

Статья поступила в редакцию 12.01.2016,
доработана 23.04.2016

DOI 10.20915/2077-1177-2016-0-1-21-30
УДК 669.018.44:669.245

ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И РАЗРАБОТКА КОМПЛЕКТА СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ СОСТАВА И СТРУКТУРЫ ЖАРОПРОЧНЫХ НИКЕЛЕВЫХ И ИНТЕРМЕТАЛЛИДНЫХ СПЛАВОВ

Чабина Е.Б., Зайцев Д.В., Алексеев А.А., Сбитнева С.В.

Актуальность исследования: В монокристаллических жаропрочных никелевых и интерметаллидных сплавах, из которых изготавливают лопатки современных газотурбинных двигателей (ГТД), присутствует упрочняющая γ' -фаза двух размеров (несколько микрон и наноразмерная). Для углубленного исследования структурно-фазового состояния таких сплавов необходимо не только качественное описание созданной структуры, но и количественный анализ геометрических характеристик составляющих сплава.

Цель работы: разработка комплектов стандартных образцов состава и структуры монокристаллических жаропрочных никелевых и интерметаллидных сплавов.

Методы исследования: Для решения измерительной задачи контроля структурно-геометрических характеристик монокристаллических жаропрочных и интерметаллидных сплавов методами аналитической микроскопии и рентгеноструктурного анализа проведены исследования с использованием аттестованных методик измерения на установках, внесенных в Реестр средств измерения Российской Федерации. Исследования проводили на шлифах, фольгах и пластинах, вырезанных в плоскости $\{100\}$.

Результаты: Установлено, что основными параметрами структуры, определяющими свойства указанных сплавов, являются размер частиц упрочняющей γ' -фазы, толщина прослоек γ -фазы между ними и параметры решеток фаз. Сформулированы метрологические требования к стандартным образцам состава и структуры жаропрочных никелевых и интерметаллидных сплавов. Определен необходимый и достаточный набор стандартных образцов, обеспечивающий возможность определения состава и параметров структуры монокристаллических жаропрочных никелевых и интерметаллидных сплавов. Разработанные комплекты стандартных образцов аттестованы как стандартные образцы предприятия.

Вывод: Стандартные образцы могут быть использованы для градуировки спектральной аппаратуры при проведении элементного анализа сплавов указанных классов; для калибровки основных средств измерения параметров структуры сплавов; для измерения периодов решетки сплавов; для получения эталонных снимков структуры методами растровой электронной микроскопии (РЭМ) и просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ).

Ключевые слова: стандартные образцы, монокристаллические композиции, структура, жаропрочный сплав.

✓ **Ссылка при цитировании:** Исследование структуры и разработка комплекта стандартных образцов состава и структуры жаропрочных никелевых и интерметаллидных сплавов / Е.Б. Чабина [и др.] // Стандартные образцы. 2016. № 1. С. 21–30.

Авторы:

ЧАБИНА Е.Б.

Заместитель начальника Испытательного центра ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» (ФГУП «ВИАМ»), канд. техн. наук
Российская Федерация, 105005, г. Москва,
ул. Радио, 17
E-mail: chabinaeb@viam.ru

ЗАЙЦЕВ Д.В.

Ведущий инженер ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» (ФГУП «ВИАМ») (ФГУП «ВИАМ») (ФГУП «ВИАМ»)
Российская Федерация, 105005, г. Москва,
ул. Радио, 17
E-mail: den65536@mail.ru

АЛЕКСЕЕВ А.А.

Главный научный сотрудник ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» (ФГУП «ВИАМ»), канд. физ.-мат. наук
Российская Федерация, 105005, г. Москва,
ул. Радио, 17
E-mail: alekseev_a_a@inbox.ru

СБИТНЕВА С.В.

И.о. старшего научного сотрудника ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» (ФГУП «ВИАМ») (ФГУП «ВИАМ»)
Российская Федерация, 105005, г. Москва,
ул. Радио, 17
E-mail: stives@mail.ru

Используемые в статье сокращения:

СО – стандартные образцы;
СОП – стандартные образцы предприятия;
ГТД – газотурбинный двигатель;
ГТУ – газотурбинная установка;
РЭМ – растровая электронная микроскопия;
ПЭМ – просвечивающая электронная микроскопия;

ФР – Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений;
МИ – методика измерений;
ГЦК – гранецентрированная кубическая;
ОЦК – объемно-центрированная кубическая;
РСА – рентгеноструктурный анализ.

Введение

Эксплуатационные характеристики газотурбинных двигателей (ГТД) и стационарных энергетических установок (ГТУ) во многом определяются свойствами литейных жаропрочных никелевых сплавов, являющихся основным материалом для изготовления лопаток турбины [1–3]. При рабочей температуре газов современного двигателя около 1600 °С рабочая температура материала лопаток составляет 1050–1150 °С. При этом в зависимости от назначения (сопловые или рабочие лопатки) требования к уровню их свойств и структуре различны [4].

Стационарные направляющие лопатки первой ступени турбины (сопловые лопатки) подвергаются воздействию тепловых нагрузок, обусловленных неравномерностью их температурного поля, как при стационарной работе двигателя, так и при изменении режимов его работы. В результате из-за температурных градиентов возникают термические напряжения, вызывающие малоцикловую усталость и усталостное растрескивание. Сопловые лопатки работают при более высоких температурах, чем рабочие лопатки, но уровень возникающих в них напряжений ниже, чем в рабочих лопатках. Главные требования

к материалу сопловых лопаток заключаются в обеспечении высокого уровня термоусталости и жаропрочности.

Вращающиеся рабочие лопатки турбины подвержены наиболее полному комплексу различных видов нагружений и повреждений, влияющих на их ресурс: статическому, вибрационному, термоциклическому, коррозионному и эрозионному. В тонкой стенке пера охлаждаемой лопатки имеет место перепад температур, и неизбежно возникают термические растягивающие напряжения. Сочетание растягивающих термических напряжений, рабочих напряжений от центробежных сил и высоких температур может вызвать ползучесть лопаток, приводящую к их растрескиванию. Материал должен сопротивляться высокотемпературной ползучести, то есть иметь высокую жаропрочность.

С повышением рабочих температур турбины в целом увеличивается опасность возникновения газовой и сульфидной коррозии сопловых и рабочих лопаток. Поэтому одним из требований, предъявляемых к материалу лопаток, является достаточно высокий уровень их жаростойкости [4].

В современных двигателях для изготовления рабочих лопаток используют монокристаллические жаропрочные

никелевые сплавы, содержащие рений [4–6], а для изготовления сопловых лопаток – монокристаллические интерметаллидные композиции на основе Ni_3Al [7, 8].

В структуре данных сплавов присутствует упрочняющая интерметаллидная γ' -фаза двух размеров (размером несколько микрон и наноразмерная), выделяющаяся на различных стадиях производства лопаток [9–11]. Повышение конструкционной прочности современных жаропрочных никелевых сплавов обеспечивается увеличением объемной доли γ' -фазы путем усложнения легирования и выделения дораспадной наноразмерной (20–50 нм) γ' -фазы в прослойках γ -фазы в результате специальных технологических приемов охлаждения с повышенной температуры. Для углубленного исследования структурно-фазового состояния таких сплавов необходимы не только качественное описание созданной структуры, но и количественный анализ геометрических характеристик составляющих сплава. Другими словами, с разработкой и внедрением в практику новых видов наноструктурированных жаропрочных никелевых сплавов появляются новые измерительные задачи контроля их структурно-геометрических характеристик [10, 12, 13]. Поставленные задачи для сплава указанной системы состоят в определении геометрических характеристик (характерный диаметр) частиц γ' -фазы и толщины прослоек между ними.

Для решения задачи контроля структурно-геометрических характеристик деформируемых никелевых сплавов [14] и упрочняющих наноструктурированных и нанослойных покрытий [15] были разработаны стандартные образцы состава и структуры категории СОП (стандартные образцы предприятия). Целью настоящей работы являлась разработка комплектов СО состава и структуры монокристаллических интерметаллидных композиций на основе Ni_3Al и монокристаллических жаропрочных никелевых сплавов, содержащих рений.

Материалы и методы исследования

Разработку СО структуры материалов проводили на основе результатов исследования их строения. Для исследования состава и структуры разрабатываемых СО наноструктурированных жаропрочных никелевых и интерметаллидных сплавов был применен комплексный подход [16] с использованием методов:

- растровой электронной микроскопии (РЭМ) с применением микроскопа JSM 6490 LV, JEOL (средство измерения утвержденного типа, свидетельство JP.E.27.003.A № 49397) для измерения размеров частиц упрочняющей γ' -фазы и размеров прослоек между ними на шлифах;

- просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) с применением микроскопа JEM-200CX, JEOL (средство измерения утвержденного типа, свидетельство JP.E.27.003.A № 49396) для идентификации изображений различных наночастиц и измерения размеров частиц упрочняющей γ' -фазы на фольгах;

- энергодисперсионного микрорентгеноспектрального анализа с применением приставки к просвечивающему электронному микроскопу «OXFORD INCAx-sight – TEM 250» для определения химического состава с локальностью 20 нм на фольгах при съемке на просвет;

- рентгеноструктурного анализа с применением дифрактометра общего назначения D/MAX-2500 (средство измерения утвержденного типа, свидетельство JP.E.31.003.A № 41478) для определения фазового состава СО и измерения параметров кристаллических решеток фазовых составляющих сплава.

Все исследования выполнялись на 10 одинаковых образцах, результаты измерений усреднялись.

Измерения размеров частиц упрочняющей γ' -фазы и размеров прослоек между ними проводили по аттестованной в соответствии с ГОСТ Р 8.563–2009 и внесенной в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений (номер ФР.1.37.2010.08910) методике измерений размеров фаз и слоев методом растровой электронной микроскопии (МИ 1.2.020–2010, свидетельство об аттестации № 42/01.00276–2008). При измерении размеров слоев показатель точности (границы погрешности) (при $p = 0,95$) составляет $\pm 8,00$ %, при измерении размеров частиц $\pm 1,63$ %.

Измерение геометрических параметров структуры методом просвечивающей электронной микроскопии проводили по аттестованной в соответствии с ГОСТ Р 8.563–2009 и внесенной в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений (номер ФР.1.37.2010.08911) методике измерений линейных размеров наночастиц и прослоек наноструктурированных фаз методом просвечивающей электронной микроскопии (МИ 1.2.022–2010, свидетельство об аттестации № 43/01.00276–2008). При измерении размеров прослоек наноструктурированных фаз показатель точности (границы погрешности, при $p = 0,95$) составляет $\pm 5,40$ %, при измерении длины наноразмерных частиц $\pm 2,3$ %, при измерении диаметра (ширины) наноразмерных частиц $\pm 11,8$ %.

Определение локального состава материала проводили по аттестованной в соответствии с ГОСТ Р 8.563–2009 и внесенной в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений (номер ФР.1.37.2010.08909) методике измерений состава

наноструктурированных фаз и прослоек методом микрорентгеноспектрального анализа (МИ 1.2.021–2010, свидетельство об аттестации № 41/01.00276–2008). При измерении локального химического состава фаз и прослоек размером от 20 до 200 нм показатель точности (границы погрешности, при $p = 0.95$) находится в диапазоне от $\pm 2,37$ до $\pm 15,51$ % для различных элементов.

Изготовление комплекта СО химического состава монокристаллической интерметаллидной композиции на основе Ni_3Al с содержанием основных легирующих элементов Al 8–9 %, Cr 5–6 %, с дендритно-ячеистой (композиционной) структурой и наноразмерными включениями фаз с характеристическими размерами от 10 до 100 нм включало в себя выплавку пяти типов образцов, различающихся по расчетному химическому составу.

Были изготовлены СО состава и структуры монокристаллического жаропрочного никелевого сплава, содержащего 4 % рутения, 6 % алюминия с дендритно-ячеистой (композиционной) структурой и наноразмерными включениями фаз с характеристическим размером от 5 до 50 нм. Стандартные образцы состава получали из литых прутковых (шихтовых) заготовок путем их переплава методом высокоградиентной направленной кристаллизации и последующей механической обработки.

Исследования химического состава пяти плавок материала СО монокристаллического интерметаллидного сплава на основе Ni_3Al и СО монокристаллического жаропрочного никелевого сплава проведены различными методами аналитической химии, включая атомно-абсорбционный и атомно-эмиссионный с индуктивно-связанной плазмой.

Материалом исследования являлась стружка, отобранная с монокристаллических образцов материала СО пяти плавок (пяти составов). Стружку растворяли в смеси кислот (соляной, серной), отбирали необходимую аликвотную часть раствора для измерения интенсивности каждого аттестуемого элемента. Измерение содержания аттестуемых элементов (Al в диапазоне 8–9 %, Cr в диапазоне 5–6 %) проводили вышеуказанными методами.

Контроль заявленных характеристик разработанных комплектов СО, в том числе исследование однородности СО, проводили в ФГУП «ВНИИОФИ» (аттестат аккредитации № 01.00276–2008 от 28.12.2008) с использованием Государственного первичного эталона единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов ГЭТ 196–2011. В состав ГЭТ 196–2011 входят спектральный комплекс, люминесцентный комплекс, хромато-масс-спектрометрический комплекс, эталоны чистых веществ, государ-

ственные стандартные образцы и меры, референтные методики [13]. После проведенных исследований комплекты СО были утверждены в качестве СОП (стандартных образцов предприятия).

Результаты и их обсуждение

Исследование структуры интерметаллидного жаропрочного сплава проведено на плоских поверхностях образцов с нормалью $\langle 001 \rangle$ после специальной вырезки. В качестве образцов для исследования методами РЭМ были изготовлены шлифы с кристаллографической ориентацией $\{100\}$. Микроструктура интерметаллидного сплава в исходном состоянии имеет ячеисто-дендритное строение, в междендритных участках расположены крупные частицы эвтектической γ' -фазы, частицы вторичной интерметаллидной γ' -фазы окружены тонкими прослойками γ -твердого раствора, в осях дендритов сечения частиц более мелкие и имеют треугольную (для ориентации $\{111\}$) или кубическую (для ориентации $\{001\}$) форму.

Фотография структуры материала, полученная методом РЭМ, приведена на рис. 1а. Области, занимаемые γ' -фазой, имеют светлый контраст, а области, занимаемые γ -фазой, – темный контраст. В сечении $\{100\}$ геометрические формы и размеры, занимаемые отдельными частицами γ' -фазы, изображены без искажений. По результатам подобных измерений сделан вывод, что частицы γ' -фазы имеют сложную кубоидную форму с гранями типа $\{100\}$. Подобные исследования позволили выявить наиболее характерные параметры структуры: геометрические размеры γ' -фазы и толщина γ -прослоек.

Исследования методом ПЭМ проведены на фольгах, вырезанных в плоскости $\{100\}$. Исследованы тонкое строение границы γ/γ' -фаз и тонких прослоек γ -фазы (рис. 1а). В прослойках γ -фазы обнаружены наноразмерные частицы γ' -фазы (рис. 1б).

Измерение периодов решеток γ и γ' -фаз проведено методом рентгеноструктурного анализа на образце, представляющем собой пластину, вырезанную в плоскости $\{100\}$. Анализ фазового состава монокристалла интерметаллидного сплава методом РСА показал, что кроме фаз γ и γ' в материале присутствует β -фаза (соединение типа $NiAl$ с кубической ОЦК решеткой).

На основании проведенных структурных исследований сформулированы основные требования к стандартным образцам интерметаллидного жаропрочного сплава (табл. 1¹).

¹ Приведенные параметры структуры должны измеряться с точностью не ниже аттестованных значений указанных выше МИ.

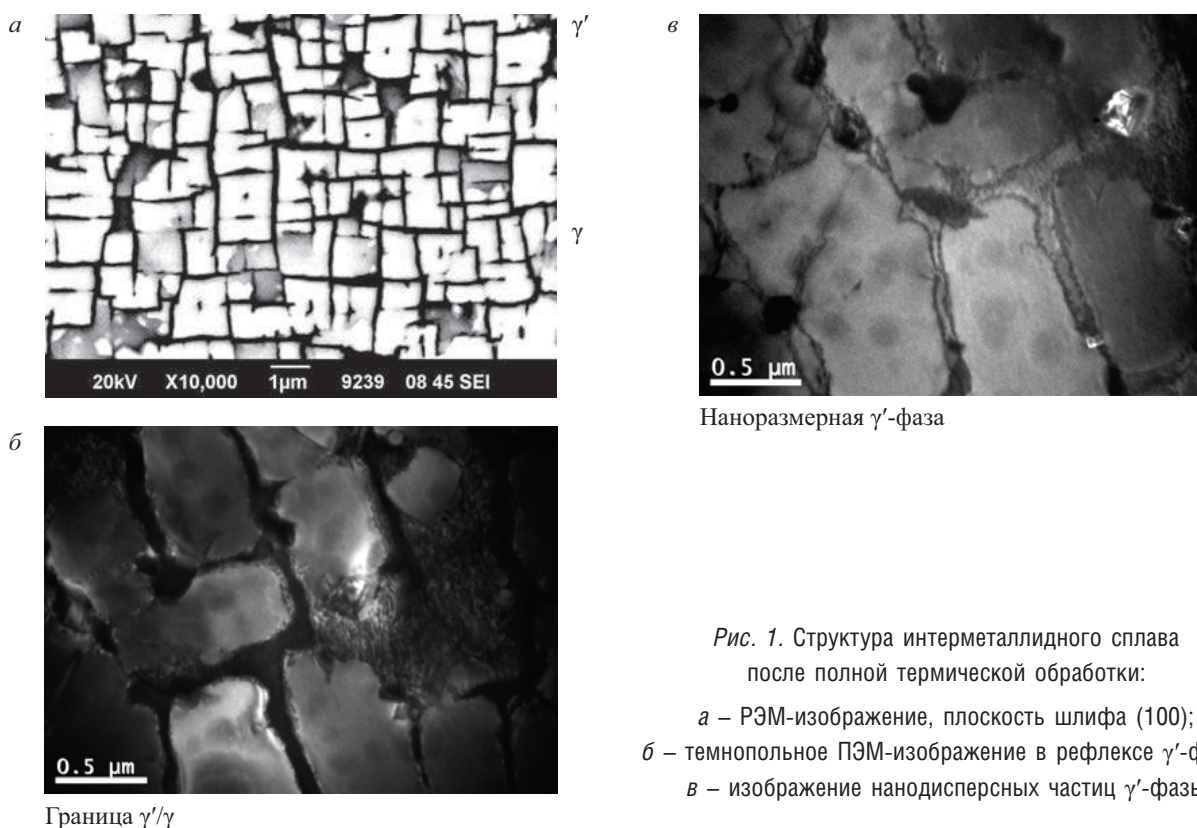


Рис. 1. Структура интерметаллидного сплава после полной термической обработки:
 а – РЭМ-изображение, плоскость шлифа (100);
 б – темнопольное ПЭМ-изображение в рефлексе γ' -фазы;
 в – изображение нанодисперсных частиц γ' -фазы

Таблица 1

Требования к СО интерметаллидной композиции на основе Ni_3Al с содержанием основных легирующих элементов Al 8–9 %, Cr 5–6 %, с дендритно-ячеистой (композиционной) структурой и наноразмерными включениями фаз с характеристическими размерами от 10 до 100 нм

Параметры состава сплава	Параметры структуры сплава			Вид образца
Массовая концентрация Al и Cr (стружка, отобранная из монолитного образца)	γ' -фаза	Тип решетки	Кубическая со структурой $L1_2$	Шлифы с кристаллографической ориентацией {100}; пластины, вырезанные в плоскости {100}; фольги, вырезанные в плоскости {100}, диаметром 3 мм и толщиной около 100 нм
		Параметры решетки	$a = 0,357$ нм	
		Размеры кубоидных частиц	Длина, ширина, высота 0,3–0,6 мкм	
	γ -фаза	Тип решетки	Кубическая с ГЦК структурой	
		Параметры решетки	$a = 0,363$ нм	
		Размеры прослоек	Длина, ширина 1–4 мкм, толщина 50–150 нм	
β -фаза	Тип решетки	Кубическая с ОЦК структурой типа B2		
	Параметры решетки	$a = 0,288$ нм		

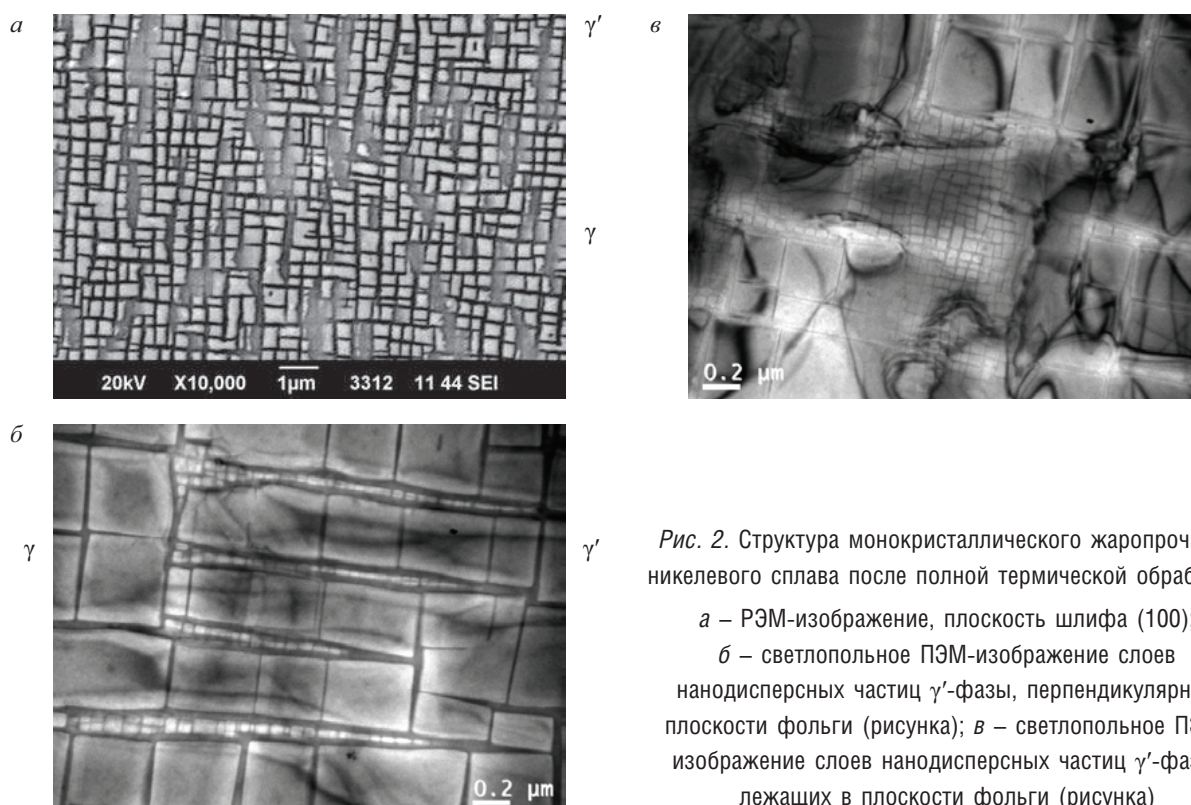


Рис. 2. Структура монокристаллического жаропрочного никелевого сплава после полной термической обработки:

- а – РЭМ-изображение, плоскость шлифа {100};
- б – светлопольное ПЭМ-изображение слоев нанодисперсных частиц γ' -фазы, перпендикулярных плоскости фольги (рисунка);
- в – светлопольное ПЭМ-изображение слоев нанодисперсных частиц γ' -фазы, лежащих в плоскости фольги (рисунка)

На основании результатов исследований и сформулированных метрологических требований был определен необходимый и достаточный набор образцов, обеспечивающий возможность определения состава и параметров структуры интерметаллидной композиции на основе Ni_3Al . В комплект СО входят 4 образца:

- 1 фольга для анализа структуры методом ПЭМ;
- 1 шлиф сплава для анализа структуры методом РЭМ;
- 1 монолитный образец сплава в виде пластины для анализа параметров структуры методом рентгеновской дифрактометрии;
- 1 образец стружки для определения химического состава сплава¹.

Микроструктура монокристаллического жаропрочного никелевого сплава в исходном состоянии имеет ячеисто-дендритное строение. Образцы для исследова-

ния методом РЭМ представляли собой шлифы с кристаллографической ориентацией {100}. Фазовое строение монокристаллического жаропрочного никелевого сплава после полной термической обработки представляет смесь γ и γ' -фаз (рис. 2а). При этом γ' -фаза представлена в виде частиц по форме, близкой к кубической, с огранкой {001}; γ -фаза представлена в виде тонких прослоек между кубическими частицами γ' -фазы. Методом растровой электронной микроскопии измерен средний размер кубоидных частиц γ' -фазы и средняя толщина прослоек γ -фазы.

Методом ПЭМ на фольгах, вырезанных в плоскости {100}, измерены размеры наночастиц (рис. 2 б, в). Измерение периодов решеток γ и γ' -фаз проведено методом рентгеноструктурного анализа на образце, представляющем собой пластину, вырезанную в плоскости {100}. Также был определен фазовый состав СО монокристаллического жаропрочного никелевого сплава.

На основании проведенных структурных исследований сформулированы основные требования к стандартным образцам монокристаллического жаропрочного никелевого сплава, содержащего рений и рутений (табл. 2)².

² Приведенные параметры структуры должны измеряться с точностью не ниже аттестованных значений указанных выше МИ.

¹ Свидетельство № СО-04-10 Стандартного образца состава и параметров структуры монокристаллических интерметаллидных композиций на основе Ni_3Al с содержанием основных легирующих элементов Al 8–9 %, Cr 5–6 %, с дендритно-ячеистой (композиционной) структурой и наноразмерными включениями фаз с характеристическими размерами от 10 до 100 нм (комплект), разработанного ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ.

Таблица 2

Требования к СО монокристаллического жаропрочного никелевого сплава, содержащего 4 % рутения, 6 % алюминия с дендритно-ячеистой (композиционной) структурой и наноразмерными включениями фаз с характеристическим размером от 5 до 50 нм

Параметры состава сплава	Параметры структуры сплава			Вид образца
Массовая концентрация Al, Re, Ru (стружка, отобранная из монолитного образца)	γ' -фаза	Тип решетки	Кубическая со структурой $L1_2$	Шлифы с кристаллографической ориентацией {100}; пластины, вырезанные в плоскости {100}; фольги, вырезанные в плоскости {100}, диаметром 3 мм и толщиной около 100 нм
		Параметры решетки	$a = 0,358$ нм	
		Размеры крупных кубоидных частиц	Длина, ширина, высота 0,3–0,6 мкм	
		Размеры наноразмерных кубоидных частиц	Длина, ширина, высота 5–50 нм	
	γ -фаза	Тип решетки	Кубическая с ГЦК структурой	
		Параметры решетки	$a = 0,361$ нм	
		Размеры широких прослоек	Длина, ширина 1–4 мкм, толщина 50–150 нм	
		Размеры тонких прослоек	Длина, ширина 0,3–0,6 мкм, толщина 5–30 нм	

На основании результатов исследований и сформулированных метрологических требований был определен необходимый и достаточный набор образцов, обеспечивающий возможность определения состава и параметров структуры монокристаллического жаропрочного никелевого сплава. В комплект СО входят 4 образца:

- 1 фольга для анализа структуры методом ПЭМ;
- 1 шлиф сплава для анализа структуры методом РЭМ;
- 1 монолитный образец сплава в виде пластины для анализа параметров структуры методом рентгеновской дифрактометрии;
- 1 образец стружки для определения химического состава сплава¹.

Стандартные образцы предназначены для градуировки спектральной аппаратуры при проведении элементного анализа монокристаллических жаропрочных

никелевых и интерметаллидных сплавов (химический анализ), калибровки средств измерения параметров структуры сплавов (методами РЭМ и ПЭМ), измерения периодов решетки сплавов (методом РСА), получения эталонных снимков структуры методами РЭМ и ПЭМ.

Вывод

Разработанные комплекты СО состава и параметров структуры монокристаллических интерметаллидных композиций на основе Ni_3Al и монокристаллического высокорениевого жаропрочного никелевого сплава могут быть использованы для контроля параметров структуры ответственных деталей компрессоров ГТД и ГТУ, которые изготавливаются из материалов данного класса (монокристаллических жаропрочных никелевых и интерметаллидных сплавов).

Авторы выражают благодарность В.Г. Колодочкиной за помощь в проведении исследований методом РЭМ.

¹ Свидетельство № СО-03-10 Стандартного образца состава и параметров структуры монокристаллического жаропрочного никелевого сплава, содержащего 4 % рутения, 6 % алюминия с дендритно-ячеистой (композиционной) структурой и наноразмерными включениями фаз с характеристическим размером от 5 до 50 нм (комплект), разработанного ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ.

ЛИТЕРАТУРА

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.
2. Каблов Е.Н., Ломберг Б.С., Оспенникова О.Г. Создание современных жаропрочных материалов и технологий их производства для авиационного двигателестроения // *Крылья Родины*. 2012. № 3–4. С. 34–39.
3. Приоритетные направления развития технологий производства жаропрочных материалов для авиационного двигателестроения / Е.Н. Каблов [и др.] // *Проблемы черной металлургии и материаловедения*. 2013. № 3. С. 47–54.
4. Литые лопатки газотурбинных двигателей: сплавы, технология, покрытия / под общ. ред. Е.Н. Каблова. 2-е изд. М.: Наука, 2006. 632 с.
5. Литейные жаропрочные никелевые сплавы для перспективных авиационных ГТД / Е.Н. Каблов [и др.] // *Технология легких сплавов*. 2007. № 2. С. 6–16.
6. Каблов Е.Н., Петрушин Н.В., Елютин Е.С. Монокристаллические жаропрочные сплавы для газотурбинных двигателей // *Вестник МГТУ им. Н.Э. Баумана. Сер. «Машиностроение»*. 2011. № SP2. С. 38–52.
7. Каблов Е.Н., Оспенникова, О.Г., Базылева О.А. Литейные конструкционные сплавы на основе алюминиды никеля // *Двигатель*. 2010. № 4. С. 22–25.
8. Базылева О.А., Туренко Е.Ю., Шестаков А.В. Влияние термической обработки на микроструктуру и механические свойства сплава на основе интерметаллида NiAl // *Труды ВИАМ*. 2014. № 9. Ст. 02 (viam-works.ru).
9. Формирование нано-структурированного состояния в литейном жаропрочном сплаве при микролегировании его лантаном / В.В. Сидоров [и др.] // *Труды ВИАМ*. 2013. №1. Ст. 01 (viam-works.ru).
10. Каблов Е.Н., Чабина Е.Б., Луценко А.Н. Современное состояние и проблемные вопросы применения наноматериалов и нанотехнологий в авиационном материаловедении // *Наноструктурные материалы: Беларусь – Россия – Украина. Сб. пленарных докладов IV Междунар. науч. конф. Минск, 7–10 октября 2014 г.* Минск: Беларуская навука, 2015. С. 137–144.
11. Перспективные разработки ВИАМ в области наноматериалов и нанотехнологий / Е.Б. Чабина [и др.] // *Все материалы: Энциклопедический справочник*. 2012. № 6. С. 9–15.
12. Метрологическое обеспечение нанотехнологий и продукции наноиндустрии / под. общ. ред. В.Н. Крутикова. М.: Логос, 2011. 586 с.
13. Аттестация стандартных образцов состава сложнолегированных сплавов с применением эталона / Е.Н. Каблов [и др.] // *Авиационные материалы и технологии*. 2012. № 2. С. 9–11.
14. Чабина Е.Б., Филонова Е.В., Зайцев Д.В. Количественный анализ параметров структуры деформируемых никелевых сплавов с применением стандартных образцов состава и структуры // *Измерительная техника*. 2015. № 9. С. 71–73.
15. Исследование структуры и разработка комплекта стандартных образцов структуры и состава упрочняющих наноструктурированных и нанослойных покрытий на основе нитридов металлов / Е.Б. Чабина [и др.] // *Стандартные образцы*. 2014. № 4. С. 24–29.
16. Применение методов аналитической микроскопии и рентгеноструктурного анализа для исследования структурно-фазового состояния материалов / Е.Б. Чабина [и др.] // *Труды ВИАМ*. 2013. № 5. Ст. 06 (viam-works.ru).

The article is received 01.07.2015

The article is corrected 23.01.2016

DOI 10.20915/2077-1177-2016-0-1-21-30

УДК 669.018.44:669.245

STUDY OF THE STRUCTURE AND DEVELOPMENT OF THE SET OF REFERENCE MATERIALS OF COMPOSITION AND STRUCTURE OF HEAT RESISTING NICKEL AND INTERMETALLIC ALLOYS

E.B. Chabina, D.V. Zaitsev, A.A. Alekseev, S.V. Sbitneva

FSUE "All-Russian Scientific-Research Institute of Aviation Materials" (FSUE "VIAM")

Russian Federation, 105005, Moscow, Radio St., 17

E-mail: chabinaeb@viam.ru

Relevance of research: *There are two sizes (several microns and nanodimensional) of strengthening γ' -phase in single-crystal heat resisting nickel and intermetallic alloys, used for making blades of modern gas turbine engines (GTD). For in-depth study of structural and phase condition of such alloys not only qualitative description of created structure is necessary, but quantitative analysis of alloy components geometrical characteristics.*

Purpose of the work: *Development of reference material sets of heat resisting nickel and intermetallic alloy composition and structure.*

Research methods: *To address the measurement problem of control of structural and geometrical characteristics of single-crystal heat resisting and intermetallic alloys by analytical microscopy and X-ray diffraction analysis the research was carried out using certified measurement techniques on facilities, entered in the Register of Measurement Means of the Russian Federation. The research was carried out on microsections, foils and plates, cut in the plane $\{100\}$.*

Results: *It is established that key parameters, defining the properties of these alloys are particle size of strengthening γ' -phase, the layer thickness of γ -phase between them and parameters of phases lattice. Metrological requirements for reference materials of composition and structure of heat resisting nickel and intermetallic alloys are formulated. The necessary and sufficient reference material set providing the possibility to determine the composition and structure parameters of single-crystal heat resisting nickel and intermetallic alloys is defined. The developed RM sets are certified as in-plant reference materials.*

Conclusion: *The reference materials can be used for graduation of spectral equipment when conducting element analysis of specified class alloys; for calibration of means of measuring alloy structure parameters; for measurement of alloys phases lattice parameters; for structure reference pictures receiving by SEM and TEM.*

Keywords: reference materials, single-crystal compositions, structure, hot strength alloy.

✓ **When quoting reference:** Chabina E.B., Zaitsev D.V., Alekseev A.A., Sbitneva S. V. Issledovanie struktury i razrabotka komplekta standartnykh obraztsov sostava i struktury zharoprochnykh nikelovykh i intermetallidnykh splavov [Study of the structure and development of the set of reference materials of composition and structure of heat resisting nickel and intermetallic alloys]. *Standartnye obrazcy – Reference materials*, 2016, No. 1, pp. 21–30. (In Russian). DOI 10.20915/2077-1177-2016-0-1-21-30.

REFERENCE:

1. Kablov E.N. Innovatsionnye razrabotki FGUP «VIAM» GNTs RF po realizatsii «Strategicheskikh napravlenij razvitiia materialov i tekhnologii ikh 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»]. *Aviatsionnye materialy i tekhnologii – Aviation materials and technologies*. 2015. No. 1 (34). Pp. 3–33. (In Russian).
2. Kablov E.N., Lomborg B.S., Ospennikova O.G. Sozdanie sovremennykh zharoprochnykh materialov i tekhnologii ikh proizvodstva dlia aviatsionnogo dvigatelestroeniia [Creation of modern heat resisting materials and technologies of their production for aviation engine building]. *Kryl'ia Rodiny – Homeland Wings*, 2012, No. 3–4, pp. 34–39. (In Russian).
3. Kablov E.N., Ospennikova O.G., Lomborg B.S., Sidorov V.V. Prioritetnye napravleniia razvitiia tekhnologii proizvodstva zharoprochnykh materialov dlia aviatsionnogo dvigatelestroeniia [The priority directions of development of production technologies of heat resisting materials for aviation engine building] // *Problemy chernoy metallurgii i materialovedeniia – Problems of ferrous metallurgy and materials science*, 2013, No. 3, pp. 47–54. (In Russian).
4. Kablov E.N. (ed.) *Litye lopatki gazoturbinye dvigatelej: splavy, tekhnologii, pokrytiia [Cast blades of gas turbine engines: alloys, technology, coverings]*. 2nd ed. Moscow, Nauka Publ., 2006, 632 p. (In Russian).
5. Kablov E.N., Petrushin N.V., Svetlov I.L., Demonis I.M. Litejnye zharoprochnye nikelovye splavy dlia perspektivnykh aviatsionnykh GTD [Cast heat resisting nickel alloys for perspective aviation GTD]. *Tekhnologii legkikh splavov – Technology of light alloys*, 2007, No. 2, pp. 6–16. (In Russian).
6. Kablov E.N., Petrushin N.V., Elyutin E.S. Monokristalicheskie zharoprochnye splavy dlia gazoturbinykh dvigatelej [Single-crystal hot strength alloys for gas turbine engines]. *Vestnik MGTU im. N.É. Baumana. Seriya "Mashinostroeniie" – The messenger of MGTU of N.E. Bauman. "Mechanical engineering"*, 2011, No. SP2, pp. 38–52. (In Russian).
7. Kablov E.N., Ospennikova O.G., Bazyleva O. A. Litejnye konstruktsionnye splavy na osnove aliuminida nikelia [Cast structural alloys on the basis of nickel aluminide]. *Dvigatel' – Engine*, 2010, No. 4, pp. 22–25. (In Russian).
8. Bazyleva O. A., Turenko E.Yu., Shestakov A.V. Vliianie termicheskoi obrabotki na mikrostrukturu i mekhanicheskie svoystva splava na osnove intermetallida NiAl [Influence of thermal processing on microstructure and mechanical properties of alloy on the basis of NiAl intermetallic compound]. *Trudy VIAM – Works VIAM*, 2014, No. 9, Art. 02 (viam-works.ru). (In Russian).
9. Sidorov V.V., Rigin V.E., Zaitsev D.V., Goryunov A.V. Formirovanie nano-strukturirovannogo sostoianiia v litejnom zharoprochnom splave pri mikrolegirovanii ego lantanom [Forming nano-structured condition in cast hot strength alloy at its microalloying by lanthanum]. *Trudy VIAM – Works VIAM*, 2013, No. 1, Art. 01 (viam-works.ru). (In Russian).
10. Kablov E.N., E.B. Chabina, A.N. Lutsenko. Sovremennoe sostoianie i problemnye voprosy primeneniia nanomaterialov i nanotekhnologii v aviatsionnom materialovedenii [Current state and problem questions of application of nanomaterials and nanotechnologies in aviation materials science]. *Nanostrukturnye materialy: Belarus' – Rossiia – Ukraina. Sbornik plenarnykh dokladov IV Mezhdunarodnoj nauchnoj konferentsii. Minsk, 7–10 okt. 2014 g. – Nanostructural materials: Belarus – Russia – Ukraine. Collection of Plenary reports of the IV International scientific conference. Minsk, on October 7–10, 2014*. Minsk, Belaruskaia navuka Publ., 2015, pp. 137–144. (In Russian).
11. Chabina E. B., Morozov G. A., Lutsenko A. N., Skripachev S. Yu. Perspektivnye razrabotki VIAM v oblasti nanomaterialov i nanotekhnologii [Perspective development of VIAM in the field of nanomaterials and nanotechnologies]. *Vse materialy: Éntsiklopedicheskij spravochnik – All materials. Encyclopedic directory*, 2012, No. 6, pp. 9–15. (In Russian).
12. Krutikov V.N. (ed.) *Metrologicheskoe obespechenie nanotekhnologii i produktsii nanoindustrii [Metrological providing nanotechnologies and nanoindustry products]*. Moscow, Logos Publ., 2011, 586 p. (In Russian).
13. Kablov E.N., Morozov G.A., Krutikov V.N., Muravskaya N.P. Attestatsiia standartnykh obraztsov sostava slozhnolegirovannykh splavov s primeneniem étalona [Certification of standard samples of structure of complex-alloyed alloys using standard] *Aviatsionnye materialy i tekhnologii – Aviation materials and technologies*, 2012, No. 2, pp. 9–11. (In Russian).
14. Chabina E.B., Filonova E.V., Zaitsev D.V. Kolichestvennyj analiz parametrov struktury deformiruemykh nikelovykh splavov s primeneniem standartnykh obraztsov sostava i struktury [The quantitative analysis of parameters of structure of deformable nickel alloys using standard samples of composition and structure]. *Izmeritel'naia tekhnika – Measuring equipment*, 2015, No. 9, pp. 71–73. (In Russian).
15. Chabina E.B., Filonova E.V., Zhuravlyova P. L., Sbitneva S. V. Issledovanie struktury i razrabotka komplekta standartnykh obraztsov struktury i sostava uprochniaushchikh nanostrukturirobannykh i nanoslojnykh pokrytij na osnove nitridov metallov [Research of structure and development of set of standard samples of composition and structure of the strengthening nanostructured and nanolayer coverings on the basis of nitrides of metals]. *Standartnye obrazcy – Reference materials*, 2014, No. 4, pp. 24–29. (In Russian).
16. Chabina E.B., Alekseev A.A., Filonova E.V., Lukina E.A. Primenenie metodov analiticheskoi mikroskopii i rentgenostruktornogo analiza dlia issledovaniia strukturno-fazovogo sostoianiia materialov [Application of methods of analytical microscopy and the X-ray analysis for research of structural and phase condition of materials]. *Trudy VIAM – Works VIAM*, 2013, No. 5, Art. 06 (viam-works.ru). (In Russian).