



УДК 669.295

DOI: 10.18577/2307-6046-2014-0-12-8-8

**ОПЫТ РАЗРАБОТКИ МЕТОДИКИ ИЗМЕРЕНИЯ
СОДЕРЖАНИЯ ВОДОРОДА В ТИТАНОВЫХ СПЛАВАХ**

О.М. Проценко

Ф.Н. Карачевцев

кандидат химических наук

Е.А. Механик

Декабрь 2014

Всероссийский институт авиационных материалов (ФГУП «ВИАМ» ГНЦ) – крупнейшее российское государственное материаловедческое предприятие, на протяжении 80 лет разрабатывающее и производящее материалы, определяющие облик современной авиационно-космической техники. 1700 сотрудников ВИАМ трудятся в более чем тридцати научно-исследовательских лабораториях, отделах, производственных цехах и испытательном центре, а также в четырех филиалах института. ВИАМ выполняет заказы на разработку и поставку металлических и неметаллических материалов, покрытий, технологических процессов и оборудования, методов защиты от коррозии, а также средств контроля исходных продуктов, полуфабрикатов и изделий на их основе. Работы ведутся как по государственным программам РФ, так и по заказам ведущих предприятий авиационно-космического комплекса России и мира.

В 1994 г. ВИАМ присвоен статус Государственного научного центра РФ, многократно затем им подтвержденный.

За разработку и создание материалов для авиационно-космической и других видов специальной техники 233 сотрудникам ВИАМ присуждены звания лауреатов различных государственных премий. Изобретения ВИАМ отмечены наградами на выставках и международных салонах в Женеве и Брюсселе. ВИАМ награжден 4 золотыми, 9 серебряными и 3 бронзовыми медалями, получено 15 дипломов.

Возглавляет институт лауреат государственных премий СССР и РФ, академик РАН, профессор Е.Н. Каблов.

О.М. Проценко¹, Ф.Н. Карачевцев¹, Е.А. Механик¹

ОПЫТ РАЗРАБОТКИ МЕТОДИКИ ИЗМЕРЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ВОДОРОДА В ТИТАНОВЫХ СПЛАВАХ

Приведен обзор статей о перспективных исследованиях в области разработки и применения титановых сплавов. Отмечена важность определения малых концентраций водорода в титановых сплавах. Задача для ВИАМ сегодня – это разработка новых методик измерений и выпуск стандартных образцов с аттестованным содержанием водорода. Рассмотрены имеющиеся методики измерения содержания водорода в титановых сплавах. Подробно описан опыт разработки такой методики с использованием газоанализатора RHEN-600 – от выбора способа подготовки образцов и прибора до расчета метрологических характеристик. Разработанная методика анализа содержания водорода в титановых сплавах путем плавления образца в инертном газе (аргоне) утверждена и внесена в Госреестр.

Ключевые слова: *методика измерений, водород, титановые сплавы, метод плавления образца в инертном газе, стандартные образцы, газоанализатор, теплопроводность газов.*

O.M. Protsenko, F.N. Karachevtsev, E.A. Mekhanik

EXPERIENCE ON DEVELOPMENT OF MEASUREMENT PROCEDURE FOR DETERMINATION OF HYDROGEN CONTENT IN TITANIUM ALLOYS

An overview of publications about advanced research in the field of development and application of titanium alloys is hereby provided. The importance of determination of low hydrogen concentration in titanium alloys is highlighted. The challenge for VIAM now is to develop new measurement procedures and manufacture reference materials (CRMs) with certified hydrogen content. Existing measurement procedures for determination of hydrogen content in Ti alloys are hereby overviewed. The experience of such

method developing by using the RHEN-600 gas analyzer unit is considered in details – from the choice of the reference materials and unit pre-treatment method to metrological characteristics estimation. The developed measurement procedure for determination of hydrogen content in Ti alloys by fusion of reference material in inert gas (argon) is approved and included in the State Register.

Keywords: *measurement procedure, hydrogen, titanium alloys, fusion in inert gas, certified reference materials, gas analyzer, heat conductivity of gases.*

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Государственный научный центр Российской Федерации [Federal state unitary enterprise «All-Russian scientific research institute of aviation materials» State research center of the Russian Federation] E-mail: admin@viam.ru

Введение

Контроль содержания водорода в сплавах авиационного назначения очень важен, так как повышенное содержание водорода в некоторых сплавах приводит к их охрупчиванию и разрушению [1]. Критическое содержание водорода очень мало, поэтому необходимо, чтобы была возможность определения его малых концентраций. Важное значение имеет контроль содержания водорода в титановых изделиях и заготовках из титановых сплавов в процессе эксплуатации и при их производстве, а также входной контроль титановой губки. В большинстве разработанных сплавов содержание водорода нормируется на уровне 30 ppm.

Также важно проводить определение содержания водорода в сплавах при проведении перспективных исследований [2–7]. Например, в настоящее время проводятся исследования влияния дополнительного легирования водородом на фазовый состав и структуру титанового сплава ВТ6 [8–10], разработки новых интерметаллидных титановых сплавов с повышенным содержанием ниобия [11]. Известны работы по определению плотности дефектов структуры и энергии связи водорода в металлах с применением метода высокотемпературной экстракции [12]. Возрастающие требования к качеству сплавов диктуют необходимость применения новых приборов для определения водорода с более низкими пределами обнаружения и высокой воспроизводимостью результатов анализа. Важнейшая составляющая качества проводимых анализов – наличие стандартных образцов (СО) состава сплавов с аттестованным значением содержания водорода [13], которые в настоящее время являются остродефицитным материалом особенно отечественного производства. Развитие и внедрение разнообразных методик и мето-

дов определения содержания водорода позволит при выпуске СО сплавов проводить их аттестацию различными методами и получать эталонные образцы с наименьшей допускаемой величиной относительного отклонения (при доверительной вероятности 0,95). Применение таких СО повысит качество анализов, проводимых при производстве заготовок титановых сплавов и изделий из них [14, 15].

Для исследования содержания газов и газообразующих примесей в сплавах, наиболее часто используют следующие методы: сжигания в несущем газе, эмиссионной спектроскопии, спектрометрии с индуктивно связанной плазмой, активационного анализа на заряженных частицах, масс-спектрального анализа [16], с применением действующих в настоящее время ГОСТов. Например, ГОСТ 9853.21 «Титан губчатый. Методы определения водорода» устанавливает хроматографический (при содержании водорода от 0,001 до 0,1% (по массе)) и спектральный (при содержании водорода от 0,002 до 0,1% (по массе)) методы определения содержания водорода в губчатом титане [17]. Хроматографический метод основан на высокотемпературной экстракции водорода из титана в потоке азота с последующим его определением с помощью термохимического детектора. Спектральный метод основан на возбуждении спектра пробы низковольтным импульсным разрядом с последующей регистрацией интенсивности спектральной линии водорода фотографическим или фотоэлектрическим способом и на определении массовой доли водорода с помощью градуировочных характеристик с использованием оптического спектрометра ИСП-51 [18].

Также действуют ГОСТ 24956 «Сплавы титановые. Определение водорода в твердом металле методом вакуум-нагрева» [19] и ГОСТ 17745 «Стали и сплавы. Методы определения газов» [20].

Для определения малых концентраций водорода в любых сплавах, в том числе и титановых, преимущественно используют анализатор водорода АВ-1, работа которого основана на высокотемпературной вакуумной экстракции с масс-спектрометрической регистрацией водорода. При интегрировании экстракционной кривой получают абсолютное количество выделившегося водорода.

При спектральном исследовании на спектрометре ИСП-51 (по ОСТ 1 90034 [21] – для титановых сплавов, по ГОСТ 9853.21–96 – для титановой губки) содержание водорода определяется по градуировочной кривой, построенной с использованием стандартных образцов с аттестованным содержанием водорода.

Работа газоанализатора RHEN-600 фирмы LECO основана на методе плавления сплава в токе инертного газа (аргона) с последующим определением количества водо-

рода в смеси газов с помощью детектора теплопроводности. Применение аргона вместо применяемого ранее азота (ГОСТ 17745) способствует более быстрому отклику датчика теплопроводности и, следовательно, определению более низких концентраций ввиду различия их коэффициентов теплопроводности (коэффициент теплопроводности азота 0,0243 Вт/(м·К), аргона 0,0162 Вт/(м·К), водорода 0,1742 Вт/(м·К)). Этот наиболее удобный и быстрый метод не описан ни в одной из действующих в настоящее время методик.

Так как эти три метода являются необходимыми составляющими для решения важной задачи – выпуска стандартных образцов с аттестованным содержанием водорода – разработка методики измерений массовой доли водорода для газоанализатора RHEN-600 крайне актуальна.

Материалы и методы

Для разработки проекта методики измерений массовой доли водорода в титановых сплавах методом нагрева в токе инертного газа (аргона), проведена работа по выбору оптимальных условий пробоподготовки и измерений на газоанализаторе RHEN-600.

Нагрев образцов из титановых сплавов проводили в графитовых тиглях, помещенных в импульсную печь газоанализатора. В качестве плавня использовали оловянные капсулы.

Градуировку газоанализатора и выбор оптимальных условий анализа проводили по стандартным образцам состава титановых сплавов с аттестованным значением содержания водорода 0,00422% (по массе). Масса СО (0,25 г) рассчитана на стандартный графитовый тигель фирмы LECO. При подготовке образцов для анализа не допускается их нагрев выше 70°C.

Результаты

Исследованы зависимости (табл. 1–5) аналитического сигнала и стандартного отклонения результатов от следующих настроек газоанализатора: силы тока импульсной печи газоанализатора (сила тока печи определяет температуру нагрева образца при анализе), продолжительности работы печи (длительность нагрева), количества олова (необходимо для снижения температуры растворения), времени, за которое смесь газов (водорода и аргона) достигает детектора теплопроводности (задержка интегрирования).

Таблица 1

Зависимость результатов измерения содержания водорода в титановых образцах от величины тока импульсной печи при постоянных – времени задержки интегрирования (30 с), количестве плавня (1 г), продолжительности нагрева (60 с)

Содержание водорода	Стандартное отклонение	Значение тока импульсной печи, А
% (по массе)		
0,00364	0,000208	600
0,00398	0,000153	700
0,00419	0,000128	800
–	–	900
(металл выплеснулся из тигля)		

Таблица 2

Зависимость результатов измерения содержания водорода в титановых образцах от продолжительности нагрева при постоянных – величине тока импульсной печи (800 А), количестве плавня (1 г), времени задержки интегрирования (30 с)

Содержание водорода	Стандартное отклонение	Продолжительность нагрева печи, с
% (по массе)		
0,00385	0,000211	40
0,00396	0,000291	50
0,00415	0,000095	60
0,00424	0,000101	70

Таблица 3

Зависимость результатов измерения содержания водорода в титановых образцах от количества олова при постоянных – величине тока импульсной печи (800 А), продолжительности нагрева (60 с), времени задержки интегрирования (30 с)

Содержание водорода	Стандартное отклонение	Масса плавня, г
% (по массе)		
0,00350	0,000212	0
0,00414	0,000175	1
0,00406	0,000228	1,5
–	–	2
(металл выплеснулся из тигля)		

Таблица 4

Зависимость результатов измерения содержания водорода в титановых образцах от задержки интегрирования при постоянных – величине тока импульсной печи (800 А), количестве плавня (1 г), продолжительности нагрева печи (70 с)

Содержание водорода	Стандартное отклонение	Задержка интегрирования, с
% (по массе)		
0,00419	0,000125	30
0,00411	0,000154	40
0,00415	0,000291	50

Таблица 5

Зависимость результатов измерения содержания водорода в титановых образцах от отношения продолжительности нагрева к величине тока импульсной печи при постоянных – количестве плавня (1 г) и времени задержки интегрирования (30 с)

Содержание водорода	Стандартное отклонение	Продолжительность нагрева печи/величина тока печи, с/А
% (по массе)		
0,00425	0,000095	70/700
0,00413	0,000191	60/800

0,00416	0,000295	50/900
---------	----------	--------

По данным из табл. 1–5 видно, что наибольшее влияние на аналитический сигнал (при его минимальном стандартном отклонении) оказывают сила тока импульсной печи газоанализатора и продолжительность нагрева образца. По результатам исследования (см. табл. 5) сделан выбор в пользу соотношения продолжительности нагрева 70 с и силы тока импульсной печи 700 А.

По результатам испытаний установлены оптимальные – время задержки интегрирования 30 с, количество добавляемого олова 1 г.

Для расчета метрологических характеристик методики измерений содержания водорода (% по массе) в титановых сплавах методом нагрева в токе инертного газа (аргона), получены статистические данные определения содержания водорода в стандартных образцах титановых сплавов с 0,00064 и 0,00422% (по массе) водорода.

По процедуре, регламентированной ГОСТ 5725 [22], рассчитаны метрологические характеристики, приведенные в табл. 6.

Таблица 6

Показатели точности методики

Диапазон измеряемых значений, % (по массе)	Показатель точности (границы относительной погрешности) $\pm\delta$, % (при $P=0,95$)	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R , %	Предел повторяемости r , % (при $P=0,95$; $n=2$)
0,0003–0,0005	30	15	20	50
0,0005–0,001	20	10	13	30
0,001–0,003	13	5	7	22
0,003–0,01	6	2	3	8
0,01–0,03	4	1	2	5

По данным, приведенным в табл. 6, видно, что предел определения содержания водорода в титановых сплавах методом нагрева в токе инертного газа (аргона) составляет 3 ppm, что в два раза ниже предела определения содержания водорода методом вакуумного нагрева (по ГОСТ 24956 «Титан и титановые сплавы. Методы определения водорода»: 6 ppm).

Обсуждение и заключения

Разработанная МИ 1.2.050–2013 устанавливает процедуру выполнения измерений содержания водорода в титановых сплавах методом нагрева в токе инертного газа (аргона) в интервале от 0,0003 до 0,03%. Применение данной методики в лаборатории «Спектральные, химико-аналитические исследования и эталонные образцы» (ФГУП «ВИАМ»)

позволяет снизить предел определения содержания водорода в титановых сплавах до 3 ppm, что в два раза ниже предела определения содержания водорода методом вакуумного нагрева (по ГОСТ 24956 «Титан и титановые сплавы. Методы определения водорода»).

ЛИТЕРАТУРА

1. Галактионова Н.А. Водород в металлах. М.: Metallurgizdat. 1958. 157 с.
2. Анташов В.Г., Ночовная Н.А., Ширяев А.А., Изотова А.Ю. Перспективы разработки новых титановых сплавов //Вестник МГТУ им. Н.Э. Баумана. Сер. «Машиностроение». 2011. №SP2. С. 60–67.
3. Ночовная Н.А., Иванов В.И., Алексеев Е.Б., Кочетков А.С. Пути оптимизации эксплуатационных свойств сплавов на основе интерметаллидов титана //Авиационные материалы и технологии. 2012. №S. С. 196–206.
4. Кашапов О.С., Новак А.В., Ночовная Н.А., Павлова Т.В. Состояние, проблемы и перспективы создания жаропрочных титановых сплавов для деталей ГТД //Труды ВИАМ. 2013. №3. Ст. 02 (viam-works.ru).
5. Хорев А.И., Ночовная Н.А., Яковлев А.Л. Микролегирование редкоземельными металлами титановых сплавов //Авиационные материалы и технологии. 2012. №S. С. 206–212.
6. Каблов Е.Н. Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года //Авиационные материалы и технологии. 2012. №S. С. 7–17.
7. Каблов Е.Н., Бондаренко Ю.А., Ечин А.Б., Сурова В.А. Развитие процесса направленной кристаллизации лопаток ГТД из жаропрочных сплавов с монокристаллической и композиционной структурой //Авиационные материалы и технологии. 2012. №1. С. 3–8.
8. Скворцова С.В., Панин П.В., Ночовная Н.А. и др. Влияние водорода на фазовые и структурные превращения в титановом сплаве ВТ6 //Технология легких сплавов. 2011. №4. С. 35–40.
9. Панин П.В., Ширяев А.А., Дзунович Д.А. Построение температурно-концентрационной диаграммы фазового состава титанового сплава ВТ6, дополнительно легированного водородом //Технология машиностроения. 2014. №3. С. 5–9.

10. Ильин А.А., Скворцова С.В., Панин П.В., Шалин А.В. Влияние термоводородной обработки и пластической деформации на структурообразование в титановых сплавах разных классов //Авиационная промышленность. 2009. №4. С. 31–36.
11. Ночовная Н.А., Алексеев Е.Б., Ясинский К.К., Кочетков А.С. Специфика плавки и способы получения слитков интерметаллида титановых сплавов с повышенным содержанием ниобия //Вестник МГТУ им. Н.Э. Баумана. Сер. «Машиностроение». 2011. №SP2. С. 53–59.
12. Полянский А.М., Полянский В.А., Попов-Дюмин Д.Б. Применение метода высокотемпературной вакуум-экстракции водорода из металлических образцов для определения плотности дефектов структуры и энергии связи водорода в металлах //ISJAEE. 2005. P. 42–46.
13. Летов А.Ф., Карачевцев Ф.Н. Опыт разработки стандартных образцов авиационных сплавов //Мир измерений. 2012. №8. С. 31–35.
14. Каблов Е.Н., Морозов Г.А., Крутиков В.Н., Муравская Н.П. Аттестация стандартных образцов состава сложнолегированных сплавов с применением эталона //Авиационные материалы и технологии. 2012. №2. С. 9–11.
15. Летов А.Ф., Карачевцев Ф.Н., Гундобин Н.В., Титов В.И. Разработка стандартных образцов состава сплавов авиационного назначения //Авиационные материалы и технологии. 2012. №S. С. 393–398.
16. Григорович К.В. Новые возможности современных методов определения газообразующих примесей в металлах //Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2007. №1. С. 23–34.
17. ГОСТ 9853.21–96 Титан губчатый. Методы определения водорода.
18. Карпов Ю.А. Спектральный анализ в аналитическом контроле металлургического производства //Стандартные образцы. 2012. №1. С. 3–6.
19. ГОСТ 24956–81 Сплавы титановые. Определение водорода в твердом металле методом вакуум-нагрева.
20. ГОСТ 17745 Стали и сплавы. Методы анализа газов.
21. ОСТ I 90034 Сплавы титановые. Метод спектрального определения содержания водорода.
22. ГОСТ 5725 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений.

REFERENCES LIST

1. Galaktionova N.A. Vodorod v metallah [Hydrogen in metals]. M.: Metallurgizdat. 1958. 157 s.
2. Antashov V.G., Nochovnjaja N.A., Shirjaev A.A., Izotova A.Ju. Perspektivy razrabotki novyh titanovyh splavov [Prospects for the development of new titanium alloys] //Vestnik MGTU im. N.Je. Baumana. Ser. «Mashinostroenie». 2011. №SP2. C. 60–67.
3. Nochovnjaja N.A., Ivanov V.I., Alekseev E.B., Kochetkov A.S. Puti optimizacii jekspluatacion-nyh svojstv splavov na osnove intermetallidov titana [Ways to optimize the performance properties of intermetallic alloys based on titanium] //Aviacionnye materialy i tehnologii. 2012. №S. S. 196–206.
4. Kashapov O.S., Novak A.V., Nochovnjaja N.A., Pavlova T.V. Sostojanie, problemy i perspektivy sozdaniya zharoprochnyh titanovyh splavov dlja detalej GTD [Status, problems and prospects of creating heat-resistant titanium alloys for GTE parts] //Trudy VIAM. 2013. №3. St. 02 (viam-works.ru).
5. Horev A.I., Nochovnjaja N.A., Jakovlev A.L. Mikrolegirovanie redkozemel'nymi metallami titanovyh splavov [Microalloying rare earth metals titanium alloys] //Aviacionnye materialy i tehnologii. 2012. №S. S. 206–212.
6. Kablov E.N. Strategicheskie napravlenija razvitija materialov i tehnologij ih pererabotki na period do 2030 goda [Strategic directions of development of materials and technologies to process them for the period up to 2030] //Aviacionnye materialy i tehnologii. 2012. №S. S. 7–17.
7. Kablov E.N., Bondarenko Ju.A., Echin A.B., Surova V.A. Razvitie processa napravlennoj kristallizacii lopatok GTD iz zharoprochnyh splavov s monokristallicheskoj i kompozicionnoj strukturoj [The development process of directional solidification of the gas turbine engine blades superalloys with a single-crystal structure and composition] //Aviacionnye materialy i tehnologii. 2012. №1. S. 3–8.
8. Skvorcova S.V., Panin P.V., Nochovnjaja N.A. i dr. Vlijanie vodoroda na fazovye i strukturnye prevrashhenija v titanovom splave VT6 [The effect of hydrogen on the phase and structural transformations in titanium alloy BT6] //Tehnologija legkih splavov. 2011. №4. C. 35–40.
9. Panin P.V., Shirjaev A.A., Dzunovich D.A. Postroenie temperaturno-koncentracionnoj diagrammy fazovogo sostava titanovogo splava VT6, dopolnitel'no legirovannogo vodorodom [Construction of the temperature-concentration phase diagram of the titani-

- um alloy BT6 additionally doped with hydrogen] //Tehnologija mashinostroenija. 2014. №3. S. 5–9.
10. Il'in A.A., Skvorcova S.V., Panin P.V., Shalin A.V. Vlijanie termovodorodnoj obrabotki i plasticheskoj deformacii na strukturoobrazovanie v titanovyh splavah raznyh klassov [Influence thermohydrogen processing and plastic deformation on the structure formation in titanium alloys of different classes] //Aviacionnaja promyshlennost'. 2009. №4. S. 31–36.
 11. Nochovnaja N.A., Alekseev E.B., Jasinskij K.K., Kochetkov A.S. Specifika plavki i sposoby poluchenija slitkov intermetallida titanovyh splavov s povyshennym sodержaniem niobija [Specificity melting ingots and methods of preparing the intermetallic titanium alloys with a high content of niobium] //Vestnik MGTU im. N.Je. Baamana. Ser. «Mashinostroenie». 2011. №SP2. C. 53–59.
 12. Poljanskij A.M., Poljanskij V.A., Popov-Djumin D.B. Primenenie metoda vysokotemperaturnoj vakuum-jekstrakcii vodoroda iz metallicheskih obrazcov dlja opredelenija plotnosti defektov struktury i jenerгии svjazi vodoroda v metallah [Application of the method of high-temperature vacuum extraction of hydrogen from metal samples to determine the density of structural defects and the binding energy of hydrogen in metals] //ISJAEE. 2005. P. 42–46.
 13. Letov A.F., Karachevcev F.N. Opyt razrabotki standartnyh obrazcov aviacionnyh splavov [Experience in the development of standard samples aviation alloys] //Mir izmerenij. 2012. №8. S. 31–35.
 14. Kablov E.N., Morozov G.A., Krutikov V.N., Muravskaja N.P. Attestacija standartnyh obrazcov sostava slozhnolegirovannyh splavov s primeneniem jetalona [Certification of standard samples of complex alloys using standard] //Aviacionnye materialy i tehnologii. 2012. №2. C. 9–11.
 15. Letov A.F., Karachevcev F.N., Gundobin N.V., Titov V.I. Razrabotka standartnyh obrazcov sostava splavov aviacionnogo naznachenija [Development of standard samples of alloys aviation applications] //Aviacionnye materialy i tehnologii. 2012. №S. C. 393–398.
 16. Grigorovich K.V. Novye vozmozhnosti sovremennyh metodov opredelenija gazoobrazujushhijh primesej v metallah [New features of modern methods for the determination of gas-forming impurities in metals] //Zavodskaja laboratorija. Diagnostika materialov. 2007. №1. S. 23–34.

17. GOST 9853.21–96 Titan gubchatyj. Metody opredelenija vodoroda [Titanium sponge. Methods for determination of hydrogen].
18. Karpov Ju.A. Spektal'nyj analiz v analiticheskom kontrole metallurgicheskogo proizvodstva [Spectral analysis in analytical control of metallurgical production] //Standartnye obrazcy. 2012. №1. C. 3–6.
19. GOST 24956–81 Splavy titanovye. Opredelenie vodoroda v tverdom metalle metodom vakuum-nagreva [Titanium alloys. Determination of hydrogen in solid metals by vacuum heating].
20. GOST 17745 Stali i splavy. Metody analiza gazov [Steels and alloys. Methods for analysis of gases].
21. OST I 90034 Splavy titanovye. Metod spektal'nogo opredelenija sodержanija vodoroda [Titanium alloys. Method for the determination of hydrogen content].
22. GOST 5725 Tochnost' (pravil'nost' i precizionnost') metodov i rezul'tatov izmerenij [Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results].