

- разработка методологии вероятностной оценки достоверности результатов неразрушающего контроля;
- разработка методов исследования и развития структурных изменений в деталях газотурбинных двигателей и планера в процессе эксплуатации. Математическое моделирование физических процессов неразрушающего контроля;
- разработка методик и единых норм неразрушающего контроля по мере внедрения на предприятиях отрасли новых технологий и средств неразрушающего контроля;
- развитие системы подготовки и сертификации специалистов по неразрушающему контролю авиационной техники.

Решение задач, поставленных в рамках рассмотренных комплексных проблем, позволит оснастить Испытательный центр ФГУП «ВИАМ» современным исследовательским, аналитическим и испытательным оборудованием, обеспечить методологическую базу для проведения фундаментально-ориентированных исследований и квалификационных испытаний разрабатываемых материалов авиационно-космического назначения на современном научно-техническом уровне, соответствующем международным требованиям и стандартам, создать научно-технический задел для разработки перспективных материалов на основе новых классов интерметаллидов, а также композиционных материалов на основе керамики, металлокерамики, металлополимеров и полимерных композиционных материалов.

ЛИТЕРАТУРА

1. *Кишкин С.Т.* Создание, исследование и применение жаропрочных сплавов. Избранные труды к 100-летию со дня рождения. М.: Наука. 2006. 407 с.
2. *Каблов Е.Н., Голубовский Е.Р.* Жаропрочность никелевых сплавов. М.: Машиностроение. 1998. 464 с.
3. *Литые лопатки газотурбинных двигателей: сплавы, технологии, покрытия* / Под общ. ред. Е.Н. Каблова. 2-е изд. М.: Наука. 2006. 632 с.

*А.Ф. ЛЕТОВ, Ф.Н. КАРАЧЕВЦЕВ,
Н.В. ГУНДОВИН, В.И. ТИТОВ*

РАЗРАБОТКА СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ СОСТАВА СПЛАВОВ АВИАЦИОННОГО НАЗНАЧЕНИЯ

Возрастающая конкуренция среди производителей сплавов авиационного назначения привела к заметному ужесточению требований, предъявляемых потребителями к качеству этих сплавов. Для обеспечения конкурентоспособности сплавов отечественных производителей необходим высокоэффективный контроль качества сырья и готовой продукции, который проводят аналитические и испытательные лаборатории предприятий и испытательных центров. Измерение содержания элементов в сплавах необходимо осуществлять с применением методик, основанных на различных химических, физико-химических и спектральных методах, предусматривающих градуировку средств измерений с применением стандартных образцов (СО) состава соответствующих материалов.

Правильность проведения анализа химического состава конкретной марки сплава обеспечивают градуировкой спектрометров с использованием комплектов СО с аттестованными значениями массовой доли легирующих элементов и примесей, охватывающих диапазон содержания, регламентированных ТУ на данный сплав. В соответствии с законом ФЗ № 102 «Об обеспечении единства измерений» от 26 июня 2008 г., для проведения измерений, относящихся к сфере государственного метрологического надзора, применяются стандартные образцы утвержденных типов (категории Государственный стандартный образец – ГСО по ГОСТ 8.315–97), а проведение измерений, относящихся к этой сфере, должно выполняться по аттестованным методикам измерений (ГОСТ 8.563).

Начиная с 30-х годов XX века, когда спектральные методы были впервые применены для анализа химического состава сплавов авиационного назначения, ВИАМ являлся одним из лидеров в отрасли по разработке СО для спектрального анализа и их внедрению в практику аналитических лабораторий предприятий отрасли. За период с начала 40-х годов по 1996 год в институте разработано и выпущено более 300 типов СО состава сплавов на различных основах. В табл. 1 представлен перечень основных типов СО состава алюминиевых, магниевых, никелевых, титановых сплавов и сталей, выпущенных в ВИАМ, многие из которых успешно применяются на предприятиях отрасли и в настоящее время.

Таблица 1

Перечень основных типов СО, разработанных и выпущенных в ВИАМ до 1996 г.

Марка сплава	Аттестованные элементы
Сплавы на алюминиевой основе: АК12 (АЛ2), АК9ч. (АЛ4), АК8л (АЛ34), АК7ч. (АЛ9), АК5М (АЛ5), АК8М3ч. (ВАЛ8), АМ4, ВАЛ10, Д1 (1100), Д16 (1160), АК6 (1360), АК8 (1380, 1105), АМц (1400), В93, В95п.ч., В96, 1420, АЦМ, 1177	Cu, Mg, Zn, Si, Zr, Sc, Ca, Na, Li, K, Cd, Bi, Pb, Sn, Sb, Mn, Ni, Ti, Be, Cr
Сплавы на магниевой основе: МЛ5, МЛ8, МЛ10, МА8, МА18	Al, Cd, Zn, Cu, Mn, Si, Ti, Zr, Fe, Ni, Cr
Сплавы на титановой основе: ВТ1-0, ОТ4, ВТ6, ВТ20, ВТ22, ВТ30	Al, Cr, V, Mo, W, Si, Fe, Zr, Mn, Nb, H
Сплавы на никелевой основе: ЖС6Ф, ВЖЛ14, ВКНА-1В, ВКНА-2ЛК, ВКНА-4ЛК, ЖС6К, ЖС6КП, ЖСЗДК, ЭИ698, ВКНА-4У, ЖС6К (примеси), ЖС26 (примеси), Инконель 718	Al, Co, Cr, Ti, W, Mo, Re, Ru, Ta, Fe, Cu, Si, La, Y, Zr, C, S, Pb, Bi, Sb, Sn, Cd, As
Стали: ВКЛ-3, ЭИ961, ВНЛ-3, ВНЛ-9, 17-4РН, 347-1	Ni, Cr, Al, Ti, Mn, V, Mo, W, Si, Cu, C, S

Исследования по определению содержания химических элементов в разработанных в ВИАМ стандартных образцах проводили по результатам межлабораторных экспериментов на основании ГОСТ 8.532 с привлечением ведущих исследовательских институтов и заводских аналитических лабораторий авиационной промышленности (до 10-ти лабораторий), обладавших большим опытом в исследованиях химического состава сплавов. Продолжительность от начала разработки комплекта СО категории ГСО или ОСО до получения свидетельства на комплект составляла от 1,5 до 2 лет.

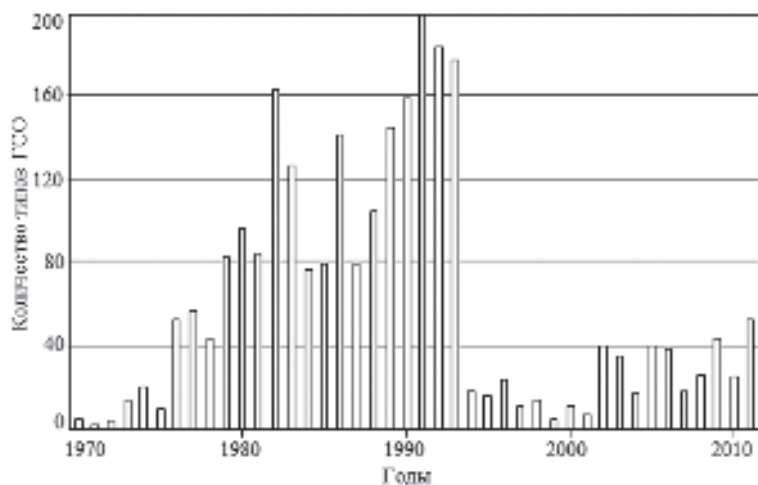


Рис. 1. Динамика утверждения типов ГСО для металлургии (в СССР и РФ) в период с 1970 по 2011 г.

Начиная с 1994 года разработка и производство СО в РФ были практически прекращены (рис. 1) [1], а ряд технологий для производства СО утрачен. Эти процессы в значительной степени коснулись и ВИАМ. После 2000 г. руководством института было начато восстановление направления деятельности ВИАМ в части разработки и выпуска СО состава авиационных сплавов для спектрального анализа.

В результате развития и совершенствования производства СО только за последние шесть лет в ВИАМ разработаны и выпущены комплекты монокристаллических ГСО для спектрального анализа 14-ти марок сплавов на различных основах (табл. 2).

Таблица 2

Перечень ГСО, разработанных и выпущенных в ВИАМ в 2006–2011 гг.

Марка сплава	Номер ГСО	Основа	Аттестованные элементы
ЖС32	9078–2008	Ni	Al, Co, Cr, W, Mo, Re, Ta, Nb, V, C, Pb, Bi, Sb, Sn, As, Ag, Se, Zn
ВЖМ4	9427–2009	Ni	Al, Co, Cr, W, Mo, Re, Ru, Ta, Mn, Si, Fe
ВКНА-25	9573–2010	Ni	Al, Co, Cr, W, Mo, Re, Ti, Si, Fe
ВЖМ4-ВИ	9928–2011	Ni	Al, Co, Cr, W, Mo, Re, Ru, Ta, Mn, Si, Fe, P
ВКНА-1В-ВИ	9930–2011	Ni	Al, Cr, W, Mo, Ti, Zr, P, Si, Fe, Sn, Co, Hf, La
В96Ц3п.ч.	8842–2006	Al	Cu, Mg, Zn, Zr, Ti, Fe, Si
1420	8841–2006	Al	Mg, Li, Zr, Ca, Sc, Na
1163	8918–2007	Al	Cu, Mg, Mn, Si, Ti, Fe, Ni, Zn
АЛ9	8917–2007	Al	Si, Mg, Fe, Mn, Cu, Ti
1933	9102–2008	Al	Zn, Zr, Mg, Cu, Fe, Ti, Be, Si, Mn, Ca, Na, Cr
1441	9397–2009	Al	Mg, Li, Cu, Zr, Be, Mn, Ni, Ti, Na, Si, Fe
1424	9609–2010	Al	Mg, Li, Zn, Zr, Sc, Mn, Be, Fe, Si, Ca
МЛ5п.ч.	8919–2007	Mg	Al, Mn, Zn, Si, Fe, Ni, Cu, Zr
ВТ18У	9929–2011	Ti	Al, Mo, Zr, Nb, Sn, Fe, Si



Рис. 2. Комплекты ГСО сплавов АЛ9, 1163 и МЛ5

Комплекты ГСО состава сплавов для спектрального анализа, как правило, включают в себя пять монолитных стандартных образцов, содержание химических элементов в которых отличается друг от друга на определенный интервал. Каждый образец представляет собой цилиндр диаметром 30–40 мм, высотой 30 мм. Такая форма обусловлена конструкцией современных рентгенофлуоресцентных и оптико-эмиссионных спектрометров. На рис. 2 представлены комплекты ГСО сплавов АЛ9, 1163, МЛ5 с сертификатами об утверждении типа.

Разработанные комплекты СО используются для градуировки спектрометров, разработки и аттестации методик измерений, поверки и калибровки средств измерений, оперативного контроля при выполнении измерений.

Порядок разработки и выпуска СО регламентирован инструкцией ВИАМ и стандартом предприятия СТП ВИАМ 1-595-21-352-2001. Инструкция определяет следующий порядок процесса разработки и выпуска СО:

- Расчетный шихтовой состав СО (т.е. планируемые аттестационные значения содержания массовых долей элементов) выбирается таким образом, чтобы охватить весь диапазон содержания легирующих элементов и примесей, а также выйти за границы, установленные ТУ на марку сплава, что обеспечивает градуировку спектрального оборудования во всем диапазоне содержания элементов по ТУ.

- При расчете шихтового состава необходимо учитывать спектральные интерференции аналитических линий определяемых элементов друг с другом и элементом основы, а также возможность образования неоднородных по химическому составу СО, что минимизируют путем варьирования содержания элементов в отдельных СО комплекта.

- Содержание элемента основы должно поддерживаться на одном уровне во всех СО, входящих в комплект, что дает возможность снизить фоновое влияние основного элемента на результаты спектральных измерений.

- Для получения однородных по химическому составу СО необходимо учитывать технологические особенности выплавки материала СО конкретной марки сплава, что особенно важно при выплавке слитков СО, в которых содержание легирующих элементов и примесей находится за границами диапазонов содержаний, установленных ТУ на марку сплава. Для решения данной задачи разработчики сплавов отрабатывают технологические режимы выплавки материала СО и по итогам работы выпускают технологические инструкции (ТИ) или технологические регламенты (ТР) на выплавку и изготовление СО.

- Для исключения вероятности брака при выплавке материала СО и получения СО с заданным содержанием примесей необходимо проводить входной контроль качества шихтовых материалов, предназначенных для выплавки материала СО.

Испытательный центр ВИАМ оснащен современным аналитическим оборудованием, методиками измерений, разработанными и аттестованными в соответствии с ГОСТ Р 8.563–2009, обладает опытными кадрами

для определения содержания элементов в СО состава никелевых, алюминиевых, титановых, магниевых сплавов и сталей атомно-эмиссионными, атомно-абсорбционными, масс-спектрометрическими, рентгенофлуоресцентными и химическими методами анализа. В целях проведения межлабораторной метрологической аттестации СО привлекаются аккредитованные испытательные лаборатории и центры, такие как ИМЕТ УРО РАН, ФГУП «ЦНИИчермет», ООО «НПК ЦНИИТМАШ» и др.

На базе ВИАМ и Государственного научного метрологического института ФГУП «ВНИИОФИ», оснащенного эталонным средством измерения ВЭТ 162-1-2002, создан Центр по разработке и аттестации стандартных образцов наноструктурированных сплавов и композиционных материалов, применяемых в сфере государственного регулирования (рис. 3).

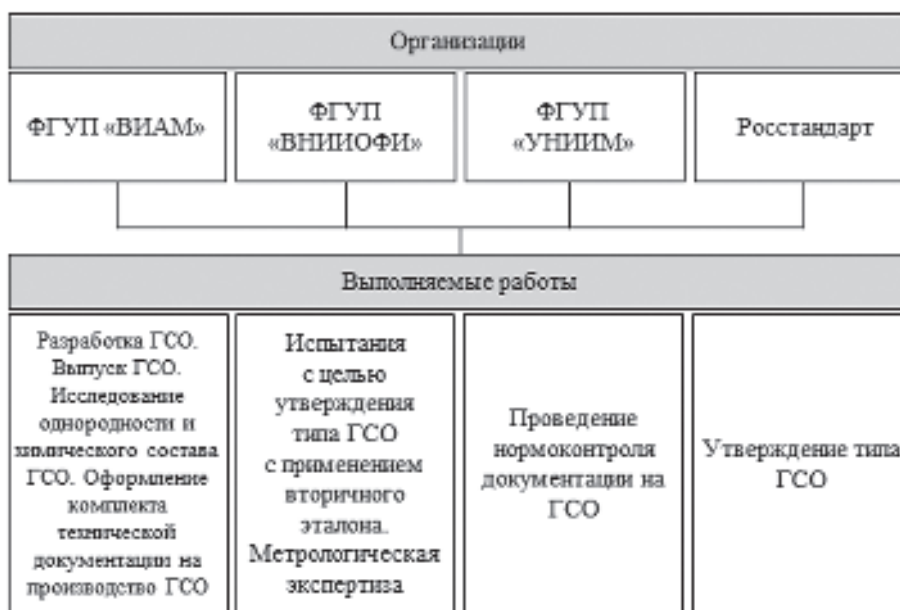


Рис. 3. Схема разработки и аттестации стандартных образцов наноструктурированных сплавов и композиционных материалов

В рамках Центра в ВИАМ выполняются разработка, выплавка и изготовление материала СО сплавов, а также исследования их химического состава, разработка инструкций по применению СО и проектов паспортов. Во ФГУП «ВНИИОФИ» выполняются работы по установлению аттестованных значений ГСО с использованием методик аттестации, основанных на применении вторичного эталона ВЭТ 162-1-2002, проводится метрологическая экспертиза протоколов исследования химического состава СО и однородности распределения элементов в СО по ГОСТ 8.531, проектов паспортов с инструкциями по применению СО. По результатам экспертизы оформляется экспертное заключение, которое утверждается уполномоченным научно-техническим органом ФГУП «ВНИИОФИ». Подготовленные комплекты документов на разработанные СО ФГУП «ВНИИОФИ» передает в Научный методический центр Государственной службы стандартных образцов (НМЦ ГССО)

состава и свойств веществ и материалов – ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»). НМЦ ГССО проводит нормоконтроль представленной документации на СО и представляет материалы для утверждения типа ГСО в управление метрологии Росстандарта. В Росстандарте рассматривают представленные материалы и принимают решение об утверждении типа ГСО. Подлинник свидетельства об утверждении типа СО с приложением описания типа передаются разработчику в ВИАМ.

Представленная схема разработки и выпуска комплектов ГСО с учетом выполнения требований РМГ 53–2002 позволяет существенно сократить сроки разработки и выпуска СО: с 1,5–2 лет до 7–10 мес – для жаропрочных никелевых сплавов и 6–8 мес – для легких сплавов, а также значительно сократить число лабораторий, привлекаемых для выполнения аттестационных анализов.

В 2012 г. планируется разработать и выпустить 5 типов ГСО: никелевых сплавов (ВЖМ5У, ВЖ172, ВЖ175), высокотехнологичных алюминиевых сплавов (1370 и В-1341), а также два комплекта СО катодных сплавов на никелевой основе (ВЖЛ-2 и АЖ-8).

В последние годы за рубежом и в Российской Федерации получили развитие новые методы анализа, такие как масс-спектрометрия с лазерным и искровым пробоотбором, масс-спектрометрия с тлеющим разрядом, которые позволяют проводить экспресс-анализ примесей в материалах на уровне содержаний от 0,1–1,0 ppm.

В настоящее время обработка результатов измерений, полученных этими методами (вследствие отсутствия соответствующих СО), проводится с использованием теоретических подходов [2, 3], которые не обеспечивают правильность и прослеживаемость результатов особенно для таких сложных матриц, какими являются жаропрочные сплавы. Требуется разработка соответствующих СО с аттестованным содержанием (в диапазоне – от 0,1 до 100 ppm) более 30 элементов (Bi, Pb, Cd, Zn, Cu, La, Ce, Pr, Tl, As, Sb, Sn, Se, Te, Ag и др.).

Разработка таких СО для экспресс-анализа монолитных образцов методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой является одним из перспективных направлений, которое в ближайшие годы должно получить развитие в лаборатории «Спектральные, химико-аналитические исследования и эталонные образцы» (ВИАМ).

ЛИТЕРАТУРА

1. *Осинцева Е.В.* Задачи и функции Научного методического центра государственной службы стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов // Стандартные образцы. 2012. № 2.
2. ASTM F1593-08 Standard Test Method for Trace Metallic Impurities in Electronic Grade Aluminum by High Mass-Resolution Glow-Discharge Mass Spectrometer.
3. *Hoffmann V., Kasik M., Robinson P.K.* Corniel Venzago – Glow discharge mass spectrometry // Anal Bioanal Chem. 2005. № 381. P. 173–188.