

Стандартные образцы состава авиационных сплавов

Ф. Н. КАРАЧЕВЦЕВ, А. Ф. ЛЕТОВ, О. М. ПРОЦЕНКО, М. С. ЯКИМОВА

Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов,
Москва, Россия, e-mail: kara4ev@mail.ru

Приведены сведения о проводимых в ВИАМ работах в области разработки стандартных образцов состава авиационных сплавов. Показаны принципы разработки комплектов стандартных образцов легированных сплавов.

Ключевые слова: стандартные образцы, сплавы, технологии изготовления.

The information about certified reference materials of aviation alloys developed is presented. The basic principles of development and production of certified reference alloyed materials are described.

Key words: certified reference materials, alloys, development principles.

Для контроля качества продукции из сплавов необходимо использовать методики измерений, основанные на различных оптико-физических методах, предусматривающих градуировку средств измерений (СИ) с применением стандартных образцов (СО) состава соответствующих материалов. При выполнении измерений правильность химического анализа конкретной марки сплава обеспечивают применением СО. При этом необходимо, чтобы аттестованные значения массовой доли легирующих элементов и примесей перекрывали регламентированные техническими условиями (ТУ) допуски по содержанию элементов в анализируемом сплаве. В соответствии с законом [1] для проведения измерений, относящихся к сфере государственного метрологического надзора, необходимо использовать СО утвержденных типов, а также аттестованные по стандарту [2] методики измерений.

Разработкой и производством СО жаропрочных никелевых сплавов ВИАМ занимается более 60 лет [3]. За эти годы накоплен большой опыт производства СО различных типов, отличающихся по перечню и содержанию контролируемых элементов. Стандартные образцы никелевых сплавов утвержденных типов выпускают, как правило, в виде комплектов, состоящих из нескольких экземпляров СО. До конца 1980-х гг. на предприятиях использовали преимущественно отечественные спектрометры, для градуировки которых изготавливали СО в виде стержней диаметром 10—20 мм и длиной 80—120 мм. С появлением рентгенофлуоресцентных спектрометров и квантометров возникла потребность в СО, имеющих форму цилиндра диаметром аналитической поверхности 30—45 мм и высотой до 40 мм. Образцы такой формы разрабатывают в ВИАМ в последнее десятилетие.

Переход к технологии изготовления СО в виде цилиндра был сопряжен с рядом технологических сложностей, а именно, отливки плотного материала из никелевых сплавов. Например, при выплавке в вакуумных индукционных печах с последующей заливкой в стальные трубы диаметром 90 мм и длиной 300 мм в материале никелевого сплава образуются усадочные раковины, а также поры размером до 150 мкм, что недопустимо для оптико-эмиссионного спектрального анализа.

С целью получения плотного и бездефектного материала заготовку СО переплавляют на установках направленной

кристаллизации [4], т. е. расплавляют и заливают в литейные формы. После чего форму с расплавленным металлом с контролируемой скоростью 2—30 мм/мин опускают в расплавленный алюминий, материал СО кристаллизуется фронтом без образования литейных пор. В результате получают заготовки диаметром 42 мм и длиной 230 мм. Последующей механической обработкой (обточкой, резкой, шлифованием) заготовок получают экземпляры СО заданных размеров.

Применение описанной технологии обеспечивает однородность распределения легирующих элементов и примесей в материале СО (отклонение содержания элемента не превышает 1,5 % относительно среднего значения). В табл. 1 приведены значения неопределенности (погрешности) от неоднородности СО состава сплава ВЖ172, рассчитанные по стандарту [5] на основании результатов исследования образцов рентгенофлуоресцентным методом.

Таблица 1

Неопределенность от неоднородности СО состава сплава ВЖ172, % отн.

Индекс СО	Co	Cr	W	Mo	Ti	Nb	Fe
ВЖ172-1	0,2	0,4	0,5	0,2	0,4	1,5	0,2
ВЖ172-2	0,2	0,3	0,5	0,1	0,8	0,8	0,2
ВЖ172-3	0,3	0,2	0,5	0,1	0,4	0,4	0,4
ВЖ172-4	0,3	0,2	0,5	0,1	0,7	0,7	0,7
ВЖ172-5	0,4	0,2	0,7	0,2	1,1	0,8	0,2

В полученном материале государственных СО (ГСО) отсутствуют усадочные раковины и зоны пористости. Выход годного материала СО повысился с 10—20 до 70—85 %.

За последние семь лет в ВИАМ были разработаны и выпущены 19 типов монолитных ГСО для спектрального анализа сплавов на различных основах в виде комплектов. Перечень разработанных с 2006 по 2012 гг. ГСО составов сплавов для спектрального анализа представлен в работах [6, 7]. Комплекты СО состоят, как правило, из пяти СО различного состава, каждый образец — цилиндр диаметром 30—40 мм и высотой 30 или 20 мм.

Выбор и расчет составов отдельных экземпляров комплектов СО проводят таким образом, чтобы был охвачен весь

Перечень ГСО, выпущенных ВИАМ в 2014 г.

Марка сплава	Номер ГСО	Основа	Аттестованные элементы
ЖС6У, ЖС6К	10474—2014	Ni	Al, Cr, Co, W, Mo, Nb, Ti, C, Zr, S, Hf, V, Y
Типа ВЖМ	10492—2014		P, V, Mn, Fe, Cu, Zn, Ga, Ge, As, Se, Zr, Nb, Ru, Ag, Cd, Sn, Sb, Te, Hf, Ti, Pb, Bi, In, S, Si, B, Mg, Ca, Sc, Y, La, Ce, Pr, Nd, Dy, Gd, Ho, Er
В-1167	10489—2014	Al	Cu, Mg, Mn, Zr, Sc, Ag, Ca, Ti, Ni, Fe, Si
В-1461	10490—2014		Cu, Mg, Mn, Zn, Li, Zr, Be, Sc, Ni, Cr, Fe, Ca, Si, Ti, Ce, Na
В-1469	10491—2014		Cu, Mg, Mn, Li, Zr, Sc, Ag, Fe, Si
ВЖЛ21-ВИ	Планируется выпуск в 2015 г.	Ni	Al, Cr, Co, W, Mo, Ta, Ti, C, La, Si, Mn, Fe, P, Zr, B
ВЖМ7-ВИ			Al, Cr, Co, W, Mo, Ta, Re, Ti, Si, Mn, Fe, P, B, Ce, La
ВЖМ8-ВИ			Al, Cr, Mo, W, Ta, Co, Re, Ru, Si, Mn, Fe, P, B
ВИН3-ВИ			Al, Cr, Mo, W, Ta, Co, Re, La, Si, Mn, Fe, P, Ce
В-1977	То же	Al	Zn, Mg, Cu, Zr, Mn, Fe, Si, Cr, Be, Ti, B
В-1480			Cu, Li, Mg, Ag, Zn, Ca, Mn, Zr, Sc, Ti, Ce, Fe, Si
В-1481			Cu, Li, Mg, Ag, Zr, Zn, Ti, Mn, Sc, Fe, Si

диапазон содержания основных легирующих элементов сплавов по ТУ с учетом их содержания выше и ниже (на 5—10 % отн.) пределов. При этом диапазон содержания примесей должен выходить за пределы, допускаемые соответствующими ТУ на сплав (на 50—100 %).

Также следует учитывать возможность образования малорастворимых фаз, которые могут привести к ликвациям (неоднородному распределению) легирующих элементов в объеме отливки материала СО. Например, в высоколегированных никелевых сплавах необходимо поддерживать содержание алюминия и титана, а также тугоплавких элементов примерно на одном уровне. Изготовленные таким образом СО позволяют определить состав производственных плавок и сделать заключение о соответствии или несоответствии названных выше сплавов требованиям ТУ.

По результатам отработки и изготовления СО оформляется технологическая инструкция (ТИ), которая регламентирует технологический процесс изготовления СО, в том числе, для никелевых сплавов (контроль шихтовых материалов и выплавку из них исходных заготовок в вакуумных индукционных печах; механическую обработку поверхности литых заготовок; переплав литых исходных заготовок в установке высокоградиентной направленной кристаллизации) и алюминиевых сплавов (гомогенизационный отжиг литых заготовок; деформацию литых заготовок СО; старение материала СО). Разработанные ТИ являются руководством по выпуску повторных партий СО, которые должны соответствовать описанию типа СО состава сплава.

За 2014 г. разработаны 5, а также планируются к выпуску в 2015 г. еще 7 новых типов СО (табл. 2). Созданные комплекты СО используют для градуировки спектрометров, аттестации методик измерений, поверки и калибровки СИ, контроля при выполнении измерений, экспресс-анализа во время выплавки материала.

Полученные материалы СО передают в Испытательный центр ВИАМ для проведения исследований однородности распределения элементов и установления значений массовой доли элементов. Испытательный центр ВИАМ оснащен современным аналитическим оборудованием. В центре работают опытные специалисты по определению массовой доли элементов в СО состава никелевых, алюминиевых, титановых и магниевых сплавов и сталей атомно-эмиссионными, атомно-абсорбционными, масс-спектрометрическими, рентгенофлуоресцентными и химическими методами анализа. В целях проведения межлабораторных испытаний химического состава особых СО привлекаются аккредитованные испытательные лаборатории и центры, такие как Институт металлургии Уральского отделения РАН, Центральный научно-исследовательский институт черной металлургии им. И. П. Бардина, Центральный научно-исследовательский институт технологии машиностроения и др.

В процессе разработки ГСО состава сплавов ВИАМ тесно сотрудничает с ВНИИОФИ. При этом ВИАМ выполняет задачи по разработке, изготовлению комплектов СО сплавов для спектрального анализа и исследованиям их химического состава, а ВНИИОФИ проводит испытания СО в целях утверждения типа 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—2011) [8].

Описанный порядок испытаний химического состава комплектов СО в целях утверждения типа позволяет существенно сократить сроки разработки с 1,5—2 лет до 7—10 мес (для жаропрочных никелевых сплавов) и 6—8 мес (для легких сплавов), а также снизить неопределенности аттестованных значений массовой доли элементов в СО вследствие применения ГЭТ 196—2011.

Применение разработанных СО для контроля качества высоколегированных никелевых сплавов позволяет сократить время химического анализа с нескольких дней до 15—20 мин, включая операции извлечения пробы из плавильной печи, ее охлаждения, обрезки на отрезном станке, шлифовки, проведения 4—6 измерений и выдачи результатов. Неопределенности результатов измерений химического состава материалов и полуфабрикатов в результате применения СО для градуировки спектрального оборудования снижаются в 2—3 раза по сравнению с затратами при анализе химическими методами.

Выводы. По разработке и выпуску ГСО состава авиационных сплавов ВИАМ занимает лидирующую позицию. За период 2006—2014 гг. разработано 24 типа ГСО. Разработанные технологии изготовления СО состава сплавов на никелевой и алюминиевых основах обеспечивают получение однородного, бездефектного материала заданного химического состава, а также позволяют выпускать повторные партии СО.

Л и т е р а т у р а

1. **Федеральный** закон от 26 июня 2008 г. № 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений».
2. **ГОСТ 8.563—2009.** ГСИ. Методики (методы) измерений.

3. **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.

4. **Каблов Е. Н., Герасимов В. В., Висик Е. М., Демонис И. М.** Роль направленной кристаллизации в ресурсосберегающей технологии производства деталей ГТД // *Авиационные материалы и технологии*. 2008. № 1. С. 3—9.

5. **ГОСТ 8.531—2002.** ГСИ. Стандартные образцы состава монолитных и дисперсных материалов. Способы оценивания однородности.

6. **Летов А. Ф., Карачевцев Ф. Н.** Опыт разработки стандартных образцов авиационных сплавов // *Мир измерений*. 2012. № 8. С. 31—35.

7. **Карачевцев Ф. Н., Летов А. Ф., Проценко О. М., Якимов М. С.** Разработка стандартных образцов состава авиационных сплавов // *Стандартные образцы*. 2013. № 4. С. 30—34.

8. **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.

Дата принятия 21.10.2014 г.

