

**ЗАВОДСКАЯ
ЛАБОРАТОРИЯ
ДИАГНОСТИКА МАТЕРИАЛОВ**

3

2016

МАРТ

ЗАВОДСКАЯ ЛАБОРАТОРИЯ

ДИАГНОСТИКА МАТЕРИАЛОВ

ЕЖЕМЕСЯЧНЫЙ НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ЖУРНАЛ ПО АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ, ФИЗИЧЕСКИМ, МАТЕМАТИЧЕСКИМ И МЕХАНИЧЕСКИМ МЕТОДАМ ИССЛЕДОВАНИЯ, А ТАКЖЕ СЕРТИФИКАЦИИ МАТЕРИАЛОВ

СОДЕРЖАНИЕ

АНАЛИЗ ВЕЩЕСТВА

Доронина М. С., Карпов Ю. А., Барановская В. Б. Современные методы пробоподготовки возвратного металлосодержащего сырья (обзор)	5
Жданов П. А., Серегина И. Ф., Осипов К. Б., Большов М. А., Скрылева Е. А., Волков А. И., Серегин А. Н. Определение форм нахождения ванадия, железа и марганца в образцах шлака и шихты ванадиевого производства методами рентгеновской спектроскопии	13
Печищева Н. В., Евдокимова О. В., Майорова А. В., Шуняев К. Ю. Определение основных компонентов аморфизирующихся сплавов системы Cu – Zr	19
Максимчук И. О., Слепченко Г. Б. Определение молочной кислоты методом вольтамперометрии	24

ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ

ФИЗИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ И КОНТРОЛЯ

Нарцев В. М., Аткарская А. Б. Рентгенофлуоресцентный анализ состава тонких покрытий с использованием метода фундаментальных параметров	29
Серебряный В. Н., Дьяконов Г. С., Харькова М. А., Копылов В. И., Добаткин С. В. Исследование текстуры и структуры магниевого сплава МА2-1пч после равноканально-углового прессования и отжига методами количественного рентгеноструктурного текстурного анализа и дифракции обратно рассеянных электронов	36
Степанов М. С., Домбровский Ю. М., Корнилов Ю. А. Кинетика нагрева при микродуговой химико-термической обработке стальных изделий	42
Шимкин А. А., Хасков М. А. Определение температуры стеклования влажных образцов методом динамического механического анализа	44

МЕХАНИКА МАТЕРИАЛОВ: ПРОЧНОСТЬ, РЕСУРС, БЕЗОПАСНОСТЬ

Махутов Н. А., Макаренко И. В., Макаренко Л. В. Расчетно-экспериментальный анализ напряженно-деформированного состояния для наклонных полуэллиптических поверхностных трещин	49
Шлянников В. Н., Яруллин Р. Р., Захаров А. П. Влияние защитных покрытий на характеристики сопротивления деформированию и разрушению материала лопаток паровых турбин	53
Растегаев И. А., Мерсон Д. Л., Виноградов А. Ю., Данюк А. В. Методика определения критических точек при трибологических испытаниях с применением метода акустической эмиссии	60

МАТЕМАТИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Нейчев Р. Г., Катруца А. М., Стрижов В. В. Выбор оптимального набора признаков из мультикоррелирующего множества в задаче прогнозирования	68
Абдушукуров А. А., Нурмухамедова Н. С. Локальная асимптотическая нормальность статистических экспериментов и ее роль в теории оценивания и проверки гипотез	74

Адрес редакции:

119334 Москва, Ленинский пр-т, 49,
ИМЕТ им. А. А. Байкова,
редакция журнала
“Заводская лаборатория.
Диагностика материалов”.

Тел./факс: (499) 135-62-75,
тел.: (499) 135-96-56
e-mail: zavlabor@imet.ac.ru
http://www.zldm.ru

Журнал включен в список изданий,
рекомендованных ВАК при защите
докторских диссертаций.

© ООО Издательство «ТЕСТ-ЗЛ», «Заводская
лаборатория. Диагностика материалов», 2016

Перепечатка материалов журнала
«Заводская лаборатория. Диагностика
материалов» допускается только
с письменного разрешения редакции.
При цитировании ссылка обязательна.

**ЗАВОДСКАЯ®
ЛАБОРАТОРИЯ**
ДИАГНОСТИКА МАТЕРИАЛОВ

Логотип “Заводская лаборатория. Диагностика материалов®” является зарегистрированной торговой маркой ООО “ТЕСТ-ЗЛ”. Все права охраняются законом.

CONTENTS

ABSTRACTS

ANALYSIS OF MATERIALS

- Doronina M. S., Karpov Yu. A., Baranovskaya V. B. Current Methods of Sample Preparation Developed for Metal-Containing Recoverable Raw (review) 5
- Zhdanov P. A., Seregina I. F., Osipov K. B., Bol'shov M. A., Skryleva E. A., Volkov A. I., Seregin A. N. X-Ray Spectroscopic Determination of Different Forms of Vanadium, Iron, and Manganese in the Samples of Slag and Batch of Vanadium Production. 13
- Pechischcheva N. V., Evdokimova O. V., Maiorova A. V., Shunyaev K. Yu. Determination of the Main Components of Glass-Forming Cu – Zr Alloys. 19
- Maksimchuk I. O., Slepchenko G. B. Voltammetric Determination of Lactic Acid. 24

TESTING OF STRUCTURE AND PARAMETERS

PHYSICAL METHODS OF TESTING AND QUALITY CONTROL

- Nartsev V. M., Atkarskaya A. B. X-Ray Fluorescence Analysis of the thin Coatings Using the Method of Fundamental Parameters. 29
- Serebryany V. N., D'yakonov G. S., Kharkova M. A., Kopylov V. I., Dobatkin S. V. Study of the Texture and Structure of MA2-1pч Magnesium Alloy Subjected to Equal Channel Angular Pressing and Annealing using X-Ray Quantitative Texture Analysis and Electron Back-Scattered Diffraction Methods 36
- Stepanov M. S., Dombrovskiy Yu. M., Kornilov Yu. A. Heating Kinetics upon Microarc Thermo-Chemical Treatment of Steel Products 42
- Shimkin A. A., Khaskov M. A. Determination of the Glass Transition Temperature of Wet Samples using Dynamic Mechanical Analysis 44

MECHANICAL TESTING METHODS

- Makhutov N. A., Makarenko I. V., Makarenko L. V. Numerical and Experimental Analysis of a Stress-Strain State of the Inclined Semi-Elliptical Surface Cracks 49
- Shlyannikov V. N., Yarullin R. R., Zakharov A. P. The Effect of Protective Coatings on the Characteristics of Fracture and Strain Resistance of Steam Turbine Blade Material 53
- Rastegaev I. A., Merson D. L., Vinogradov A. Yu., Dan'yuk A. V. Determination of Critical Points in Tribological Tests Using Acoustic Emission 60

MATHEMATICAL TESTING METHODS

- Neichev R. G., Katrutsa A. M., Strizhov V. V. Robust Selection of Multicollinear Features in Forecasting 68
- Abdushukurov A. A., Nurmukhamedova N. S. Local Asymptotic Normality of Statistical Experiments and Its Role in the Theory of Estimation and Testing of Hypotheses 74

UDC 543.621; 54.062

Current Methods of Sample Preparation Developed for Metal-Containing Recoverable Raw (review)*Doronina M. S., Karpov Yu. A., Baranovskaya V. B.*

Methods used for preparation of the samples of different metal-containing secondary raw materials (catalysts, electronic scrap, sludge, etc.) for subsequent analysis in the form of solutions are reviewed: dissolution in a mixture of mineral acids, alloying with various fluxes, leaching et al. Different impacts used to promote sample preparation — elevated temperature and pressure, ultrasound and microwave radiation — are discussed. Methods of sample preparation using sorption concentration for subsequent determination not only noble, but also non-ferrous and rare metals and toxic elements are considered. The stage of sample preparation is shown to be extremely important to disclose the potentiality of the applied analytical methods most completely.

Keywords: returnable metal containing materials; sample preparation; precious metals; toxic elements; sorption concentration.

UDC 543.621:543.51:543.056:543.442.2:543.427.4:543.423.1:543.427.4

X-Ray Spectroscopic Determination of Different Forms of Vanadium, Iron, and Manganese in the Samples of Slag and Batch of Vanadium Production*Zhdanov P. A., Seregina I. F., Osipov K. B., Bol'shov M. A., Skryleva E. A., Volkov A. I., Seregin A. N.*

X-ray fluorescence analysis (XRF) is used to study chemical composition of the samples of technogenic raw materials — fired slag and batch of vanadium production. The feasibility of x-ray photoelectron spectroscopy (XPS) in determination of the oxidation numbers of the elements in technogenic raw materials is studied. We determined that about 30% of vanadium is present in the slag as V (III), whereas the content of V (V) and V (IV) in the batch samples is about 80 and 20%, respectively. No compounds of vanadium in lower oxidation states were detected. Iron in the slag and batch samples is present in the form of Fe_2O_3 , manganese, apparently, is present mainly in the form of Mn (III). Analysis of the possibility of determining the oxidation state of vanadium in the slag and batch from the ratio of the line intensities of K- and L-series in XRF spectra revealed, however, inexpediency of using the procedure because of a low accuracy of the results.

Keywords: vanadium slag; vanadium charge; valence form of the elements; x-ray fluorescence analysis; x-ray photoelectron spectroscopy.

UDC 669.35:543.424

Determination of the Main Components of Glass-Forming Cu – Zr Alloys*Pechischcheva N. V., Evdokimova O. V., Maiorova A. V., Shunyaev K. Yu.*

A rapid procedure of copper and zirconium determination in their binary alloys $Cu_{100-x}Zr_x$ in the range of the mass content corresponding to area of the bulk amorphization ($x = 30 - 70$) is developed using inductively coupled plasma-atomic emission spectroscopy (ICP-AES). Optimization of operation conditions of the spectrometer; selection of the analytical spectral lines (Cu II 224.700 nm and Zr II 354.262 nm), methods of calibration and sample preparation (dissolution in the mixture of HNO_3 and HF added with HCl) provided the lowest standard deviation of the analytical signal. A procedure of oxygen determination in the studied alloys using inert gas fusion method and a procedure providing spectrophotometric determination of copper and gravimetric determination of zirconium from the same sample weigh along with ICP-AES quality control are developed. The results of analysis of $Cu_{100-x}Zr_x$ alloys obtained according to all developed techniques satisfactory match each other and, taking into account the correction for the oxygen content, coincide (to the error about 0.5 wt.%) with content of copper and zirconium introduced upon the synthesis.

Keywords: copper-zirconium alloys; chemical analysis; inductively coupled plasma — atomic emission spectroscopy; gravimetry; spectrophotometry; inert gas fusion method.

UDC 543.55.054.1

Voltammetric Determination of Lactic Acid*Maksimchuk I. O., Slepchenko G. B.*

Method of stripping voltammetry with mercury film and modified glassy carbon electrodes is used for determination of lactic acid. We specified conditions of voltammetric determination of lactic acid at 0.1 M KCl as background solution and studied the impact of concomitant hydroxy carboxylic acids on the analytical signal of lactic acid. An algorithm of lactic acid determination in veterinary preparations on a mercury film electrode is developed. The accuracy of the procedure is confirmed in spiking tests. The determinable concentrations range from 2 to 100 g/dm³.

Keywords: lactic acid; voltammetry; glassy carbon electrode; mercury film electrode; modifier; veterinary preparations; method of determination.