



УДК 621.791.3:543.847

doi: 10.18577/2307-6046-2015-0-11-11-11

РАЗРАБОТКА МЕТОДА ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ФОСФОРА В ПРИПОЕ ВПр18

В.И. Титов

кандидат технических наук

Н.В. Гундобин

кандидат химических наук

Л.В. Пилипенко

Ноябрь 2015

Всероссийский институт авиационных материалов (ФГУП «ВИАМ» ГНЦ) – крупнейшее российское государственное материаловедческое предприятие, на протяжении 80 лет разрабатывающее и производящее материалы, определяющие облик современной авиационно-космической техники. 1700 сотрудников ВИАМ трудятся в более чем тридцати научно-исследовательских лабораториях, отделах, производственных цехах и испытательном центре, а также в четырех филиалах института. ВИАМ выполняет заказы на разработку и поставку металлических и неметаллических материалов, покрытий, технологических процессов и оборудования, методов защиты от коррозии, а также средств контроля исходных продуктов, полуфабрикатов и изделий на их основе. Работы ведутся как по государственным программам РФ, так и по заказам ведущих предприятий авиационно-космического комплекса России и мира.

В 1994 г. ВИАМ присвоен статус Государственного научного центра РФ, многократно затем им подтвержденный.

За разработку и создание материалов для авиационно-космической и других видов специальной техники 233 сотрудникам ВИАМ присуждены звания лауреатов различных государственных премий. Изобретения ВИАМ отмечены наградами на выставках и международных салонах в Женеве и Брюсселе. ВИАМ награжден 4 золотыми, 9 серебряными и 3 бронзовыми медалями, получено 15 дипломов.

Возглавляет институт лауреат государственных премий СССР и РФ, академик РАН, профессор Е.Н. Каблов.

РАЗРАБОТКА МЕТОДА ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ФОСФОРА ПРИПОЕ ВПр18

doi: 10.18577/2307-6046-2015-0-11-11-11

Показана возможность определения содержания малых количеств фосфора в припое ВПр18 на основе свинца, который применяется для пайки проводов.

Малые добавки фосфора позволяют повысить коррозионную стойкость и прочность материала, при этом припой может работать до температуры 270°C.

Качество свариваемости и пайки зависит от состава припоя (основных легирующих и примесных элементов). В связи с этим необходимо регламентировать химический состав припоев и контролировать его содержание.

Разработана методика определения содержания малых количеств (0,007% (по массе)) фосфора в припое ВПр18. При содержании в материале припоя большого количества фосфора необходимо строить другой градуировочный график.

Ключевые слова: *фосфор, припой, фосфорно-ванадиево-молибденовый комплекс, методика, пайка, свариваемость, сплавы.*

V.I. Titov, N.V. Goundobin, L.V. Pilipenko

Development of a method for determination of phosphorus in the solder VPr18

In this paper, the possibility for determination of small amounts of phosphorous in the lead-based VPr18 solder used for soldering wires is shown. Small amounts of phosphorous additives can improve corrosion resistance and strength of the material. Thus solder can operate up to temperatures of 270°C. Welding and solder quality depend on the solder composition by major alloying and impurity elements. In this connection it is necessary to clearly regulate the chemical composition of solders and control the content of chemical elements in their composition. A method of determination of small amounts (0,007 wt. %) of phosphorus in the solder VPr18 was developed. When the content of of phosphorus in the the solder material is large it is necessary to build another calibration graph.

Keywords: *phosphorus, solders, phosphorus-vanadium-molybdenum complex, technique, soldering, weldability, alloys.*

¹Федеральное 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.ru

Введение

В авиационной промышленности применяется большое количество припоев на основе олова, свинца, меди, серебра и титана [1]. Основные направления развития авиационного материаловедения на ближайшую перспективу до 2030 года изложены в работах [2–5].

Перспективы разработки припоев для сплавов на различных основах, исследование технологий изготовления, проблем свариваемости и пайки, ремонтных технологий паяных соединений приведены в работах [6–15].

Припои, применяемые в авиационно-космической технике, должны обладать рядом характеристик: прочностью, коррозионной стойкостью в специальных средах, электро- и теплопроводностью, пластичностью при деформации в горячем и холодном состоянии и др.

Материал для сваривания и пайки должен отвечать требованиям, предъявляемым к составу по основным легирующим элементам и процентному содержанию примесных элементов. Таким образом, химический состав различных марок припоев должен быть строго регламентирован, необходимо контролировать содержание химических элементов, входящих в их составы.

Целью настоящей работы являлась разработка метода определения содержания фосфора в припое ВПр18 на основе свинца, используемого для пайки проводов. Введение фосфора в небольшом количестве значительно повышает коррозионную стойкость и прочность материала, позволяет применять этот материал до 270°C.

Описанные в научно-технической литературе различные методики определения содержания фосфора низкой концентрации не удовлетворяют требованиям по точности и воспроизводимости результатов, а также по длительности самого процесса.

В результате проведенных исследований и экспериментов разработана методика определения содержания фосфора в припое ВПр18 в виде фосфорно-ванадиево-молибденового комплекса.

Материалы и методы

Для проведения исследований использовали следующие материалы:

- водный раствор соляной кислоты (1:1);
- водный раствор азотной кислоты (1:1);
- водный раствор серной кислоты (1:2);
- 4%-ный водный раствор перманганата калия;
- нитрат натрия;
- ванадат-молибдат аммония;
- спирт изобутиловый;
- свинец металлический;
- стандартный раствор фосфора.

Результаты

Выполнение анализа

Навеску припоя массой 0,25 г растворяли в 30 мл соляной кислоты при нагреве, добавляли 5 мл азотной кислоты и упаривали до объема 3 мл, после чего добавляли 10 мл азотной кислоты (1:1) и перманганат калия до окрашивания раствора в розовый цвет. Далее раствор нагревали до кипения для полного растворения фосфора, добавляли несколько капель нитрата натрия до получения прозрачного бесцветного раствора. Затем приливали 20 мл серной кислоты, нагревали содержимое до появления паров серного ангидрида и переводили полученный раствор в мерную колбу объемом 250 мл при содержании фосфора более 0,01% (по массе) и 100 мл – при меньшем количестве фосфора. Охлажденный раствор доводили водой до необходимого объема и перемешивали. Далее отфильтровывали аликвотные части объемом 100 (при содержании фосфора в сотых и десятых долях процента) и 25 мл (при содержании фосфора в тысячных долях процента) через два плотных фильтра и помещали в мерную колбу и в делительную воронку соответственно. В мерную колбу объемом 200 мл приливали 25 мл раствора ванадата-молибдата аммония и через 15 мин доводили водой до метки, перемешивали и измеряли оптическую плотность на спектрофотометре. В делительную воронку приливали 50 мл воды, 25 мл ванадата-молибдата аммония, 15 мл изобутило-

вого спирта, встряхивали в течение 3 мин и отстаивали до разделения слоев. Окрашенные органические слои переносили в мерную колбу на 25 мл и доводили до метки изобутиловым спиртом. Оптическую плотность измеряли на спектрофотометре. Продолжительность проведения анализа составляет 40–45 мин. Расчет содержания фосфора проводили по градуировочному графику.

Построение градуировочного графика

Для определения фосфора в интервале концентраций 0,001–0,007% (по массе) в навески металлического свинца массой 0,25 г вводили стандартный раствор фосфора в количестве 0,25; 0,75 и 1,25 мл. При содержании фосфора >0,007% (по массе) в навески металлического свинца массой 0,25 г вводили стандартный раствор фосфора 2,5; 7,5; 12,5 и 17,5 мл. По определенным значениям оптической плотности растворов строили градуировочные графики.

Обсуждение и заключения

В зависимости от области использования припоев в авиационном материаловедении необходимо учитывать специфические свойства этих материалов для каждого конкретного случая.

Припой на основе свинца ВПр18 должен обладать высокими коррозионными свойствами, удовлетворительным уровнем прочности и работать при высоких температурах. Материал сварного шва должен быть однородным по составу и структуре для предотвращения эффекта растрескивания по шву и околошовной зоне. В связи с этим необходимо строго регламентировать состав материала припоев по основным химическим элементам и примесям.

Для припоя ВПр18 введение фосфора в небольшом количестве способствует повышению его коррозионной стойкости и прочности. С целью контроля содержания фосфора в припое ВПр18 разработана методика, позволяющая контролировать содержание фосфора в интервале концентраций 0,001–0,007% (по массе).

ЛИТЕРАТУРА

1. Рыльников В.С., Лукин В.И. Припои, применяемые для пайки материалов авиационного назначения //Труды ВИАМ. 2013. №8. Ст. 02 (viam-works.ru).
2. 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.
3. Каблов Е.Н., Мубояджян С.А. Жаростойкие и теплозащитные покрытия для лопаток турбины высокого давления перспективных ГТД //Авиационные материалы и технологии. 2012. №5. С. 60–70.
4. Каблов Е.Н., Бондаренко Ю.А., Ечин А.Б., Сурова В.А. Развитие процесса направленной кристаллизации лопаток ГТД из жаропрочных сплавов с монокристаллической и композиционной структурой //Авиационные материалы и технологии. 2012. №1. С. 3–8.
5. Каблов Е.Н., Евгенов А.Г., Рыльников В.С., Афанасьев-Ходыкин А.Н. Исследование мелкодисперсных порошков припоев для диффузионной вакуумной пайки, полученных методом атомизации расплава //Вестник МГТУ им. Н.Э. Баумана. Сер. «Машиностроение». 2011. №SP2. С. 79–87.
6. Сорокин Л.И. Свариваемость жаропрочных сплавов, применяемых в авиационных газотурбинных двигателях //Сварочное производство. 1997. №4. С. 4–11.
7. Лукин В.И., Семенов В.Н., Старова Л.Л. и др. Образование горячих трещин при сварке жаропрочных сплавов //МиТОМ. 2007. №12. С. 7–14.
8. Рыльников В.С. Вопросы по пайке, решенные в процессе изготовления изделия «Буран» //Авиационные материалы и технологии. 2013. №S1. С. 33–34.
9. Лукин В.И., Банас И.П., Ковальчук В.Г., Голев Е.В. Аргано-дуговая сварка высокопрочной цементуемой стали ВНС-63 //Труды ВИАМ. 2013. №8. Ст. 01 (viam-works.ru).

10. Афанасьев-Ходыкин А.Н., Лукин В.И., Рыльников В.С. Высокотехнологичные полуфабрикаты жаропрочных припоев (ленты и пасты на органическом связующем) //Труды ВИАМ. 2013. №9. Ст. 02 (viam-works.ru).
11. Рыльников В.С., Афанасьев-Ходыкин А.Н., Галушка И.А. Технология пайки конструкции типа «блиск» из разноименных сплавов //Труды ВИАМ. 2013. №10. Ст. 02 (viam-works.ru).
12. Рыльников В.С., Афанасьев-Ходыкин А.Н., Красиков М.И. Исследование ремонтной технологии исправления дефектов паяных соединений топливных коллекторов //Труды ВИАМ. 2013. №12. Ст. 02 (viam-works.ru).
13. Хорунов В.Ф., Максимова С.В. Пайка жаропрочных сплавов на современном этапе //Сварочное производство. 2010. №10. С. 24–27.
14. Лукин В.И., Банас И.П., Ковальчук В.Г., Голев Е.В. Аргонно-дуговая сварка высокопрочной цементуемой стали ВНС-63//Труды ВИАМ. 2013. №8. Ст. 01 (viam-works.ru).
15. Кривуша Л.С., Сухомлин М.М., Воробьев Г.М. Проблема качества паяных соединений и разработка припоев //Автоматическая сварка. 2005. №3. С. 48–53.

REFERENCES LIST

1. Rylnikov V.S., Lukin V.I. Pripoi, primenyayemye dlya pajki materialov aviacionnogo naznacheniya [Solders used for soldering materials aviation application] //Trudy VIAM. 2013. №8. St. 02 (viam-works.ru).
2. Kablov E.N. Innovacionnye razrabotki FGUP «VIAM» GNC RF po realizacii «Strategicheskikh napravlenij razvitiya materialov i tehnologij ih pererabotki na period do 2030 goda» [Innovative development of FSUE «VIAM» SSC of RF on realization of «Strategic directions of development of materials and technologies of their processing for the period until 2030»] //Aviacionnye materialy i tehnologii. 2015. №1 (34). S. 3–33.
3. Kablov E.N., Mubojadzhan S.A. Zharostojkie i teplozashhitnye pokrytiya dlya lopatok turbiny vysokogo davleniya perspektivnyh GTD [Heat-resistant and heat-shielding coverings for shovels of the turbine of a high pressure of perspective GTE] //Aviacionnye materialy i tehnologii. 2012. №S. S. 60–70.
4. Kablov E.N., Bondarenko Ju.A., Echin A.B., Surova V.A. Razvitie processa napravlennoj kristallizacii lopatok GTD iz zharoprochnyh splavov s monokristallicheskoj i kompozicionnoj strukturoj [Development of process of the directed crystallization of shovels of GTE of heat resisting alloys with single-crystal and composite structure] //Aviacionnye materialy i tehnologii. 2012. №1. S. 3–8.
5. Kablov E.N., Evgenov A.G., Rylnikov V.S., Afanasev-Hodykin A.N. Issledovanie melkodispersnyh poroshkov pripoev dlya diffuzionnoj vakuumnoj pajki, poluchennyh metodom atomizacii rasplava [Research of fine powders of the solders for the diffusive vacuum soldering received by a fusion atomization method] //Vestnik MGTU im. N.Je. Baumana. Ser. «Mashinostroenie». 2011. №SP2. S. 79–87.
6. Sorokin L.I. Svarivaemost zharoprochnyh splavov, primenjaemyh v aviacionnyh gazoturbinyh dvigatelyah [The weldability of the heat resisting alloys applied in aviation gas-turbine engines] //Svarochnoe proizvodstvo. 1997. №4. S. 4–11.
7. Lukin V.I., Semenov V.N., Starova L.L. i dr. Obrazovanie gorjachih treshhin pri svarke zharoprochnyh splavov [Formation of hot cracks when welding heat resisting alloys] //MiTOM. 2007. №12. S. 7–14.
8. Rylnikov V.S. Voprosy po pajke, reshennye v processe izgotovleniya izdeliya «Buran» [Some problems of brazing solved in the course of manufacture of «Buran» reusable spaceship] //Aviacionnye materialy i tehnologii. 2013. №S1. S. 33–34.
9. Lukin V.I., Banas I.P., Kovalchuk V.G., Golev E.V. Argono-dugovaja svarka vysokoprochnoj cementuemoj stali VNS-63 [TIG welding of high-strengthened cemented steel VNS-63] //Trudy VIAM. 2013. №8. St. 01 (viam-works.ru).
10. Afanasev-Hodykin A.N., Lukin V.I., Rylnikov V.S. Vysokotehnologichnye polufabrikaty zharoprochnyh pripoev (lenty i pasty na organicheskom svyazujushhem) [Hi-tech semi-finished high-temperature solders (tape and paste on an organic)] //Trudy VIAM. 2013. №9. St. 02 (viam-works.ru).

11. Ryl'nikov V.S., Afanasev-Hodykin A.N., Galushka I.A. Tehnologiya pajki konstrukcii tipa «blisk» iz raznoimennykh splavov [Technology of braze design type «blisk» from dissimilar alloys] //Trudy VIAM. 2013. №10. St. 02 (viam-works.ru).
12. Ryl'nikov V.S., Afanasev-Hodykin A.N., Krasikov M.I. Issledovanie remontnoj tehnologii ispravleniya defektov pajanykh soedinenij toplivnykh kollektorov [Research of repair technology of defects correction of soldered joints of fuel collector] //Trudy VIAM. 2013. №12. St. 02 (viam-works.ru).
13. Khorunov V.F., Maksimova S.V. Paika zharoprochnykh splavov na sovremennom etape [The soldering of hot strength alloys at the present stage] //Svarochnoe proizvodstvo. 2010. №10. S. 24–27.
14. Lukin V.I., Banas I.P., Kovalchuk V.G., Golev E.V. Argono-dugovaya svarka visokoprochnoi cementuemoy staly VNS-63 [Argon-arc welding of high-strength VNS-63 cementey steel] // Trudy VIAM. 2013. №8. St. 01 (viam-works.ru).
15. Krivusha L.S., Sukhomlin M.M., Vorobev G.M. Problema kachestva payanykh soedineniy I razrabotka pripoev [Problem of quality of sweated connections and development of solders] //Avtomatocheskaya svarka. 2005. №3. S. 48–53.