

УДК 543.42; 669.2

Р.М. Дворецков¹, М.М. Тихонов¹, Ф.Н. Карачевцев¹, И.С. Куко¹

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХИМИЧЕСКОГО СОСТАВА ЖАРОПРОЧНЫХ СПЛАВОВ НА РАЗЛИЧНЫХ ЭТАПАХ АДДИТИВНОГО ПРОИЗВОДСТВА

DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-6-112-122

Рассмотрены вопросы определения химического состава жаропрочных никелевых сплавов на различных этапах производства полуфабрикатов и готовых изделий из них с использованием аддитивных технологий. Приведен обзор существующей системы аналитического контроля лаборатории Испытательного центра ФГУП «ВИАМ», где проводится определение элементного состава металлургических материалов. Аналитический контроль выполнен на разных этапах аддитивного производства при изготовлении синтезированных деталей из сплавов ВКНА-1ВР-VI и ВЖЛ12У-VI.

Ключевые слова: жаропрочные никелевые сплавы, искровая атомно-эмиссионная спектрометрия, индуктивно связанная плазма, масс-спектрометрия, стандартные образцы, аддитивные технологии, аналитический контроль.

R.M. Dvoretsov¹, M.M. Tikhonov¹, F.N. Karachevtsev¹, I.S. Kuko¹

DETERMINATION OF THE CHEMICAL COMPOSITION OF HEAT-RESISTANT ALLOYS AT VARIOUS STAGES OF ADDITIVE MANUFACTURING

In this work, we consider the issues of determining the chemical composition of heat-resistant nickel alloys at various stages of the production of semi-finished products and finished products from them using additive technologies. An overview of the existing analytical control system of the laboratory of the VIAM Testing Center, in which the elemental composition of metallurgical materials is determined, is given. Analytical control was carried out at different stages of additive manufacturing in the manufacture of synthesized parts from VKNA-1VR-VI and VZhL12U-VI alloys.

Keywords: heat-resistant nickel alloys, spark atomic emission spectrometry, inductively coupled plasma, mass spectrometry, reference materials, additive technologies, analytical control.

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 настоящее время основными методами изготовления сложнопрофильных деталей и изделий для газотурбинных двигателей, работающих при высоких нагрузках и температурах, являются литье и обработка металлов давлением. При этом разработке материалов для авиации и космонавтики, а также усовершенствованию технологий их производства всегда придавалось большое значение. В работах [1–3] определены основные направления развития авиационно-космического материаловедения до 2030 г.

При применении классических методов изготовления сложнопрофильных изделий коэффициент используемого материала (КИМ) в несколько раз меньше, чем при использовании аддитивных технологий. Это обусловлено тем, что существенное количество материала при выплавке и механической обработке не всегда может быть

вовлечено в цикл переработки вследствие несоответствия химического состава установленным требованиям.

Применение аддитивных технологий способствует существенному увеличению КИМ, сокращению продолжительности всего технологического процесса и уменьшению финансовых затрат [4]. Кроме того, аддитивные технологии, в отличие от классических методов, позволяют изготавливать детали более сложной геометрической формы [5–7].

Наиболее высокого уровня механических свойств деталей и заготовок деталей, получаемых методом аддитивных технологий, удается достичь благодаря организации сквозного производственного цикла, который помогает осуществлять контроль за получением изделия на каждом этапе производства [8].

Изготовление изделий с использованием аддитивных технологий (рис. 1) включает следующие технологические этапы производства:

- подготовка шихтовых материалов;
- выплавка литых прутковых заготовок;
- распыление расплава потоком инертного газа (атомизация);
- газодинамическая сепарация и рассев;
- синтезирование изделия методом селективного лазерного сплавления (СЛС);
- газоизостатическое прессование (ГИП) и термическая обработка (ТО);
- постобработка (электрохимическая полировка, механическая обработка и др.).



Рис. 1. Схема изготовления изделий с использованием аддитивных технологий

При этом для каждого полуфабриката, получаемого на соответствующем этапе аддитивного производства, и для готового изделия, как правило, техническими условиями регламентируются требования по химическому составу, структуре и свойствам. Таким образом, одним из важнейших критериев качества получаемого изделия является соответствие химического состава заданным требованиям. На рис. 2 показаны материалы, подвергаемые аналитическому контролю.

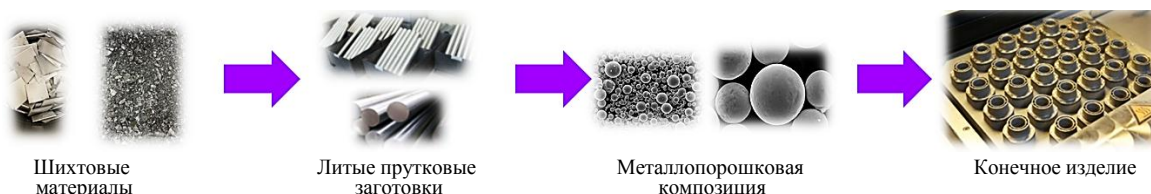


Рис. 2. Полуфабрикаты, подвергаемые аналитическому контролю, в процессе изготовления изделий с помощью аддитивных технологий

Жаропрочные сплавы, которые в настоящее время используются для изготовления порошков и последующего синтеза деталей различных узлов авиационных двигателей (например, ВКНА-1ВР-ВИ, ВЖЛ12У-ВИ и др.) [9–12], представляют собой сложнелегированные системы на основе никеля, состав которых может включать одновременно до 10–15 химических элементов:

- легирующие элементы – Al, Cr, Co, Ti, Mo, W и др. (от 1 до $n \cdot 10$ % (по массе));
- микролегирующие добавки – В, Mg, редкоземельные металлы (РЗМ) и др. (от 0,0001 до 0,1 % (по массе));
- примеси – Mn, Fe, Si и др. (от 0,001 до 1 % (по массе));
- «вредные» микропримеси – Pb, As, Sn и др. (<0,001 % (по массе));
- газообразующие примеси – O, N, C, S (<0,2 % (по массе)).

Содержание этих элементов необходимо контролировать, поскольку даже незначительное отклонение от установленного диапазона может отрицательно сказываться на комплексе механических свойств конечного изделия и конструкции.

Возможными причинами необходимости контроля химического состава на разных этапах производства являются: ликвация и угар элементов при выплавке полуфабрикатов; нарушение технологии (изменение режима проведения процесса); загрязнение металлопорошковой композиции (МПК) при смешивании разных партий, фракций и т. д.; изменение количества газообразующих примесей из-за неправильного хранения порошка.

Для точного и оперативного определения одновременно сразу нескольких элементов в металлургических объектах используются следующие спектральные методы: атомно-эмиссионная спектрометрия, масс-спектрометрия, рентгенофлуоресцентная спектрометрия и др. Однако применение только одного метода анализа не может обеспечить высокоточное определение всех групп элементов в материале на всех этапах производства. Кроме того, на каждый метод нужны регламентированные процедуры пробоподготовки и непосредственно анализа, обеспечивающие требуемые метрологические характеристики [13, 14].

Поэтому одно из условий для широкого внедрения аддитивных технологий при изготовлении изделий из жаропрочных никелевых сплавов (ЖНС) – разработка соответствующей системы аналитического контроля для данной группы материалов, включающей высокоточные и многоэлементные методы анализа, нормативную базу аттестованных методик и банк стандартных образцов (СО) состава сплавов для контроля правильности анализа.

Целями данной работы являются:

- обзор существующей системы аналитического контроля лаборатории Испытательного центра (ИЦ) ФГУП «ВИАМ», где проводится определение элементного состава металлургических материалов из ЖНС на разных стадиях аддитивного производства;
- применение существующей системы аналитического контроля на разных этапах аддитивного производства при изготовлении синтезированных деталей из сплавов ВКНА-1ВР-ВИ и ВЖЛ12У-ВИ.

Работа выполнена в рамках реализации комплексной научной проблемы 2.1. «Фундаментально-ориентированные исследования» («Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года»).

Материалы и методы

Литые прутковые заготовки для распыления выплавляли в вакуумной плавильной установке с использованием разливки в стальные трубы. Затем из полученных заготовок в атомизере HERMIGA 10/100 VI распылением получали МПК ЖНС. Экспериментальные

партии МПК подвергали газодинамической сепарации с использованием газодинамического классификатора типа LNCST-180A для отделения мелкодисперсной фракции, далее – рассева на необходимые фракции с помощью ультразвуковой просеивающей герметичной установки UCSV-V600BS. Из металлопорошковой композиции жаропрочных никелевых сплавов изготавливали детали и образцы-свидетели методом послойного лазерного сплавления на установке Concept Laser M2 Cusing.

Для экспериментальных партий сплавов ВКНА-1ВР-ВИ и ВЖЛ12У-ВИ химический анализ литой заготовки и образцов-свидетелей после СЛС и после ГИП проводили на искровом атомно-эмиссионном спектрометре, а химический анализ МПК, стружки от литой заготовки и образцов-свидетелей выполняли на атомно-эмиссионном спектрометре с индуктивно связанной плазмой Agilent 5100.

Определение массовой доли микропримесей в МПК, стружке от литой заготовки и образцов-свидетелей экспериментальных партий указанных сплавов проводили на масс-спектрометре iCAP Q, а массовой доли азота, кислорода, серы и углерода в литой заготовке, МПК и образцах-свидетелях экспериментальных партий сплавов ВКНА-1ВР-ВИ и ВЖЛ12У-ВИ – на газоанализаторах LECO TC600 и LECO CS600 соответственно.

Обзор системы аналитического контроля ЖНС на разных этапах аддитивного производства

Шихтовые материалы

Для всех шихтовых материалов («чистых» металлов и лигатур), поступающих в производство ФГУП «ВИАМ», проводится входной контроль химического состава. Это особенно важно для никеля, являющегося основой ЖНС. При анализе никеля необходимо определять большое количество примесей, которые даже в микроколичествах оказывают негативное влияние на свойства выпускаемых материалов.

Анализ никеля и никелевых сплавов на микропримеси проводится методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (МС ИСП) по методике [15], разработанной в лаборатории Испытательного центра ФГУП «ВИАМ» (МИ 1.2.052–2013 «Методика измерений массовой доли вредных примесей (P, Mn, Fe, Cu, Zn, As, Se, Ag, Cd, Sn, Sb, Te, Tl, Pb и Bi) в никелевых сплавах методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой»). Анализ других шихтовых материалов (Cr, Fe, Mo, W, Nb и Al) выполняли методом масс-спектрометрии с использованием соответствующих ГОСТ.

Анализ газообразующих примесей в никеле и других шихтовых материалах, полуфабрикатах на всех стадиях аддитивного производства проводят с помощью газоанализаторов: кислорода и азота – по ГОСТ 17745–90, углерода – по ГОСТ 24018.7–91 и серы – по ГОСТ 24018.8–91.

Использование данных методов в сочетании с нормативной документацией позволяет определять примесные элементы и газовые примеси в никеле и шихтовых материалах на требуемых уровнях концентраций.

Литые прутковые заготовки

Одним из обязательных условий для получения необходимого уровня механических и физических свойств никелевых сплавов является соответствие концентраций основных легирующих элементов заданному химическому составу сплава. Для стабилизации химического состава металла по ходу выплавки проводят отбор проб для проведения химического анализа состава металла. В случае несоответствия заданному химическому составу дошихтовывают расплав до оптимальных концентраций.

В этом случае требуются методы анализа, позволяющие произвести определение химического состава пробы максимально оперативно и с высокой точностью. Наиболее

экспрессными методами для анализа твердого металлургического сырья являются атомно-эмиссионная (или оптико-эмиссионная) спектрометрия с искровым способом возбуждения (искровая АЭС) и рентгенофлуоресцентный анализ (РФА).

В Испытательном центре ФГУП «ВИАМ» разработаны МИ 1.2.061–2014 «Методика измерений массовой доли легирующих элементов и примесей в никелевых сплавах оптико-эмиссионным методом анализа» и МИ 1.2.071–2015 «Методика измерений массовой доли легирующих элементов и примесей в никелевых сплавах рентгенофлуоресцентным методом анализа», которые предполагают градуировку спектрометров по комплектам СО состава соответствующих марок ЖНС и позволяют проводить определение легирующих элементов и некоторых примесей в твердых образцах в диапазоне от 0,01 до нескольких десятков % (по массе), при этом указанные методы не охватывают газообразующие примеси и низкие содержания таких элементов, как P, Si, В, РЗМ и др., в никелевой матрице.

Использование данных методов в сочетании с нормативной документацией позволяет получать точные данные о содержании элементов в твердых образцах при наличии соответствующих СО состава сплавов. В случае отсутствия образцов нужной марки сплава используется метод атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (АЭС ИСП).

Металлопорошковая композиция

После получения из литых заготовок МПК методом «атомизации» проводят газодинамическую сепарацию и рассев порошка на фракции, а затем в обязательном порядке выполняют химический анализ годных фракций МПК [16, 17].

Анализ растворов проводят методом АЭС ИСП. Комплекс методик для данной технологии позволяет определять легирующие элементы и примеси от 0,0001 до нескольких десятков % (по массе) в никелевых сплавах, но не охватывает газообразующие примеси и низкие содержания таких элементов, как Zn, As, Se, Ag, Cd, Sn, Sb, Te, Tl, Pb и Bi, которые при необходимости определяются методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (МС ИСП). Металлопорошковые композиции растворяют в смеси кислот, при этом сложнолегированные сплавы растворяют в автоклавах в микроволновых системах для исключения потери вещества, летучих соединений элементов, а также сокращения продолжительности пробоподготовки и вредных выбросов.

Вследствие большой площади поверхности порошки более подвержены окислению, чем литые заготовки, поэтому необходимо контролировать содержание кислорода, азота и других газовых примесей в различных фракциях МПК.

Синтезированная деталь

Технология СЛС применяется для получения деталей особо сложной формы и позволяет изготавливать их с высокой геометрической точностью при минимально необходимой финишной обработке [18–20]. Таким образом, при контроле химического состава требуется исключить отбор стружки непосредственно от синтезированных деталей, т. е. готового изделия. При этом для деталей сложной формы затруднительно использовать неразрушающие методы анализа (например, рентгенофлуоресцентную спектрометрию), так как конструкция современных промышленных спектрометров не позволяет их применять. Поэтому одновременно с синтезированием детали изготавливают образцы-свидетели из той же самой МПК, для которых по завершении всех технологических операций и проводят определение химического состава.

После СЛС синтезированные детали и образцы-свидетели подвергаются ГИП и дальнейшей ТО.

Важным параметром СЛС является применяемая в процессе выращивания защитная газовая среда – азот или аргон. Проведенные исследования показали, что высокохромистые материалы в процессе лазерного плавления способны химически взаимодействовать с защитной средой азота, что может увеличивать его содержание в сплаве, меняя химический и фазовый составы и, как следствие, свойства материала.

Контроль содержания азота и других газообразующих примесей в образцах-свидетелях проводят с помощью газоанализаторов. Анализ стружки от образцов-свидетелей, как правило, осуществляют с использованием АЭС ИСП, поскольку данный метод позволяет проводить одновременное определение легирующих и примесных элементов.

Результаты и обсуждение

При проведении химического анализа (для контроля его правильности) использовали зарубежные СО состава сплавов марок IARM-190A, BS200 и др. с низким содержанием примесей (табл. 1 и 2). Результаты анализа показали, что материалы соответствуют ГОСТ 849–2018 и ГОСТ 123–2008 и могут быть использованы для выплавки заготовок ЖНС.

Таблица 1

Результаты химического и газового анализа никеля марки Н-1у, использованного при выплавке литых заготовок экспериментальных партий жаропрочных никелевых сплавов, проведенного с помощью метода масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой

Материал	Содержание элементов, % (по массе)						
	Co	Mg	Si	P	Fe	Cu	Zn
Никель (Н-1у)	0,05	0,0003	0,0017	0,0008	0,007	0,013	0,0008
По ГОСТ 849–2018	Не более						
	≤0,10	≤0,001	≤0,002	≤0,0010	≤0,010	≤0,015	≤0,0010

Продолжение

Материал	Содержание элементов, % (по массе)							
	As	Cd	Sn	Sb	Pb	Bi	C	S
Никель (Н-1у)	0,0005	0,0003	0,0004	0,0004	0,0004	0,0001	0,009	0,0006
По ГОСТ 849–2018	Не более							
	≤0,0010	≤0,0005	≤0,0005	≤0,0005	≤0,0005	≤0,0003	≤0,010	≤0,0010

Таблица 2

Результаты химического и газового анализа кобальта марки К1Ау, использованного при выплавке литых заготовок экспериментальных партий жаропрочных никелевых сплавов, проведенного с помощью метода масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой

Материал	Содержание элементов, % (по массе)					
	Bi	Cd	As	Sn	Pb	C
Кобальт (К1Ау)	<0,00001	<0,00001	0,0001	<0,00001	0,00006	0,001
По ГОСТ 123–2008	Не более					
	0,00040	0,00100	0,0010	0,00040	0,00050	0,020

Продолжение

Материал	Содержание элементов, % (по массе)						
	Fe	Cu	Sb	Zn	P	S	Mn
Кобальт (К1Ау)	0,003	0,003	<0,00001	0,0001	0,002	0,0007	0,00001
По ГОСТ 123–2008	Не более						
	0,200	0,020	0,00060	0,0020	0,003	0,0040	0,03000

Результаты анализа содержания легирующих элементов СО состава сплава ВКНА-1ВР-ВИ, полученные с использованием методов искровой АЭС и АЭС ИСП, не имеют существенных различий и достаточно близки к значениям шихтового расчета (табл. 3). Благодаря применению градуировки по комплекту образцов сплава ВКНА-1ВР-ВИ, соответствующих марке исследуемого сплава, анализ СО состава сплава ВКНА-1ВР-ВИ проводят максимально оперативно при удовлетворительной точности анализа.

Таблица 3

Результаты химического анализа литых заготовок из сплава ВКНА-1ВР-ВИ, проведенного методами атомно-эмиссионной спектроскопии с искровым способом возбуждения и с индуктивно связанной плазмой

Сплав	Содержание элементов, % (по массе)							
	Cr	Al	Hf	Mo	Ti	W	Si	Fe
ВКНА-1ВР-ВИ*	5,55	8,47	0,50	3,51	1,47	3,04	0,025	0,029
ВКНА-1ВР-ВИ	5,62	8,45	0,51	3,56	1,49	2,98	0,022	0,026

*Анализ проводился с использованием комплекта ГСО 9930–2011 состава сплава ВКНА-1В.

Результаты анализа сплава ВЖЛ12У-ВИ, полученные разными методами, существенно отличаются по содержанию некоторых элементов (Co, Al, Si, Fe и Zr) вследствие того, что заводская градуировка спектрометра построена по СО состава зарубежных никелевых сплавов, которые отличаются набором легирующих элементов (табл. 4). Для обеспечения достаточной точности экспресс-анализа литой заготовки сплава ВЖЛ12У-ВИ методом искровой АЭС необходимы монолитные СО состава сплава ВЖЛ12У-ВИ.

Таблица 4

Результаты химического анализа литых заготовок из сплава ВЖЛ12У-ВИ, проведенного методами атомно-эмиссионной спектроскопии с искровым способом возбуждения и с индуктивно связанной плазмой

Сплав	Содержание элементов, % (по массе)										
	Co	Cr	Al	Mo	Ti	W	Si	Fe	V	Nb	Zr
ВЖЛ12У-ВИ*	13,71	9,52	5,11	3,05	4,39	1,49	0,053	0,042	0,81	0,84	0,027
ВЖЛ12У-ВИ	13,91	9,44	5,42	3,17	4,35	1,53	0,013	0,021	0,79	0,82	0,017

*Анализ проводился по заводской градуировке спектрометра, построенной по СО состава зарубежных марок сплавов.

При проведении химического анализа сплавов ВКНА-1ВР-ВИ и ВЖЛ12У-ВИ методами АЭС ИСП и МС ИСП (для контроля его правильности) использовались СО составов сплавов марок IZM187, 24X WASP3, Н6г, Н14в, Н15в и др., которые близки по составу к исследуемым сплавам (табл. 5 и 6).

Таблица 5

Результаты химического анализа литых заготовок из сплавов ВКНА-1ВР-ВИ и ВЖЛ12У-ВИ после выплавки, проведенного методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой

Сплав	Содержание элементов, % (по массе)							
	P	Mn	Sn	Sb	Pb	Bi	Zn	As
ВКНА-1ВР-ВИ	0,0011	0,0007	0,00003	0,000008	0,000003	0,000005	0,00001	0,00001
ВЖЛ12У-ВИ	0,0012	0,0009	0,00006	0,000020	0,000020	0,000003	0,00050	0,00030

Таблица 6

Результаты химического анализа металлопорошковых композиций жаропрочных никелевых сплавов ВКНА-1ВР-ВИ и ВЖЛ12У-ВИ, проведенного методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой

Сплав	Содержание элементов, % (по массе)							
	P	Mn	Sn	Sb	Pb	Bi	Zn	As
ВКНА-1ВР-ВИ	0,0009	0,0005	0,00004	0,000009	0,000004	0,000004	0,00001	0,00001
ВЖЛ12У-ВИ	0,0010	0,0007	0,00005	0,000020	0,000020	0,000004	0,00050	0,00030

Результаты анализа литой заготовки и МПК в случае сплавов ВКНА-1ВР-ВИ и ВЖЛ12У-ВИ, как по основным легирующим элементам, так и по примесям, не имеют существенных различий. Исследование химического состава не выявило тенденции к изменению содержания таких склонных к угару элементов, как хром и алюминий. Таким образом, наполнение плавильной камеры аргоном при изготовлении литой заготовки, а также распылительной камеры в процессе «атомизации» позволяет избежать угара легирующих элементов и обеспечить их стабильный химический состав.

После получения МПК из литых заготовок сплавов ВКНА-1ВР-ВИ и ВЖЛ12У-ВИ (рис. 3 и 4) проводили сравнение результатов определения газовых примесей в разных фракциях, а также в образцах готового изделия, полученного из фракции с диаметром частиц 40–63 мкм, после СЛС и ГИП. При этом содержание углерода и серы меняется незначительно, однако, как показано на рис. 4, происходит увеличение содержания кислорода и азота в МПК по сравнению с литой заготовкой. Повышение содержания указанных элементов также происходит после СЛС и ГИП, что обусловлено большой суммарной площадью поверхности всех частиц, которая в несколько раз больше, чем у литой прутковой заготовки. Данный фактор приводит к тому, что на поверхности образуются гораздо большее количество соединений, содержащих кислород и азот, при этом массовая доля кислорода, азота, серы и углерода во всех фракциях не превышает предельных значений по техническим условиям. Таким образом, проведенные исследования позволяют сделать вывод о высокой чистоте поверхности полученных экспериментальных партий МПК сплавов ВКНА-1ВР-ВИ и ВЖЛ12У-ВИ и стабильности их химического состава.

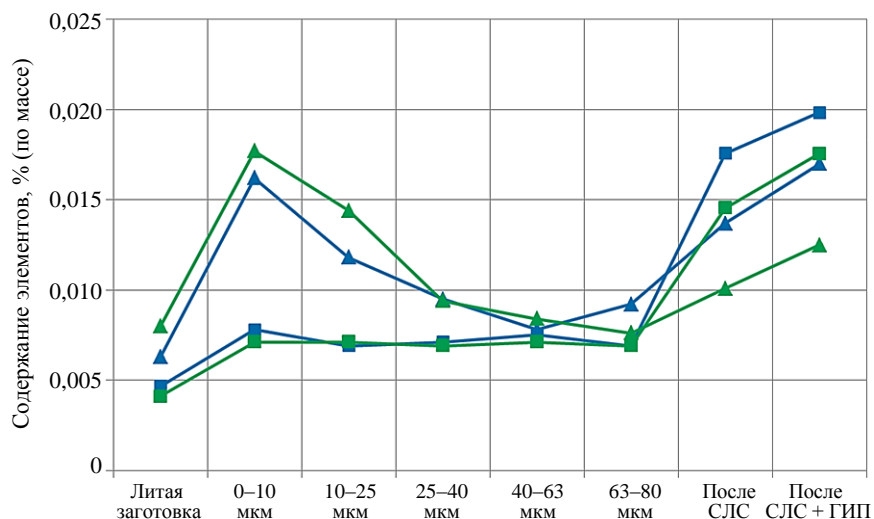


Рис. 3. Результаты определения азота (N; ■ и ▲) и кислорода (O; ▲ и ■) в разных фракциях опытных партий металлопорошковой композиции сплавов ВКНА-1ВР-ВИ (■ и ▲) и ВЖЛ12У-ВИ (■ и ▲)

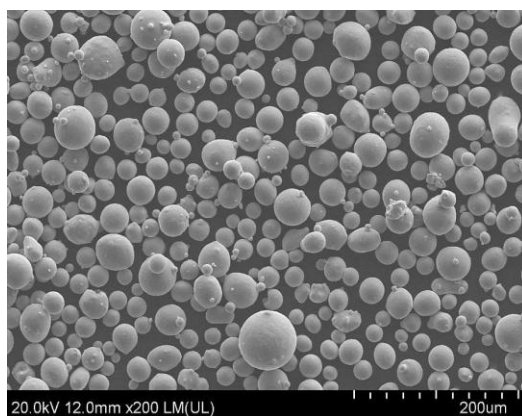


Рис. 4. Микроструктура металлопорошковой композиции никелевого сплава (растровый электронный микроскоп Hitachi SU8010)

Далее проводили анализ образцов-свидетелей, полученных из МПК сплавов ВКНА-1ВР-ВИ и ВЖЛ12У-ВИ после СЛС и после СЛС + ГИП, методами РФА (для ВКНА-1ВР-ВИ – по комплекту СО, для ВЖЛ12У-ВИ – по заводской градуировке) и АЭС ИСП (табл. 7 и 8). В случае АЭС ИСП от образцов отбирали стружку и переводили ее в раствор.

Таблица 7

Результаты химического анализа образца-свидетеля, полученного после селективного лазерного сплавления металлопорошковой композиции сплава ВЖЛ12У-ВИ, методами рентгенофлуоресцентного анализа (РФА) и атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой (АЭС ИСП)

Метод анализа	Содержание элементов, % (по массе)										
	Co	Cr	Al	Mo	Ti	W	Si	Fe	V	Nb	Zr
РФА	13,89	9,43	5,49	3,03	4,29	1,58	0,035	0,069	0,87	0,93	0,029
АЭС ИСП	13,95	9,38	5,46	3,11	4,32	1,56	0,015	0,019	0,76	0,80	0,019

Таблица 8

Результаты химического анализа образца-свидетеля, полученного после селективного лазерного сплавления + газостатического прессования металлопорошковой композиции сплава ВЖЛ12У-ВИ, методами рентгенофлуоресцентного анализа (РФА) и атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой (АЭС ИСП)

Метод анализа	Содержание элементов, % (по массе)										
	Co	Cr	Al	Mo	Ti	W	Si	Fe	V	Nb	Zr
РФА	13,94	9,45	5,48	3,05	4,30	1,59	0,034	0,067	0,88	0,92	0,027
АЭС ИСП	13,96	9,42	5,41	3,15	4,35	1,52	0,015	0,021	0,78	0,78	0,021

Результаты химического анализа образцов-свидетелей, полученных после СЛС и СЛС + ГИП опытных партий МПК сплавов ВКНА-1ВР-ВИ и ВЖЛ12У-ВИ, соответствуют требованиям технических условий.

При этом анализ образцов сплавов ВКНА-1ВР-ВИ и ВЖЛ12У-ВИ не показал существенных отличий в результатах, полученных с использованием разных методов при определении основных легирующих элементов. Это объясняется тем, что при использовании рентгенофлуоресцентного метода влияние определяемого элемента на интенсивность аналитического сигнала сопутствующих элементов не такое сильное, как, например, при применении метода искровой АЭС. Однако при определении низких

содержаний элементов Si, Fe, V, Nb и Zr для сплава ВЖЛ12У-ВИ данные, полученные методами РФА и АЭС ИСП, существенно различаются, поэтому для РФА необходимо наличие максимально близких по составу к анализируемым пробам СО состава сплавов, используемых для градуировки спектрометров.

Заключения

Рассмотрена система аналитического контроля лаборатории «Спектральные, химико-аналитические исследования и эталонные образцы» ИЦ ФГУП «ВИАМ», в которой проводится определение элементного состава металлургических материалов из ЖНС на разных стадиях аддитивного производства. Проведен контроль химического состава на разных этапах аддитивного производства при изготовлении синтезированных деталей из сплавов ВКНА-1ВР-ВИ и ВЖЛ12У-ВИ.

Результаты анализа литой заготовки и МПК в случае сплавов ВКНА-1ВР-ВИ и ВЖЛ12У-ВИ, как по основным легирующим элементам, так и по примесям, не имеют существенных различий, что свидетельствует об отсутствии тенденции к изменению содержания таких склонных к угару элементов, как хром и алюминий, в процессе получения МПК методом «атомизации».

Показано преимущество использования комплектов монолитных стандартных образцов для градуировки искрового и рентгенофлуоресцентного спектрометров.

Следует отметить, что при производстве современных материалов и изделий из них методами аддитивных технологий существенно возрастает роль аналитического контроля по сравнению с традиционными технологиями. Для того чтобы обеспечивать своевременное получение информации об изменении химического состава материалов и полуфабрикатов на каждом этапе аддитивного производства, необходима система аналитического контроля, включающая высокоточные и многоэлементные методы анализа, нормативную базу аттестованных методик и банк СО состава сплавов для контроля правильности анализа.

Библиографический список

1. 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. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.
2. Каблов Е.Н. Авиационное материаловедение в XXI веке. Перспективы и задачи // *Авиационные материалы. Избранные труды ВИАМ 1932–2002*. М.: МИСИС–ВИАМ, 2002. С. 23–47.
3. Каблов Е.Н. Тенденции и ориентиры инновационного развития России // *Сб. науч.-информ. материалов*. 3-е изд. М.: ВИАМ, 2015. 720 с.
4. Gibson I., Rosen D.W., Stucker B. *Additive manufacturing technologies. Rapid prototyping to direct digital manufacturing*. New York: Springer, 2009. 459 p.
5. *Лазерные технологии обработки материалов: современные проблемы фундаментальных исследований и прикладных разработок* / под ред. В.Я. Панченко. М.: Физматлит, 2009. 664 с.
6. Тарасова Т.В., Назаров А.П. Исследование процессов модификации поверхностного слоя и изготовления трехмерных машиностроительных деталей посредством селективного лазерного сплавления // *Вестник МГТУ «Станкин»*. 2013. № 2 (25). С. 17–25.
7. Каблов Е.Н. Аддитивные технологии – доминанта национальной технологической инициативы // *Интеллект и технологии*. 2015. № 2 (11). С. 52–55.
8. Каблов Е.Н. Контроль качества материалов – гарантия безопасности эксплуатации авиационной техники // *Авиационные материалы и технологии*. 2001. № 1. С. 3–8.
9. Каблов Е.Н., Ломберг Б.С., Бунтушкин В.П., Голубовский Е.Р., Мубояджян С.А. Сплав на основе интерметаллида Ni_3Al – перспективный материал для лопаток турбин // *Металловедение и термическая обработка металлов*. 2002. № 7. С. 16–19.

10. Мазалов И.С., Евгенов А.Г., Прагер С.М. Перспективы применения жаропрочного структурно-стабильного сплава ВЖ159 для аддитивного производства высокотемпературных деталей ГТД // *Авиационные материалы и технологии*. 2016. № S1 (43). С. 3–7. DOI: 10.18577/2071-9140-2016-0-S1-3-7.
11. Евгенов А.Г., Щербаков С.И., Рогалев А.М. Опробование порошков жаропрочных сплавов ЭП718 и ЭП648 производства ФГУП «ВИАМ» для ремонта деталей ГТД методом лазерной газопорошковой наплавки // *Авиационные материалы и технологии*. 2016. № S1 (43). С. 16–23. DOI: 10.18577/2071-9140-2016-0-S1-16-23.
12. Евгенов А.Г., Горбовец М.А., Прагер С.М. Структура и механические свойства жаропрочных сплавов ВЖ159 и ЭП648, полученных методом селективного лазерного сплавления // *Авиационные материалы и технологии*. 2016. № S1 (43). С. 8–15. DOI: 10.18577/2071-9140-2016-0-S1-8-15.
13. Карпов Ю.А., Филиппов М.Н., Барановская В.Б. Решенные и нерешенные проблемы метрологии химического анализа // *Журнал аналитической химии*. 2019. Т. 74. № 9. С. 643–651.
14. Карпов Ю.А., Барановская В.Б. Проблемы стандартизации методов химического анализа в металлургии // *Заводская лаборатория. Диагностика материалов*. 2019. Т. 85. № 1–2. С. 5–14.
15. Алексеев А.В., Якимович П.В., Кваченок И.К. Определение примесей в никеле методом ИСП-МС // *Труды ВИАМ*. 2020. № 2. Ст. 11. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 13.01.2021). DOI: 10.18577/2307-6046-2020-0-2-101-108.
16. Евгенов А.Г., Неруш С.В., Василенко С.А. Получение и опробование мелкодисперсного металлического порошка высокохромистого сплава на никелевой основе применительно к лазерной LMD-наплавке // *Труды ВИАМ*. 2014. № 5 (86). Ст. 04. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 13.01.2021). DOI: 10.18557/2307-6046-2014-0-5-4-4.
17. Неруш С.В., Евгенов А.Г. Исследование мелкодисперсного металлического порошка жаропрочного сплава марки ЭП648-ВИ применительно к лазерной LMD-наплавке, а также оценка качества наплавки порошкового материала на никелевой основе на рабочие лопатки ТВД // *Труды ВИАМ*. 2014. № 3. Ст. 01. URL: <http://www.viamworks.ru> (дата обращения: 13.01.2021). DOI: 10.18577/2307-6046-2014-0-3-1-1.
18. Шестакова Е.А., Шайхутдинова Е.Ф., Янбаев Р.М. Технологии селективного спекания для авиастроения // *Ползуновский альманах*. 2014. № 2. С. 21–24.
19. Волосова М.А., Окунькова А.А. Пути оптимизации процесса селективного лазерного плавления при помощи стратегии обработки лазерным лучом // *Известия Самарского научного центра Российской академии наук*. 2012. Т. 14. № 4 (2). С. 587–591.
20. Лукина Е.А., Филонова Е.В., Тренинков И.А. Микроструктура и преимущественные кристаллографические ориентировки жаропрочного никелевого сплава, синтезированного методом СЛС, в зависимости от энергетического воздействия и термообработки // *Авиационные материалы и технологии*. 2017. № 1 (46). С. 38–44. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-1-38-44.