

## Выпуск стандартных образцов материалов на основе титана и меди

Ахметова Е. А., Степановских В. В., Эндеберя Т. С., Щукина М. Ю., Бодров В. В.

ЗАО «Институт стандартных образцов», г. Екатеринбург, Россия, e-mail: analitik@icrm-ekb.ru

**Аннотация:** ЗАО «ИСО» впервые выпущены стандартные образцы массовой доли водорода, кислорода, азота в материалах на основе титана (в виде цилиндров) и массовой доли кислорода и серы в меди (в виде прутков).

Для характеристики газообразующих элементов применены методы восстановительного плавления в токе инертного газа, вакуум-нагрева с масс-спектроскопией, высокочастотного сжигания в индукционной печи в токе кислорода. Для градуировки анализаторов использованы СО, а также вещества постоянного стехиометрического состава.

**Ключевые слова:** титан, медь, стандартный образец, газообразующий элемент, методы плавления и сжигания, градуировка, вещество постоянного стехиометрического состава

Метрологический контроль содержания газообразующих элементов (водорода, кислорода, азота, серы) в цветных металлах является актуальной проблемой. Выбор подходящих стандартных образцов утвержденного типа (ГСО) на отечественном рынке не слишком велик, поэтому важность и значение вопроса очевидны [1].

Разработка ГСО цветных металлов является новым направлением в деятельности ЗАО «ИСО». Выпущены стандартные образцы ИСО 1-1, ИСО 1-2 (ГСО 11777-2021) массовой доли водорода, кислорода, азота в материалах на основе титана и ИСО 8-1 (ГСО 11870-2022) массовой доли кислорода и серы в меди.

Стандартные образцы на титановой основе приготовлены из проволоки марок 2В и ВТ1-00 производства АО «Чепецкий механический завод» в виде цилиндров диаметром 2,5 мм, высотой (5-6) мм. Масса одного цилиндра около 0,1 г. Готовый материал стандартного образца меди М00 (производитель АО «Уралэлектромедь») представлен в виде прутков диаметром 3 мм, длиной (80-90) мм.

Проведенное оценивание внутри- и межэкземплярной однородности материалов показало удовлетворительные результаты. Значение стандартной неопределенности от неоднородности материала учитывали при оценке расширенной неопределенности аттестованных значений СО.

Наименьшая представительная проба для меди—0,5 г, для титана—1 цилиндр массой 0,1 г.

Установление значений аттестуемых характеристик проводилось путем межлабораторного эксперимента в соответствии с требованиями ГОСТ 8.532-2002 [2] при участии аккредитованных лабораторий отечественных предприятий и научных учреждений, а также лабораторий Германии и Польши. Для характеристики газообразующих элементов в СО использованы методы восстановительного плавления в токе инертного газа (водород, кислород, азот), вакуум-нагрева с масс-спектрометрией (водород) и высокочастотного сжигания в токе кислорода (сера).

Для градуировки анализаторов использованы стандартные образцы (в том числе зарубежных производителей), а также вещества постоянного стехиометрического состава: азотнокислый калий [3] и сернокислый натрий [4].

В таблице 1 приведены аттестованные значения массовой доли элементов  $A$  и расширенная неопределенность аттестованных значений  $U_{0,95}(A)$ , % для ГСО материалов на основе титана и меди.

Таблица 1. Аттестованные характеристики ГСО материалов на основе титана и меди

ГСО (индекс)	ГСО 11777-2021 (ИСО 1-1)		ГСО 11777-2021 (ИСО 1-2)		ГСО 11870-2022 (ИСО 8-1)	
	Титановый сплав типа 2В		Титан типа ВТ1-00		Медь типа М00	
Материал/элемент	<i>A</i> , %	$U_{0,95}(A)$ %	<i>A</i> , %	<i>A</i> , %	<i>A</i> , %	<i>A</i> , %
водород	0,0007	0,0001	0,0070	0,0007	–	–
кислород	0,096	0,006	0,081	0,003	0,021	0,001
азот	0,005	0,001	0,0037	0,0007	–	–
сера	–	–	–	–	0,00035	0,00006

Подготовку проб для определения кислорода в титановых материалах осуществляли в соответствии с ASTM E1409-13 [5] и ISO 22963-2008 [6]. Соответствующие рекомендации приведены в Приложении 1 к Паспорту сертифицированного стандартного образца (ИСО 1-1 и ИСО 1-2). Подготовку проб для анализа кислорода в меди проводили по ГОСТ 13938.13-93 [7] и ASTM E2575-19 [8].

#### 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. EDN: HZGLYB.
2. 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 Издательство стандартов. 2003, 9 с.
3. Федорова С.Ф., Шахова Ю.Н., Эндеберя 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. EDN: PYFWML.
4. Федорова С.Ф., Эндеберя Т.С. Применение стандартного раствора серы при дифференциальной аттестации ГСО состава сплавов на никелевой основе инструментальными методами // Аналитика и контроль. 2004. Т.8, № 1. С. 11–13. EDN: KPZFIL.
5. ASTM E1409-13 Standard test method for determination of oxygen and nitrogen in titanium and titanium alloys by inert gas fusion. ASTM international, United States. 7 p.
6. ISO 22963:2008 Titanium and titanium alloys — Determination of oxygen — Infrared method after fusion under inert gas.
7. ГОСТ 13938.13-93 Медь. Методы определения кислорода. Минск: ИПК Издательство стандартов. 1995, 21 с.
8. ASTM E2575-19 Standard Test Method for Determination of Oxygen in Copper and Copper Alloys by Inert Gas Fusion. ASTM international, United States. 4 p.