



УДК 669.293:621.791.35/.37

DOI: 10.18577/2307-6046-2015-0-5-10-10

## **ОПРЕДЕЛЕНИЕ НИОБИЯ В ПРИПОЕ ВПр17**

**В.И. Титов**

*кандидат технических наук*

**Н.В. Гундобин**

*кандидат химических наук*

**Л.В. Пилипенко**

**Май 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.

*В.И. Титов<sup>1</sup>, Н.В. Гундобин<sup>1</sup>, Л.В. Пилипенко<sup>1</sup>*

## **ОПРЕДЕЛЕНИЕ НИОБИЯ В ПРИПОЕ ВПр17**

*Показана возможность определения содержания ниобия в припое ВПр17, который применяется при газопламенной пайке тонкостенных трубопроводов из стали 12Х18Н9Т и других сложнелегированных сталей. Свариваемость и пайка как один из показателей физических свойств материала – это функция его состава по основным легирующим элементам, а также состава и процентного содержания примесных элементов. В связи с этим необходимо регламентировать химический состав различных марок припоев и строго контролировать содержание химических элементов, входящих в их состав. Разработана методика определения содержания ниобия в припое ВПр17 в интервале концентраций 0,5–1% (по массе).*

**Ключевые слова:** *ниобий, припой, пикрамин ε, методика, паяемость, свариваемость, сплавы.*

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

## **DETERMINATION OF NIOBIUM IN VPr17 SOLDER**

*A possibility of determination of niobium content in VPr17 solder, which is used for flame soldering of thin-walled piping from 12X18H9T steel and other complex-alloyed steels was described. Weldability and solderability, as one of the indices of the physical properties of the material, are a function of its composition in terms of main alloying components and impurity elements. In this regard, it is necessary to regulate the chemical composition of different solders and to control strictly the content of chemical elements in their composition. In this work, we have developed a method for determination of niobium content in VPr17 solder within the concentration range of 0.5–1% mass.*

**Keywords:** *niobium, solders, pikramin ε, technique, solderability, weldability, alloys.*

---

<sup>1</sup>Федеральное 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**

ВИАМ является разработчиком большого количества припоев для авиационных материалов на различных основах. В авиационной промышленности применяется ~50 марок припоев на основе олова, свинца, меди, серебра, никеля и титана [1]. Основные направления развития авиационного материаловедения на перспективу до 2030 года изложены в работах [2–6].

Разрабатываются новые материалы авиационного назначения, для многих из которых – при использовании их в конструкциях – необходимо решение проблем получения неразъемных соединений [7–11].

Тенденции разработок припоев для сплавов на различных основах приведены в работах [12–17].

Паяемость материалов существенно зависит от используемого припоя, к которому предъявляются следующие требования:

- температура плавления припоя должна быть ниже температуры плавления соединяемых материалов;
- припой должен обладать хорошей жидкотекучестью, смачивать поверхности соединяемых материалов, растекаться по ним, проникать в узкие зазоры;
- припой не должен в значительной степени снижать прочность (статическую и вибрационную) и пластичность соединяемых материалов, а также способствовать их хрупкому разрушению;
- с паяными материалами припой не должен образовывать соединений, склонных к коррозии;
- температурный коэффициент линейного расширения (ТКЛР) припоя и соединяемых материалов не должен резко отличаться во избежание образования остаточных напряжений.

Помимо общих требований к припоям, в зависимости от их использования, предъявляют ряд специфических требований, например, по электропроводности, теплопроводности, коррозионной стойкости в специальных средах, деформации в горячем и холодном состоянии и др.

В общем случае свариваемость и пайка как один из показателей физических свойств материала (припоя) – это функция его состава по основным легирующим элементам, а также состава и процентного содержания примесных элементов.

Отсюда возникает необходимость регламентирования химического состава различных марок припоев и строгого контроля содержания химических элементов, входящих в их состав.

Цель данной работы – определение содержания ниобия в припое ВПр17, который применяется при газопламенной пайке тонкостенных трубопроводов из стали 12Х18Н9Т и других сложнолегированных сталей [1]. Присутствие ниобия в составе припоя ВПр17 способствует измельчению зерна и повышению коррозионной стойкости припоя.

После проведения большого количества экспериментов по выбору реагента, который давал бы устойчивое окрашенное соединение с ниобием, выбран пикрамин  $\epsilon$ , который по избирательности определения ниобия превосходит все ранее используемые реагенты – сульфохлорфенол С, дисульфифенол С и др.

## Материалы и методы

В работе использовали следующие материалы:

- водный раствор серной кислоты (1:4);
- концентрированная азотная кислота (плотность 1,14 г/см<sup>3</sup>);
- водный раствор соляной кислоты (1:1);
- 20%-ный водный раствор винной кислоты;
- 0,1%-ный водный раствор пикрамина ε;
- стандартный раствор ниобия (1 мл раствора содержит 100 мкг ниобия).

Для определения содержания ниобия применяли спектрофотометрический метод.

## Результаты

### *Выполнение анализа*

В результате проведенных исследований разработана методика определения ниобия в припое ВПр17.

Сущность методики определения ниобия заключается в том, что навеску сплава массой 1 г растворяли в стакане емкостью 100 мл в 25 мл серной кислоты. Раствор окисляли несколькими каплями азотной кислоты и трижды упаривали до паров SO<sub>3</sub>, каждый раз смывали стенки стакана водой. Затем добавляли 15 мл винной кислоты, немного воды и нагревали до полного растворения солей. Раствор охлаждали, переносили в мерную колбу емкостью 100 мл и доводили до метки водой. Измерение проводили на фоне «холостой» пробы (проба со всеми реактивами без навески сплава).

Для фотометрирования аликвотную часть раствора массой 2 мл помещали в мерную колбу емкостью 50 мл, добавляли 25 мл соляной кислоты, 2 мл реагента пикрамина ε, доводили водой до метки и через 3 ч фотометрировали в кювете длиной 3 см. Раствором сравнения служила «холостая» проба.

Расчет содержания ниобия проводили по градуировочному графику.

Результаты вычисляли по формуле:

$$C_{Nb} = \frac{a \cdot v \cdot 100}{v_1 \cdot g} \%,$$

где  $a$  – количество ниобия, найденное в соответствии с показанием прибора, г;  $v$  – объем мерной колбы, мл;  $v_1$  – объем аликвотной части раствора, мл;  $g$  – навеска сплава, г.

### *Построение градуировочного графика*

Для построения градуировочного графика в мерные колбы емкостью 50 мл вводили по 2 мл «холостой» пробы и добавляли 0,05; 0,1; 0,15; 0,2 и 0,25 мл стандартного раствора ниобия, а затем проводили эксперимент как описано выше в разделе «Выполнение анализа».

### Обсуждение и заключения

Припои, применяемые в авиационной промышленности, должны обладать рядом механических и физико-химических свойств в зависимости от их использования. Они должны обладать хорошей жидкотекучестью, смачивать поверхности соединяемых материалов, растекаться по ним и др.

Для получения необходимых свойств разрабатываемых припоев – получения однородного по составу материала шва, отсутствия трещин в околошовной зоне, исключения образования трещин в материале – необходимо контролировать их химический состав по основным элементам и примесям. С этой целью разработана методика определения содержания ниобия в припое ВПр17. Методика позволяет контролировать содержание ниобия в интервале концентраций 0,5–1% (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. Лукин В.И., Рыльников В.С., Афанасьев-Ходыкин А.Н. Особенности получения паяных соединений из сплава ЖС36 //Технология машиностроения. 2010. №5. С. 21–25.
6. Лукин В.И., Рыльников В.С., Афанасьев-Ходыкин А.Н., Орехов Н.Г. Особенности пайки монокристаллических отливок из сплава ЖС32 //Сварочное производство. 2012. №5. С. 24–30.
7. Лукин В.И., Ковальчук В.Г., Саморуков М.Л., Гриднев Ю.М. Исследование влияния технологии ротационной сварки трением деформируемого жаропрочного никелевого сплава ВЖ175 на

- структуру и прочностные характеристики сварных соединений //Вестник МГТУ им. Н.Э. Баумана. Сер. «Машиностроение». 2011. №SP2. С. 114–121.
8. Сорокин Л.И. Свариваемость жаропрочных сплавов, применяемых в авиационных газотурбинных двигателях //Сварочное производство. 1997. №4. С. 4–11.
  9. Лукин В.И., Сорокин Л.И., Багдасаров Ю.С. Свариваемость литейных жаропрочных никелевых сплавов типа ЖС6М //Сварочное производство. 1997. №6. С. 12–17.
  10. Лукин В.И., Семенов В.Н., Старова Л.Л. и др. Образование горячих трещин при сварке жаропрочных сплавов //МиТОМ. 2007. №12. С. 7–14.
  11. Хорунов В.Ф., Максимова С.В. Пайка жаропрочных сплавов на современном этапе //Сварочное производство. 2010. №10. С. 24–27.
  12. Рыльников В.С. Вопросы по пайке, решенные в процессе изготовления изделия «Буран» //Авиационные материалы и технологии. 2013. №S1. С. 33–34.
  13. Лукин В.И., Банас И.П., Ковальчук В.Г., Голев Е.В. Аргоно-дуговая сварка высокопрочной цементуемой стали ВНС-63 //Труды ВИАМ. 2013. №8. Ст. 01 (viam-works.ru).
  14. 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).
  15. 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).
  16. 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.
  17. 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).

#### REFERENCES LIST

1. Ryl'nikov V.S., Lukin V.I. Pripoi, primenjaemye dlja pajki materialov aviacionnogo naznachenija [The solders applied to the soldering of materials of aviation assignment] //Trudy VIAM. 2013. №8. St. 02 (viam-works.ru).
2. Kablov E.N. Innovacionnye razrabotki FGUP «VIAM» GNC RF po realizacii «Strategicheskikh napravlenij razvitija materialov i tehnologij ih pererabotki na period do 2030 goda» [Innovative development of VIAM Federal State Unitary Enterprise of GNTs Russian Federation on implementation «The strategic directions of development of materials and technologies of their processing for the period till 2030»] //Авиационные материалы и технологии. 2015. №1 (34). S. 3–33.

3. Kablov E.N., Mubojadzhan S.A. Zharostojkie i teplozashhitnye pokrytija dlja lopatok turbiny vysokogo davlenija perspektivnyh GTD [Heat resisting and heat-protective coverings for turbine blades of high pressure of perspective GTD] //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 kristalizacii lopatok GTD iz zharoprochnyh splavov s monokristallicheskoj i kompozicionnoj strukturoj [Development of process of the directed crystallization of blades of GTD from hot strength alloys with single-crystal and composition structure] //Aviacionnye materialy i tehnologii. 2012. №1. S. 3–8.
5. Lukin V.I., Ryl'nikov V.S., Afanas'ev-Hodykin A.N. Osobennosti poluchenija pajanyh soedinenij iz splava ZhS36 [Features of receiving sweated connections from alloy ЖС36] //Tehnologija mashinostroenija. 2010. №5. S. 21–25.
6. Lukin V.I., Ryl'nikov V.S., Afanas'ev-Hodykin A.N., Orehov N.G. Osobennosti pajki monokristallicheskih otlivok iz splava ZhS32 [Features of the soldering of single-crystal otlivka from alloy ЖС32] //Svarochnoe proizvodstvo. 2012. №5. S. 24–30.
7. Lukin V.I., Koval'chuk V.G., Samorukov M.L., Gridnev Ju.M. Issledovanie vlijanija tehnologii rotacionnoj svarki treniem deformiruemogo zharoprochnogo nikelvogo splava VZh175 na strukturu i prochnostnye harakteristiki svarnyh soedinenij [Research of influence of technology of rotational friction bonding of deformable heat resisting VZh175 nickel alloy on structure and strength characteristics of welded connections] //Vestnik MGTU im. N.Je. Baumana. Ser. «Mashinostroenie». 2011. №SP2. S. 114–121.
8. Sorokin L.I. Svarivaemost' zharoprochnyh splavov, primenjaemyh v aviacionnyh gazoturbinnih dvigateljah [Bondability of the hot strength alloys applied in aviation gas turbine engines] //Svarochnoe proizvodstvo. 1997. №4. S. 4–11.
9. Lukin V.I., Sorokin L.I., Bagdasarov Ju.S. Svarivaemost' litejnyh zharoprochnyh nikelovyh splavov tipa ZhS6M [Bondability of cast heat resisting nickel alloys of the ZhS6M type] //Svarochnoe proizvodstvo. 1997. №6. S. 12–17.
10. Lukin V.I., Semenov V.N., Starova L.L. i dr. Obrazovanie gorjachih treshhin pri svarke zharoprochnyh splavov [Formation of hot cracks when welding hot strength alloys] //MiTOM. 2007. №12. S. 7–14.
11. Horunov V.F., Maksimova S.V. Pajka zharoprochnyh splavov na sovremennom jetape [The soldering of hot strength alloys at the present stage] //Svarochnoe proizvodstvo. 2010. №10. S. 24–27.
12. Ryl'nikov V.S. Voprosy po pajke, reshennye v processe izgotovlenija izdelija «Buran» [Questions according to the soldering, the products «Buran» solved in the course of manufacturing] //Aviacionnye materialy i tehnologii. 2013. №S1. S. 33–34.

13. Lukin V.I., Banas I.P., Koval'chuk V.G., Golev E.V. Argono-dugovaja svarka vysokoprochnoj cementuemoj stali VNS-63 [Argon-arc welding of high-strength VNS-63 tsementuyemy steel] //Trudy VIAM. 2013. №8. St. 01 (viam-works.ru).
14. Afanas'ev-Hodykin A.N., Lukin V.I., Ryl'nikov V.S. Vysokotehnologichnye polufabrikaty zharo-prochnyh pripoev (lenty i pasty na organicheskom svjazujushhem) [Hi-tech semi-finished products of heat resisting solders (tape and paste on organic binding)] //Trudy VIAM. 2013. №9. St. 02 (viam-works.ru).
15. Ryl'nikov V.S., Afanas'ev-Hodykin A.N., Galushka I.A. Tehnologija pajki konstrukcii tipa «blisk» iz raznoimennyh splavov [Technology of the soldering of design of the «blisk» type from hetero-nymic alloys] //Trudy VIAM. 2013. №10. St. 02 (viam-works.ru).
16. Kablov E.N., Evgenov A.G., Ryl'nikov V.S., Afanas'ev-Hodykin A.N. Issledovanie melkodisper-snyh poroshkov pripoev dlja diffuzionnoj vakuumnoj pajki, poluchennyh metodom atomizacii rasplava [Research of finely divided powders of solders for the diffusion vacuum soldering, re-ceived by atomizatsiya method rasplava] //Vestnik MGTU im. N.Je. Baumana. Ser. «Mashi-nostroenie». 2011. №SP2. S. 79–87.
17. Ryl'nikov V.S., Afanas'ev-Hodykin A.N., Krasikov M.I. Issledovanie remontnoj tehnologii isprav-lenija defektov pajanyh soedinenij toplivnyh kollektorov [Research of repair technology of correc-tion of defects of sweated connections of fuel manifolds] //Trudy VIAM. 2013. №12. St. 02 (viam-works.ru).