

## ИЗУЧЕНИЕ СХОДИМОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ОПРЕДЕЛЕНИЙ МАССОВОЙ ДОЛИ ВОДОРОДА В ОТЕЧЕСТВЕННЫХ ГСО РАЗЛИЧНОГО ХИМИЧЕСКОГО СОСТАВА МЕТОДОМ ВАКУУМ-НАГРЕВА.

Полянский А. М.<sup>1</sup>, Науменко П. А.<sup>2</sup>

<sup>1</sup> ООО «Научно-производственный комплекс Электронные и Пучковые Технологии», г. Санкт-Петербург,  
e-mail: ampol@electronbeamtech.com

<sup>2</sup> ФГБУН «Институт проблем машиноведения Российской Академии наук», г. Санкт-Петербург

Диапазон аттестованных значений массовой доли водорода для анализаторов типа АВ-1 составил от 0,04 до 0,8 млн<sup>-1</sup> по итогам испытаний 2002 года с целью утверждения типа СИ. В 2014 году при пуско-наладочных работах в Испытательном центре ФГУП «ВИАМ» калибровка АВ-1 произведена с использованием ГСО 5060-89 алюминиевого сплава Д-16 (1989 г., ОАО «ВИЛС», г. Москва). Аттестованное значение массовой доли водорода составляло 0,16±0,01 млн<sup>-1</sup> (±6,2%). После калибровки измерялась массовая доля водорода в ГСО сплава титана ВТ-14 с аттестованным значением 7,0±1,5 млн<sup>-1</sup> (±21,4%). Год выпуска ГСО 1987, ФГУП «ВИАМ», Куйбышевский филиал. Измеренное значение содержания водорода в ГСО ВТ-14 оказалось равным 7,95 млн<sup>-1</sup> при значении относительного СКО результатов измерений ±2,0%. Расхождение между измеренным и аттестованным значениями составило +0,95 млн<sup>-1</sup> (+13,6%). Расхождение результатов не превышает погрешность аттестованного значения: 0,95 млн<sup>-1</sup> < 1,5 млн<sup>-1</sup>. Отношение измеренного значения массовой доли водорода в пробе ГСО ВТ-14 к значению массовой доли водорода в «калибровочном» ГСО Д-16 составило **49,7 раз**. **Химический состав** калибровочного и испытываемого сплава **существенно различается**. Плотность пробы ВТ-14 в 1,68 раза превосходит плотность материала Д-16.

В 2022 году завершены испытания новой модификации прибора АВ-1-02 с целью расширения аттестованного диапазона измерений массовой доли водорода. Для испытаний были использованы образцы отечественного производства, выпущенные в различные годы. Попытка расширить круг испытываемых СО различного химического состава оказалась безуспешной. Важный для атомной промышленности ГСО 11006-2017, цирконий, аттестованное значение массовой доли водорода 8,7±0,7 млн<sup>-1</sup>, представлен в Гос. реестре ГСО и отсутствует в продаже. ГСО 8725-2005, сталь СГ-18, аттестованное значение 1,5±0,3 млн<sup>-1</sup> – «теряет» водород после пребывания образца в вакууме при комнатной температуре.

Период «полураспада» оказался равным 4,06 часам, через 25-30 часов пребывания в вакууме массовая доля водорода в пробе ГСО СГ-18 уменьшилась ровно в 10 раз и составила 0,15 млн<sup>-1</sup> при значении расширенной неопределённости измерений с k = 2 равном ±0,015 млн<sup>-1</sup>.

Для проведения испытаний использован следующий набор ГСО:

- ГСО 11162-2018, сплав В95оч, аттестованное значение 0,057±0,015 млн<sup>-1</sup> (±26,3%);
- ГСО 11163-2018, сплав 1201, аттестованное значение 0,082±0,015 млн<sup>-1</sup> (±18,3%);
- ГСО 11164-2018, сплав АМгб, аттестованное значение 0,109±0,015 млн<sup>-1</sup> (±13,8%);
- ГСО 11165-2018, сплав 1420, аттестованное значение 0,210±0,020 млн<sup>-1</sup> (±9,5%).

Все 4 перечисленных типа СО выпущены в 2018 году [1]. Ещё 3 типа СО выпущены ОАО «ВИЛС», г. Москва и доказали свою надёжность в течение ~ 30 лет:

- ГСО 6007-91, сплав 1201, аттестованное значение 0,18±0,01 млн<sup>-1</sup> (±5,6%);
- ГСО 7085-93, сплав 1420, аттестованное значение 0,78±0,05 млн<sup>-1</sup> (±6,4%);
- ГСО 3608-87, сплав титана ВТ-16, аттестованное значение 23,0±3,0 млн<sup>-1</sup> (±13,0%).

Значения погрешностей аттестованных значений и расширенных неопределённостей случайной составляющей результатов измерений приведены в таблице 1.

Таблица 1 Результаты испытаний ГСО отечественного производства.

Тип ГСО	Аттестованное значение, млн <sup>-1</sup>	Расширенная неопределённость результатов измерений, %
ГСО 11162-2018 В95оч	0,057±0,015 млн <sup>-1</sup> (±26,3%)	4,2
ГСО 11163-2018 1201	0,082±0,015 млн <sup>-1</sup> (±18,3%)	8,4
ГСО 11164-2018 АМг6	0,109±0,015 млн <sup>-1</sup> (±13,8%)	2,8
ГСО 11165-2018 1420	0,210±0,020 млн <sup>-1</sup> (±9,5%)	3,5
ГСО 6007-91 1201	0,018±0,01 млн <sup>-1</sup> (±5,6%)	2,8
ГСО 7085-93 1420	0,78±0,05 млн <sup>-1</sup> (±6,4%)	2,8
ГСО 3608-87 ВТ-16	23,0±3,0 млн <sup>-1</sup> (±13,0%)	3,5

Все 7 перечисленных ГСО были поочерёдно использованы в качестве калибровочных при проведении испытаний. Расширенная неопределённость с  $k = 2$  варьировалась от 2,8 до 8,4% для различных типов СО. Полученные значения неопределённостей согласуются с величиной допускаемого расхождения результатов измерений в 12% согласно МИ [2] при значениях массовой доли водорода 0,70 млн<sup>-1</sup> и выше.

При калибровке анализатора по СО с минимальным значением содержания водорода 0,057 млн<sup>-1</sup> мы измерили массовую долю водорода в СО титанового сплава ВТ-16, отличающуюся от аттестованного значения 23,0 млн<sup>-1</sup> на 8,4% при допускаемой погрешности аттестованного значения ±13%. И наоборот, при калибровке по СО ВТ-16 мы измеряем значение массовой доли водорода в пробе СО В95оч в пределах погрешности аттестованного значения СО равной ± 26,3%.

Выводы:

- Экспериментально доказана сходимость, как в величинах аттестованных значений, так и в значениях погрешностей аттестованных значений между ГСО предшественников (1987-1993 годы) и современных ГСО (2018 год);
- При использовании метода вакуум-нагрева [2] можно в пределах погрешности МИ (12%) определять значения массовой доли водорода в пробе анализируемого материала, используя для калибровки ГСО, отношение аттестованных значений которых достигает 403,5 раз. В широко распространённом методе быстрого плавления пробы в потоке инертного газа-носителя [3] допускается отношение содержания водорода в испытываемой пробе и в ГСО для калибровки не более, чем в 2 раза;
- Метод вакуум-нагрева может быть использован при анализе проб произвольного химического состава.

### Литература

1. Разработка нового поколения стандартных образцов состава алюминиевых сплавов с низким содержанием водорода / А. М. Полянский [и др.] // Измерительная техника. 2019. № 9. С. 65-71. DOI 10.32446/0368-1025it.2019-9-65-71
2. ГОСТ 21132.1-98 Алюминий и сплавы алюминиевые. Методы определения водорода в твёрдом металле вакуум-нагревом..
3. ГОСТ Р 5096-96 Алюминий и сплавы алюминиевые. Метод определения водорода в твёрдом металле.