

УДК 669.715

С.Г. Ерошкин<sup>1</sup>, Н.В. Дынин<sup>1</sup>, Г.В. Орлов<sup>1</sup>, П.С. Петров<sup>1</sup>**ОПЫТ РАЗРАБОТКИ И ПРОИЗВОДСТВА  
СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ СОСТАВА  
АЛЮМИНИЕВОГО СПЛАВА Д16**

DOI: 10.18577/2307-6046-2017-0-5-6-6

*При проведении количественного химического анализа спектральными методами для расчета содержания элементов в образце используют градуировочные зависимости аналитического сигнала от концентрации определяемого элемента. Для построения градуировочных зависимостей применяют стандартные образцы (СО) состава материала. Стандартные образцы также применяются для аттестации методик измерений, поверки средств измерений, контроля правильности и прецизионности результатов измерений и пр. Во ФГУП «ВИАМ» разрабатывают и выпускают СО состава сплавов на различных основах, включая СО алюминиевых сплавов. Широкое применение алюминиевых сплавов в различных отраслях промышленности обуславливает спрос на СО алюминиевых сплавов, востребованность их на рынке и актуальность работ по разработке и производству СО алюминиевых сплавов. В данной работе приведены результаты исследований материала СО алюминиевого сплава Д16, выплавленного с применением двух различных технологий литья. По результатам исследований выбрана технология, обеспечивающая наилучшие характеристики материала СО. Проведена предварительная аттестация химического состава материала СО сплава Д16 различными методами.*

**Ключевые слова:** стандартные образцы, алюминиевые сплавы, спектральные методы.

*Methods of spectral analysis are widely used on the production of aluminum alloys to determine the chemical composition of the melted material. For calibration of spectrometers are used certified reference materials (CRMs) of alloy composition. Uncertainty of certified values of CRM significantly affect on the accuracy of quantitative analysis. The uncertainty of the inhomogeneity of CRM is one of the total uncertainty of CRM certified value is. FSUE «VIAM» develops and produces certified reference materials. In this work we present the results of a study of the material composition of the alloy blanks CRM D16 melted on two different technologies. According to the research selected the technology that provides the best performance of the material CRM. Carry out the chemical analysis of CRM.*

**Keywords:** certified reference materials, aluminum alloys, spectroscopy.

---

<sup>1</sup>Федеральное 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.

**Введение**

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») [1].

Рост требований к изделиям авиационного назначения требует создания новых легких материалов с высокими характеристиками. Во ФГУП «ВИАМ» разработаны высокопрочные алюминиевые сплавы третьего поколения. Проводятся многочисленные исследования перспективных алюминиевых сплавов и технологий их производства и сварки [1–4]. Вместе с тем во многих отраслях промышленности и машиностроения все

еще находят применение традиционные и хорошо изученные алюминиевые сплавы, в частности сплавы типа дюралюмин. Для обеспечения заданных свойств сплава необходимо проводить определение его элементного состава с достаточной точностью [4–7].

В настоящее время на предприятиях авиационной промышленности и машиностроения для выполнения количественного химического анализа широкое распространение получили спектральные методы анализа. При проведении количественного анализа химического состава сплава спектральными методами для расчета содержания элементов в образце используют градуировочные зависимости аналитического сигнала от концентрации определяемого элемента. Для построения градуировочных зависимостей применяют стандартные образцы (СО) состава материала. Во ФГУП «ВИАМ» разрабатывают и выпускают отраслевые (ОСО) и государственные (ГСО) стандартные образцы состава сплавов на различных основах [8–12]. На этапе аттестации СО устанавливают метрологические характеристики СО: аттестованную характеристику (значение массовой доли элемента) и погрешность аттестованных значений СО. Значение погрешности зависит от погрешности метода, использованного для установления аттестованного значения СО, от нестабильности значений аттестуемой характеристики СО и от неоднородности материала СО [13, 14].

Спрос на СО алюминиевых сплавов и востребованность их на рынке обусловлены широким применением алюминиевых сплавов в различных отраслях промышленности и техники. Следствием этого является актуальность работ по разработке и производству СО алюминиевых сплавов [15].

В ходе выполнения данной работы проведена серия плавок материала СО состава алюминиевого сплава Д16 с применением двух различных методов литья. Проведены исследования однородности материала СО сплава Д16. По результатам исследований выбрана технология, обеспечивающая наилучшие характеристики однородности материала СО. Проведена предварительная аттестация химического состава материала заготовок СО сплава Д16 различными методами [16].

### Материалы и методы

Объектом исследований в данной работе является материал СО алюминиевого сплава Д16: слитки, полученные литьем в металлическую изложницу  $\varnothing 70$  мм и слитки, полученные полунепрерывным литьем в водоохлаждаемый кристаллизатор  $\varnothing 105$  мм. В работе также исследовали СО сплава Д16, полученные из слитков, отлитых полунепрерывным литьем в водоохлаждаемый кристаллизатор  $\varnothing 105$  мм.

Плавку материала СО вели в электрической печи сопротивления с использованием шамотно-графитового тигля. Для снятия литейных напряжений и устранения последствий ликвации проводили отжиг слитков. Далее слитки обтачивали на токарном станке. Полученные заготовки прессовали на прессе «Блисс» с усилием 1000 тс (коэффициент вытяжки составил  $\sim 2,4$ ). От прессованных прутков отрезали выходной и утяжинный конец. Из полученных прессованных прутков изготовили стандартные образцы сплава Д16 в виде цилиндров высотой 30 мм и  $\varnothing 40$  мм.

Исследования элементного состава проводили на искровом оптико-эмиссионном спектрометре Magellan Q8 фирмы Bruker, последовательном волнодисперсионном рентгенофлуоресцентном спектрометре S8 Tiger фирмы Bruker, атомно-эмиссионном спектрометре с индуктивно-связанной плазмой Varian 730 ES и масс-спектрометре с индуктивно-связанной плазмой X-Series 2 фирмы Thermo Scientific.

Отбор и подготовку образцов к анализу проводили по ГОСТ 7565–81 и ГОСТ 7727–81. Для резки слитков и подготовки образцов к элементному анализу использовали отрезной станок с водяным охлаждением Labotom-5 фирмы Struers с установленными отрезными кругами Struers  $\varnothing 250$  мм и толщиной 1,5 мм типа 10S25 и станок

плоскошлифовальный Herzog HT-350 с абразивными дисками на бумажной основе зернистостью 50 и 100 ед. Расчет стандартной неопределенности от неоднородности аттестованного значения СО проведен в соответствии с Р 50.2.058–2007 и ГОСТ 8.531–2002.

Микроструктуру исследовали методами оптической микроскопии при помощи микроскопа Olympus GX-51, оборудованного цифровой камерой. Для подготовки образцов к исследованию микроструктуры использовали оборудование фирмы Struers – станки Tegramin-20 и автоматический электрогидравлический пресс Cito Press.

### Результаты и обсуждение

Результаты элементного анализа материала СО сплава Д16, полученного литьем в металлическую изложницу, представлены в табл. 1. Из полученных данных следует, что при литье в металлическую изложницу марганец, магний и железо распределяются равномерно вдоль оси слитка. В распределении меди, напротив, наблюдается значительная неоднородность – содержание меди в нижней и верхней частях слитка отличается более чем на 0,3% (по массе).

Таблица 1

#### Содержание элементов в слитках, полученных литьем в металлическую изложницу

Образец	Содержание элементов, % (по массе)			
	Fe	Cu	Mn	Mg
Слиток 1:				
верх	0,020	4,60	0,61	1,44
низ	0,021	4,93	0,63	1,49
Слиток 2:				
верх	0,020	4,63	0,59	1,47
низ	0,020	4,87	0,60	1,49

В табл. 2 приведены результаты элементного анализа материала СО сплава Д16, полученного методом полунепрерывного литья в водоохлаждаемый кристаллизатор. Как видно из представленных данных, этот метод литья позволяет получить слитки с более равномерным распределением меди по высоте слитка (разность содержания меди в верхней и нижней частях слитка – не более 0,06% (по массе)). Распределение марганца, магния и железа в этом случае также отличается большей однородностью.

Таблица 2

#### Содержание элементов в слитках, полученных методом полунепрерывного литья в водоохлаждаемый кристаллизатор

Образец	Содержание элементов, % (по массе)			
	Fe	Cu	Mn	Mg
Слиток 1:				
низ	0,031	4,42	0,61	1,53
средняя часть	0,030	4,47	0,61	1,53
вверх	0,030	4,48	0,61	1,52
Слиток 3:				
низ	0,030	4,39	0,61	1,50
верх	0,029	4,39	0,62	1,50

Однако в слитках, полученных методом полунепрерывного литья в водоохлаждаемый кристаллизатор, наблюдается зональная ликвация по поперечному сечению слитка. В табл. 3 приведены результаты анализа различных участков поперечного сечения слитка: центра (расстояние от оси слитка  $r=15$  мм), средней части ( $r=35$  мм) и наружных

участков ( $r=50$  мм). Содержание меди в наружных областях сечения выше, чем в средней его части на 0,2–0,3% (по массе), при этом в пределах круга радиусом 35 мм содержание меди изменяется незначительно (разность значений – менее 0,1% (по массе)).

Таблица 3

**Распределение элементов по поперечному сечению слитка, полученного методом полунепрерывного литья в водоохлаждаемый кристаллизатор**

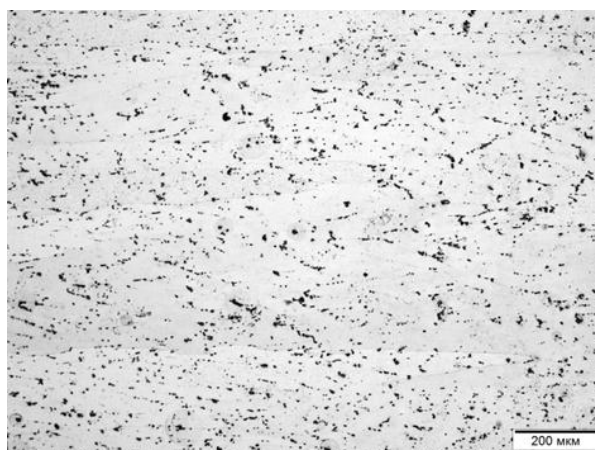
Образец	Содержание меди, % (по массе)		
	центр сечения	середина сечения	внешняя область сечения
Слиток 1:			
верх	4,44	4,45	4,70
низ	4,45	4,42	4,72
Слиток 2:			
верх	4,58	4,48	4,76
низ	4,49	4,59	4,80

По результатам анализа приведенных ранее данных принято решение – для производства материала СО состава алюминиевого сплава Д16 использовать метод полунепрерывного литья в водоохлаждаемый кристаллизатор с обточкой полученного слитка до  $\varnothing 66$  мм. В соответствии с выбранной технологией во ФГУП «ВИАМ» произведена партия СО. Для полученных СО рассчитана стандартная неопределенность от неоднородности ( $S_n$ ):

Элемент	Cu	Mg	Mn
Показатель неоднородности ( $S_n$ )	0,03494	0,02369	0,00124

Полученные значения позволяют рассматривать изготовленную партию СО в качестве материала для работ по производству стандартных образцов утвержденного типа (ГСО).

Проведено также исследование микроструктуры материала СО методами оптической микроскопии, результаты представлены на рисунке. Микроструктура материала СО является типичной для прессованных полуфабрикатов сплавов типа Д16 и не содержит значимых дефектов.



Микроструктура материала заготовки стандартного образца (СО)

Результаты предварительной аттестации СО методами атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой и масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой представлены в табл. 4. Значения массовой доли элементов лежат в пределах, указанных в ТЗ.

Таблица 4

**Содержание элементов в материале заготовок стандартного образца  
по результатам предварительной аттестации**

Содержание элементов, % (по массе)									
Cu	Mg	Mn	Fe	Ni	Si	Ti	Zn	Be	Zr
4,33	1,49	0,576	0,0268	0,0005	0,019	0,006	0,0086	0,00000	0,0003
				4	3	4		4	
Li	B	Na	Ca	Sc	V	Cr	Ga	Ce	Pb
0,00000	0,0000	<0,000	<0,000	0,0000	0,000	0,000	0,00013	0,00008	0,0004
7	4	2	3	5	6	6			

### Заключения

Проведена серия плавов материала СО состава алюминиевого сплава Д16 на производственной базе ФГУП «ВИАМ» с применением двух различных методов: литье в металлическую изложницу и полунепрерывное литье в водоохлаждаемый кристаллизатор. Проведены исследования однородности распределения элементов в полученных слитках. Установлено, что слитки, полученные литьем в металлическую изложницу, отличаются неравномерным распределением меди вдоль оси слитка. В слитках, отлитых методом полунепрерывного литья в водоохлаждаемый кристаллизатор, определяемые элементы распределены равномерно вдоль оси слитка, однако наблюдается неоднородность распределения меди по поперечному сечению слитка. По результатам анализа полученных данных для производства СО выбран метод полунепрерывного литья в водоохлаждаемый кристаллизатор. Для устранения последствий зональной ликвации меди по поперечному сечению слитка предложено проводить обточку слитков материала СО до  $\varnothing 65$  мм.

В соответствии с выбранной технологией проведена плавка материала СО, произведена партия СО сплава Д16. Выполнены измерения и расчет стандартной неопределенности от неоднородности партии СО. Проведено предварительное определение аттестованной характеристики – массовой доли элементов. Значения массовой доли элементов удовлетворяют утвержденному техническому заданию на разработку СО сплава Д16. Исследование методами оптической микроскопии показало, что микроструктура материала СО является типичной для прессованных полуфабрикатов сплавов типа Д16 и не содержит значимых дефектов.

Полученные значения массовой доли элементов и величины стандартной неопределенности от неоднородности для партии СО позволяют использовать эту партию для изготовления стандартных образцов утвержденного типа (ГСО).

### ЛИТЕРАТУРА

1. 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. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.
2. Каблов Е.Н. Контроль качества материалов – гарантия безопасности эксплуатации авиационной техники // Авиационные материалы и технологии. 2001. №1. С. 3–8.
3. Каблов Е.Н., Лукин В.И., Оспенникова О.Г. Перспективные алюминиевые сплавы и технологии их соединения для изделий авиакосмической техники // Тез. докл. 2-й Междунар. конф. и выст. «Алюминий-21. Сварка и пайка». 2012. С. 8.
4. 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.
5. Каблов Е.Н. Авиационное материаловедение в XXI веке. Перспективы и задачи // Авиационные материалы. Избранные труды ВИАМ 1932–2002. М.: МИСИС–ВИАМ. 2002. С. 23–47.

6. История авиационного материаловедения. ВИАМ – 80 лет: годы и люди / под общ. ред. Е.Н. Каблова. М.: ВИАМ, 2012. 520 с.
7. Путь длиной в 70 лет – от древесины до суперматериалов / под общ. ред. Е.Н. Каблова. М.: МИСИС–ВИАМ. 2002. 488 с.
8. Квасов Ф.И., Фридляндер И.Н. Алюминиевые сплавы типа дуралюмин. М.: Metallurgia, 1984. 240 с.
9. Ерошкин С.Г., Орлов Г.В. Исследование однородности материала стандартных образцов деформируемого никелевого сплава ВЖ175-ИД // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2015. №8. Ст. 11. URL: <http://viam-works.ru> (дата обращения: 28.11.2016). DOI: 10.18577/2307-6046-2015-0-8-11-11.
10. Эрхардт Х. Рентгенофлуоресцентный анализ. Применение в заводских лабораториях. М.: Metallurgia, 1985. 256 с.
11. Юинг Г.В. Инструментальные методы химического анализа. М.: Мир, 1989. 608 с.
12. Орешникова Е.Г. Спектральный анализ. М.: Высшая школа, 1982. 375 с.
13. 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.
14. Летов А.Ф., Карачевцев Ф.Н., Гундобин Н.В., Титов В.И. Разработка стандартных образцов состава сплавов авиационного назначения // Авиационные материалы и технологии. 2012. №5. С. 393–398.
15. Каблов Е.Н., Грушко О.Е., Гриневич А.В. «Летающий металл» в автомобилестроении // Грузовик. 2005. №10. С. 16–24
16. Афонин В.П., Комяк Н.И., Николаев В.И., Плотников Р.И. Рентгенофлуоресцентный анализ. Новосибирск: Наука, 1991. 173 с.