

ВИАМ/2015-Тр-08-11



УДК 669.245

DOI: 10.18577/2307-6046-2015-0-8-11-11

**ИССЛЕДОВАНИЕ ОДНОРОДНОСТИ МАТЕРИАЛА
СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ ДЕФОРМИРУЕМОГО
НИКЕЛЕВОГО СПЛАВА ВЖ175-ИД**

С.Г. Ерошкин

Г.В. Орлов

Август 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.

УДК 669.245

DOI: 10.18577/2307-6046-2015-0-8-11-11

С.Г. Ерошкин¹, Г.В. Орлов¹

ИССЛЕДОВАНИЕ ОДНОРОДНОСТИ МАТЕРИАЛА СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ ДЕФОРМИРУЕМОГО НИКЕЛЕВОГО СПЛАВА ВЖ175-ИД

При производстве никелевых жаропрочных сплавов широко применяют методы спектрального анализа для определения химического состава выплаваемого материала. При построении градуировочных зависимостей для проведения количественного спектрального анализа используют стандартные образцы состава сплава (СО). Неопределенность аттестованного значения СО значительно влияет на точность количественного анализа. Одной из составляющих суммарной неопределенности аттестованного значения СО является неопределенность от неоднородности материала СО. В данной работе проведено исследование однородности материала СО деформируемого никелевого жаропрочного сплава ВЖ175-ИД с использованием рентгенофлуоресцентного спектрометра S8 Tiger фирмы Bruker. Подобраны параметры работы спектрометра, выбраны аналитические линии. Рассчитана стандартная неопределенность от неоднородности. Показано, что полученный уровень величины стандартной неопределенности от неоднородности позволяет использовать исследованный материал СО для разработки и производства государственных стандартных образцов (ГСО) утвержденного типа.

Ключевые слова: жаропрочные никелевые сплавы, стандартные образцы, однородность материалов, рентгенофлуоресцентный метод.

S.G. Eroshkin, G.V. Orlov

RESEARCH OF MATERIAL INHOMOGENEITY OF REFERENCE SAMPLES MADE OF WROUGHT Ni-BASED SUPERALLOY VZH175-ID

Methods of spectral analysis are widely used at production of Ni-based superalloys to determine the chemical composition of the melt. Certified reference samples of material composition (CRMs) are used for plotting of calibration curves to make quantitative spectral analysis. Uncertainty of the certified values of CRMs affects significantly on the accuracy of quantitative analysis. The uncertainty of the inhomogeneity of the CRM composition is one of the components of the total uncertainty of the CRM certified value. In this work, a study of inhomogeneity

of wrought Ni-based superalloy VZHI75-ID was carried out with the use of X-ray fluorescence spectroscope S8 Tiger and measurement conditions were selected. The standard uncertainty of the heterogeneity was estimated. It was shown that the obtained level of the standard uncertainty of heterogeneity allows the usage of CRM material for development and production of state standard reference samples (SCRM) of the approved type.

Keywords: *heat-resistant Ni-based alloys, reference samples, material uniformity, X-ray fluorescence analysis.*

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

Жаропрочные никелевые сплавы широко применяются при конструировании газотурбинных двигателей (ГТД) и стационарных энергетических установок. Из никелевых жаропрочных сплавов изготавливают тяжело нагруженные детали и узлы ГТД: диски турбины и последних ступеней компрессора, рабочие и сопловые лопатки. Создание современных ГТД с улучшенными техническими и экономическими показателями, с высокой надежностью требует применения новых материалов, имеющих повышенные эксплуатационные характеристики [1, 2]. Технология производства таких материалов, в числе прочих требований, должна обеспечивать соблюдение стабильности химического состава в узких пределах легирования. Разработанная в ВИАМ технология производства жаропрочных сплавов предполагает отбор проб по ходу плавки, экспресс-анализ отобранных проб и по результатам анализа, если это необходимо, корректировку состава расплавленного материала [3]. Таким образом, экспресс-анализ является важным звеном в технологическом процессе выплавки современных жаропрочных сплавов. Помимо экспресс-анализа современное производство жаропрочных сплавов требует проведения химического анализа на других этапах производства: контроль состава лигатур и шихтовых материалов, контроль состава сплавов после термической обработки, деформации и ресурсной наработки, итоговый анализ прутковых заготовок [4–8].

В настоящее время на предприятиях авиационной промышленности и машиностроения для выполнения количественного химического анализа широкое распространение получили спектральные методы анализа [9–11]. При проведении количественного анализа химического состава сплава спектральными методами для расчета содержания элементов в образце используют градуировочные зависимости аналитического сиг-

нала от концентрации определяемого элемента. Для построения градуировочных зависимостей применяют стандартные образцы состава материала (СО) [12, 13]. В ВИАМ разрабатывают и выпускают отраслевые (ОСО) и государственные (ГСО) стандартные образцы состава сплавов на различных основах, включая ГСО деформируемого никелевого сплава ВЖ175-ИД. На этапе аттестации СО устанавливают метрологические характеристики СО, в том числе погрешность аттестованного значения СО, которая в значительной степени определяет точность анализа, выполненного с использованием данных СО [14–17]. Значение погрешности зависит от погрешности метода, использованного для установления аттестованного значения СО, от нестабильности значений аттестуемой характеристики СО и от неоднородности материала СО [18–20].

В данной работе подобраны аналитические условия для выполнения химического анализа СО состава сплава ВЖ175-ИД на рентгенофлуоресцентном спектрометре, проведен расчет неопределенности от неоднородности материала СО, оценено влияние неопределенности от неоднородности материала СО на значение погрешности аттестованного значения СО.

Материалы и методы

В ходе выполнения работы исследовали 5 прутковых заготовок сплава ВЖ175-ИД, изготовленных в соответствии с ТУ 1-801-5432–2010, по одной прутковой заготовке на каждый состав СО. Прутковые заготовки разрезали на цилиндрические образцы высотой 30 мм и $\varnothing 37$ мм, производили отбраковку материала литниковой и прибыльной частей. Отбор и подготовку образцов для анализа проводили по ГОСТ 7565–81 и ГОСТ Р ИСО 14284–2009. В ходе предварительного анализа нескольких произвольно отобранных образцов выбраны аналитические условия для проведения исследования на рентгенофлуоресцентном спектрометре.

При исследовании однородности материала СО проводили последовательно два измерения содержания основных легирующих элементов на каждой торцевой аналитической поверхности каждого образца. Обработка результатов измерений, расчет неопределенности от неоднородности и погрешности аттестованного значения СО проведены в соответствии с Р 50.2.058–2007 и ГОСТ 8.531–2002.

Анализ содержания химических элементов в материале СО проведен на последовательном волнодисперсионном рентгенофлуоресцентном спектрометре S8 Tiger фирмы Bruker, оснащенном рентгеновской трубкой мощностью 4 кВт с родиевым анодом, набором коллиматоров и кристалл-анализаторов. Для регистрации квантов харак-

теристического рентгеновского излучения в спектрометре применяются сцинтилляционный или пропорциональный проточный счетчики. В проточном счетчике используется газовая смесь следующего состава: аргон+10% (объемн.) метана. Градуировочные зависимости построены по данным предварительного анализа химического состава материала СО.

Для резки прутковой заготовки и подготовки образцов к анализу использовали:

- отрезной станок с водяным охлаждением Labotom-5 фирмы Struers;
- круги отрезные Struers диаметром 250 мм и толщиной 1,5 мм типа 60A25;
- станок плоскошлифовальный Herzog HT-350;
- абразивные диски на бумажной основе зернистостью 40 и 80 ед.

Результаты

Аналитические условия, выбранные для исследования материала СО на рентгенофлуоресцентном спектрометре, представлены в табл. 1.

Таблица 1

Аналитические условия, выбранные для анализа сплава ВЖ175-ИД на рентгенофлуоресцентном спектрометре

Элемент	Аналитическая линия	Положение максимума пика 2θ , град	Режим работы рентгеновской трубки		Угол раскрытия коллиматора, град	Тип кристалл-анализатора	Тип счетчика
			напряжение, кВ	ток, мА			
Al	$K_{\alpha 1}$	144,677	30	135	0,46	PET	Проточный
Co	$K_{\alpha 1}$	52,803	50	10	0,23	LiF200	Сцинтилляционный
Cr	$K_{\alpha 1}$	69,367	50	10	0,46	LiF200	-«-
Mo	$K_{\alpha 1}$	20,321	60	60	0,12	LiF200	-«-
Nb	$K_{\alpha 1}$	21,382	60	60	0,12	LiF200	-«-
Ti	$K_{\alpha 1}$	86,157	60	60	0,46	LiF200	Проточный
W	$L_{\beta 1}$	53,518	60	60	0,23	LiF220	Сцинтилляционный
V	$K_{\alpha 1}$	123,165	50	81	0,23	LiF220	Проточный

С использованием выбранных аналитических условий проведена серия измерений массовой доли элементов в материале СО сплава ВЖ175-ИД. По результатам измерений в соответствии с Р 50.2.058–2007 и ГОСТ 8.531–2002 рассчитана стандартная неопределенность от неоднородности для каждого состава поэлементно. Данные расчетов приведены в табл. 2.

Таблица 2

Результаты расчета стандартной неопределенности от неоднородности аттестованного значения СО

Условный номер состава	Стандартная неопределенность от неоднородности для элемента							
	Co	Cr	W	Mo	Al	Ti	Nb	V
1	0,02255	0,01206	0,00831	0,00561	0,03144	0,00884	0,02868	0,00149

2	0,00883	0,01000	0,00430	0,00686	0,02756	0,01420	0,01615	0,00048
3	0,00536	0,01658	0,00354	0,00509	0,02209	0,01194	0,01642	0,00082
4	0,00462	0,00409	0,00601	0,00747	0,05156	0,00725	0,02205	0,00122
5	0,01682	0,01490	0,00654	0,00562	0,02178	0,01024	0,01786	0,00230

Расчет суммарной стандартной неопределенности аттестованного значения СО

($D_{ат}$) произведен по формуле:

$$D_{ат} = (D_m^2 + 4S_n^2)^{0,5}, \quad (1)$$

где D_m – погрешность метода, используемого для установления аттестованного значения СО; S_n – стандартная неопределенность от неоднородности элемента.

Значения D_m для расчета взяты из МИ 1.2.036–2011, МИ 1.2.037–2011 и МИ 1.2.038–2011. Результаты расчета представлены в табл. 3, расчет проведен для максимального значения S_n по каждому элементу. Для оценки полученных результатов в табл. 3 также указаны значения допускаемой абсолютной погрешности аттестованного значения СО ($D_{доп}$ – для доверительной вероятности 0,95) для ГСО состава сплава ВЖ175-ИД.

Таблица 3

Результаты расчета суммарной стандартной неопределенности аттестованного значения СО ($D_{ат}$)

Метрологическая характеристика	Значения метрологической характеристики материала СО, %, для элемента							
	Со	Cr	W	Mo	Al	Ti	Nb	V
D_m	0,34	0,25	0,07	0,08	0,1	0,054	0,096	0,02
$D_{доп}$	0,5	0,4	0,1	0,1	0,3	0,1	0,2	0,03
$D_{ат}$	0,3430	0,2522	0,0719	0,0814	0,1436	0,0610	0,1118	0,0205

Для оценки влияния неоднородности распределения каждого из элементов на суммарную стандартную неопределенность аттестованного значения СО рассчитан относительный вклад неопределенности от неоднородности в суммарную стандартную неопределенность аттестованного значения:

$$M = \left(1 - \frac{D_m}{D_{ат}}\right) \cdot 100\%. \quad (2)$$

Таблица 4

Вклад неоднородности в суммарную погрешность аттестованного значения СО ($D_{ат}$)

Вклад неоднородности в погрешность аттестованного значения СО, %, для элемента							
Со	Cr	W	Mo	Al	Ti	Nb	V
0,87	0,87	2,70	1,7	30,38	11,49	14,16	2,54

Полученные значения приведены в табл. 4.

Обсуждение и заключения

В ходе выполнения работы подобраны оптимальные аналитические условия для проведения исследования однородности СО деформируемого никелевого сплава ВЖ175-ИД на рентгенофлуоресцентном спектрометре. Проведен расчет стандартной неопределенности от неоднородности материала СО и суммарной стандартной неопределенности аттестованного значения. Установлено, что для кобальта, хрома, вольфрама, молибдена и ванадия вклад неопределенности, обусловленной неоднородностью, в суммарную погрешность незначителен – составляет $<3\%$. Для названных элементов погрешность аттестованного значения СО определяется в большей степени погрешностью метода, использованного при аттестации. Для титана, ниобия и алюминия вклад неопределенности от неоднородности в общую погрешность составляет от 11 до 31%. Распределение алюминия в исследуемом материале отличается наименьшей однородностью.

Значения полученных величин для основных легирующих элементов находятся в пределах, допускаемых для стандартных образцов утвержденного типа категории ГСО состава сплава ВЖ175-ИД. Таким образом, однородность исследованного материала СО позволяет рассматривать его в качестве заготовки для производства и аттестации стандартных образцов категории ГСО. Для достижения значений суммарной стандартной неопределенности аттестованных значений СО, приведенных в данной работе, аттестацию СО необходимо проводить методами, имеющими погрешность не хуже той, что использована при расчете в данной работе.

ЛИТЕРАТУРА

1. Каблов Е.Н., Оспенникова О.Г., Базылева О.А. Материалы для высокотеплонагруженных деталей газотурбинных двигателей //Вестник Московского государственного технического университета им. Н.Э. Баумана. Сер. «Машиностроение». 2011. №SP2. С. 13–19.
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., Оспенникова О.Г., Сидоров В.В., Ригин В.Е., Каблов Д.Е. Особенности технологии выплавки и разлива современных литейных высокожаропрочных никелевых сплавов //Вестник Московского государственного технического университета им. Н.Э. Баумана. Сер. «Машиностроение». 2011. №SP2. С. 68–78.

4. Каблов Е.Н., Сидоров В.В., Каблов Д.Е. и др. Современные технологии получения прутковых заготовок из литейных жаропрочных сплавов нового поколения //Авиационные материалы и технологии. 2012. №5. С. 97–105.
5. История авиационного материаловедения. ВИАМ – 80 лет: годы и люди /Под. общ. ред. Е.Н. Каблова. М.: ВИАМ. 2012. С. 181–196.
6. Способ литья дисковых и кольцевых заготовок из жаропрочных труднодеформируемых сплавов на никелевой основе: пат. 2422244 Рос. Федерация; опубл. 28.10.2009.
7. Каблов Е.Н. Разработки ВИАМ для газотурбинных двигателей и установок //Крылья Родины. 2010. №4. С. 31–33.
8. Каблов Е.Н., Петрушин Н.В., Светлов И.Л., Демонис И.М. Никелевые литейные жаропрочные сплавы нового поколения //Авиационные материалы и технологии. 2012. №5. С. 36–51.
9. Эрхардт Х. Рентгенофлуоресцентный анализ. Применение в заводских лабораториях. М.: Металлургия, 1985. 256 с.
10. Юинг Г.В. Инструментальные методы химического анализа. М.: Мир. 1989. 608 с.
11. Афонин В.П., Комяк Н.И., Николаев В.И., Плотников Р.И. Рентгенофлуоресцентный анализ. Новосибирск: Наука. 1991. 173 с.
12. Орешникова Е.Г. Спектральный анализ. М.: Высшая школа, 1982. 375 с.
13. 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.
14. 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.
15. ГОСТ 8.315. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения.
16. Турченков В.А., Баранов Д.Е., Гагарин М.В., Шишкин М.Д. Методический подход к проведению экспертизы материалов //Авиационные материалы и технологии. 2012. №1. С. 47–53.
17. Федеральный закон от 26 июля 2008 г. №102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений». Ст. 12 «Утверждение типа стандартных образцов или типа средств измерений».
18. ГОСТ 8.531–2002 Стандартные образцы состава монолитных и дисперсных материалов. Способы оценивания однородности.

19. Р 50.2.058–2007 Оценивание неопределенности аттестованных значений стандартных образцов.
20. Смагунова А.Н., Козлов В.А. Примеры применения математической теории эксперимента в рентгенофлуоресцентном анализе. Иркутск: ИГУ. 1990. 232 с.

REFERENCES LIST

1. Kablov E.N., Ospennikova O.G., Bazyleva O.A. Materialy dlja vysokoteplogruzhenykh detalej gazoturbinykh dvigatelej [Materials for the high-heatloaded details of gas turbine engines] //Vestnik Moskovskogo gosudarstvennogo tehničeskogo universiteta im. N. Je. Baumana. Ser. «Mashinostroenie». 2011. №SP2. S. 13–19.
2. Kablov E.N. Innovacionnye razrabotki FGUP «VIAM» GNC RF po realizacii «Strategičeskikh 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»] //Aviacionnye materialy i tehnologii. 2015. №1 (34). S. 3–33.
3. Kablov E.N., Ospennikova O.G., Sidorov V.V., Rigin V.E., Kablov D.E. Osobennosti tehnologii vyplavki i razlivki sovremennykh litejnykh vysokozharoprochnykh nikelovykh splavov [Features of smelting technology and razlivka of modern cast high-heat resisting nickel alloys] //Vestnik Moskovskogo gosudarstvennogo tehničeskogo universiteta im. N. Je. Baumana. Ser. «Mashinostroenie». 2011. №SP2. S. 68–78.
4. Kablov E.N., Sidorov V.V., Kablov D.E. i dr. Sovremennye tehnologii poluchenija prutkovykh zagotovok iz litejnykh zharoprochnykh splavov novogo pokolenija [Modern technologies of receiving bar preparations from foundry hot strength alloys of new generation] //Aviacionnye materialy i tehnologii. 2012. №S. S. 97–105.
5. Istorija aviacionnogo materialovedenija. VIAM – 80 let: gody i ljudi [History of aviation materials science. VIAM – 80 years: years and people] /Pod. obshh. red. E.N. Kablova. M.: VIAM. 2012. S. 181–196.
6. Sposob lit'ja diskovykh i kol'cevykh zagotovok iz zharoprochnykh trudnodeformiruemyykh splavov na nikelovoj osnove [Way of molding of disk and ring preparations from heat resisting trudnodeformiruyemy nickel-based alloys]: pat. 2422244 Ros. Federacija; opubl. 28.10.2009.
7. Kablov E.N. Razrabotki VIAM dlja gazoturbinykh dvigatelej i ustanovok [Development of VIAM for gas turbine engines and installations] //Kryl'ja Rodiny. 2010. №4. S. 31–33.

8. Kablov E.N., Petrushin N.V., Svetlov I.L., Demonis I.M. Nikelevye litejnye zharoprochnye splavy novogo pokolenija [Nickel foundry hot strength alloys of new generation] //Aviacionnye materialy i tehnologii. 2012. №S. C. 36–51.
9. Jerhardt H. Rentgenofluorescentnyj analiz. Primenenie v zavodskih laboratorijah [Rentgenofluorescentny analysis. Application in factory laboratories]. M.: Metallurgija, 1985. 256 s.
10. Juing G.V. Instrumental'nye metody himicheskogo analiza [Tool methods of chemical analysis]. M.: Mir. 1989. 608 s.
11. Afonin V.P., Komjak N.I., Nikolaev V.I., Plotnikov R.I. Rentgenofluorescentnyj analiz [Rentgenofluorescentny analysis]. Novosibirsk: Nauka. 1991. 173 s.
12. Oreshnikova E.G. Spektral'nyj analiz [Spectrum analysis]. M.: Vysshaja shkola, 1982. 375 s.
13. Kablov E.N., Morozov G.A., Krutikov V.N., Muravskaja N.P. Attestacija standartnyh obrazcov sostava slozhnolegirovannyh splavov s primeneniem jetalona [Certification of standard samples of structure of complex-alloyed alloys using standard] //Aviacionnye materialy i tehnologii. 2012. №2. C. 9–11.
14. Letov A.F., Karachevcev F.N., Gundobin N.V., Titov V.I. Razrabotka standartnyh obrazcov sostava splavov aviacionnogo naznachenija [Development of standard samples of structure of alloys of aviation assignment] //Aviacionnye materialy i tehnologii. 2012. №S. C. 393–398.
15. GOST 8.315. Standartnye obrazcy sostava i svojstv veshhestv i materialov. Osnovnye polozhenija [Standard samples of structure and properties of substances and materials. Basic provisions].
16. Turchenkov V.A., Baranov D.E., Gagarin M.V., Shishkin M.D. Metodicheskij podhod k prove-deniju jekspertizy materialov [Methodical approach to carrying out examination of materials] //Aviacionnye materialy i tehnologii. 2012. №1. S. 47–53.
17. Federal'nyj zakon ot 26 ijulja 2008 g. №102-FZ «Ob obespechenii edinstva izmerenij». St. 12 «Utverzhdenie tipa standartnyh obrazcov ili tipa sredstv izmerenij» [The federal law from July 26, 2008 of No. 102-FZ «About ensuring unity of measurements». Art. 12 «The statement like standard samples or type of measuring instruments»].
18. GOST 8.531–2002 Standartnye obrazcy sostava monolitnyh i dispersnyh materialov. Sposoby ocenivanija odnorodnosti [Standard samples of structure of monolithic and disperse materials. Ways of estimation of uniformity].
19. R 50.2.058–2007 Ocenivanie neopredelennosti attestovannyh znachenij standartnyh obrazcov [Estimation of uncertainty of the certified values of standard samples].

20. Smagunova A.N., Kozlov V.A. Primery primeneniya matematicheskoy teorii jeksperimenta v rentgenofluorescentnom analize [Examples of application of the mathematical theory of experiment in the rentgenofluorescentny analysis]. Irkutsk: IGU. 1990. 232 s.