

Аналитический контроль авиационных материалов нового поколения

Р. М. Дворецков, А. В. Славин, д.т.н.
ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ*, Москва
r.dvoretzky@gmail.com; admin@viam.ru

УДК 543.07

Статья поступила в редакцию 05.09.2019

Статья принята к публикации 23.09.2019

Лаборатория «Спектральные, химико-аналитические исследования и эталонные образцы» является структурным подразделением Испытательного центра Всероссийского института авиационных материалов (ИЦ ВИАМ). Специалисты лаборатории занимаются исследованием химического состава сплавов на различных основах: никелевых жаропрочных и жаростойких, высоколегированных сталей, сплавов на основе тугоплавких металлов, на основе титана, алюминия, магния; анализом чистых металлов, лигатур, электролитных ванн, шлаков, связующих, присадок, покрытий и других авиационных материалов и полуфабрикатов. Лаборатория разрабатывает методики анализа новых авиационных материалов и стандартные образцы состава сплавов.

Ускоренные темпы развития современных технологий стимулируют спрос на материалы, обладающие уникальными свойствами. В ближайшем будущем в авиационной отрасли возрастет роль аддитивных технологий

и применяемых для этого порошковых материалов; интерметаллидных и наноструктурированных сплавов, содержащих редкоземельные (РЗМ) и благородные металлы; металломатричных композиционных материалов,



Коллектив
лаборатории
«Спектральные,
химико-
аналитические
исследования
и эталонные
образцы»

* Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов»
Государственный научный центр Российской Федерации.

содержащих армирующие частицы, карбиды, оксиды, волокна и т. д.

В лаборатории разрабатываются методики количественного химического анализа для определения содержания элементов спектральными методами атомной эмиссии, атомной абсорбции, масс-спектрометрии, рентгенофлуоресцентного и газового анализа в новых конструкционных материалах.

Специалисты лаборатории разрабатывают стандартные образцы состава сплавов на различных основах категории СОП и ГСО для спектрального анализа.

ФАКТЫ ИЗ ИСТОРИИ

Лаборатория ведет свою историю с момента основания института в 1932 году. Первым руководителем подразделения был назначен известный ученый, заведующий кафедрой аналитической химии химического факультета МВТУ им. Н.Э. Баумана, д. х. н., профессор Ф. К. Герке. В то время промышленность еще не выпускала необходимых химических реактивов, не было и методических пособий для определения состава материалов. Коллектив состоял из девяти сотрудников, которые ежедневно проводили химические анализы и одновременно разрабатывали новые способы анализа сплавов. В ходу были «классические» методы аналитической химии, качественный анализ, внедряли электрохимические методы.

В годы Великой Отечественной войны в лаборатории была создана группа специалистов-химиков, которая в составе походных лабораторий выезжала на фронт для сортировки и расшифровки химического состава материала подбитой вражеской боевой техники.

После войны с развитием реактивного моторостроения и ракетостроения стали актуальными вопросы создания новых технологий и материалов, а также методов испытаний и контроля их химического состава. В лаборатории увеличилось количество аналитических групп, стали применяться методы атомной абсорбции, пламенной фотометрии.



Место хранения проанализированных образцов

Велись работы по выпуску фотоэлектрической установки для определения водорода в титановых сплавах, а также другого нестандартного спектрального оборудования. Разработанные сотрудниками лаборатории приборы, методики анализа и стандартные образцы авиационных сплавов были широко востребованы предприятиями отрасли.

В разное время в лаборатории работали такие заслуженные химики-аналитики как З. С. Мухина, Е. И. Никитина, Н. И. Блок, Л. Я. Поляк, К. А. Сухенко, Н. А. Канаев, Н. Г. Исаев, В. Ф. Коротков, И. С. Линдстрем и другие. В конце 90-х лаборатория прошла период реорганизации, под руководством В. И. Титова была проведена реконструкция помещений и начато обновление оборудования.

ТРУДОВЫЕ БУДНИ

С 2008 года коллективом руководит к. х. н. А. Ф. Летов. На сегодняшний день лаборатория оснащена современным аналитическим оборудованием ведущих мировых производителей, в ней работают 16 сотрудников, большая часть которых – молодые специалисты. За последние 10 лет разработано более 40 методик для определения состава



Рентгенофлуоресцентный спектрометр S8 Tiger



Атомно-эмиссионный спектрометр Magellan Q8

различных современных материалов. Подготовлены стандартные образцы (СО) утвержденных типов (категории ГСО) для спектрального анализа более 25 марок сплавов, в том числе на алюминиевой (1424, 1441, В-1167, В-1461, В-1469, В-1480, В-1481, В-1977) и никелевой основах, легированных Ta, Re, Ru, La, Ce, Y (типа ВЖМ и ВКНА).

Испытания в целях утверждения типа СО проводятся с привлечением аккредитованного на данный вид деятельности научного метрологического института ФГУП «ВНИИОФИ», оснащенного государственным первичным эталоном ГЭТ 196-2015.

НАУЧНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ

Сотрудники лаборатории в кооперации с другими подразделениями ВИАМ принимают активное участие в выполнении работ в рамках программы «Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года» и в том числе по грантам РФФИ:

- «Физико-химические свойства керамики на основе трехкомпонентных систем, содержащих оксид гафния, перспективных для разработки теплозащитных покрытий нового поколения» (проект № 13-03-00721);
- «Исследование физико-химических процессов формирования структуры высокотемпературных жаростойких стеклокерамических покрытий, содержащих добавки боридов и формируемых при температурах, близких к рабочим» (проект № 18-33-00207).

ОБЕСПЕЧЕНИЕ КАЧЕСТВА

В авиастроении всегда предъявлялись высокие требования к качеству материалов. И сегодня для поддержания конкурентоспособности производителям необходим эффективный аналитический контроль качества сырья, полуфабрикатов и готовой продукции.

В соответствии с системой менеджмента качества института в лаборатории предусмотрена должность



Разработанный в лаборатории комплект ГСО

ответственного по качеству, регулярно проводятся внутренние и внешние аудиты. Все этапы работы с образцами отражены в журналах и документах, которые обрабатываются с помощью системы электронного документооборота.

Для контроля правильности результатов анализа у лаборатории имеется своя база стандартных образцов, включающая как современные отечественные, так и зарубежные марки. База насчитывает более 100 различных составов и постоянно пополняется. Это позволяет решать широкий круг задач по определению состава при идентификации марок сплавов, арбитражных испытаниях, а также при разработке, производстве новых материалов и аттестации стандартных образцов состава для них.



Атомно-эмиссионный спектрометр ARL iSpark 8880 (Thermo Fisher Scientific)



Газоанализатор LECO TC-600

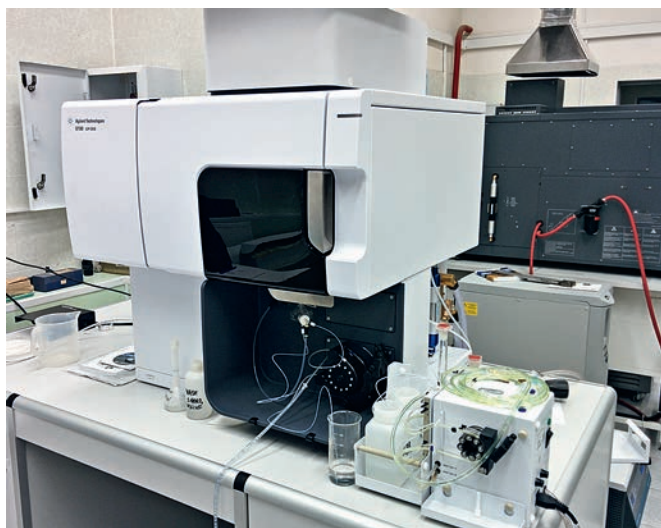


Анализатор водорода АВ-1

Лаборатория аккредитована Федеральным агентством воздушного транспорта (Росавиация) (Аттестат № ИЛ-012 от 25.12.2017 г.); в системе добровольной сертификации продукции наноиндустрии «Наносертифика» (Аттестат № РОСС RU.И750.НЖ01.2ИЛ14 от 02.10.2014 г.); французской компанией Snesta (группа SAFRAN) на соответствие международному стандарту ISO / IEC: 17025 «Общие требования к компетенции испытательных и калибровочных лабораторий» (Сертификат AQPS № 422 от 19.04.2016 г.); Российским морским регистром судоходства (Свидетельство о признании № 16.00261.120 от 16.09.2016 г.).

АНАЛИТИЧЕСКОЕ ОБОРУДОВАНИЕ

Для количественного определения элементов, содержащихся в сплавах в различных концентрациях, используется наиболее подходящее аналитическое оборудование.



АЭС ИСП-спектрометр Agilent 5100

Самыми распространенными, удобными и «экспрессными» для выполнения измерений химического состава сплавов являются искровой атомно-эмиссионный и рентгенофлуоресцентный методы.

С помощью этих методов можно проводить анализ состава материалов без сложной пробоподготовки, а применение стандартных образцов обеспечивает высокую точность результатов. Такой экспрессный анализ позволяет корректировать состав выплавляемого металла в процессе выплавки путем дошихтовки. Для этих целей лаборатория оснащена: атомно-эмиссионными спектрометрами ARL iSpark 8880 (Thermo Fisher Scientific) и Magellan Q8 (Bruker); рентгенофлуоресцентными спектрометрами S4 Explorer и S8 Tiger (Bruker).

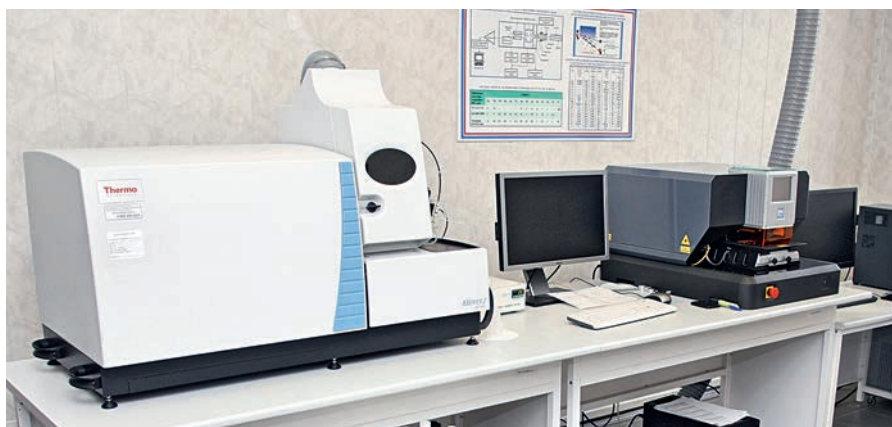
Определение массовой доли газообразующих примесей в металлах (углерод, сера, водород, кислород, азот) в диапазоне от 0,0001 до п% (масс.) проводится с помощью газоанализаторов фирмы LECO CS-600, TC-600, RHEN-602 и анализатора водорода АВ-1 (НПК ЭПТ, Россия, Санкт-Петербург).

Ведущий спектральный метод анализа сложнолегированных металлургических объектов – атомно-эмиссионная спектрометрия с индуктивно связанной плазмой (АЭС ИСП). Имеющиеся в лаборатории спектрометры с ИСП Varian 730 ES и Agilent 5100 (Agilent Technologies) позволяют определить матричные, легирующие элементы, разные модифицирующие добавки и примеси в сплавах на любой основе. ИСП-спектрометры особенно актуальны в случае анализа состава новых материалов, для которых отсутствуют стандартные

С помощью этих методов можно проводить анализ состава материалов без сложной пробоподготовки, а применение стандартных образцов обеспечивает высокую точность результатов. Такой экспрессный анализ позволяет корректировать состав выплавляемого металла в процессе выплавки путем дошихтовки. Для этих целей лаборатория оснащена: атомно-эмиссионными спектрометрами ARL iSpark 8880 (Thermo Fisher Scientific) и Magellan Q8 (Bruker); рентгенофлуоресцентными спектрометрами S4 Explorer и S8 Tiger (Bruker).



Микроволновая система Milestone



Масс-спектрометр X Series 2 (Thermo Fisher Scientific) с приставкой лазерной абляции

образцы. В этом случае в качестве образцов сравнения готовятся модельные растворы из моноэлементных ГСО растворов ионов элементов.

Пробоподготовку труднорастворимых материалов проводят с помощью автоклавных систем микроволнового разложения Milestone. Для приготовления растворов используется бидистиллированная и деионизированная вода. Кислоты марки «ОСЧ» дополнительно очищают от примесей с помощью дистилляции без кипения.

Определение низких содержаний (от 10^{-6} масс.%) примесей проводит группа масс-спектрометрического анализа на приборах iCAP-Qc и X Series 2 (Thermo Fisher Scientific), который имеет приставку лазерного прободбора NWR266 для локального анализа твердотельных образцов.

Имеющийся в лаборатории масс-спектрометр высокого разрешения с ионизацией в тлеющем разряде ELEMENT GD Plus (Thermo Fisher Scientific) позволяет напрямую выполнять рутинный или исследовательский анализ любого твердого токопроводящего или полупроводникового материала без

предварительного выполнения трудоемкой и продолжительной процедуры пробоподготовки. Прибор имеет расширенный до 12 порядков по уровню измеряемого сигнала линейный динамический диапазон, благодаря чему можно выполнять на этом приборе одновременный анализ матричных элементов и микропримесей на сверхнизком уровне концентраций (от 0,1 ppb).

Определение ультранизких концентраций элементов особенно важно при получении наноструктурированных жаропрочных никелевых сплавов. Основу технологии получения таких сплавов составляют два металлургических процесса: высокотемпературное вакуумное рафинирование расплава (очистка от примесей O, N, S, P и др.) и микролегирование РЗМ. При этом для получения заданной структуры и свойств необходимо контролировать содержание примесей и микролегирующих добавок строго в интервалах, установленных техническими условиями на материал.

Для изучения локального химического состава и структуры материалов, а также порошков и покрытий используется растровый электронный микроскоп Hitachi SU8010 со встроенным энергодисперсионным спектрометром X-max N80.

Для изучения локального химического состава и структуры материалов, а также порошков и покрытий используется растровый электронный микроскоп Hitachi SU8010 со встроенным энергодисперсионным спектрометром X-max N80.

ДОСТИЖЕНИЯ

Разработанные лабораторией методики определения химического состава применяются при паспортизации новых материалов, разработанных ФГУП «ВИАМ».

Благодаря имеющемуся опыту и отлаженной работе по разработке стандартных образцов ФГУП «ВИАМ» по рекомендации Департамента государственной политики в области технического регулирования и обеспечения



Масс-спектрометр высокого разрешения ELEMENT GD Plus



Растровый электронный микроскоп Hitachi SU8010

НОВЫЕ МОДЕЛИ ОБОРУДОВАНИЯ

S6 JAGUAR

НАСТОЛЬНЫЙ ВОЛНОДИСПЕРСИОННЫЙ
РФА СПЕКТРОМЕТР /BRUKER, ГЕРМАНИЯ/

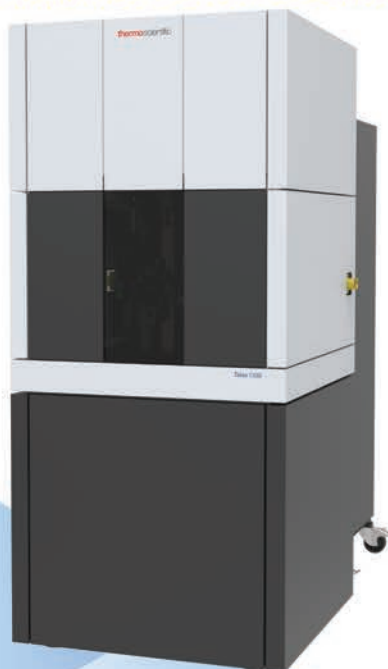


- Анализ элементов от фтора (9) до урана (92).
- Рентгеновская трубка мощностью 400 Вт: максимальное напряжение 50 кВ, максимальный ток 17 мА.
- Возможность установки до 4-х кристаллов-анализаторов.
- Возможность установки до 4-х разных коллиматронных масок диаметром 34, 28, 23, 18 мм.
- Пропорциональный детектор.
- Твердотельный детектор HighSense XE.
- Сенсорный экран.
- Возможность автоматизированной или ручной загрузки образцов.

TALOS F200i (S/TEM)

ПРОСВЕЧИВАЮЩИЙ ЭЛЕКТРОННЫЙ МИКРОСКОП
/THERMO FISHER SCIENTIFIC, США/

Thermo
SCIENTIFIC



- Разрешение STEM $\leq 0,16$ нм.
- Разрешение TEM по линии $\leq 0,10$ нм.
- Наклон образцов до 90° для томографии и 3D-визуализации на наноуровне.
- Быстрый и высокоточный элементный анализ благодаря широкому выбору конфигураций ЭДС.
- Компактная конструкция и эргономичный дизайн.
- Высокоскоростная цифровая камера с повышенной чувствительностью и широким полем зрения.
- Автоматическая настройка всех ключевых параметров микроскопа для обеспечения воспроизводимости результатов.
- Универсальность и расширенные аналитические возможности позволяют проводить широкий спектр In-situ исследований.

МЕЛИТЭК
Материаловедение Аналитика Испытания

www.melytec.ru



Москва
info@melytec.ru
+7 (495) 781-07-85

Киев
info.ua@melytec.ru
+38 (044) 454-05-90

Санкт-Петербург
info.spb@melytec.ru
+7 (812) 380-84-85

Таллин
info@melytec.ee
+372 (5) 620-32-81

Екатеринбург
info.ural@melytec.ru
+7 (343) 287-12-85

Усть-Каменогорск
info.kz@melytec.ru
+7 (7232) 41-34-18

единства измерений Минпромторга РФ включен в состав Государственной службы стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов (ГССО) и координации работ по стандартным образцам состава и свойств веществ и материалов, применяемых в авиационной промышленности и черной металлургии.

ПЛАНЫ НА БУДУЩЕЕ

В планах лаборатории разработка СО новых марок высоколегированных, в том числе бериллийсодержащих, сталей и сплавов на никелевой, магниевой, алюминиевой основах для химического и спектрального анализа (в виде монолитных комплектов, стружки и порошка), разработка СО титановых сплавов, в том числе для спектрального определения водорода.

ПУБЛИКАЦИИ И КОНФЕРЕНЦИИ

Сотрудники лаборатории регулярно публикуют статьи о своей работе в профильных рецензируемых изданиях: за последние семь лет опубликовано около 100 статей.

К. х. н. Ф. Н. Карачевцев, к. т. н. В. И. Титов, к. х. н. А. Ф. Летов, к. б. н. А. В. Алексеев, Р. М. Дворецков, Т. Н. Загвоздкина докладывали о своих исследованиях на конференциях: Instrumental Methods of Analysis – Modern Trends and Applications (Греция); 1-я Всероссийская конференция по аналитической спектроскопии (Краснодар); XXXIX Гагаринские чтения (Москва); ТестМат (Москва); I Всероссийский съезд изготовителей и потребителей стандартных образцов (Екатеринбург); XXII Всероссийская конференция молодых ученых-химиков (Нижний Новгород).

Кроме того, в 2017 году в ВИАМ при активном участии сотрудников лаборатории прошел круглый стол «Современные подходы к определению химического состава металлов и сплавов». В его работе приняли участие представители металлургических заводов и научно-исследовательских институтов, поставщики аналитического оборудования, всего более 50 специалистов из 31 организации. В 2020 году планируется провести следующий круглый стол, посвященный историческим аспектам и современным тенденциям развития методов анализа металлов и сплавов. ■

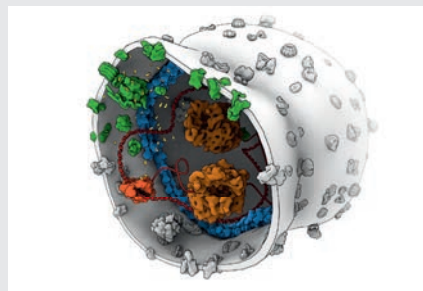
СОЗДАНИЕ ИСКУССТВЕННОЙ КЛЕТКИ – ДЕЛО БЛИЖАЙШЕГО БУДУЩЕГО?

Ученые из университета г. Гронингена (Нидерланды) создали синтетические пузырьки, в которых вырабатывается АТФ, основной носитель энергии в живых клетках. Везикулы используют АТФ для поддержания своего объема и гомеостаза ионного напряжения. Эта метаболическая сеть будет использоваться при создании синтетических клеток (СК), а сейчас может использоваться для изучения АТФ-зависимых процессов. Исследователи описали созданную ими модельную СК в статье, опубликованной в Nature Communications. «Наша цель – создать искусственную клетку снизу вверх, способную поддерживать себя, расти и делиться», – объясняет профессор биохимии Берт Пуллман, получивший в 2017 году от Нидерландской организации научных исследований в рамках консорциума грант для реализации своей идеи. Все живые клетки производят АТФ в качестве энергоносителя, но достижение устойчивого производства АТФ в пробирке – задача не из легких. «В известных синтетических системах все компоненты для реакции были включены внутрь пузырька. Однако через полчаса реакция достигла равновесия и производство АТФ уменьшилось», – объясняет Берт Пуллман. «Мы хотели, чтобы наша система была неравновесной, как в живых системах». На создание СК ушло три года.

Липидную везикулу снабдили транспортным белком, который импортирует субстрат аргинин и экспортирует орнитин. Внутри пузырька присутствовали ферменты, расщепляющие аргинин до орнитина. Свободная энергия реакции использовалась для связывания фосфата с АДФ, образуя АТФ. Аммоний и углекислый газ, побочные продукты реакции, диффундировали сквозь мембрану. Экспорт орнитина, вырабатываемого внутри везикулы, стимулировал импорт аргинина, поддерживающего работу системы, пока везикулы снабжаются аргинином.

Для создания неравновесной системы АТФ используется для поддержания ионного напряжения внутри пузырька. Биологический сенсор измеряет ионное напряжение и, если оно становится слишком высоким, активирует транспортный белок, который импортирует глицин-бетаин. Это увеличивает объем ячейки и уменьшает ионное напряжение. Транспортный белок питается от АТФ, поэтому внутри пузырька есть как потребители, так и производители АТФ.

Эксперимент продолжался 16 ч, что значительно превышает время, в течение которого живые клетки начинают делиться (некоторые бактерии могут начать процесс деления уже через 20 мин). Целью исследований являлось создание СК, которая будет



функционировать автономно, синтезируя свои собственные белки из синтетического генома.

Ученые из Wageningen University & Research заняты сбором генов по производству ферментов, используемых для создания СК, и включением их в искусственную хромосому. Ученые работают над синтезом липидов, белков и технологией деления СК. СК должна содержать ДНК для всех модулей и управлять ими автономно, как это происходит в живых клетках. Разработка полностью делящейся СК может занять много лет. «Мы уже используем нашу АТФ-продуцирующую систему для изучения АТФ-зависимых процессов и развития знаний в области мембранного транспорта», – утверждает Берт Пуллман.

Nano Communications, 2019



Институт элементоорганических соединений
им. А.Н. Несмеянова РАН

*приглашает ученых и представителей бизнес-сообщества принять участие
в ежегодном открытом (юбилейном) конкурсе-конференции научных работ*

«ИНЭОС OPEN CUP 2019»

16–19 декабря 2019 года (г. Москва, ИНЭОС РАН)

Для участия в конкурсе принимаются экспериментальные и теоретические работы в области химии элементо-органических соединений, высокомолекулярных соединений, органической химии, а также физико-химических методов исследования строения вещества. Работы, имеющие выраженные прикладные перспективы, будут выделены в отдельную сессию очной части конкурса «ИНЭОС OPEN APPLIED». Работы для участия в конкурсе-конференции «ИНЭОС OPEN CUP» проходят двухуровневую экспертизу независимым жюри конкурса. На первом этапе жюри оценивает присланные работы и по результатам оценок формирует программу второй (очной) части конкурса, а также отбирает работы для публикации в специальном сборнике «ИНЭОС OPEN SELECT». Программа конкурса предусматривает также устные доклады и стендовую сессию с представлением результатов научно-исследовательских работ молодых ученых. **В рамках Конкурса 19 декабря 2019 года состоится круглый стол на тему «ПРИКЛАДНЫЕ АСПЕКТЫ ЭЛЕМЕНТООРГАНИЧЕСКОЙ ХИМИИ» (катализ, нефтехимия и т. д.)**. Победителей конкурса ждут три главных премии и Гран-при-премия имени А. Н. Несмеянова, а также поощрительные призы для иногородних участников конкурса.

Подробная информация о конкурсе -на сайте
<https://ineos.ac.ru/competitions/ineos>

СПОНСОРЫ:



**ЕВРО
КЕМИКАЛС**



abcr

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ПАРТНЕРЫ:



Место проведения: Москва, ИНЭОС РАН
www.ineos.ac.ru