

## Совершенствование метрологического обеспечения измерений газообразующих элементов в твердых веществах и материалах

Засухин А. С., Собина Е. П., Мигаль П. В.

Уральский научно-исследовательский институт метрологии - филиал  
ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д.И. Менделеева»  
г. Екатеринбург, Россия, e-mail: 251@uniim.ru

**Аннотация:** УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» продолжает работу по созданию новых стандартных образцов газообразующих элементов (азот, кислород, водород, углерод, сера) в различных твердых матрицах, аттестованных методами восстановительного плавления и сжигания в токе кислорода

**Ключевые слова:** газообразующие элементы, метод восстановительного плавления, метод сжигания в токе кислорода, Государственная первичная референтная методика измерений, эталоны сравнения

В настоящее время для проведения анализа газообразующих элементов (азот, кислород, водород, углерод, сера) в металлах и сплавах применяются различные инструментальные методы: это прежде всего методы восстановительного плавления (методы горячей экстракции) в потоке инертного газа (анализ азота, кислорода, водорода) и метод сжигания пробы в токе кислорода (анализ углерода и серы), эмиссионная спектроскопия, спектрометрия с индуктивно-связанной плазмой, реже активационный анализ на заряженных частицах, масс-спектральный анализ [1]. Каждый из перечисленных методов имеет свои достоинства и недостатки.

Ранее в УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» проведены работы по созданию и аттестации Государственной первичной референтной методики измерений массовой доли газообразующих элементов (N, O, H) в чистых металлах М.УНИИМ 251.5-2019 (далее – ГПРМИ), основанной на методе восстановительного плавления в потоке инертного газа [2]. Ключевой особенностью ГПРМИ является то, что калибровка анализатора газов (N, O, H) осуществляется при помощи стандартных образцов состава искусственных газовых смесей и специального устройства ввода. При этом достигается: 1) возможность варьирования содержания определяемых компонентов в широком диапазоне значений массовой доли при калибровке; 2) четкая метрологическая прослеживаемость результатов измерений к эталонам единиц величин [3,4]. Результаты измерений массовой доли газообразующих элементов в чистых металлах использованы для разработки ряда эталонов сравнения, входящих в состав ГЭТ 176-2019 [5].

Полученные при разработке ГПРМИ знания и опыт позволили разработать новые типы стандартных образцов:

- ГСО 11021-2018 СО массовой доли водорода в гидриде титана [6];
- ГСО 11575-2020 СО состава титана (Ti NON СО УНИИМ) [7];
- ГСО 11699-2021/ГСО 11701-2021 СО состава стали (набор СТ-1 СО УНИИМ) [8].

Ведутся работы по адаптации подхода калибровки анализатора газообразующих элементов при помощи СО состава искусственных газовых смесей для анализатора углерода и серы, реализующего метод сжигания пробы в токе кислорода.

### 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. ФР.ПР1.31.2019.00004 Государственная первичная референтная методика измерений массовой доли газообразующих элементов (N, O, H) в чистых металлах. М.УНИИМ 251.5-2019 / институт хранитель УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» // Федеральный информационный фонд по обеспечению

- единства измерений: официальный сайт. 2017. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/6/items/1056870> (дата обращения: 29.07.2022).
3. Эндебера Т.С., Шахова Ю.Н., Загороднова И.Н. Обеспечение прослеживаемости измерений при определении газообразующих элементов в сталях // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2018. Т. 84. № 1 (II). С. 41–45.
4. Design and application of a versatile gas calibration for non-metal determination by carrier gas hot extraction / C. Kramer [et al.] // Anal. Methods, no. 7. 2015. P. 5468-5475.
5. ГЭТ 176 Государственный первичный эталон единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии / институт хранитель УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений: официальный сайт. 2017. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/12/items/1382712> (дата обращения: 29.07.2022).
6. ГСО 11021-2018 СО массовой доли водорода в гидриде титана // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений: официальный сайт. 2017. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/389228> (дата обращения: 29.07.2022).
7. ГСО 11575-2020 СО состава титана (Ti NOH СО УНИИМ) // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений: официальный сайт. 2017. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/1381657> (дата обращения: 29.07.2022).
8. ГСО 11699-2021/ГСО 11701-2021 СО состава стали (набор СТ-1 СО УНИИМ) Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений: официальный сайт. 2017. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/1391839> (дата обращения: 29.07.2022).