

УДК 543.426

РЕНТГЕНСПЕКТРАЛЬНЫЙ АНАЛИЗ ПРОДУКТОВ ИЗНОСА ГАЗОТУРБИННЫХ ДВИГАТЕЛЕЙ СПОСОБОМ ФУНДАМЕНТАЛЬНЫХ ПАРАМЕТРОВ

© Ю. С. Крекнин, Л. А. Сафонов¹*Статья поступила 2 мая 2006 г.*

Проведена экспериментальная оценка результатов РСФА осажденных на фильтр из смазочных масел продуктов износа газотурбинных двигателей. Для анализа выбран простейший вариант способа фундаментальных параметров (СФП), базирующийся на представлении о монохроматическом первичном излучении и однократном взаимодействии. Сопоставление полученных результатов с данными традиционного способа градуирования и метода ICP показало, что для анализа этих продуктов предлагаемый способ обеспечивает необходимую точность.

Одним из важных способов контроля технического состояния газотурбинных, в частности авиационных, двигателей является определение количества и элементного состава металлической примеси в смазочном масле [1]. Для анализа этой примеси, которая представляет собой продукты износа конструкционных материалов, в основном используют спектральные методы, в том числе рентгеноспектральный флуоресцентный анализ (РСФА).

При РСФА для уменьшения нижнего предела обнаружения c_L образцы для анализа получают путем вакуумной прокачки 10–25 г анализируемого масла через специальный микропористый фильтр [1]. Продукты износа образуют на фильтре осадок в виде круглого отпечатка диаметром 12 мм (далее для обозначения осадка на фильтре будем использовать термин “отпечаток”).

Общепринятым в РСФА для определения элементного состава отпечатков является способ градуирования [3]. Для его реализации в качестве градуировочных образцов используют отраслевые стандартные образцы, выпускаемые ГосНИИГА [2], либо государственные стандартные образцы, разработанные ЗАО “Южполиметалл-Холдинг” (ГСО 8465 – 8486–2003). Недостатки способа градуирования связаны с требованиями к количеству стандартных образцов в комплекте (не менее 5–7), рандомизации их по содержаниям и адекватности стандартных образцов анализируемому материалу по составу матрицы и химической форме, в которой находятся элементы.

Чтобы избежать указанных недостатков, предлагается использовать для анализа способ фундаментальных параметров (СФП). В настоящей работе проведена первоначальная оценка результатов анализа отпечатков этим способом. С этой целью выбран простейший вариант СФП, использующий представление об однократном взаимодействии с однородным веществом первичного плоскопараллельного монохроматического излучения с эффективной длиной волны λ , равной $2/3\lambda_{edg}$ [4], где λ_{edg} — длина волны края возбуждения аналитической линии определяемого элемента. Отказ от учета вторичных эффектов (многократное взаимодействие) связан с тем, что толщина отпечатка не превосходит средней длины пробега квантов в слое продуктов износа, т.е. поставленная задача рассматривает взаимодействие рентгеновского излучения в тонких [3] или близких к ним слоях.

Для составления системы уравнений СФП была использована известная [3] для описанной физической модели формула для потока квантов $n_{i,d}$, c^{-1} флуоресцентного излучения аналитической линии i -го определяемого элемента с длиной волны λ_i от излучателя в виде слоя толщиной d . После нормировки на выражение для потока $n_{i,d \rightarrow \infty}$ от насыщенного слоя пробы, состоящей из чистого i -го элемента, эта формула приобретает вид

$$R_i = \frac{P_i M_i}{\sum_{k=1}^r M_k P_k} \left[1 - \exp \left(- \sum_{k=1}^r M_k P_k \right) \right], \quad (1)$$

¹ НПО “СПЕКТРОН”, Санкт-Петербург, Россия.

где $R_i = \frac{n_{i,d}}{n_{i,d \rightarrow \infty}}$; $M_k = \frac{\mu_k(\lambda)}{\sin \varphi} + \frac{\mu_k(\lambda_i)}{\sin \phi}$; $\mu_k(\lambda)$ и

$\mu_k(\lambda_i)$ — массовые коэффициенты ослабления излучения с длиной волны λ и λ_i в k -м элементе, входящем в состав пробы, $\text{см}^2/\text{г}$; r — число элементов, составляющих пробу; φ и ϕ — углы падения первичного и отбора флуоресцентного излучения; $P_k = \rho d C_k$ — поверхностная плотность k -го элемента, $\text{г}/\text{см}^2$; ρ — плотность пробы, $\text{г}/\text{см}^3$; C_k — массовая доля k -го элемента, $\text{г}/\text{г}$.

Так как аналитический сигнал спектрометра, представляющий собой скорость счета (интенсивность I_i) квантов аналитической линии i -го элемента, пропорционален потоку n_i , заменяем в левой части уравнения (1) отношение потоков на отношение интенсивностей, полученных в результате измерений отпечатка и чистого i -го элемента на спектрометре. Предварительно измеренные интенсивности исправляем, учитывая аппаратные эффекты: просчеты, фон и наложения близкорасположенных линий элементов, составляющих пробу. Полученная в результате система из r уравнений (1) может быть решена относительно P_k . Пересчет поверхностных плотностей в массовые доли C_k элементов в масле проводим по соотношению

$$C_k = \frac{P_k S}{m_{oil}}, \quad (2)$$

где S — площадь отпечатка, см^2 ; m_{oil} — масса профильтрованной пробы масла, г .

Для малых значений суммы $\sum_{k=1}^r M_k P_k$ с доста-

точной точностью можно заменить выражение в квадратных скобках формулы (1) на эту сумму, в результате чего получим простое соотношение, не требующее для расчета P_k решения системы уравнений:

$$P_i = \frac{R_i}{M_i}. \quad (3)$$

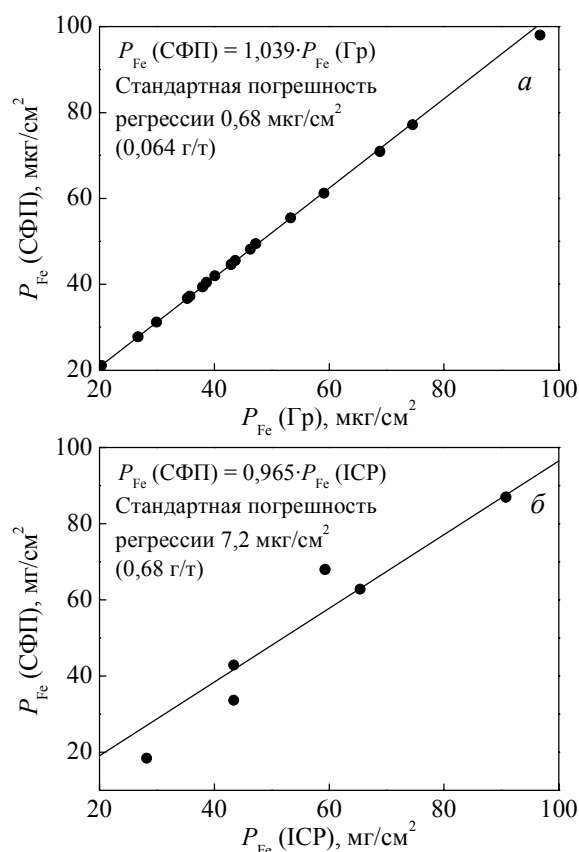
Погрешность формулы (3) не превышает 1 % отн., если поверхностная плотность металлической примеси на фильтре меньше 40 – 45 $\text{мкг}/\text{см}^2$. Для принятой на авиапредприятиях стандартной прокачки 15 мл (~12 г) масла через фильтр диаметром 12 мм эта величина в соответствии с формулой (2) равна массовой доле металлической примеси в анализируемом масле, примерно 4 $\text{г}/\text{т}$ * [далее при переводе

* Размерность массовой доли элементов $\text{г}/\text{т}$, принятая на авиапредприятиях, соответствует млн^{-1} (ppm).

значений поверхностных плотностей на фильтре в содержания в масле будем использовать формулу (2) при этих стандартных условиях].

Оценка аналитических возможностей предложенного варианта СФП проводилась путем анализа этим способом на спектрометре СПЕКТРОСКАН МАКС-G реальных отпечатков, полученных в процессе технического контроля авиадвигателей (а.п. Пулково, борт 85779). Результаты СФП сопоставлены с данными анализа этих отпечатков способом градуирования с использованием комплекта ГСО 8465 – 8486–2003 (изготовитель ЗАО «Южполиметалл-Холдинг») и полученными методом ИСР.

Периодическая проверка содержания Fe и Cu в смазочном масле авиадвигателей является одной из основных процедур контроля технического состояния агрегатов двигателей [1]. По этой причине для сопоставления результатов предложенного варианта СФП и способа градуирования были выбраны 18 отпечатков таким образом, чтобы охватить диапазон содержаний этих элементов от минимального до максимального. Предварительный качественный



Зависимости между значениями поверхностных плотностей железа P_{Fe} , определенными способами фундаментальных параметров (СФП), градуирование (Гр) с использованием ГСО 8465–2003 (а) и методом ИСР (б). Точки — результаты определений, прямая — линия регрессии

Параметры регрессии P_i (СФП) = $k_i P_i$ (Гр) и P_i (СФП) = $k_i P_i$ (ICP)

Элемент	Диапазон P_i , мкг/см ²	Среднее значение P_i , мкг/см ²	Параметры коэффициента регрессии k_i		Стандартная погрешность приближения		
			величина	стандартная погрешность	мкг/см ²	г/т	% отн.
P_i (СФП) = $k_i P_i$ (Гр)							
Mn	0,55 – 1,8	1,1	1,04	0,003	0,015	0,0014	1,4
Fe	21 – 98	48	1,04	0,003	0,68	0,064	1,4
Cu	17 – 78	39	1,04	0,02	3,7	0,35	9,5
Zn	0,46 – 3,2	1,4	1,03	0,005	0,010	0,0009	0,71
Cr	0,6 – 2,1	1,5	1,03	0,006	0,029	0,0027	1,9
Pb	0,1 – 4,8	2,7	1,01	0,002	0,019	0,0018	0,70
P_i (СФП) = $k_i P_i$ (ICP)							
Mn	0,5 – 1,3	0,91	0,98	0,06	0,14	0,013	16
Fe	28 – 91	55,1	0,96	0,05	7,25	0,68	13
Cu	26 – 67	45,8	0,99	0,06	7,34	0,69	16
Zn	0,7 – 2,3	1,5	1,04	0,07	0,27	0,025	18
Cr	0,75 – 2,0	1,3	0,98	0,08	0,22	0,021	17
Pb	1,8 – 4,3	3,0	1,03	0,05	0,22	0,021	7

анализ по спектрам показал, что помимо Fe и Cu в отпечатках присутствуют также в значительно меньших количествах Cr, Mn, Zn и Pb. Так как величины содержаний этих элементов являются источником информации о процессе износа конкретных элементов двигателя, ниже приведены и данные о результатах их определения.

Сопоставление результатов проведено путем построения линейной регрессии P_i (СФП) = $k_i P_i$ (Гр) между соответствующими значениями поверхностных плотностей, полученных обоими способами. На рисунке, а в качестве примера представлены результаты такого сопоставления для железа. Значения параметров регрессии для всех определяемых элементов приведены в таблице.

Погрешности, характеризующие расхождения результатов анализа СФП с данными, полученными способом градуирования, незначительны, следовательно, предложенный способ может заменить способ градуирования для анализа отпечатков без снижения точности результатов.

Сопоставление величин P_i (СФП) и P_i (ICP), рассчитанных по данным метода ICP, проведено по результатам анализа шести отпечатков, входивших в число упомянутых выше 18, для чего также строились уравнения линейной регрессии P_i (СФП) = $k_i P_i$ (ICP). Таким образом, всего сопоставлено 36 элементопределений, выполненных тем и другим способом. Анализ методом ICP проведен в Центре изотопных исследований ФГУ ВСЕГЕИ (С.-Петербург) на масс-спектрометре фирмы Thermo Electron Corporation по аттестованной МВИ [5]. Основной целью этого сопоставления было определение правильности СФП, т. е. выявление уровня систематических погреш-

ностей РСФА, наличие которых можно предполагать в связи с тем, что отпечаток не является гомогенным, а состоит из частиц износа конструкционных материалов двигателя, размеры которых по данным работы [1] колеблются от единиц до десятков микрон. Результаты сопоставления для железа представлены на рисунке, б.

Относительная стандартная погрешность регрессии (см. таблицу), характеризующая величину случайных расхождений результатов, не превышает 18 %, что находится в пределах воспроизводимости МВИ массовых долей элементов методом масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой [5], по которой выполнялись анализы отпечатков для расчета величин P_i (ICP). Относительные систематические погрешности определений, характеризующиеся отклонением коэффициента регрессии от 1, незначительны, они не превышают 4 % отн., т. е. в три-четыре раза ниже соответствующих случайных расхождений. Таким образом, сопоставление данных РСФА и метода ICP свидетельствует, в частности, и о том, что гетерогенность отпечатка не оказывает существенного влияния на результаты РСФА. Это, по мнению авторов, связано с тем, что большинство частиц износа имеет форму чешуек, толщина которых в несколько раз меньше их линейных размеров [6], что позволяет рассматривать отпечаток как пробу, которая состоит из отдельных фрагментов очень тонкого слоя, лежащих на поверхности фильтра.

В заключение можно сделать вывод о возможности использования предложенного варианта СФП для анализа осажденных на фильтр продуктов износа двигателей с целью получения данных для диагностики их технического состояния.

ЛИТЕРАТУРА

1. *Шепель В.Т., Кузменко М.Л., Сарычев С.В.* и др. Надежность, диагностика, контроль авиационных двигателей / Под ред. *В. Т. Шепеля*. — Рыбинск: РГТА, 2001. — 351 с.
2. Методические указания по изготовлению и метрологической аттестации СО концентрации продуктов изнашивания для градуировки анализаторов БАРС-3 при диагностировании авиадвигателей. — М.: ГосНИИГА, 1993. — 17 с.
3. *Лосев Н.Ф.* Количественный рентгеноспектральный флуоресцентный анализ. — М.: Наука, 1969. — 336 с.
4. *Jenkins R., Gould R.W., Gedeke D.* Quantitative X-ray Spectrometry. Second Edition. — N.Y.: Marcel Dekker Inc., 1995. — 504 p.
5. Методика выполнения измерений массовых долей элементов в пробах нефти и нефтепродуктов методом масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой. Свидетельство № 224.12.11.216/2003. — Екатеринбург, ФГУП «УНИИМ».
6. *Степанов В.А.* Разработка и исследование методов и средств комплексной диагностики смазываемых узлов трения газотурбинных двигателей по параметрам продуктов износа в масле. Автореф. дис. докт. техн. наук. — М., 2000. — 40 с.

УДК 543.84

ИССЛЕДОВАНИЕ ОКИСЛЕННОГО СЛОЯ АНИЗОТРОПНОЙ ЭЛЕКТРОТЕХНИЧЕСКОЙ СТАЛИ МЕТОДАМИ ПОСЛОЙНОГО СПЕКТРАЛЬНОГО И ФРАКЦИОННОГО ГАЗОВОГО АНАЛИЗА

© Г. С. Спрыгин¹, С. С. Шibaев¹, К. В. Григорович¹, С. В. Бахтин²*Статья поступила 17 октября 2006 г.*

Проведены исследования поверхностного слоя образцов анизотропной электротехнической стали (АЭТС), отобранных после обезуглероживающего отжига. С этой целью разработаны методики послойного спектрального и фракционного газового анализа (ФГА) зоны внутреннего окисления АЭТС. Исследовано влияние управляющих параметров послойного анализа образцов АЭТС на спектрометре тлеющего разряда SA-2000 (LECO) на форму кратера. Разработана методика анализа зоны внутреннего окисления АЭТС, сформированной при обезуглероживающем отжиге, на растровом электронном микроскопе с предварительным ионным травлением на спектрометре тлеющего разряда SA-2000. Показано, что применение метода ФГА позволяет качественно идентифицировать основные оксидные фазы, входящие в состав зоны внутреннего окисления электротехнической стали. Методами послойного спектрального и фракционного газового анализа показано влияние длительности обезуглероживающего отжига образцов АЭТС на распределение оксидных фаз и профили концентраций в зоне внутреннего окисления.

Для получения высококачественной анизотропной электротехнической стали (АЭТС) с особо низкими удельными магнитными потерями и магнитоотрицательной необходимостью уделять особое внимание формированию термостойкого, а затем и электроизоляционного покрытий (ЭИП). Особую роль в формировании качественного покрытия играет процесс обезуглероживающего отжига, во время которого происходит окисление поверхностного слоя образцов и образование в нем зоны внутреннего окисления

(ЗВО), представляющей собой окисленный слой из металлической матрицы и мелкодисперсных оксидов, что способствует получению грунтового и электроизоляционного покрытий на следующих стадиях процесса производства.

От глубины и состава ЗВО, полученной на поверхности электротехнической стали в процессе обезуглероживающего отжига, в большей степени зависит качество электроизоляционного покрытия. В зарубежной патентной литературе нет однозначно сформулированных требований к составу и толщине оксидных пленок, а также условиям их формирования. Так, в патенте США [1] отмечается, что толщина пленки должна быть в пределах 0,5 – 4,0 мкм. Если пленка тоньше 0,5 мкм, то сплошное покрытие

¹ Институт металлургии и материаловедения им. А. А. Байкова РАН, Москва, Россия.

² ОАО «Новолипецкий металлургический комбинат», г. Липецк, Россия.