

Оценка соответствия. Аккредитация лабораторий

УДК 539.3/6:669.1/.2

СОСТОЯНИЕ И ПЕРСПЕКТИВЫ РАЗВИТИЯ ЦЕНТРА КОЛЛЕКТИВНОГО ПОЛЬЗОВАНИЯ ФГУП «ЦНИИ КМ «ПРОМЕТЕЙ»

© А. М. Немец¹, Н. В. Лебедева, С. Н. Петров, Б. К. Барахтин¹*Статья поступила 1 апреля 2014 г.*

Описаны организационная структура и основные направления работ Центра коллективного пользования ФГУП «ЦНИИ КМ «Прометей». Представлен широкий спектр используемого оборудования и приведены результаты некоторых научно-исследовательских и научно-методических работ.

Ключевые слова: центр коллективного пользования; электронно-зондовая и световая микроскопия; рентгеноструктурный анализ; химико-аналитические исследования; стандартные и прецизионные механические испытания.

В 2005 году приказом директора института академика И. В. Горынина был создан Центр коллективного пользования (ЦКП) «Состав, структура и свойства функциональных и конструкционных материалов» с уникальным оборудованием.

Целью его организации являлось эффективное использование интеллектуального потенциала и уникального экспериментального оборудования, которым и располагал институт. Основное направление деятельности ЦКП — активное и эффективное содействие в решении задач, определивших приоритетные направления развития науки, техники и технологий РФ до 2020 г.

Для подразделений ЦКП стало обязательным аналитико-методическое сопровождение изысканий по созданию новых конструкционных материалов и технологий их производства, а также оказание необходимой методической помощи как в работах института, так и в поисковых и инновационных проектах, выполняемых в кооперации с научно-производственными коллективами других предприятий материаловедческого профиля [1].

В последующие годы благодаря централизованной поддержке Министерства науки и образования Российской Федерации инфраструктура ЦКП была гармонизирована в соответствии с современными тенденциями технического прогресса, а технопарк ЦКП — доукомплектован новейшим оборудованием. К настоящему времени в составе ЦКП несколько крупных самостоятельных испытательных аккредитованных лабораторий, таких как «Судоатомэнерготест», «Промтест», «Прометей-Нанотест» и лаборато-

рия физических методов неразрушающего контроля. Каждая из них располагает фондом нормативно-технических, методических и других регламентирующих документов, которые объединены внутренней системой качества, подконтрольной органам Госстандарта России. Благодаря систематической и планомерной работе по совершенствованию деятельности ЦКП физико-аналитические и методические возможности коллективов лабораторий многократно возросли, о чем свидетельствуют достижения института в области разработки материалов и технологий для нужд судостроения и машиностроения [2], Крайнего Севера [3], топливно-энергетического комплекса [4] и других отраслей хозяйства Российской Федерации.

Среди наиболее ответственных и востребованных подразделений ЦКП следует выделить производственные участки (рис. 1):

- электронно-зондовой и световой микроскопии;
- рентгеноструктурного анализа и неразрушающего контроля;
- химико-аналитических анализов;
- теплофизических и магнитных измерений;
- стандартных и прецизионных механических испытаний;
- стенды для проведения коррозионных и климатических исследований;
- радиационного материаловедения.

Кратко охарактеризуем техническое и методическое оснащение этих подразделений ЦКП и результаты некоторых решенных задач.

На участке *электронно-зондовой и световой микроскопии* выполняются работы, которые позволяют обнаружить и установить взаимосвязи между внутренним строением материалов и внешними воздей-

¹ ФГУП «ЦНИИ КМ «Прометей», С.-Петербург, Россия;
e-mail: mail@crism.ru

ствиями согласно взаимно-обусловленной триаде: «структура – технология – свойства». Для решения задач структурного анализа участок оснащен просвечивающими электронными микроскопами: Tescnai G2 30F S-TWIN STEM (рис. 2, а), TEM 400, JEM 200 CX.

На представительных пробах сталей и сплавов обзорный анализ участков внутреннего строения с объектами мезоструктурного масштаба выполняется, как правило, с использованием двулучевого растрового электронно-ионного микроскопа FEI Quanta 3D FEG (рис. 2, б) или растровых электронных микроскопов Tescan Vega и SEM 535. Эти приборы, оборудованные энергодисперсионными или волновыми спектрометрами, позволяют решать практически все задачи, где требуются данные о морфологии и химическом составе исследуемого материала [5]. Возможность наблюдения изображений структур в режимах темного и светлого полей, применение оригинальных методик, например метода «одионого рефлекса», обеспечивают количественную аттестацию объектов

анализа с разрешением до 0,12 нм при локальности 20 – 30 нм [6].

Поскольку достоверность и объективность результатов исследований во многом зависит от качества подготовки аналитической пробы, участок микроскопии оснащен передовыми техническими средствами шлифовки, полировки и утонения образцов с использованием механических, химических и ускоренных ионных воздействий на обрабатываемую поверхность. Например, применение оригинальной методики прецизионного препарирования образцов с помощью сфокусированного ускоренного ионного пучка позволяет готовить представительную пробу для исследования в просвечивающем электронном микроскопе с координатной привязкой к объектам зеренного строения материала [7]. Именно такое комплексное сочетание методов подготовки и последующего зондового анализа образцов впервые обеспечило получение детальной информации о процессах фрагментации и разориентировках в многослойных композициях металлов и в зонах соединений после сварки взрывом [8]. Возможность получения надежной информации о строении сталей и сплавов многократно возросла благодаря разработке методики анализа распределений интенсивности дифрагированных быстрых электронов. Она нашла большое применение в исследованиях структур металлических материалов после различных технологических способов деформирования (рис. 3).

Наряду с использованием аналитической зондовой техники не снижается значимость массового метода анализа материалов — световой микроскопии. На смену приборам Neophot 21 пришли микроскопы нового поколения Axiovert 40 MAT и AxioObserver, оснащенные цифровыми системами документирования и обработки изображений структур («Видео Тест», «Эксперт Про»). С их помощью решаются не только «традиционные» задачи морфологического описания объектов наблюдения, но и такие, где необходима информация о симметрии и топологии объектов анализа на основе мультифрактального формализ-



Рис. 1. Основные подразделения ЦКП ФГУП «ЦНИИ КМ «Прометей»

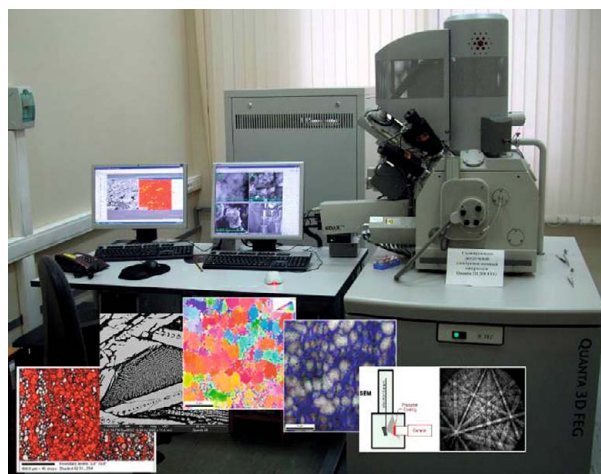


Рис. 2. Электронные микроскопы: а — Tescnai G2 30F S-TWIN STEM; б — FEI Quanta 3D FEG

ма («Фрактал») [9]. Применение информационных технологий при обработке изображений структур позволило разработать и успешно применять методику автоматизированного поиска и анализа неметаллических включений в сталях. Усовершенствованная методика предназначена для работы с электронным растровым микроскопом Tescan Vega и компьютерным управлением сканирования поверхности пробы электронным зондом. Возможности разработанного подхода апробированы в анализах состава, концентрации и распределения по размерам фаз и дендритных ликваций в многофазных и литых материалах [10].

Участок *рентгеноструктурного анализа и неразрушающего контроля* является звеном, с помощью которого осуществляется логическая связь данных о структурно-механическом состоянии материала на микро-, мезо- и макроскопическом масштабных уровнях. Информация о фазовом, текстурном и напряженно-деформированном состоянии представительных образцов может быть получена методами мало- и большеугловой дифрактометрии на установке Ultima IV (рис. 4, а), оснащенной высокотемпературной рентгеновской камерой. Для измерения оста-

точных напряжений в крупногабаритных изделиях и металлоконструкциях используется переносной малогабаритный автоматизированный дифрактометр «ИНАР-М» с позиционно-чувствительным детектором и пакетом прикладных программ ЭВМ для управления работой и обработки результатов измерений.

На участке *химико-аналитических исследований* удачно реализовано сочетание достоинств атомно-эмиссионного, рентгено-флуоресцентного и масс-спектрального способов анализа. Аналитический комплекс в составе таких спектрометров, как рентгено-флуоресцентный XRF-1800, ISP Optima-7300 DV, времяпролетный «Люмас 30», атомно-эмиссионный с возбуждением в искре и дуге PMI-Master и газоаналитический анализатор Leco, обеспечивает решение задач, связанных с химическим составом и обнаружением химических элементов от водорода до урана при их концентрациях от 5 %. Столь широкие аналитические возможности участка химического анализа базируются на прочном метрологическом обеспечении, которое предусматривает проведение измерений:

на оборудовании, поверенном на эталонах государственного и международного уровней контроля;

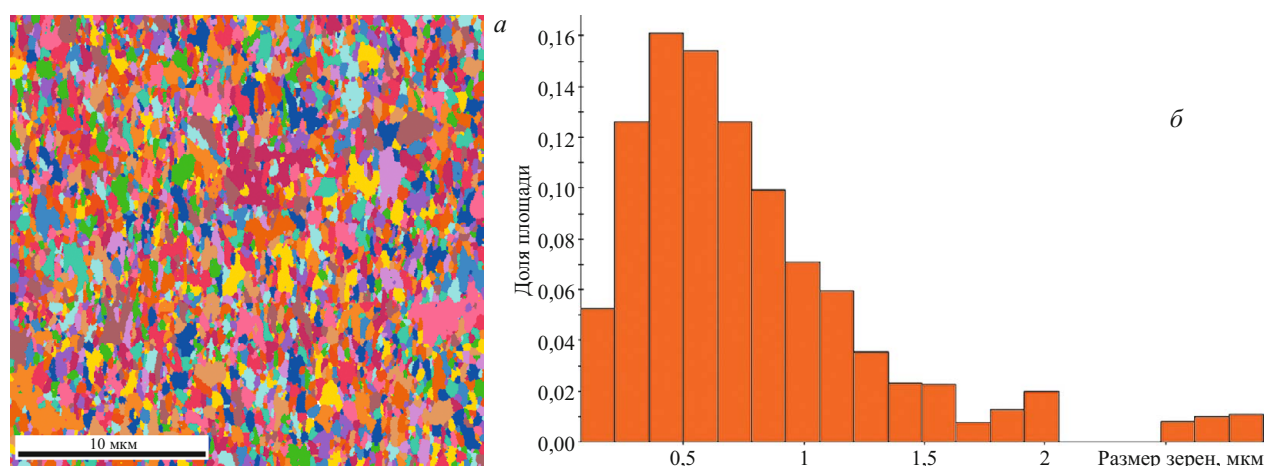


Рис. 3. Структура стали категории X80 после деформации на 50 % при температуре 750 °С (а), полученная в результате обработки данных рассеяния дифрагированных быстрых электронов о фрагментации, и распределение в ней долей большеугловых границ (б)



Рис. 4. Рентгеновский дифрактометр Ultima IV (а) и деформационный dilatометр DIL 805 (б). На вставках показаны индукционный нагреватель и термокинетическая диаграмма (б)

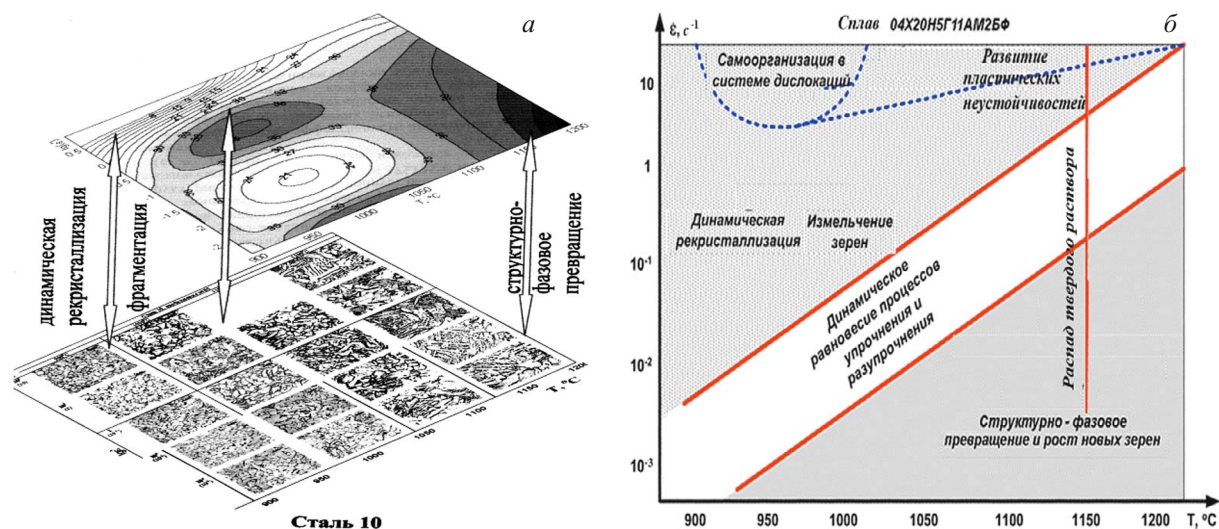


Рис. 5. Пример совмещения карты распределений эффективности рассеяния энергии с изображениями структур стали 10 после сжатия при температурах 800 – 1200 °С со скоростями $10 - 10^{-3} \text{ c}^{-1}$ [15] (а) и зоны структурных изменений в сплаве 04X20H5Г11АМ2БФ, построенные с помощью карт (б)

по аттестованным методикам выполнения измерений (МВИ), позволяющим получать результат с гарантированным значением неопределенности измеряемых параметров;

с применением стандартных образцов утвержденного типа (ГСО).

Решение текущих и перспективных задач метрологического обеспечения с оценкой соответствия конструкционных материалов требуемым параметрам в подразделениях ЦКП реализуется как естественный организационно-технический элемент инфраструктуры, который постоянно пополняется новыми аттестованными МВИ, вносимыми в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений. Так, использование разработанных методов количественной аттестации структур высокопрочных конструкционных сталей различных классов (К65, X80, X100) позволило скорректировать режимы их термомеханической обработки при производстве магистральных труб [11]. Для сплавов разного назначения данные аттестации наноразмерных структурных объектов востребованы при расчетах эксплуатационного ресурса энергетических установок [12], оценках трансформации дисперсных выделений и фаз [13] и решении других практических задач.

Наряду с изучением структурно обусловленных параметров сталей и сплавов в лабораториях ЦКП измеряются *теплофизические и магнитные параметры* материалов с применением специально созданных измерительных комплексов. Так, с помощью имитатора термомеханической обработки металлов — дилатометра DIL 805 (рис. 4, б) выполнены работы по важнейшим контрактам «Магистраль», «Мануфактура», конечной целью которых являлась разработка сталей ответственного назначения и технологий, а также промышленного производства методами горячей прокатки и прессования в диапазоне скоростей пластиче-

ской деформации от 10^{-3} до 10 c^{-1} . Систематические работы с моделированием режимов реального производства способствовали разработке методики имитационных испытаний сталей и сплавов в условиях сжатия при $T > 0,5T_{\text{пл}}$ ($T_{\text{пл}}$ — температура плавления металла) с построением карт распределений эффективности рассеяния вводимой механической энергии в процессе деформации [14, 15]. Такие карты позволяют обнаружить режимы горячей обработки металлов, при которых реализуются структуры разного термодинамического состояния и фазовые переходы: от предельно упроченного неоднородного фрагментированного до однородного динамически рекристаллизованного состояния с проявлением эффекта сверхпластичности (рис. 5). Разработана концепция интерпретации карт с указанием данных о кинетике структурных перестроек [16].

Комплекс теплофизических приборов STA 449 F Jupiter, LFA 457/1 обеспечивает измерения температурного коэффициента линейного расширения, определение температур начала и окончания эндотермических и экзотермических тепловых процессов, теплоемкости материалов, энтальпии фазовых переходов и построение термокинетических диаграмм фазовых превращений.

Для изучения магнитных свойств конструкционных сталей создан аппаратно-методический комплекс, обеспечивающий измерение коэрцитивной силы, остаточной индукции, магнитной проницаемости на образцах различной формы в замкнутой и разомкнутой магнитных цепях. Результаты исследований свидетельствуют о перспективности магнитного метода как оперативного средства неразрушающего контроля структурно-механического состояния сталей в процессе непрерывного производства и эксплуатации металлоконструкций.



Рис. 6. Разрывная машина 5585H Instron (а); копер маятниковый Metrocom-300 (б); универсальный твердомер BH025 (Zwick) (в)

Участок *стандартных и прецизионных механических испытаний* оснащен современными установками (рис. 6), позволяющими получать информацию о прочностных и деформационных характеристиках материалов и сварных соединений в условиях стандартных статических и динамических нагружений при температурах от -80 до $+500$ °С. Испытания материалов, необходимые для оценки их эксплуатационной надежности в составе металлоконструкций, проводятся и на участке со *стендами для проведения коррозионных и климатических исследований*. Разработанные уникальные методики проведения ускоренных испытаний не только металлических, но и лакокрасочных материалов позволяют изучать их стойкость при воздействии климатических факторов в диапазоне температур от минус 60 °С до плюс 50 °С, влажности среды до 97% с присутствием соляного тумана и ультрафиолетового излучения.

Специализированный участок *радиационного материаловедения* обеспечивает выполнение экспертных и научно-исследовательских работ по созданию новых реакторных материалов, определению ресурса безопасной эксплуатации сталей и сплавов, используемых в транспортных и стационарных атомно-силовых установках.

Как видно, круг решаемых задач достаточно велик. Поэтому для успешной работы и качественного методического обеспечения материаловедческих изысканий руководство института и ЦКП пристальное внимание уделяет *подготовке и аттестации персонала*. Штат лабораторий укомплектован специалистами высокой квалификации. К работам, которые выполняются в подразделениях Центра, активно привлекаются докторанты, аспиранты и студенты старших курсов Санкт-Петербургских государственных университетов: политехнического и морского технического. В этом состоит основное условие развития такой

нужной и эффективной формы научного сотрудничества творческих коллективов в форме Центров коллективного пользования [17]. Необходимо заметить, что количество обращений сторонних организаций с предложениями о проведении совместных изыскательских работ неуклонно растет. Например, в тесном контакте с сотрудниками ОАО «Петросталь» (Санкт-Петербург) разработаны организационно-технические мероприятия, позволившие улучшить качество металлопроката. Одним из результатов совместных исследований стала разработанная методика обнаружения и классификации неметаллических включений в сталях. Другой пример сотрудничества ученых разных специальностей — участие работников ЦКП в реставрации скульптурных ансамблей на фасадах Эрмитажа и Исаакиевского собора в Санкт-Петербурге. Исследования фундаментального значения были выполнены совместно с сотрудниками координационного комитета ЮНЕСКО и ООО «Кубань Археология» [18]. По результатам анализов химического состава и внутреннего строения артефактов, найденных в южной части Причерноморья и Кубани, были установлены места залегания железосодержащих руд и древние технологии обработки железа. Комплекс систематических совместных работ с ФГБУН Институтом проблем машиноведения РАН (Санкт-Петербург) [19, 20] по изучению высокоскоростного воздействия на структуру металлов и сплавов позволил разработать модель вихревого упругопластического течения при ударном нагружении. В изучении структуры и свойств пленочных композитов на основе метилцеллюлозы и наночастиц монтмориллонита и серебра результатом тесного сотрудничества сотрудников ЦКП с учеными института высокомолекулярных соединений РАН явилось получение данных о совместимости на молекулярном уровне метилцеллюлозы после стабилизации поливинил-

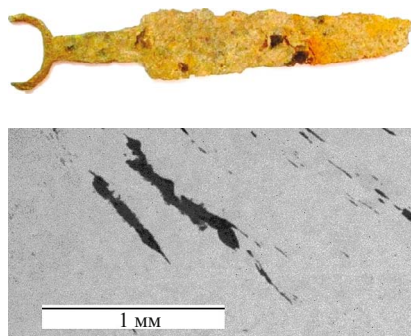
пирролидоном [21]. И таких примеров проведения совместных исследований немало. Всесторонние аналитические услуги оказываются предприятиям разных регионов России в проведении экспертиз, анализе нештатных и аварийных случаев, определении эксплуатационных параметров различных материалов и др. (рис. 7).

В настоящий момент Центр коллективного пользования «Состав, структура и свойства функциональных и конструкционных материалов», оснащенный уникальным оборудованием, способен обеспечить проведение широкого спектра фундаментальных и прикладных исследований внутреннего строения материалов, которые разрабатываются в ФГУП «ЦНИИ КМ «Прометей» и организациях отрасли.

В перспективе — реализация программы развития Центра с разработкой новых методов и методик изучения химического и фазового составов, особенностей структуры и свойств конструкционных, в том числе композиционных и наноструктурированных материалов.

ЛИТЕРАТУРА

1. Горынин И. В. Исследования и разработки ФГУП «ЦНИИ КМ «Прометей» в области конструкционных наноматериалов / Российские нанотехнологии. 2007. Т. 2. № 3 – 4. С. 36 – 57.
2. Орыщенко А. С., Горынин И. В., Кудрявцев А. С. Основные аспекты создания высокопрочных свариваемых титановых сплавов для морской техники / Титан. 2011. № 1(31). С. 30 – 35.
3. Горынин И. В., Хлусова Е. И. Наноструктурированные стали для освоения месторождений шельфа Северного ледовитого океана / Вестник РАН. 2010. Т. 80. № 12. С. 1069 – 1075.
4. Орыщенко А. С. Конструкционные материалы для радиантных змеевиков / Химическое и нефтегазовое машиностроение. 2007. № 5. С. 44 – 47.
5. Барахтин Б. К., Немец А. М. Металлы и сплавы. Анализ и исследование. Физико-аналитические методы исследования металлов и сплавов. Неметаллические включения: Справочник / Под ред. Б. К. Барахтина. — СПб.: НПО «Профессионал», 2006. — 490 с.
6. Nesterova E. V., Rybin V. V. Crystallographic TEM analysis of heavily deformed structures by the single reflection technique / Вопросы материаловедения. 2003. № 1(33). С. 151 – 163.
7. Ушанова Э. А., Нестерова Е. В., Рыбин В. В., Петров С. Н., Кузьмин С. В., Гринберг Б. А. Разработка технологии подготовки образцов для электронно-микроскопических исследований нанокристаллических зон сцепления в разнородных соединениях на основе методов ионной полировки. / Вопросы материаловедения. 2011. № 1.
8. Rybin V. V., Ushanova E. A., Kuzmin S. V., and Lysak V. I. The Nature of Plastic Flow in Bond Zone of Explosively Welded Metals / TECHNICAL PHYSICS LETTERS. 2011. Vol. 37, N 12. P. 1100 – 1103.
9. Барахтин Б. К., Лебедева Н. В. Компьютерная обработка и мультифрактальный анализ изображений при оценке структурно-механического состояния металлов и сплавов / Тяжелое машиностроение. 2008. № 10. С. 16 – 19.
10. Федосеев М. Л., Пташник А. В., Петров С. Н., Барахтин Б. К., Уткин Ю. А. Выбор режимов термической обработки сплава 20Х21Н43С2Б2 по данным высокотемпературной рентгенографии / Вопросы материаловедения. 2013. № 2(74). С. 30 – 36.
11. Орлов В. В. Принципы управляемого создания структурных элементов наноразмерного масштаба в трубных сталях при значительных пластических деформациях / Вопросы материаловедения. 2011. № 2(66). С. 5 – 17.
12. Марголин Б. З., Курсевич И. П., Прокошев О. Ю., Петров С. Н., Смирнов В. И., Федорова В. А., Нестерова Е. В. Влияние длительного эксплуатационного старения на механические свойства и структуру аустенитной стали 10Х18Н9 и металла сварных швов / Вопросы материаловедения. 2012. № 3.
13. Оленин М. И., Горынин В. И., Быковский Н. Г., Маркова Ю. М. Оптимизация режима термической обработки сварных соединений из стали 09Г2САА / Вопросы материаловедения. 2011. № 2(66). С. 18 – 29.
14. Малышевский В. А., Хлусова Е. И., Барахтин Б. К. Структурно-механическое состояние перспективных ГЦК сплавов в условиях горячей пластической деформации / Вопросы материаловедения. 2010. № 4(64). С. 7 – 20.
15. Барахтин Б. К., Варгасов Н. Р., Немец А. М., Хлусова Е. И. Выбор режимов термомеханической обработки сталей и сплавов на основе системного анализа структуры и имитационного моделирования / Физика и механика материалов. 2011. Т. 12. № 1. С. 30 – 42.
16. Барахтин Б. К., Маркова Ю. М. Кинетика структурообразования при горячей деформации сплава 04Х20Н6Г11 – М2АФБ в отображении карт диссипации / Деформация и разрушение материалов. 2012. № 12. С. 31 – 36.
17. Немец А. М., Барахтин Б. К. Образование центра коллективного пользования — новая и эффективная форма научного сотрудничества / По пути созидания: Сб. статей в двух томах. Т. 2 / Под ред. И. В. Горынина. — СПб: ЦНИИ КМ «Прометей», 2009. С. 181 – 196.



а



б



в

Рис. 7. Меч «акинака» (возраст более 2400 лет) и фрагмент его структуры (а); группа сотрудников ЦКП при обследовании аварийного участка магистрального трубопровода (б) и одна из отреставрированных фигур в Исаакиевском соборе в Санкт-Петербурге (в)

18. Литвин В. В., Бичаев В. Б., Першин Н. В., Петров С. Н. и др. География освоения раннего железа в Северном Причерноморье / Вестник регионального отделения Русского географического общества. Вып. 7. — Краснодар: Изд. «Платонов», 2013. С. 224 – 235.
19. Мещеряков Ю. И., Жигачева Н. И., Диваков А. К., Макаревич И. П., Барахтин Б. К. Переход металлов в структурно-неустойчивое состояние при ударно-волновом нагружении / Прикладная механика и техническая физика. 2010. Т. 51. № 5. С. 132 – 146.
20. Meshcheryakov Yu. I., Divakov A. K., Zhigacheva N. I., Makarevich I. P., Barakhtin B. K. Regimes of Interscale Momentum Exchange in Shock Deformed Solids / Int. J. Impact Eng. 2013. Vol. 9. N 3. P. 1033 – 1039.
21. Добровольская И. П., Юдин В. Е., Дроздова Н. Ф. и др. Структура и свойства пленочных композитов на основе метилцеллюлозы и наночастиц монтмориллонита и серебра / Высокмолекулярные соединения. Серия А. 2011. Т. 53. № 2. С. 1 – 7.