металл, непригодный для практического использования.

В этой связи метрологический контроль содержания газообразующих элементов, для которого необходимы соответствующие стандартные образцы (СО), имеет особо важное значение [1]. СО предназначены для контроля точности результатов анализа, установления и контроля градуировочных характеристик при определении элементов физико-химическими методами, для поверки и калибровки средств измерений, аттестации, валидации и верификации методик измерений.

Набор СО утвержденного типа (ГСО) материалов на основе титана с аттестованными характеристиками газообразующих элементов на отечественном рынке ограничен стандартными образцами производства LECO (ГСО 11011–2017 и ГСО 11012–2017), ELTRA (ГСО 11575–2020, партия № 1 и 2), ВИЛС (ГСО 3608–87).

В каталогах зарубежных производителей представлены СО титана как в ранге RM (Reference Materials), так и CRM (Certified Reference Materials), однако их применение регламентируется требованиями ГОСТ 8.315 [2].

Разработка ГСО цветных металлов является новым направлением в деятельности ЗАО «ИСО». Впервые выпущены ГСО 11777–2021 массовой доли водорода, кислорода, азота в материалах на основе титана (ИСО 1-1, ИСО 1-2). Стандартные образцы приготовлены из проволоки марок 2В и ВТ 1-00 производства АО «Чепецкий механический завод» в виде цилиндров массой около 0,1 г с диаметром 2,5 мм и высотой 5–6 мм, упакованных в банки по 11 г.

Материалы и методы исследования

Внутри- и межэкземплярную однородность материала оценивали путем анализа пяти отобранных экземпляров СО (две серии по два параллельных определения в каждой) в соответствии с инструкцией И.СМК.МЛ.15–2019 «Оценивание однородности материала стандартных образцов в виде мотков или прутков»¹. Результаты определения газообразующих элементов получены с использованием методики измерений, регламентированной НДИ 01.07.190–2020 (по реестру методик измерений ЗАО «ИСО») и анализатора ELTRA ONH-2000, рассчитанные характеристики однородности приведены в табл. 1.

Как видно из табл. 1, для всех аттестованных элементов выполняется условие $S_r \leq \sigma_r$. Следовательно, внутриэкземплярную однородность материалов можно считать удовлетворительной, а для экземпляров с крайними значениями результатов соблюдалось неравенство $G < G_{\text{табл}}$. Значение стандартной неопределенности от неоднородности материала u_h учитывали при оценке расширенной неопределенности аттестованных значений СО.

Наименьшая представительная проба для титана — 1 цилиндр массой 0,1 г.

Значения аттестуемых характеристик устанавливали путем межлабораторного эксперимента в соответствии с требованиями ГОСТ 8.532–2002 [3] при участии аккредитованных лабораторий отечественных предприятий и научных учреждений (в том числе, АО «УЭМЗ», ФГУП «ВИАМ», АО «ПО Севмаш», ИМЕТ РАН, ИМЕТ УрО РАН, АО «Чепецкий механический завод», ПАО «Уралхиммаш», ФГУП «ЦНИИ-Чермет им. И. П. Бардина, ПАО «Корпорация ВСМПО-АВИСМА», ПАО «НЗХК», ПАО «ЧМК» и др.). Для характеристики газообразующих элементов в СО использовали методы восстановительного плавления в токе инертного газа (водород, кислород, азот), высокотемпературной ваку-

¹ Разработана и утверждена ЗАО «ИСО», г. Екатеринбург, 2019 г.

Таблица 1. Результаты оценивания однородности СО ИСО 1-1 и ИСО 1-2 ($P = 0,95$)

Table 1. The results of the assessing the homogeneity of ISO 1-1 and ISO 1-2 RMs ($P = 0.95$)

Индекс СО	Элемент	СКО повторяемости, S_r	Нормированный показатель повторяемости, σ_r	Критерий Граббса			Стандартная неопределенность от неоднородности материала, u_h
				G_{max}	G_{min}	$G_{\text{табл}}$	
ИСО 1-1	H	0,000082	0,00011	1,692	0,911	1,715	0,000023
	O	0,0013	0,0052	1,112	1,290	1,715	0,00017
	N	0,00048	0,00063	0,855	1,123	1,715	0,00012
ИСО 1-2	H	0,00037	0,00075	1,438	1,223	1,715	0,00013
	O	0,0012	0,0052	0,860	1,648	1,715	0,00023
	N	0,00045	0,00063	0,885	1,695	1,715	0,00020

умной экстракции с масс-спектрометрическим детектированием (водород).

Рассеяние результатов параллельных определений состава и отклонение воспроизведенной массовой доли элементов от установленного значения в контрольном стандартном образце не превышают значений, регламентированных ГОСТ 28052–97 [4], ГОСТ 24956–81 [5], НДИ 01.07.190–2020² и СТО 20872050 СМК.СК.09–2018 «Оценивание метрологических характеристик стандартных образцов металлургического производства»³. Статистическая обработка результатов межлабораторного эксперимента выполнена при неизвестных значениях показателей воспроизводимости и повторяемости.

Результаты проверки гипотезы о нормальном распределении средних результатов определения элементов приведены в табл. 2, где $\hat{w}$ — выборочное значение статистики критерия Шапиро – Уилка, w — квантиль статистики критерия для $N_{\text{прин}}$ и уровня значимости $\alpha = 0,05$.

Из табл. 2 следует, что эмпирическое распределение средних результатов измерений не противоречит нормальному: $\hat{w} \geq w$.

Статистическая обработка результатов межлабораторного эксперимента для кислорода в СО ИСО 1-2 выполнена в соответствии с ГОСТ

² Разработана и аттестована ЗАО «ИСО», г. Екатеринбург, 2020 г.
³ Разработан и утвержден ЗАО «ИСО», г. Екатеринбург, 2019 г.

8.532–2002 [3]. Результаты оценки соответствия точности установления аттестованных значений СО метрологическим требованиям приведены в табл. 3.

Метрологическая прослеживаемость аттестованных значений массовой доли водорода, кислорода и азота обеспечена соблюдением требований [8], в том числе, посредством применения поверенных (калиброванных) средств измерений и методик, основанных на градуировках с применением стехиометрических соединений и/или сертифицированных стандартных образцов.

Ввиду отсутствия стандартизованных методик определения азота и водорода восстановительным плавлением в токе инертного газа в сплавах на основе титана, а также того факта, что ГОСТ 28052–97 [4] не включает использование современной аппаратуры для определения кислорода, в аналитической лаборатории ИЦ ЗАО «ИСО» была проведена работа по уточнению условий определения газообразующих элементов. Результаты получены с применением анализатора газов в твердых материалах ONH-2000 (ELTRA), оснащенного инфракрасной ячейкой для определения кислорода и термокондуктометрической ячейкой для определения азота и водорода, а также анализатора ТС-436 (LECO).

В ходе экспериментов использованы катализаторы — олово и никель, необходимые для полного извлечения водорода, кислорода и азота из титанового сплава.

Таблица 2. Результаты проверки гипотезы о нормальном распределении средних результатов определения газообразующих элементов

СО	Элемент	$N_{\text{прин}}$	$c, \%$	$S_R^2(N_{\text{прин}} - 1)$	S^2	$\hat{w}$	w
ИСО 1-1	Н	12	0,00066	$2,27 \cdot 10^{-7}$	$2,16 \cdot 10^{-7}$	0,950	0,859
	О	12	0,0956	$9,96 \cdot 10^{-4}$	$9,58 \cdot 10^{-4}$	0,962	0,859
	N	13	0,0047	$1,49 \cdot 10^{-5}$	$1,41 \cdot 10^{-5}$	0,942	0,866
ИСО 1-2	Н	14	0,0070	$1,74 \cdot 10^{-5}$	$1,69 \cdot 10^{-5}$	0,969	0,874
	N	12	0,0037	$9,83 \cdot 10^{-6}$	$8,51 \cdot 10^{-6}$	0,865	0,859

Таблица 3. Результаты оценки соответствия точности установления аттестованных значений СО метрологическим требованиям

Table 3. Results of assessing the compliance of the accuracy of the determination of the certified values of reference materials with the metrological requirements

СО	Элемент	$N_{\text{прин}}$	$A, \%$	$U_{0,95}(A), \%$	$0,4\Delta, \%$
ИСО 1-1	Н	12	0,0007	0,0001	0,00016
	О	12	0,096	0,006	0,006
	N	13	0,005	0,001	0,0010
ИСО 1-2	Н	14	0,0070	0,0007	0,0012
	О	12	0,081	0,003	0,006
	N	12	0,0037	0,0007	0,0008

Решающими факторами, влияющими на результат анализа, являются качество подготовки поверхности пробы и способ градуировки прибора. Из способов подготовки проб для определения кислорода в титановых материалах травлением, регламентированных стандартом ASTM E1409-13 [6] и международным стандартом ISO 22963-2008 [7], предпочтение отдано обработке проб в смеси 100 см³ азотной кислоты (1:1) и 5 см³ фтороводородной кислоты.

Для градуировки анализаторов использовали ГСО LECO, ВИЛС и стандартные образцы зарубежного производства (RM и CRM), газовую дозу (при определении водорода), а также вещество постоянного стехиометрического состава —

нитрат калия [9, 10] (при определении кислорода и азота). Перечень СО для градуировки и контроля точности приведен в табл. 4.

При определении кислорода или азота для градуировки анализатора по нитрату калия (Suprapure 99,995 %, Merck) готовили исходные растворы сравнения, соответствующие 0,0050 г/см³ кислорода и 0,0050 г/см³ азота. Затем готовили растворы сравнения в диапазоне концентраций 0,01 – 0,2 (О) и 0,002 – 0,02 % (N) следующим образом:

отбирали с помощью пипеточного дозатора аликвоты исходного раствора объемом 0,1 см³ в предварительно подготовленные оловянные или никелевые капсулы, которые сушили при темпе-

Таблица 4. Стандартные образцы, использованные для градуировки и контроля точности результатов определения водорода, кислорода, азота в СО ИСО 1-1 и 1-2

Table 4. CRM and RM used for calibration and accuracy control of the results of hydrogen, oxygen, and nitrogen determination in RM ISO 1-1 and 1-2

Номер СО	Наименование СО	Элемент	Аттестованное значение массовой доли, %	Доверительные границы абсолютной погрешности аттестованного значения при вероятности $P = 0,95$, %
ГСО 11011-2017 T-876	Стандартный образец титана из набора ГСО T-88 партия № 1 (LECO 502-876)	O	0,311	0,008
		N	0,006	0,001
		H	0,00152	0,00032
ГСО 11012-2017 T-888	Стандартный образец титана из набора ГСО T-88 партия № 1 (LECO 502-888)	O	0,353	0,009
		N	0,006	0,001
		H	0,00240	0,0004
ГСО 3608-87 BT16	СО состава сплава титанового типа BT16	O	0,097	0,006
		H	0,0023	0,0003
RM 58A CM53002	Reference Material O/N/H in Ti Well Group Scientific (USA-China)	O	0,130	0,008
		H	0,0097	0,0006
		N	0,030	0,004
RM 58A CM53004		O	0,285	0,009
		H	0,0017	0,0003
		N	0,0034	0,0006
RM 58A CM53005		O	0,045	0,003
		H	0,0014	0,0002
		N	0,005	0,0006
RM 58A AL53008		O	0,076	0,008
		H	0,0010	0,0002
		N	0,0090	0,0010
CRM 2454	Standard Reference Material Hydrogen in Titanium Alloy (NIST)	H	0,0211	0,0004
CRM BCR-024 № 00217	Certified Reference Material Titanium EUROPEAN COMMISSION Joint Research Centre Institute for Reference Materials and Measurements (Geel), Belgium	N	0,0117	0,0013
		O	0,0608	0,0023
CRM BCR-059 № 0410	Certified Reference Material Titanium-aluminium-vanadium alloy Ti 6Al 4V EUROPEAN COMMISSION Joint Research Centre Institute for Reference Materials and Measurements (Geel), Belgium	N	0,0172	0,0027
		O	0,1750	0,0070

ратуре 90 – 95 °С в течение 2 ч, охлаждали в эксикаторе и сжимали с целью вытеснения воздуха; помещали капсулу в загрузочное устройство анализатора и определяли кислород и (или) азот в автоматическом режиме согласно инструкции

по эксплуатации анализатора (масса навески — 0,1 г); одновременно проводили холостой опыт, помещая в графитовый тигель оловянную или никелевую капсулу, ванну (при необходимости) и

Таблица 5. Результаты определения (%) доли кислорода, азота и водорода, полученные при градуировке анализатора ONH-2000 по СО, нитрату калия и по газовой дозе (для водорода)
Table 5. Results of determining the mass fraction of oxygen, nitrogen, and hydrogen obtained by calibration of an ONH-2000 analyzer by CRM (RM), potassium nitrate and gas dose (for hydrogen)

СО	ИСО 1-1			ИСО 1-2		
	О	N	Н	О	N	Н
A_{CO}	0,096	0,005	0,0007	0,081	0,0037	0,0070
$K_T (P = 0,95)$	0,012	0,0020	0,0003	0,012	0,0016	0,003
Результаты определения						
Градуировка по СО	0,0930	0,0036	0,00068	0,0799	0,0035	0,0062
Градуировка по KNO_3	0,0969	0,0034	—	0,0809	0,0039	—
Градуировка по газовой дозе (0,00134 % H_2)	—	—	0,00076	—	—	0,0075

Таблица 6. Условия анализа для определения кислорода и азота в СО ИСО 1-1 и ИСО 1-2 материала титана и титанового сплава методом восстановительного плавления в токе инертного газа
Table 6. Conditions of analysis for the determination of oxygen and nitrogen in RM ISO 1-1 and ISO 1-2 of titanium material and titanium alloy by fusion under inert gas flow

Условия анализа	Анализатор TC-436	Анализатор ONH-2000	
	O, N	O, N	H
Газ-носитель	Гелий	Гелий	Азот
Давление газа-носителя, МПа/атм	0,28 ± 10 %/2,8 ± 10 %	0,2 – 0,4/2 – 4	0,2 – 0,4/2 – 4
Давление пневматики (аргон), МПа/атм	0,28 ± 10 %/2,8 ± 10 %	0,2 – 0,4/2 – 4	0,2 – 0,4/2 – 4
Режим печи	Power	On-off-on	Непрерывный
Загрузка пробы	Автоматическая		
Дегазация:			
мощность, кВт	~6,0 (ток 1025 А)	5,8	3,2 – 3,3
время дегазации, с	25	45	60
Продувка	5 – 10	15	10 – 15
Стабилизация	30	30	20 – 40
Задержка интегрирования	20	10	5 – 10
Анализ:			
мощность, кВт	~5,4 (ток 1000 А)	5,5	2,8
минимальное время анализа, с	25 (O), 50 (N)	20 (максимальное — 50)	45 – 50
Уровень компаратора	0,10	1 – 5	10 – 20
Специальные требования	Ванна — Ni корзинки (Ni металлический), 1 г (для азота), 1 г Ni + 0,2 г Sn (для кислорода), графит 0,05 г перед дегазацией	Наружный и внутренний тигель, ванна — Ni корзинки (Ni металлический), 1 г (для азота), 1 г Ni и 0,2 г Sn (для кислорода), графит 0,05 г перед дегазацией	Наружный и внутренний тигель, ванна — 1 г Sn
	Обязательная чистка печи через каждые 5 определений		
Пробоподготовка	Травление пробы в смеси 100 см ³ HNO ₃ (1:1) + 5 см ³ HF при 20 °C в течение 50 – 60 с, промывка водой, сушка струей воздуха (для азота достаточно промывки в ацетоне и сушки струей воздуха)		Промывка в ацетоне, сушка струей воздуха

выставляя массу навески, равную массе навески анализируемой пробы;

для построения градуировочной зависимости использовали не менее 5 точек, для каждой из которых проводили 2–3 параллельных определения.

В табл. 5 приведено сопоставление результатов определения кислорода, азота, водорода, полученных при различных способах градуировки анализатора ONH-2000.

Как видно из табл. 5, существенной разницы в результатах, полученных при градуировке по СО и по веществу постоянного стехиометрического состава, не наблюдается.

Параметры настройки прибора и катализаторы, необходимые для полного извлечения водорода, кислорода и азота из титанового сплава, подбирали для получения максимального аналитического сигнала и минимального времени проведения анализа. В табл. 6 приведены параметры приборов и условия анализа, использованные при определении кислорода, азота и водорода в СО ИСО 1-1 и ИСО 1-2.

В табл. 7 приведены аттестованные значения массовой доли элементов А, расширенная неопределенность аттестованных значений $U_{0,95}(A)$, % для ГСО материалов на основе титана и средние результаты анализа СО ИСО 1-1 и ИСО 1-2 в аналитической лаборатории ИЦ ЗАО «ИСО».

Заключение

В результате работы аттестована методика измерений НДИ 01.07.190–2022 «Титан и титановые сплавы. Определение массовой доли кислорода, азота, водорода. Метод восстановительного плавления в токе инертного газа» (ФР.1.31.2022.43435). Диапазоны определяемых содержаний: кислорода — от 0,01 до 0,5 %, азота — от 0,002 до 0,02 %; водорода — от 0,0005 до 0,02 %. На основе экспериментальных данных ($n = 2$, $N = 26$ для каждого СО) были установлены показатели точности (приписанные характеристики) и значения нормативов контроля разра-

ботанной методики определения газообразующих примесей.

ЛИТЕРАТУРА

1. Григорович К. В. Новые возможности современных методов определения газообразующих примесей в металлах / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2007. Т. 73. № 1. С. 23 – 34.
2. ГОСТ 8.315–2019. Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. — М.: Стандартинформ, 2019. — 33 с.
3. ГОСТ 8.532–2002. Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава веществ и материалов. Межлабораторная метрологическая аттестация. Содержание и порядок проведения работ. — М.: ИПК «Изд-во стандартов», 2003. — 9 с.
4. ГОСТ 28052–97. Титан и титановые сплавы. Методы определения кислорода. — М.: ИПК «Изд-во стандартов», 1998. — 7 с.
5. ГОСТ 24956–81. Титан и сплавы титановые. Метод определения водорода. — М.: ИПК «Изд-во стандартов», 1997. — 10 с.
6. ASTM E1409-13. Standard Test Method for Determination of Oxygen and Nitrogen in Titanium and Titanium Alloys by Inert Gas Fusion / Book of Standards. Vol. 03.05. DOI: 10.1520/E1409-13
7. ISO 22963:2008. Titanium and titanium alloys. Determination of oxygen. Infrared method after fusion under inert gas. <http://www.iso.org/standard/41255.html> (дата обращения 5 декабря 2022).
8. Политика Органа по аккредитации ААЦ «Аналитика» по обеспечению метрологической прослеживаемости результатов измерений. — М., 2022. — 13 с.
9. Федорова С. Ф., Шахова Ю. Н., Эндебера Т. С. К вопросу о применении стандартного раствора азотнокислого калия для градуировки газоанализатора ТС-436 при определении кислорода в стали / Стандартные образцы. 2012. № 4. С. 64 – 69.
10. Шахова Ю. Н., Эндебера Т. С., Федорова С. Ф. Применение стандартных растворов для градуировки анализаторов при определении азота и кислорода в стандартных образцах стали / Сб. трудов 1-й Международной научной конференции «Стандартные образцы в измерениях и технологиях». Екатеринбург, 10 – 14 сентября, 2013. Ч. 2. С. 161 – 164.

REFERENCES

1. Grigorovich K. V. New possibilities of modern methods for determining gas-forming impurities in metals / Zavod. Lab. Diagn. Mater. 2007. Vol. 73. N 1. P. 23 – 34 [in Russian].
2. GOST 8.315–2019. State system for ensuring the uniformity of measurements. Standard samples of the composition and properties of substances and materials. — Moscow: Standartinform, 2019. — 33 p. [in Russian].

Таблица 7. Аттестованные характеристики ГСО материалов на основе титана и результаты анализа СО ИСО 1-1 и ИСО 1-2 в аналитической лаборатории ИЦ ЗАО «ИСО»

Table 7. Certified characteristics of the CRM of titanium-based materials and the results of the analysis of CRM ISO 1-1 and ISO 1-2 in the analytical laboratory of the Research Center of ICRM

Элемент	ГСО 11777–2021 (ИСО 1-1) Титановый сплав 2В			ГСО 11777–2021 (ИСО 1-2) Титан типа ВТ 1-00		
	А, %	$U_{0,95}(A)$ %	Результат ИЦ ЗАО «ИСО», %	А, %	$U_{0,95}(A)$ %	Результат ИЦ ЗАО «ИСО», %
Н	0,0007	0,0001	0,00072	0,0070	0,0007	0,0070
О	0,096	0,006	0,0953	0,081	0,003	0,0797
Н	0,005	0,001	0,0035	0,0037	0,0007	0,0038

3. GOST 8.532–2002. State system for ensuring the uniformity of measurements. CRM of the composition of substances and materials. Interlaboratory metrological certification. The content and order of the work. — Moscow: IPK “Izd. standsrtov”. 2003. — 9 p. [in Russian].
4. GOST 28052–97. Titanium and titanium alloys. Methods for determining oxygen. — Moscow: IPK “Izd. standartov”, 1998. — 7 p. [in Russian].
5. GOST 24956–81. Titanium and titanium alloys. Hydrogen determination method. — Moscow: IPK “Izd. standsrtov”, 1997. — 10 p. [in Russian].
7. ISO 22963:2008. Titanium and titanium alloys. Determination of oxygen. Infrared method after fusion under inert gas. <http://www.iso.org/standard/41255.html> (accessed December 5, 2022).
8. Policy of the Accreditation Agency of the AAC “Analytics” to ensure metrological traceability of measurement results. — Moscow, 2022. — 13 p. [in Russian].
9. **Fedorova S. F., Shakhova Yu. N., Endeberya T. S.** On the question of the use of a standard solution of potassium nitrate for the calibration of the gas analyzer TC-436 in the determination of oxygen in steel / Standart. Obraztsy. 2012. N 4. P. 64 – 69. [in Russian].
10. **Shakhova Yu. N., Endeberya T. S., Fedorova S. F.** Application of standard solutions for calibration of analyzers in the determination of nitrogen and oxygen in standard steel samples / Proc. of 1st International Scientific Conference “Reference Materials in Measurements and Technology”. Yekaterinburg, September 10 – 14, 2013. Part 2. P. 161 – 164 [in Russian].