

УДК 681.17

ПРИМЕНЕНИЕ АППАРАТНО-ПРОГРАММНОГО КОМПЛЕКСА НА ОСНОВЕ РЕНТГЕНОВСКОГО ДИФРАКТОМЕТРА ДРОН-7 В АВИАКОСМИЧЕСКОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ¹

© Т. И. Иванова², А. В. Курсков², Д. В. Тыщенко²,
Д. А. Дмитриев², О. В. Кузьмин³, Е. В. Цветова³

Статья поступила 18 августа 2015 г.

Рассмотрено использование методов рентгеновской дифракции для решения различных задач при производстве и эксплуатации авиационной и космической техники. Аналитический комплекс на основе рентгеновского дифрактометра ДРОН-7 с многофункциональной приставкой ПГТМ, выпускаемый российским предприятием НПП «Буревестник», позволяет оперативно и надежно анализировать фазовый состав, структурные и прочностные характеристики авиаматериалов (текстуру, кристаллографическую ориентацию, остаточные напряжения и др.). Четыре независимо управляемых поворота могут быть синхронизированы различным образом в зависимости от выбранного метода измерения и задачи исследования. Специализированное программное обеспечение для сбора и обработки данных позволяет получать наглядное и интерактивное представление исследуемых параметров и результатов анализа.

Ключевые слова: рентгеновский дифрактометр; многофункциональная гониометрическая приставка; рентгенодифракционный анализ авиаматериалов; фазовый анализ; текстуры; остаточные напряжения; ориентация монокристаллов; датчик ИМТК.

Россия — один из мировых лидеров в области производства авиационной и космической техники. На эта-

пах разработки, производства и сертификации материалов и изделий предприятия авиакосмической отрасли часто сталкиваются с задачами, которые можно легко решить методами рентгеновской дифрактометрии (см. таблицу).

¹ Статья публикуется на договорных условиях.

² НПП «Буревестник», г. С.-Петербург, Россия;
e-mail: ivanova-tibbourestnik.spb.ru

³ ОАО «Климов», г. С.-Петербург, Россия.

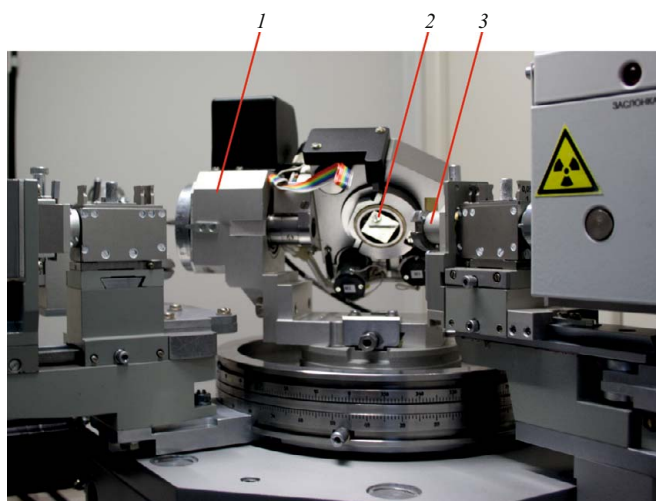


Рис. 1. Дифрактометр ДРОН-7 с многофункциональной приставкой ПГТМ: 1 — механизм перемещения образца; 2 — чашка с образцом; 3 — шелевое устройство

Российские и зарубежные компании для анализа структурных характеристик авиаматериалов уже много лет используют рентгеновский дифрактометр общего назначения ДРОН-7 с многофункциональной приставкой ПГТМ [1–3] (рис. 1). Такие известные предприятия в авиации и космической отрасли, как ОАО «УМПО» (г. Уфа), ОАО «Мотор-Сич» (г. Запорожье), ОАО «Авиадвигатель» (г. Пермь), ОАО «Климов» (г. Санкт-Петербург), ОАО «КнААПО имени Ю. А. Гагарина» (г. Комсомольск-на-Амуре), Hindustan Aeronautics (Индия), недавно созданный Центр обеспечения расследований авиационных происшествий государственной авиации (Москва), а также образовательные учреждения, подготавливающие кадры для авиационной промышленности (МАТИ, УГАТУ, Самарский государственный аэрокосмический университет и др.), смогли по достоинству оценить преимущества этого аналитического комплекса.

Техническое описание и функциональные возможности аналитического комплекса

Помимо стандартного рентгенофазового анализа (рис. 2), для выполнения которого достаточно поворота образца вокруг главной оси гониометра, дифрак-

тометр ДРОН-7, оснащенный многофункциональной приставкой, позволяет определять структурные и прочностные характеристики кристаллических материалов (текстуру, кристаллографическую ориентацию, остаточные напряжения и др.), а также осуществлять построение лауэграмм.

Различные методы съемки для анализа этих характеристик возможны благодаря конструкции приставки ПГТМ, в которой предусмотрены два независимых перемещения образца: поворот φ в собственной плоскости от 0 до 360° с дискретой 0,1° и наклон χ перпендикулярно направлению рентгеновского пучка от –3 до 70° с дискретой 0,05°. Отсчеты по осям φ и χ определяют положение образца в сферической системе координат (рис. 3–5). Таким образом, аналитический комплекс, состоящий из дифрактометра и приставки, имеет четыре степени свободы: две (2Θ - и Ω -повороты) у двухкружного гониометра и две (φ - и χ -повороты) у приставки. Четыре независимо управляемых поворота могут быть синхронизированы различным образом в зависимости от выбранного метода измерения и задачи исследования.

При анализе текстуры, определении ориентировки монокристаллов и построении лауэграмм используется единый алгоритм работы комплекса: измерение интенсивности при χ – φ -сканировании на фиксированном брегговском угле 2Θ . При этом осуществляют быстрое непрерывное вращение образца вокруг оси φ и дискретный наклон по оси χ . При необходимости можно выбрать дискретный режим сканирования по углу φ . Соответственно, в условиях измерения задается либо шаг сканирования $\Delta\varphi$, либо угловая скорость ν_φ . Для наклона χ всегда задают шаг сканирования $\Delta\chi$. Результат — прямая полюсная фигура (ППФ), которая строится в сферических координатах (см. рис. 3–5).

Несмотря на общий алгоритм сбор дифракционных данных для различных методов осуществляется по-разному. Так, при изучении текстуры измеряют несколько ППФ для разных типов рефлексов при сканировании по всему интервалу углов χ от 0 до 70° и с многократным полным оборотом по углу φ для получения статистически достоверных данных (см. рис. 3). При этом шаг сканирования выбирают достаточно большим (целые градусы).

Задачи, решаемые методами рентгеновской дифрактометрии

Объект исследования	Задачи
Материалы (керамика, металлы и сплавы)	Качественный и количественный фазовый анализ. Анализ текстур
Детали, конструкции, в том числе после эксплуатации и разрушения	Определение величин остаточных напряжений. Анализ текстур. Фазовый анализ материалов и продуктов их разрушения
Монокристаллические заготовки из жаропрочных сплавов для выращивания турбинных лопаток (стержни, конусы, затравки)	Экспресс-анализ кристаллографической ориентации, определение качества монокристаллов
Датчики ИМТК	Анализ искажений метрики кристаллической решетки в заданном направлении для анализа локальных термических воздействий на детали и конструкции при их эксплуатации, в том числе в экстремальных условиях

При экспресс-определении ориентации монокристаллов интервал поиска отражения по углу χ может быть небольшим (несколько градусов), при этом по углу φ обязательно совершается полный оборот (см. рис. 4, 5). Шаг при χ – φ -сканировании выбирают таким, чтобы исключить возможность пропуска рефлекса, а время поиска должно быть минимальным (обычно несколько десятков секунд).

Измерение лауэграммы осуществляют также в полном диапазоне углов χ и φ для получения максимально возможного числа отражений на ППФ (рис. 6).

При этом положение детектора выбирают таким, чтобы в него заведомо не попало ни одного брэгговского отражения.

При анализе остаточных напряжений в объеме образца алгоритм сбора данных принципиально иной: осуществляют регистрацию одного и того же брэгговского отражения в режиме $2\Theta - \Theta$ -сканирования, при этом образец каждый раз устанавливают в новое положение (χ, φ) в заданном диапазоне, начиная с нулевого. Результат измерения — совокупность дифракционных линий, полученных при разных положениях об-

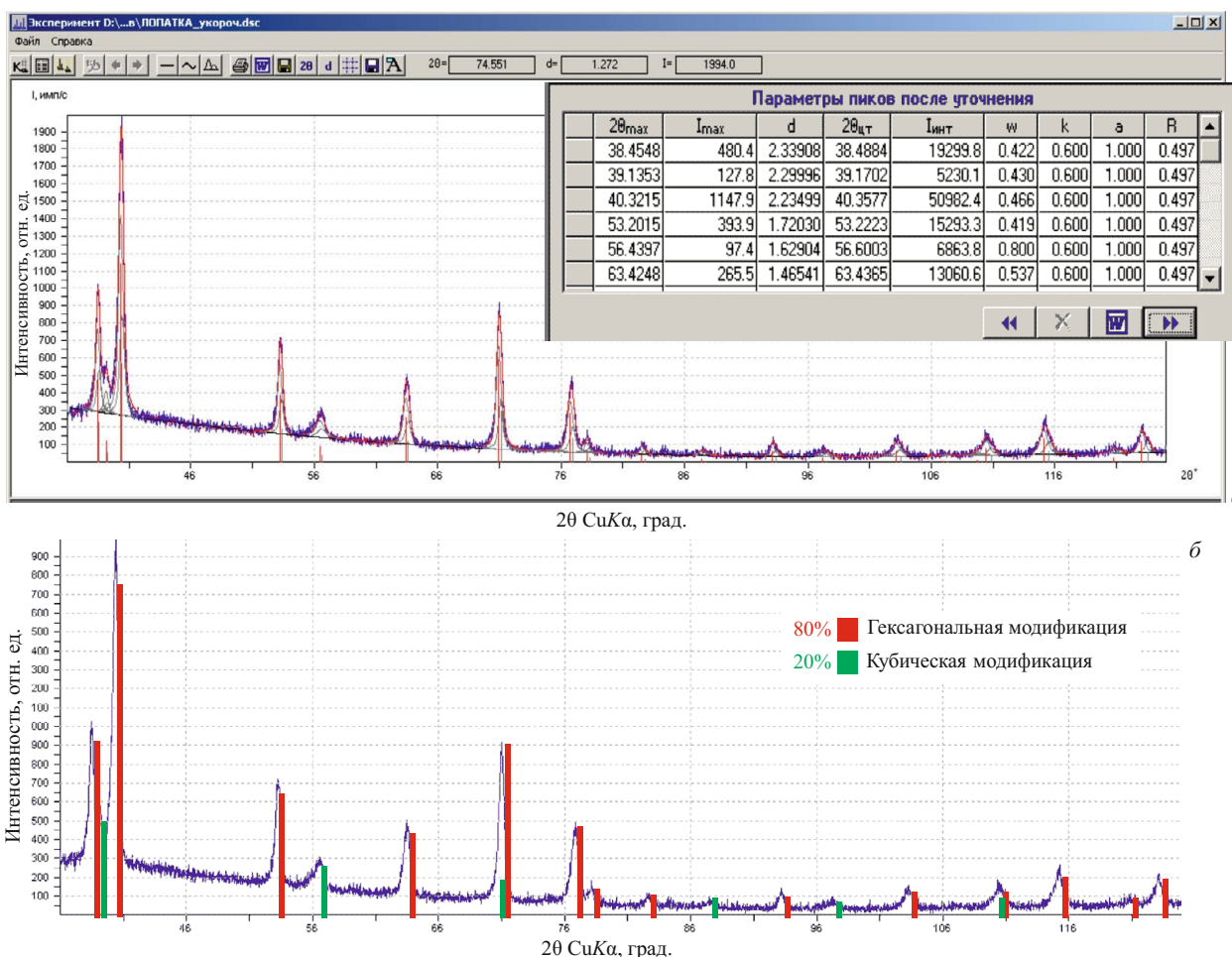


Рис. 2. Результаты обработки дифракционной картины (а) и определения фазового состава (б) материала лопатки компрессора из титанового сплава

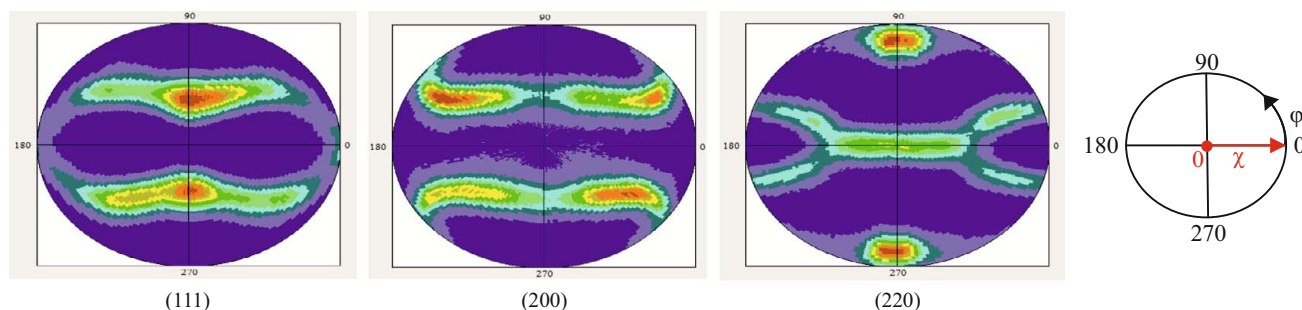


Рис. 3. ППФ, полученные от образца алюминиевого проката для различных рефлексов (на схеме справа показаны направления отсчета углов φ и χ в полярных координатах)

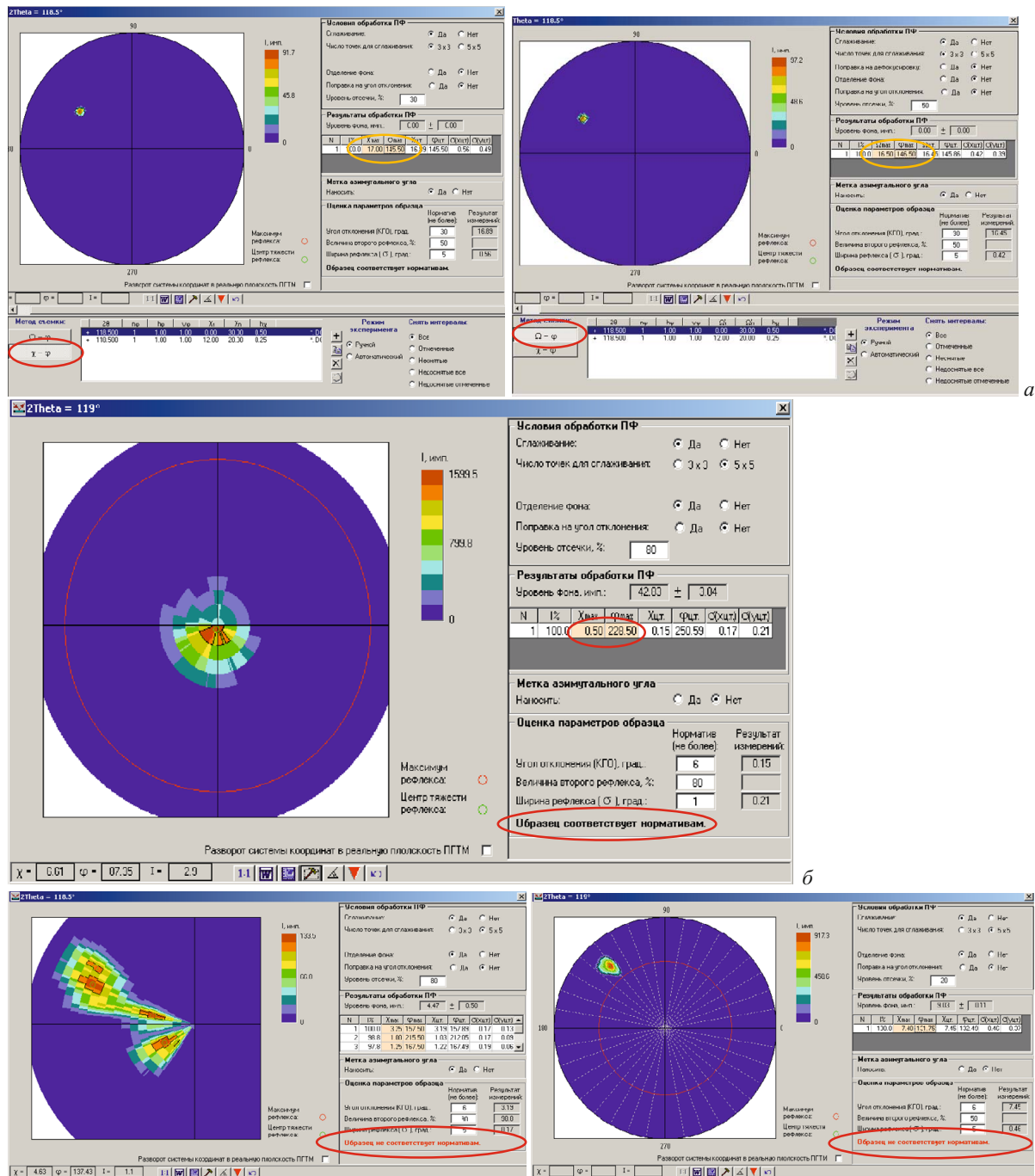


Рис. 4. ППФ, полученные при сканировании методами поворота и наклона с аналогичными результатами измерений (а), результаты обработки ППФ с определением координат рефлекса (б) и отбраковки затравки в соответствии с требуемыми нормативами по различным критериям (в): слева — по качеству (мозаичность), справа — по ориентации (угол отклонения больше заданного предела)

разца по отношению к падающему пучку (рис. 7). Для анализа остаточных напряжений используют, как правило, дальнеугловой рефлекс с максимально возможным углом 2θ .

При реализации любого из вышеперечисленных методов время измерений можно сократить за счет одновременной регистрации дифракционной картины. Скорость обработки данных позволяет наблюдать процесс измерений в режиме реального времени.

В состав комплекта приставки входит несколько держателей образцов, что позволяет исследовать заготовки и детали различного размера и формы, например, стержни для нарезки затравок, затравки для выращивания лопаток, небольшие лопатки компрессора и турбины или их фрагменты, неограниченные монокристаллы диаметром до 2 мм (рис. 8).

Двухосные приставки занимают важное место среди опционных составляющих для дифрактометров, в том числе зарубежного производства. Приставки

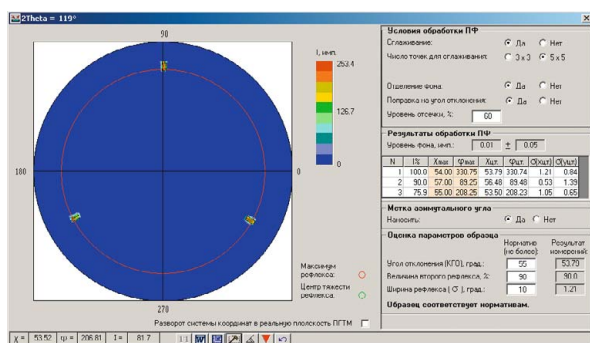


Рис. 5. ППФ лопатки турбины, измеренная методом наклона (в начале координат наблюдается выход оси третьего порядка кубической решетки)

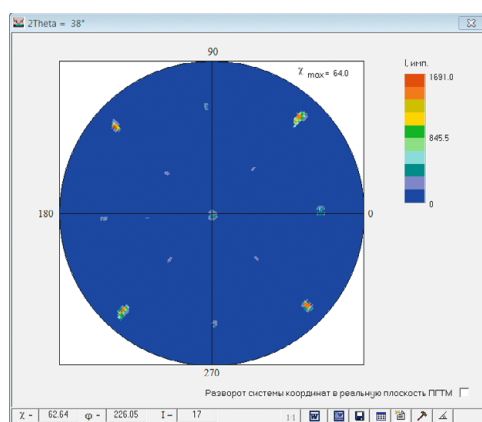


Рис. 6. Лауэграмма кубического кристалла

производства таких мировых лидеров, как Bruker (Германия) и Rigaku (Япония) имеют более высокие точности позиционирования образца и более широкий диапазон углов наклона χ . Это существенно повышает их стоимость и не всегда требуется при исследованиях авиаматериалов. Высокая угловая точность сопровождается низкой скоростью сканирования, поэтому к преимуществам приставки ПГТМ следует отнести ее быстродействие, что позволяет получать результат за считанные минуты и анализировать большое количество образцов за рабочую смену.

Управление аналитическим комплексом осуществляют через персональный компьютер. Для этой цели разработано специализированное программное обеспечение для управления и сбора данных DataCol, позволяющее задавать условия эксперимента (рис. 9), синхронизировать и контролировать движения приводов гониометра и приставки, осуществлять сбор данных и графически их визуализировать в режиме реального времени, а также выполнять операции по обработке данных с получением численных результатов и составлением протокола измерений (см. рис. 4).

Графическое отображение полученных результатов можно настраивать. При съемке, например, тек-

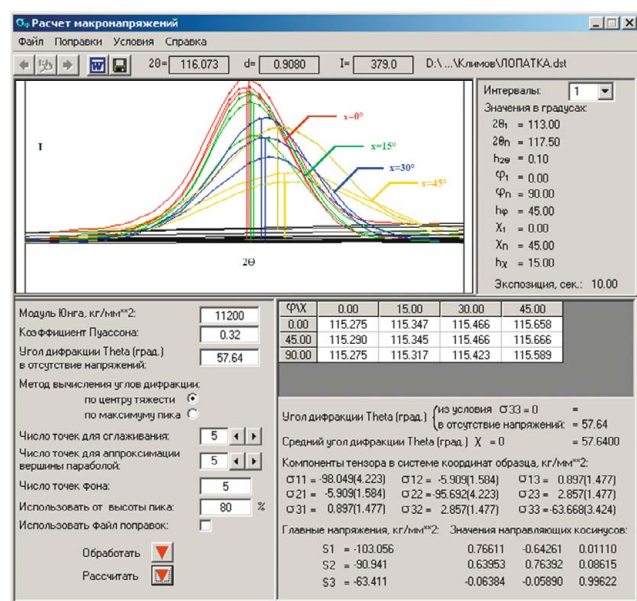


Рис. 7. Результаты определения сжимающих остаточных напряжений в лопатке компрессора из титанового сплава



Рис. 8. Держатели, входящие в комплект принадлежностей приставки ПГТМ: а — держатель стержней; б, в — чашки для небольших изометричных образцов (\varnothing до 28 мм); г — центрирующий держатель для монокристаллов малого размера (\varnothing до 2 мм); д — чашка с отверстием в основании для установки удлиненных образцов

стуры (рис. 10) возможно изменение масштаба шкалы интенсивности (с линейного на логарифмический), способа выделения областей с различной интенсивностью (заливкой, линиями), координатной системы (с прямоугольной на полярную) и цветовой гаммы (с цветной на черно-белую) (рис. 11). Также возможно наложение на ППФ координатной сетки с определенным ее шагом в окружном и радиальном направлениях.

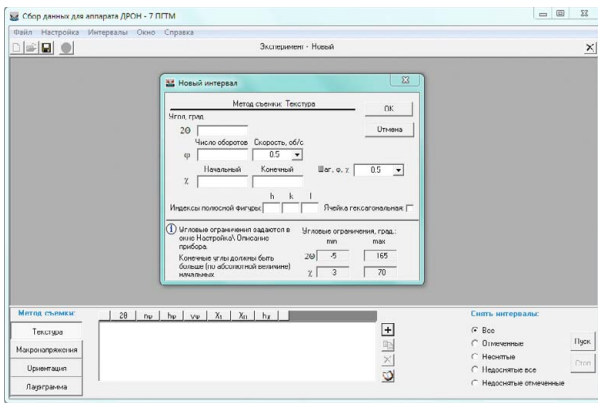


Рис. 9. Главное окно программы DataCol в конфигурации ДРОН-7 с приставкой ПГТМ

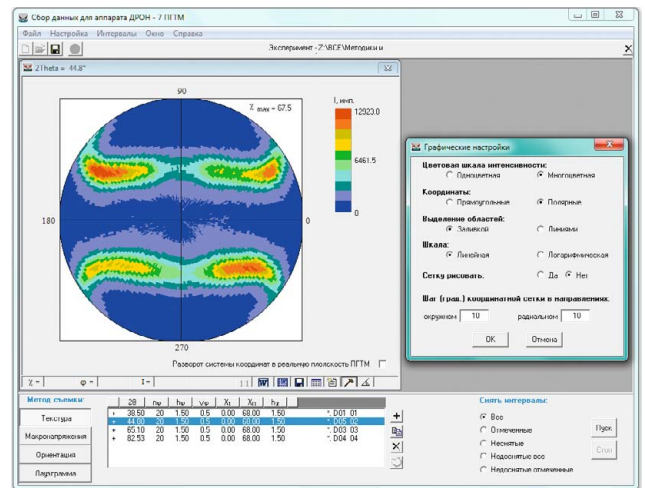


Рис. 10. Настройки графического отображения ППФ в окне сбора данных

Примеры применения аппаратно-программного комплекса к решению различных задач в авиационной промышленности

Отбраковка монокристаллических затравок по их ориентации и качеству. Экспресс-определение ориентации монокристаллов занимает от нескольких секунд до нескольких минут в зависимости от заданной области сканирования, которое можно проводить методами наклона χ – ϕ или поворота Ω – ϕ (см. рис. 4, а). В методе наклона сканирование осуществляют двумя приводами приставки ПГТМ, а в методе поворота — одним приводом гониометра и одним приводом приставки.

После сканирования с одновременным построением ППФ проводят обработку полученных данных, включающую сглаживание, поиск рефлексов, отделение фона и расчет координат χ и ϕ по максимальной интенсивности и центру тяжести рефлекса (см. рис. 4, б). Одновременно оценивают качество монокристаллов в соответствии с требуемыми показателями (см. рис. 4, в).

Актуальность данного подхода определяется необходимостью отбора качественных затравок заданной кристаллографической ориентации для выращивания турбинных лопаток. Из рис. 4, б видно, что образец отвечает требованиям качества и ориентации.

Координата χ , определяющая положение единственного максимума, укладывается в допустимый интервал. Образцы, ППФ которых приведены на рис. 4, в, были отбракованы из-за несоответствия нормативам либо по качеству, либо по ориентации.

Программное обеспечение позволяет при необходимости выполнять подробное χ – ϕ сканирование с малым шагом небольшой области ППФ для детального анализа качества затравок — выявления субзерен (см. рис. 4, в) и определения угла между ними. Такое сканирование обычно проводят после предварительного быстрого поиска отражения.

Нестабильность процессов зарождения структуры лопатки из затравки приводит к необходимости исследования готовой детали. Определение ориентации лопатки по отношению к кристаллографическим осям с последующей отбраковкой готового изделия осуществляют по тому же алгоритму, что и описанный выше анализ затравок, однако критерии оценки качества лопаток отличаются.

Определение температуры детали по метрике кристаллической решетки. При разработке, испытаниях и сертификации авиационных газотурбинных двигателей (ГТД) необходимо знать температуру на поверхности деталей или под покрытиями

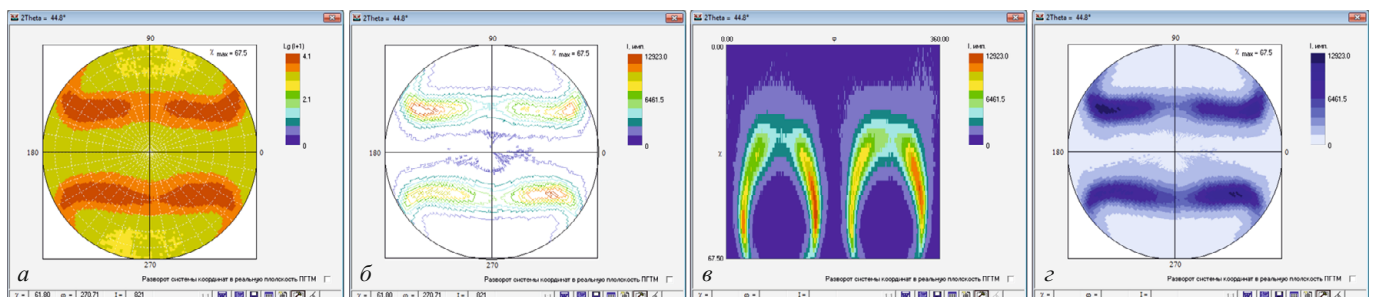


Рис. 11. Варианты представления ППФ, показанной на рис. 10 в сферических координатах многоцветной заливкой в линейной шкале: а — в логарифмической шкале с масштабной сеткой; б — в изолиниях интенсивности; в — в прямоугольных координатах; г — в одноцветной шкале

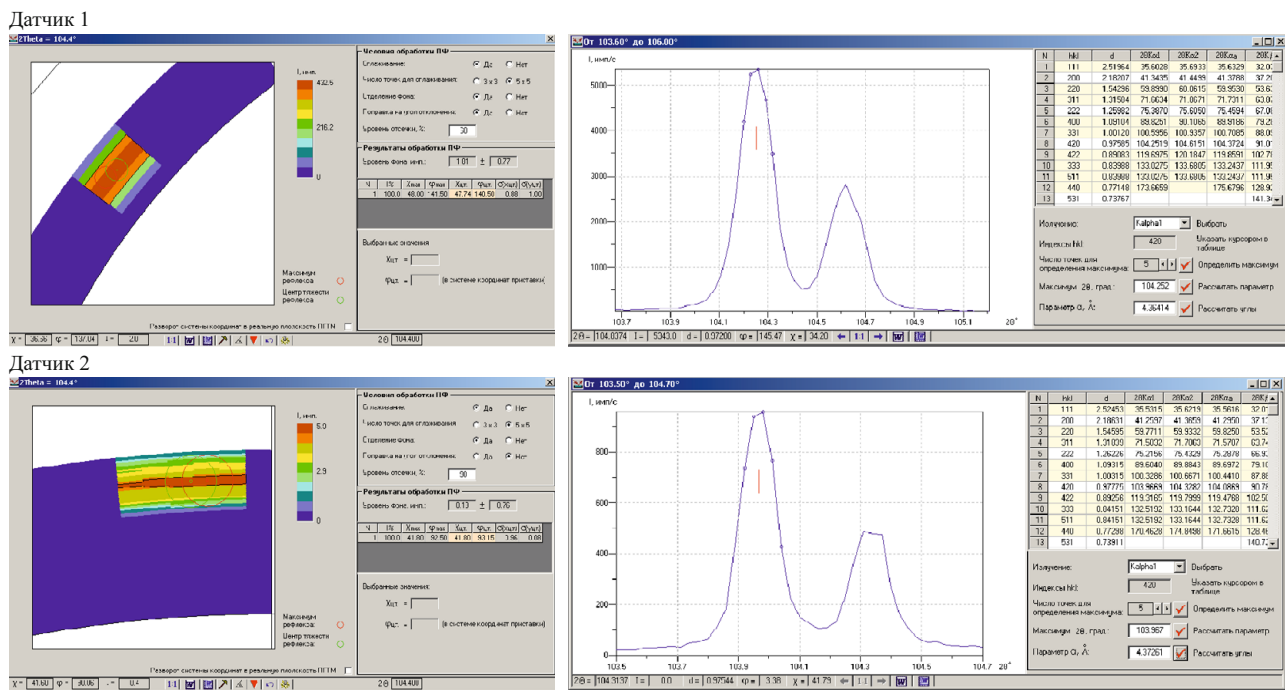


Рис. 12. Результаты определения параметров кристаллической решетки двух датчиков ИМТК по рефлексу 420

в процессе работы ГТД. Для этого применяют датчики ИМТК (измеритель максимальной температуры кристаллический), представляющие собой небольшие (Ø1 – 2 мм) монокристаллы карбида кремния SiC кубической модификации, облученные в ядерном реакторе при температуре ~80 °С. Реакторное облучение создает в материале ИМТК широкий спектр дефектов, что приводит к расширению кристаллической решетки карбида кремния на несколько процентов. При последующем отжиге кристаллов восстановление их исходных параметров элементарной ячейки (ПЭЯ) происходит плавно. Эта особенность сохраняется в широком диапазоне температур и длительностей отжига, поэтому ПЭЯ датчиков могут служить надежным показателем локальной температуры в местах их крепления на деталях.

Алгоритм определения температуры заключается в следующем. Закрепленный в детали датчик после завершения испытаний двигателя извлекают, после чего проводят прецизионное определение параметра решетки кристалла на дифрактометре ДРОН-7 с приставкой ПГТМ. Для этого проводят быстрый поиск сильного рефлекса 420 кубической решетки методом наклона и определяют его координаты φ и χ (рис. 12). По координатам рефлекс выводят в отражающее положение приводами приставки и осуществляют 2θ – θ-сканирование для точного определения его брэгговского угла. По полученному значению рассчитывают параметр *a* кубической решетки для выбранных длины волны и индекса *hkl* измеренного рефлекса.

В программном интерфейсе предусмотрена возможность расчета угловых положений остальных

рефлексов по значению ПЭЯ, которые можно использовать для вывода рефлексов в отражающее положение для дальнейшего уточнения метрики решетки (если требуется).

В итоге можно определить максимальную температуру в месте расположения датчика. На рис. 12 представлены результаты расчетов параметров решетки двух различных датчиков ИМТК. Различия в метрике их решеток составляет 0,00153 Å, что дает возможность оценить разницу в температурном воздействии на 132 °С.

Анализ остаточных напряжений. Напряжения, приводящие к усталостному разрушению детали, возникают в процессе изготовления, в процессе эксплуатации под действием осевой нагрузки, крутящего момента, вызывающего изгибные силы, и растягивающей нагрузки, возникающей в результате центробежной силы, а также в циклах нагревания – остывания.

Анализ остаточных напряжений проводят по сдвигу дальнеуглового брэгговского отражения от исходного значения при изменении угла падения первичного пучка на образец (см. рис. 7). Распределение напряжений в объеме титановой лопатки рассчитывали в программе MacroStress кристаллографического комплекса PDWin. Результаты расчетов, приведенные в таблице внизу программного окна (см. рис. 7), показывают, что на исследованную лопатку воздействуют остаточные напряжения сжатия, неоднородно распределенные в приповерхностном слое изделия.

Анализ текстуры авиаматериалов. Примером может служить определение текстуры прессованных полос из высокопрочного алюминиевого сплава сис-

темы Al – Cu – Li. Цель — построение функции распределения ориентировок. Для этого на дифрактометре ДРОН-7 с приставкой ПГТМ были измерены ППФ в кристаллографических направлениях (110), (200) и (220) (см. рис. 3). Анализ ППФ позволил определить, что доминирующая ориентировка — компонент типа {110}{112} [3].

Качественный и количественный фазовый анализ.

При разработке новых материалов, а также при исследовании деталей и конструкций в ходе эксплуатации и после их разрушения важная задача, стоящая перед специалистами, — это качественный и количественный анализ их фазового состава. Анализ дифракционной картины, полученной от лопатки компрессора (см. рис. 2), позволяет обнаружить наличие двух модификаций титанового сплава (гексагональной и кубической), находящихся в соотношении 4:1. Концентрации компонентов сплава рассчитывали методом корундовых чисел.

Решение описанных выше аналитических задач для крупногабаритных объектов (до 300 мм в диаметре и массой до 50 кг) возможно на рентгеновском дифрактометре ДРОН-8 с вертикальным тета-тета гониометром, оснащенный четырехосным хузф-держателем больших образцов. Две моторизованные ху-каретки держателя позволяют исследовать фазовый состав и структурные характеристики в различных точках поверхности образца, а система автоматиче-

ской юстировки плоскости образца обеспечивает вывод любой точки неровной поверхности детали на ось гониометра для получения корректных результатов при измерении.

ЛИТЕРАТУРА

1. Анисимов В. Н., Лифшиц В. А., Мальков А. В. и др. Рентгеновский дифрактометр нового поколения ДРОН-7 / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2004. Т. 70. № 6. С. 32 – 35.
2. Анисимов В. Н., Лифшиц В. А., Мальков А. В. и др. Приставка гониометрическая к дифрактометру ДРОН-7 для анализа текстур и макронапряжений (ПГТМ) / Записки Горного института. 2004. Т. 165. С. 20 – 21.
3. Шамрай В. Ф., Лифшиц В. А., Серебряный В. Н. и др. Опыт использования дифрактометра ДРОН-7 с приставкой ПГТМ для исследования текстур / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2009. Т. 75. № 1. С. 32 – 34.

REFERENCES

1. Anisimov V. N., Lifshits V. A., Malkov A. V. Rentgenovskii diffraktometr novogo pokoleniya DRON-7 [DRON-7 — the new generation of X-ray diffractometers] / Zavod. Lab. Diagn. Mater. 2004. Vol. 70. No. 6. P. 32 – 35 [in Russian].
2. Anisimov V. N., Lifshits V. A., Malkov A. V., et al. Pristavka goniometricheskaya k diffraktometru DRON-7 dlya analiza tekstur i makronapryazhenii (PGTM) [PGTM goniometric attachment for texture and stress analysis to equip DRON-7 diffractometer] / Zap. Gornogo Inst. 2004. Vol. 165. P. 20 – 21.
3. Shamrai V. F., Lifshits V. A., Serebryanyi V. N., et al. Opyt ispol'zovaniya diffraktometra DRON-7 s pristavkoi PGTM dlya issledovaniya tekstur [The experience of using a DRON-7 diffractometer with the attachment PGTM for texture analysis] / Zavod. Lab. Diagn. Mater. 2009. Vol. 75. No. 1. P. 32 – 34.