

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ

Научная статья

УДК 543.51; 669.1

<https://doi.org/10.20915/2077-1177-2022-18-1-39-50>



Стандартный образец для спектрального анализа сплава алюминиевого ВСДП-16

Ф. Н. Карачевцев , С. Г. Ерошкин , А. Н. Мосолов

Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов
Национального исследовательского центра «Курчатовский институт»
(НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ), Москва, Россия
 kara4ev@viam.ru

Аннотация: Контроль химического состава катодов из сплава на алюминиевой основе марки ВСДП требует на производстве больших временных затрат, а также наличия дорогостоящего инструментального оборудования, что не подходит для контроля состава сплава в процессе проведения его выплавки. Цель настоящего исследования состояла в разработке технологии изготовления материала стандартного образца (СО) для спектрального анализа сплава алюминиевого ВСДП-16, отвечающего требованиям стабильности и однородности по химическому составу. Аттестованные значения СО должны охватывать интервал легирования сплава для построения корректных градуировок при калибровки спектрометров.

Технология изготовления материала СО включала: выплавку слитков шихтовых заготовок из сплава ВСДП-16 в вакуумно-индукционной печи; атомизацию заготовок до алюминиевого порошка; горячее прессование полученного порошка в графитовой пресс-форме на установке горячего прессования при температуре спекания 600 °С и давлении 20 МПа (62 кН); механическую обработку полученных заготовок. В ходе исследования проведена отработка технологических режимов выплавки материала СО путем введения основных легирующих элементов и примесей. Для материала СО проведено исследование однородности, установлено, что характеристика однородности Sn для легирующих элементов менее 1 % от аттестованного значения. Это позволяет говорить о хорошем распределении элементов в объеме материала. Проведенное исследование химического состава материала СО показало, что содержание элементов имеет разброс и позволяет применять СО для градуировки спектрального оборудования. Построены градуировочные зависимости на оптико-эмиссионном и рентгенофлуоресцентном анализаторах. Зависимости имеют линейный вид, что позволяет использовать СО для калибровки спектрального оборудования. Созданный таким образом СО подходит для оптико-эмиссионного метода анализа, в котором не используется растворение проб в кислотах, что позволяет снижать трудоемкость по сравнению с атомно-эмиссионным с индуктивно связанной плазмой методом анализа примерно в 3 раза и энергозатраты примерно в 3,5 раза.

В результате исследования был разработан комплект стандартных образцов утвержденного типа для спектрального анализа сплава алюминиевого ВСДП-16 ГСО 11696–2021, имеющий прослеживаемость аттестуемых значений к единице массовой доли методом прямых измерений на Государственном первичном эталоне единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов ГЭТ 196-2015.

Ключевые слова: контроль химического состава алюминиевого сплава, стандартный образец, спектральный анализ, стабильность, однородность, градуировка, калибровка, поверка средств измерений, никель, иттрий, железо

Используемые сокращения: Ме – металл (никель или кобальт); ВГО – высокотемпературная газостатическая обработка; СО – стандартный образец.

Ссылка при цитировании: Карачевцев Ф. Н., Ерошкин С. Г., Мосолов А. Н. Стандартный образец для спектрального анализа сплава алюминиевого ВСДП-16 // Эталоны. Стандартные образцы. 2022. Т. 18, № 1. С. 39–50. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2022-18-1-39-50>

Статья поступила в редакцию 02.02.2022; одобрена после рецензирования 17.02.2022; принята к публикации 15.03.2022.

REFERENCE MATERIALS

Scientific article

Reference material for the spectral analysis of the VSDP-16 aluminum alloy

Fedor N. Karachevtsev  , Sergej G. Eroshkin , Aleksei N. Mosolov 

National Research Center «Kurchatov Institute» – VIAM, Moscow, Russia

 kara4ev@viam.ru

Abstract: The control of the chemical composition of aluminum-based cathodes of the VSDP brand requires a lot of production time, as well as the availability of expensive equipment, which is not suitable for the control of the alloy composition during its smelting. The purpose of this study is to develop a technology for reference material (RM) production for spectral analysis of the VSDP-16 aluminum alloy, which meets the requirements for stability and chemical homogeneity. The RM certified values should cover the alloying range of the alloy for constructing correct calibrations in the calibration of spectrometers.

The RM production technology included: melting of ingots of charge bars from the VSDP-16 alloy in a vacuum induction furnace; atomization of bars to aluminum powder; hot pressing of the resulting powder in a graphite mold on a hot pressing unit at a sintering temperature of 600C and a pressure of 20 MPa (62 kN); mechanical processing of the obtained bars. In the course of the study, the processing methods of RM melting were tested by introducing the main alloying elements and impurities. The RM homogeneity study was carried out, and it was found that the homogeneity characteristic of Sn for alloying elements is less than 1 % of the certified value, which suggests a good distribution of elements in the bulk. The study of the RM chemical composition showed that the content of elements varies and allows the RM application for calibration of spectral equipment. Calibration dependences are constructed based on optical-emission and X-ray fluorescence analyzers. Dependences are linear, which makes it possible to apply RM for calibration of spectral equipment. The developed RM is appropriate for the optical-emission method of analysis, which does not include the dissolution of samples in acids. This allows to reduce labor intensity compared to the inductively coupled plasma atomic emission method by ~3 times and energy consumption by ~3.5 times.

As a result of the study, a set of certified reference materials was developed for the spectral analysis of the VSDP-16 aluminum alloy GSO 11696–2021, the certified values of which are traceable to the unit of mass fraction by direct measurements on the State Primary Standard of units of mass (molar) fraction and mass (molar) concentration of components in liquid and solid substances and materials based on spectral methods GET 196-2015.

Keywords: control of the chemical composition of aluminum alloy, reference material, spectral analysis, stability, homogeneity, graduation, calibration, instrument calibration, nickel, yttrium, iron

Abbreviations used in the article: RM – reference material; Me – metals (nickel or cobalt); VGO – high-temperature gaso-static processing.

For citation: Karachevtsev F. N., Eroshkin S. G., Mosolov A. N. Reference material for the spectral analysis of the VSDP-16 aluminum alloy. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2022;18(1): 39–50. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2022-18-1-39-50> (In Russ.).

The article was submitted 02.02.2022; approved after reviewing 17.02.2022; accepted for publication 15.03.2022.

Введение

Контроль химического состава катодов из сплава на алюминиевой основе марки ВСДП-16 требует на производстве больших временных затрат, а также наличия дорогостоящего инструментального оборудования, что не подходит для контроля состава сплава в процессе проведения его выплавки. Серийный катодный сплав на алюминиевой основе ВСДП-16 широко применяется при нанесении диффузионных слоев в составе жаростойких покрытий на промышленных ионно-плазменных установках типа МАП-2. Установка предназначена для нанесения защитных и упрочняющих покрытий толщиной от 3 мкм до 120 мкм из чистых металлов (Ti, Zr, Cr, Al, Cu и др.), многокомпонентных сплавов различного легирования, в том числе сплавов состава MeCrAlY (Me: Ni; Ni–Co; Co–Ni) и др., а также для ионного травления и насыщения поверхности деталей из конструкционных сталей и сплавов ионами металлов в плазме вакуумного дугового разряда. Применяемые образцы из сплавов ВЖМ4, ВЖМ5У с комплексными теплозащитными покрытиями, содержащими диффузионные слои из сплава ВСДП-16, обеспечивают длительную защиту при температурах 1150 °C и 1200 °C на базе испытаний 500 и 100 часов соответственно [1].

Для контроля химического состава катодов из сплава на алюминиевой основе ВСДП-16 применяются методики измерений, в основе которых лежат физико-химические и химические методы, такие как атомно-абсорбционная спектроскопия, спектрофотометрия и атомно-эмиссионная спектроскопия с индуктивно-связанной плазмой. Данные методы требуют растворения пробы в кислотах с последующей подготовкой и измерением полученных растворов. Применение указанных методов требует больших временных затрат, а также наличия дорогостоящего инструментального оборудования, что не подходит для контроля состава сплава в процессе проведения его выплавки. В этом случае должны применяться экспрессные методы анализа: искровой оптико-эмиссионный или рентгенофлуоресцентный. Для калибровки оптико-эмиссионных или рентгенофлуоресцентных спектрометров необходимы стандартные образцы сплава ВСДП-16 в виде комплектов с различным содержанием легирующих элементов и примесей. Однако проведенный анализ

литературных источников и анализ Государственного реестра утвержденных типов стандартных образцов, представленных в Федеральном информационном фонде России, показал, что стандартные образцы сплава ВСДП-16, а также близкие по химическому составу алюминиевые сплавы отсутствовали [2–5].

Цель настоящего исследования состоит в разработке технологии изготовления материала СО для спектрального анализа сплава алюминиевого ВСДП-16, отвечающего требованиям стабильности и однородности по химическому составу, аттестованные значения которого должны охватывать интервал легирования сплава для построения корректных градуировок при калибровке оптико-эмиссионных или рентгенофлуоресцентных спектрометров.

Основной задачей при изготовлении СО является разработка технологии выплавки материала, которая обеспечивала бы получение однородного материала заданного химического состава, а также изготовление и выпуск комплектов СО с аттестованной характеристикой массовой доли никеля, иттрия и железа с целью утверждения типа.

Работа проводилась в контексте реализации комплексной научной задачи 2.1. «Фундаментальные исследования» («Стратегические направления развития материалов и технологий их обработки на период до 2030 года») [6].

Материалы и методы

Объектами исследования являются образцы сплава на алюминиевой основе ВСДП-16. Измерения массовой доли компонента в материале СО проводили методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой (АЭС-ИСП) на спектрометрах эмиссионных с индуктивно-связанной плазмой Ultima 2 и Agilent 5100 с аксиальным обзором плазмы согласно методикам измерений МИ 1.2.064-2014, МИ 1.2.069-2015. Измерения массовой доли железа в материале СО методом атомно-абсорбционной спектроскопии проводили на спектрометре Varian 240FS по ГОСТ 11739.6–82. Исследование однородности распределения элементов в материале СО проводили на спектрометре Magellan Q8 оптико-эмиссионным методом анализа по ГОСТ 7727–81. Исследование микроструктуры проводили на растровом электронном микроскопе

Hitachi SU8010. Изображения получали в режиме вторичных электронов при ускоряющем напряжении 15 кВ.

Результаты исследований и обсуждение

Катоды из сплава на алюминиевой основе ВСДП-16 выпускаются в виде труб длиной 350 мм с внешним диаметром 200 мм и внутренним диаметром 130 мм [7]. Изготавливаются катоды литейным методом в формы с последующей механической обработкой, при этом в материале допускаются раковины, поры глубиной не более 4 мм и поперечным размером не более 15 мм. Данная технология не подходит для изготовления однородных и бездефектных стандартных образцов цилиндрической формы диаметром 40 мм, высотой 30 мм с двумя рабочими плоскостями. Поэтому в данной работе была разработана технология изготовления нового материала.

Тщательным образом был произведен выбор и расчет шихтовых составов для выплавки материала СО, особое внимание уделяли подбору охвата диапазона содержания никеля и иттрия в сплаве ВСДП-16, а также присутствию железа в качестве примеси. Таким образом, был запланирован выпуск пяти экземпляров СО с разным химическим составом, позволяющих обеспечить калибровку оптико-эмиссионных спектрометров. В табл. 1 приведен расчетный шихтовой состав плавки материала СО сплава ВСДП-16.

На первом этапе работы была проведена выплавка материала кандидата СО в вакуумных индукционных печах типа ВИУ. Выплавку металла осуществляли в корундовом тигле с использованием смеси LUKORMA 10 V6 SM для изготовления тигля. Загрузку в тигель

шихтовых материалов проводили следующим образом: на дно тигля – алюминий, далее закладывали никель и железо в количестве, соответствующем расчетному по табл. 1. После полного расплавления шихты (отсутствие кусков шихты на поверхности жидкого металла) расплав нагревали до температуры от 1180 °С до 1240 °С, выдерживали с перемешиванием расплава за счет электромагнитного перемешивания периодически повышая температуру, при этом понижая мощность индуктора. Далее в плавильную камеру напускали аргон до значений от 75 мм рт. ст. до 85 мм рт. ст. и присаживали иттрий в виде лигатуры никель-иттрий с учетом его «угара». Далее проводилось перемешивание расплава. Температура слива металла составляла от 720 °С до 740 °С. Полученные расплавы заливали в чугунные изложницы размером 100×130 мм. После охлаждения металла от полученных слитков отрезали донную и прибыльную части. На рис. 1 представлен внешний вид отливок материала СО для спектрального анализа сплава алюминиевого ВСДП-16.

Полученные отливки имели усадочную раковину и пористость до середины отливки по высоте, а также неравномерное распределение никеля и иттрия по сечению слитка. Никель концентрировался в центре слитка, при этом разница достигала 30–40 % относительных, иттрий концентрировался по краям слитка – разница достигала 15–20 %. Повторный переплав с применением кристаллизатора скольжения диаметром 90 мм позволил получить плотный материал без раковин и пор, но распределение элементов по объему слитка получилось также неравномерным. Данный эффект связан с большой разностью температур кристаллизации

Таблица 1. Шихтовой состав для проведения выплавки материала стандартных образцов для спектрального анализа сплава алюминиевого ВСДП-16

Table 1. The charge composition for smelting the material of reference materials for the spectral analysis of the VSDP-16 aluminum alloy

Индекс в комплекте материалов стандартных образцов для спектрального анализа сплава алюминиевого ВСДП-16	Элемент		
	Ni	Y	Fe
	Массовая доля элемента, %		
ВСДП-16–1	13,5	1,3	0,05
ВСДП-16–2	15,5	0,7	0,005
ВСДП-16–3	13,0	1,0	0,01
ВСДП-16–4	15,5	1,8	0,3
ВСДП-16–5	17,0	2,0	0,6



Рис. 1. Внешний вид отливок материала стандартных образцов для спектрального анализа сплава алюминиевого ВСДП-16

Fig. 1. The appearance of castings of reference materials for the spectral analysis of the VSDP-16 aluminum alloy

никеля и алюминия, а также с превышением предела растворимости никеля в алюминии. Авторами сделан вывод, что получаемый литейным способом материал не подходит для изготовления материала СО.

Для получения однородного материала СО был опробован другой способ изготовления материала СО – из порошка с последующим компактированием. Для получения порошка проводили процесс атомизации отливок материалов СО на установке HERMIGA [8]. Полученный порошок никелевого сплава рассеивали по фракциям на ситах, отделяя скраб, чешуйки и крупные зерна.

Для компактирования порошка алюминиевого сплава использовали высокотемпературную газостатическую обработку (ВГО), которую проводили в газостате «Quintus-16», имеющем молибденовый двухзонный нагреватель. Материал капсул – сталь 12Х18Н10Т, режим ВГО – трехчасовая выдержка при температуре солидуса 600 °С. Рабочее давление составляло из расчета 90 %–95 % от максимального допустимого давления в газостате.

Порошок помещали в капсулы, утрясали и утрамбовывали, затем заваривали крышку капсулы в вакууме. Капсулы с порошком помещали в рабочем пространстве печи газостата. Далее силовой контейнер закрывали и с помощью компрессора создавали необходимое давление аргона около 50 МПа, что позволяло при нагреве газа до рабочих температур создавать требуемое давление в контейнере. Затем включали нагрев

газостата. По окончании выдержки капсулы материала СО для спектрального анализа сплава алюминиевого ВСДП-16 охлаждали в газостате до комнатной температуры без принудительного охлаждения.



Рис. 2. Внешний вид капсул материала стандартных образцов для спектрального анализа сплава алюминиевого ВСДП-16: а) до высокотемпературной газостатической обработки; б) после высокотемпературной газостатической обработки

Fig. 2. The appearance of capsules of reference materials for the spectral analysis of the VSDP-16 aluminum alloy: a) before high-temperature gasostatic processing; b) after high-temperature gasostatic processing

Стальные капсулы после ВГО имеют существенную деформацию, что свидетельствует о протекании процесса деформации. Исследования методом растровой электронной микроскопии показали, что полученный методом ВГО материал имеет существенную пористость. На изображении отчетливо видны формы исходных гранул, которые окружены окисленным слоем, возникшим в ходе механической обработки материала и изготовлении шлифа (рис. 3а). При проведении измерений на оптико-эмиссионном спектрометре получают прожоги нехарактерного для сплавов на алюминиевой основе вида, что указывает на некорректное протекание процесса искрового возбуждения спектра (рис. 4а). Полученный таким способом материал также не может быть использован в качестве СО.

Способом компактирования порошка является горячее прессование. Порошок фракционного состава 100–200 мкм прессовали в графитовую пресс-форму с внутренним диаметром 41 мм на установке горячего прессования FCT HPW 100/150–2200–50-LA при температуре

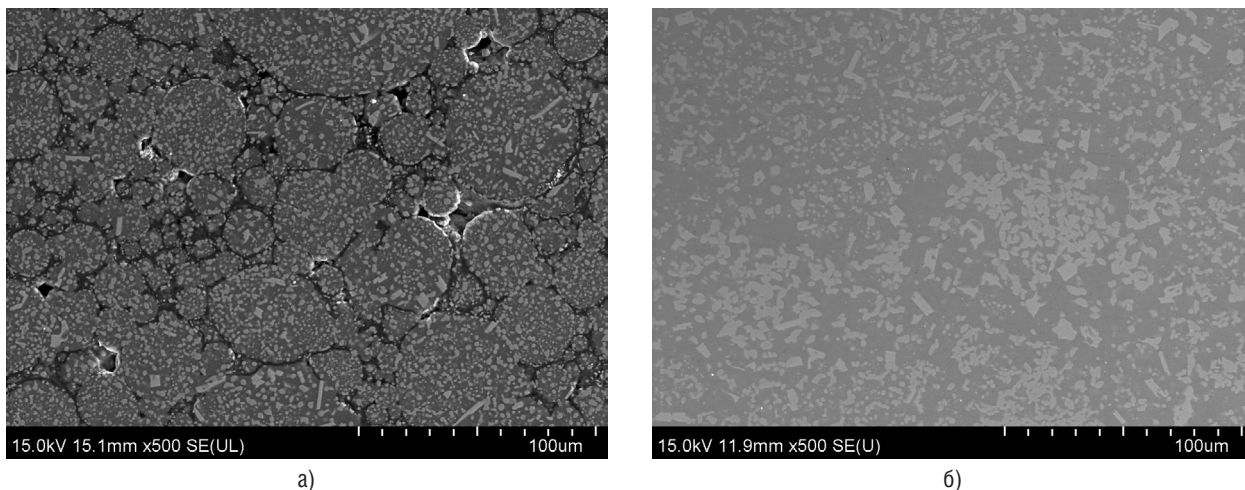


Рис. 3. Микроструктура материала стандартного образца для спектрального анализа сплава алюминиевого ВСДП-16 при увеличении в 500 раз: а) после ВГО; б) после горячего прессования

Fig.3. The microstructure of the reference material for the spectral analysis of the VSDP-16 aluminum alloy at $\times 500$ magnification: а) after high-temperature gasostatic processing; б) after hot pressing



Рис. 4. Вид прожогов материалов стандартного образца для спектрального анализа сплава алюминиевого ВСДП-16: а) после ВГО; б) после горячего прессования

Fig. 4. The type of burn-through of the reference material for the spectral analysis of the VSDP-16 aluminum alloy: а) after high-temperature gasostatic processing; б) after hot pressing

спекания 600°C и давлении 20 МПа (62 кН), выдерживали при 600°C и давлении 20 МПа, затем остужали с минимальным давлением 5 кН. После полного охлаждения доставали пресс-форму и проводили распрессовку. Получали заготовки диаметром 41 мм и высотой 31–32 мм.

Структура полученного материала СО практически не имеет пор (рис. 3б). Прожоги на оптико-эмиссионном спектрометре получают характерного для сплавов на алюминиевой основе вида (рис. 4б). Таким образом, авторами сделан вывод, что данный материал пригоден для изготовления СО.

Заготовки СО после прессования обтачивали на токарном станке до цилиндров диаметром 40 мм и высотой 30 мм и наносили маркировку. Общий вид комплекта стандартных образцов для спектрального анализа сплава алюминиевого ВСДП-16 приведен на рис. 5.

Исследование однородности СО проводили совместно с определением аттестованных значений в соответствии с РМГ 53–2002. Характеристика однородности Sn рассчитывается по алгоритму, приведенному в РМГ 53–2002. Результаты характеристики однородности СО представлены в табл. 2.



Рис. 5. Комплект стандартных образцов для спектрального анализа сплава алюминиевого ВСДП-16

Fig.5. The set of reference materials for the spectral analysis of the VSDP-16 aluminum alloy

Таблица 2. Результаты расчетов характеристики однородности стандартных образцов для спектрального анализа сплава алюминиевого ВСДП-16

Table 2. The calculation results of the homogeneity characteristics of reference materials for the spectral analysis of the VSDP-16 aluminum alloy

Элемент	Характеристики однородности стандартных образцов для спектрального анализа сплава алюминиевого ВСДП-16				
	ВСДП-16-1	ВСДП-16-2	ВСДП-16-3	ВСДП-16-4	ВСДП-16-5
	Массовая доля элемента, %				
Ni	0,0218	0,0307	0,0125	0,0259	0,0241
Y	0,0022	0,0011	0,0016	0,0046	0,0024
Fe	0,0002	0,0003	0,0002	0,0005	0,0029

Характеристика однородности $Sh^{отн}$ для легирующих элементов – менее 0,2 % от аттестованного значения, что свидетельствует о равномерном распределении элементов в объеме материала и возможности его использования в качестве СО.

Аттестованные значения массовых долей никеля, иттрия и железа в СО определяли методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой [9–13].

Проводили растворение проб материалов СО, отобранных в виде стружки, в смесях соляной и азотной кислот. После этого растворы переносили в мерные колбы и доводили до метки дистиллированной водой. Затем, согласно методикам измерений, отбирали, аликвотные части анализируемых растворов, добавляли раствор индия в качестве внутреннего стандарта и доводили объем раствора в колбе дистиллированной водой до метки.

Установление градуировочных характеристик спектрометра проводили непосредственно перед

проведением измерений. Для каждого градуировочного раствора выполняли не менее пяти измерений (реплик) интенсивностей аналитических линий определяемого элемента. Время реплики составляло 5 с. Растворы анализируемых проб последовательно вводили в источник возбуждения и измеряли интенсивности аналитических линий определяемых элементов. В соответствии с программой, управляющей спектрометром, для каждого раствора выполняли по три параллельных измерения интенсивности и вычисляли среднее значение. С помощью градуировочной зависимости находили содержание определяемого элемента в растворе пробы.

Дополнительно определение железа проводили методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой.

Прослеживаемость аттестованных значений СО обеспечена с применением Государственного первичного эталона единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких

и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов ГЭТ 196-2015.

Погрешность аттестованных значений СО рассчитывали по формуле:

$$D_{\text{атт}} = (D_{\text{М}}^2 + 4 \cdot S_{\text{Н}}^2)^{0,5}, \quad (1)$$

где: $D_{\text{М}}$ – погрешность метода, используемого для установления аттестованного значения, рассчитанная в соответствии с РМГ 53–2002;

$S_{\text{Н}}$ – характеристика однородности, рассчитанная в соответствии с РМГ 53–2002.

Результаты определения метрологических характеристик комплекта стандартных образцов для спектрального анализа сплава алюминиевого ВСДП-16 приведены в табл. 3, 4.

С использованием разработанных СО были построены градуировочные зависимости на оптико-эмиссионном и рентгенофлуоресцентном анализаторах (рис. 6). Зависимости имеют линейный вид, что позволяет использовать СО для калибровки спектрального оборудования.

Оформлен пакет документов в соответствии с ГОСТ 8.315-2019. Документы представлены на испытания в аккредитованную организацию.

Выпущено 8 комплектов утвержденного типа ГСО 11696–2021 СО для спектрального анализа сплава алюминиевого ВСДП-16 с описанием типа и паспортом, которые имеют метрологические характеристики, приведенные в табл. 3, 4.

Таблица 3. Результаты расчетов аттестованных значений массовой доли элементов Ni, Y, Fe в комплекте стандартных образцов для спектрального анализа сплава алюминиевого ВСДП-16
Table 3. The calculation results of the certified values of the mass fraction of the elements Ni, Y, Fe in the set of reference materials for the spectral analysis of the VSDP-16 aluminum alloy

Индекс стандартного образца в комплекте	Элемент		
	Ni	Y	Fe
	Массовая доля элемента, %		
ВСДП-16–1	13,8	1,38	0,042
ВСДП-16–2	15,4	0,71	0,0030
ВСДП-16–3	13,1	1,00	0,015
ВСДП-16–4	15,5	1,87	0,322
ВСДП-16–5	17,2	2,11	0,64

Таблица 4. Границы абсолютной погрешности аттестованных значений СО (при доверительной вероятности 0,95), $\pm\Delta$, %

Table 4. Limits of the absolute error of the RM certified values (at a confidence level of 0.95), $\pm\Delta$, %

Индекс стандартного образца в комплекте	Элемент		
	Ni	Y	Fe
	Массовая доля элемента, %		
ВСДП-16–1	0,3	0,05	0,006
ВСДП-16–2	0,4	0,03	0,0016
ВСДП-16–3	0,3	0,04	0,006
ВСДП-16–4	0,3	0,05	0,022
ВСДП-16–5	0,5	0,04	0,04

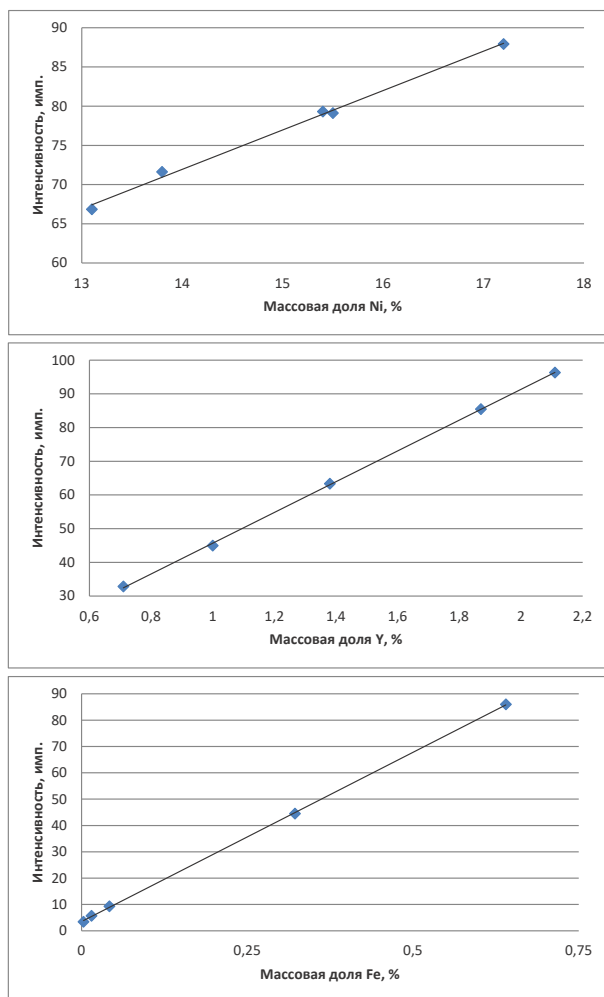


Рис. 6. Градуировочные зависимости, полученные на рентгенофлуоресцентном спектрометре S8 Tiger с использованием разработанного комплекта стандартных образцов для спектрального анализа сплава алюминиевого ВСДП-16

Fig. 6. Calibration dependencies obtained on the X-ray fluorescence spectrometer S8 Tiger using the developed set of reference materials for the spectral analysis of the VSDP-16 aluminum alloy

Закключение

В результате проведенного исследования создан и утвержден комплект с различным содержанием легирующих элементов и примесей утвержденных типов стандартных образцов для спектрального анализа сплава алюминиевого ВСДП-16 ГСО 11696–2021, имеющих прослеживаемость аттестованных значений к единице массовой доли методом прямых измерений на ГЭТ 196–2015. Нормируемые метрологические характеристики в описании типа СО интервал, аттестованные значения массовой доли Ni 13,8–17,2 %, Y 1,38–2,11 %, Fe 0,042–0,64 %.

Комплект состоит из пяти монолитных образцов. СО изготовлены в виде цилиндров из алюминиевого сплава типа ВСДП-16, диаметром 40 мм, высотой 30 мм. Образцы имеют две рабочие плоскости, маркировка нанесена на образующие цилиндров. Образцы промаркированы следующим образом: первая строка – индекс СО; вторая строка – номер комплекта. Комплект СО упакован в картонную коробку с этикеткой.

В ходе исследования разработана технология изготовления материала СО, которая состоит из следующих основных этапов: выплавка слитков шихтовых заготовок из сплава ВСДП-16 в вакуумно-индукционной печи с заливкой в разборный чугунный кокиль; проведение процесса атомизации на установке HERMIGA; рассев порошка сплава ВСДП-16; горячее прессование порошка в графитовой пресс-форме на установке горячего прессования при температуре спекания 600 °С и давлении 20 МПа (62 кН); механическая обработка полученных заготовок.

В ходе исследования проведена отработка технологических режимов выплавки материала СО путем введения основных легирующих элементов и примесей. Для материала СО проведено исследование однородности. Установлено, что характеристика однородности Sn для легирующих элементов менее 1 % от аттестованного значения, что позволяет говорить о хорошем распределении элементов в объеме материала. Проведенное исследование химического состава материала СО показало, что содержание элементов имеет разброс и позволяет применять СО для градуировки спектрального оборудования. Построены градуировочные зависимости на оптико-эмиссионном и рентгенофлуоресцентном анализаторах. Зависимости имеют линейный вид, что позволяет использовать СО для калибровки спектрального оборудования. Материал сплава ВСДП-16 дает возможность проводить анализ оптико-эмиссионным методом, в котором не используется растворение проб в кислотах. Это позволяет снижать трудоемкость по сравнению с атомно-эмиссионным с индуктивно связанной плазмой методом анализа примерно в 3 раза и энергозатраты примерно в 3,5 раза.

Разработанная технология изготовления материала СО обеспечивает получение однородных СО заданного химического состава и может быть применена для получения однородного и бездефектного материала из сплавов и лигатур на основе алюминия.

Благодарности: работа выполнена в рамках реализации комплексного научного направления 2.1 «Фундаментально-ориентированные

исследования» («Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года»). Исследование проведено на оборудовании НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ. Авторы выражают признательность рецензенту статьи за ценные замечания и предложения по тексту.

Acknowledgments: the work was carried out as part of the implementation of the complex scientific direction 2.1. «Fundamentally oriented research» («The strategic directions of development of materials and technologies of their processing for the period till 2030»). The study was carried out on the equipment of the National Research Center «Kurchatov Institute» – VIAM. The authors express their gratitude to the reviewer of the article for valuable comments and suggestions for improving the text of the article.

Вклад соавторов: Карачевцев Ф. Н. – разработка концепции и координация работ проведения исследования; составление технического задания; сбор литературных данных; отбор исходного материала; анализ экспериментальных данных; определение замысла и методологии статьи; критический анализ материалов статьи. Ерошкин С. Г. – организация

экспериментальных работ, отбор исходного материала; сбор и обработка экспериментальных данных; оформление документов по испытаниям СО в целях утверждения типа. Мосолов А. Н. – организация экспериментальных работ, сбор и обработка экспериментальных данных.

Author Contribution: Karachevtsev F. N. – development of the research concept and coordination of work; preparation of technical specifications; collection of literature data; selection of starting material; analysis of experimental data; development of the concept and methodology of the article; critical analysis of the article materials. Eroshkin S. G. – organization of experimental work; selection of starting material; collection and processing of experimental data; preparation of documents for testing of RMs for type approval. Mosolov A. N. – organization of experimental work; collection and processing of experimental data.

Конфликт интересов: Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

Conflict of interest: The authors declare no conflicts of interests.

СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

1. Разработка теплозащитных покрытий для лопаток ТВД из никелевых монокристаллических сплавов ВЖМ4, ВЖМ5У / А. А. Смирнов [и др.] // Труды ВИАМ. 2016. № 1. <https://doi.org/10.18577/2307-6046-2016-0-1-17-24>
2. Разработка стандартных образцов состава магниевых сплавов марок ВМЛ20 и ВМД16 / Ф. Н. Карачевцев [и др.] // Труды ВИАМ. 2021. № 5. <https://doi.org/10.18577/2307-6046-2021-0-5-4-1>
3. Разработка и применение стандартных образцов перспективных сплавов авиационного назначения / Ф. Н. Карачевцев [и др.] // Труды ВИАМ. 2016. № 10. <https://doi.org/10.18577/2307-6046-2016-0-10-8-8>
4. Оценка соответствия новых материалов с использованием СО и МИ высокого уровня / Е. Н. Каблов [и др.] // Компетентность. 2017. № 2. С. 40–46.
5. Луценко А. Н., Перов Н. С., Чабина Е. Б. Новые этапы развития Испытательного центра // Авиационные материалы и технологии. 2017. № 5. С. 460–468. <https://doi.org/10.18577/2071-9140-2017-0-S-460-468>
6. Каблов Е. Н. Инновационные разработки ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ по реализации «Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года» // Авиационные материалы и технологии. 2015. № 1(34). С. 3–33. <https://doi.org/10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33>
7. Каблов Е. Н., Оспенникова О. Г., Вершков А. В. Редкие металлы и редкоземельные элементы – материалы современных и будущих высоких технологий // Авиационные материалы и технологии. 2013. № S2. С. 3–10.
8. Алишин М. И., Князев А. Е. Производство металлопорошковых композиций высокой чистоты титановых сплавов методом индукционной газовой атомизации для аддитивных технологий // Труды ВИАМ. 2017. № 11. <https://doi.org/10.18577/2307-6046-2017-0-11-31-38>
9. Карпов Ю. А., Барановская В. Б. Аналитический контроль – неотъемлемая часть диагностики материалов // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2017. Т. 83. № 1-1. С. 5–12.
10. Аналитический контроль металлургического производства : Учеб. для вузов по направлению «Металлургия» / Ю. А. Карпов [и др.]. М.: Металлургия, 1995. 339.
11. Отто М. Современные методы аналитической химии. В 2 т. Т. 1. : Пер. с нем. под ред. А. В. Гармаша. М. : Техносфера, 2003. 416 с.
12. Determination of rare earth and concomitant elements in magnesium alloys by inductively coupled plasma optical emission spectrometry / J. C. Fariñas et al. // Talanta. 2016. № 154. P. 53–62. <http://dx.doi.org/10.1016/j.talanta.2016.03.047>
13. Определение редкоземельных металлов в магниевых сплавах методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой / Р. М. Дворецков [и др.] // Измерительная техника. 2019. № 4. С. 62–66. <http://dx.doi.org/10.32446/0368-1025it.2019-4-62-66>

REFERENCE

1. Smirnov A. A., Budinovskiy S. A., Matveev P. V., Chubarov D. A. The development of thermal barrier coatings for turbine blades of single-crystal nickel alloys VZHM4, VZHM5U. *Proceedings of VIAM*. 2016;1. (In Russ.). <https://doi.org/10.18577/2307-6046-2016-0-1-17-24>
2. Karachevtsev F. N., Eroshkin S. G., Mostyaev I. V., Akinina M. V., Slavin A. V. Development of standard samples of magnesium alloys VML20 AND VMD16. *Proceedings of VIAM*. 2021;5. (In Russ.). <https://doi.org/10.18577/2307-6046-2021-0-5-4-1>
3. Karachevtsev F. N., Letov A. F., Protsenko O. M., Yakimova M. S. Development and application of certified reference materials of airborne advanced alloys. 2016;10. (In Russ.). <https://doi.org/10.18577/2307-6046-2016-0-10-8-8>
4. Kablov E. N., Chabina E. B., Morozov G. A., Murav-skaya N. P. Conformity assessment of new materials using high-level RM and MI. *Kompetentnost*. 2017;2(143):40–46. (In Russ.).
5. Lutsenko A. N., Perov N. S., Chabina E. B. The new stages of development of testing center. *Aviacionnye materialy and tehnologii*. 2017; S:460–468. (In Russ.). <https://doi.org/10.18577/2071-9140-2017-0-S-460-468>
6. Kablov E. N. Innovative developments of FSUE «VIAM» SSC of RF on realization of «Strategic directions of the development of materials and technologies of their processing for the period until 2030». *Aviacionnye materialy and tehnologii*. 2015;1(34):3–33. (In Russ.). <https://doi.org/10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33>
7. Kablov E. N., Ospennikova O. G., Vershkov A. V. Rare metals and rare-earth elements – materials for modern and future high technologies. *Aviacionnye materialy and tehnologii*. 2013; S2:3–10. (In Russ.).
8. Alishin M. I., Knyazev A. E. Production of metal-powder high-purity titanium alloy compositions by induction gas atomization for application in additive manufacturing. *Proceedings of VIAM*. 2017;11. (In Russ.). <https://doi.org/10.18577/2307-6046-2017-0-11-31-38>
9. Karpov Yu. A., Baranovskaya V. B. Analytical control is an integral part of the diagnostics of materials. *Industrial laboratory. Materials diagnostics*. 2017;83(1-1):5–12. (In Russ.).
10. Karpov Iu. A., Gimel'farb F. A., Savostin A. P., Sal'nikov V. D. Analytical control of metallurgical production : Textbook for universities. Moscow: Metallurgy Publ.; 1995. 339 p. (In Russ.).
11. Otto M. Modern methods of analytical chemistry. In 2 vol. of vol. 1. Moscow: Tekhnosfera Publ.; 2003. 416 p. (In Russ.).
12. Fariñas J. C., Rucandio I., Pomares-Alfonso M. S., Villanueva-Tagle M. E., Larrea M. T. Determination of rare earth and concomitant elements in magnesium alloys by inductively coupled plasma optical emission spectrometry. *Talanta*. 2016;154:53–62. <http://dx.doi.org/10.1016/j.talanta.2016.03.047>
13. Dvoretsov R. M., Baranovskaya V. B., Karachevtsev F. N., Letov A. F. Determination of rare earth metals in magnesium alloys by atomic emission spectrometry with inductively coupled plasma. *Measurement Techniques*. 2019;4:62–66. <http://dx.doi.org/10.32446/0368-1025it.2019-4-62-66>

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

ГОСТ 8.315-2019 Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения = The registry of interstate reference samples of composition and properties of substance and materials. Main principles : утвержден и введен в действие Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации по переписке (протокол N 119-П от 24 мая 2019 г.) : издание официальное : дата введения 2000.09.01 / разработан и внесен Федеральным государственным унитарным предприятием «Уральский научно-исследовательский институт метрологии». Москва : Стандартинформ, 2020. с. 33. Текст : непосредственный.

ГОСТ 32–74 Масла турбинные. Технические условия = Turbine oils. Specifications : межгосударственный стандарт : утвержден и введен в действие Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 22.03.74 N 663 : издание официальное : дата введения 1975.01.01 / разработан и внесен Министерством нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности СССР. Москва : Издательство стандартов, 2011. Текст : непосредственный.

ГОСТ 7727–81 Сплавы Алюминиевые. Методы спектрального анализа = Aluminium alloys. Methods of spectral analysis : утвержден и введен в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 15.06.81 г N 2942 : издание официальное : дата введения 1982.07.01 / разработан и внесен Министерством нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности СССР Министерством авиационной промышленности СССР. Москва : Издательство стандартов, 2004. с. 11. Текст : непосредственный.

ГОСТ 11739.6–82. Сплавы алюминиевые литейные и деформированные. Методы определения железа = Aluminium casting and wrought alloys. Methods for determination of iron : утвержден и введен в действие Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол N 16 от 8 октября 1999 г.) : издание официальное : дата введения 2020.06.01 / разработан ОАО «Всероссийский институт легких сплавов» (ОАО ВИЛС), Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 297 «Материалы и полуфабрикаты из легких сплавов». Москва : Стандартинформ, 1989. с. 44. Текст : непосредственный.

ГЭТ 196-2015 Государственного первичного эталона единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов. Текст : электронный // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. 2015. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/12/items/1385582> (дата обращения: 01.11.2021). ПМГ 53–2002 Стандартные образцы. Оценивание

метрологических характеристик с использованием эталонов и образцовых средств измерений = State system for ensuring the uniformity of measurements. Reference materials. Evaluation of metrological characteristics with the use of measurement standards and reference devices : утвержден и введен в действие Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол N 22 от 6 ноября 2002 г.) : издание официальное : дата введения 2004.07.01 / разработан и внесен Уральским научно-исследовательским институтом метрологии Госстандарта России. Москва : ИПК Издательство стандартов, 2004. с. 8. Текст : непосредственный.

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Карачевцев Федор Николаевич – канд. хим. наук, начальник лаборатории НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ.
Россия, 105005, Москва, ул. Радио, д. 17
e-mail: kara4ev@viam.ru
<https://orcid.org/0000-0001-9541-932X>

Ерошкин Сергей Геннадьевич – начальник сектора НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ.
Россия, 105005, Москва, ул. Радио, д. 17
<https://orcid.org/0000-0003-3617-8719>

Мосолов Алексей Николаевич – ведущий инженер НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ.
Россия, 105005, Москва, ул. Радио, д. 17

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Fedor N. Karachevtsev – Cand. Sci. (Chem.), Head of Laboratory, National Research Center «Kurchatov Institute» – VIAM.
17 Radio str., Moscow, 105005, Russia
e-mail: kara4ev@viam.ru
<https://orcid.org/0000-0001-9541-932X>

Sergej G. Eroshkin – Head of Laboratory, National Research Center «Kurchatov Institute» – VIAM.
17 Radio str., Moscow, 105005, Russia
<https://orcid.org/0000-0003-3617-8719>

Aleksei N. Mosolov – Lead Engineer, National Research Center «Kurchatov Institute» – VIAM.
17 Radio str., Moscow, 105005, Russia