

УДК 389.1: 006.354: 629.735.083.02

ТЕХНОЛОГИИ ИЗГОТОВЛЕНИЯ И МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ АТТЕСТАЦИИ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ КОНЦЕНТРАЦИИ ПРОДУКТОВ ИЗНАШИВАНИЯ В РАБОТАЮЩИХ МАСЛАХ

А.А. БОГОЯВЛЕНСКИЙ

Статья представлена доктором технических наук, профессором Гипичем Г.Н.

В статье изложены результаты исследований, полученных при разработке технологий метрологической аттестации и изготовления стандартных образцов, применяемых при метрологическом обслуживании и эксплуатации средств диагностирования авиационных ГТД по продуктам изнашивания в маслах.

Ключевые слова: воздушный транспорт, авиационные ГТД, стандартные образцы, метрологическая аттестация, техническое диагностирование, продукты изнашивания.

Нормативная база

Для проведения работ по диагностированию авиационных газотурбинных двигателей по продуктам изнашивания в работающих маслах обязательным является метрологическое обслуживание (калибровка) средств диагностирования (в частности рентгеноспектральных анализаторов), которую невозможно провести без наличия комплекта стандартных образцов.

Основные положения, определяющие требования к стандартным образцам как одному из видов средств измерений, изложены в межгосударственном стандарте ГОСТ Р 8.315-97 [1].

В развитие ГОСТ Р 8.315-97 [1] в соответствии с планом НИР Росавиации на 2002 г. под руководством и при участии автора был разработан стандарт отрасли ОСТ 54-3-155.83-2002 [2]. Помимо этого, в национальном стандарте ГОСТ Р 55255-2012 [3], ответственным исполнителем разработки которого являлся автор, введен раздел "Метрологическое обеспечение", который содержит основные требования как к техническим, так и к метрологическим характеристикам стандартных образцов, в том числе связанных с измерением концентрации продуктов изнашивания в работающих авиамаслах.

До разработки ГОСТ Р 55255-2012 [3] в РФ отсутствовал нормативный документ, регламентирующий процедуры организации работ по диагностике технического состояния авиационной техники гражданской авиации в эксплуатации, а также обеспечения единства измерений (метрологическое обеспечение) при диагностике.

Исследования стандартных образцов

ГосНИИ ГА были проведены исследования и разработка технологий метрологической аттестации и изготовления стандартных образцов (СО).

В процессе проведения метрологической аттестации исследованы точностные характеристики СО для градуировки рентгеноспектральных анализаторов на примере прибора типа БАРС-3, изготовленных по двум технологиям.

По первой из них комплект СО с различной концентрацией химических элементов получают последовательным разбавлением исходной суспензии с максимальными концентрациями элементов. Применительно к задачам отрасли они составляют 10 г/т по железу и 5 г/т по меди, хрому и никелю. Для получения малых концентраций разбавление проводят трижды – четырежды, что вносит дополнительную погрешность, которая не может быть оценена в связи с отсутствием

методов и средств ее определения. Эта технология широко применяется как в практике эмиссионного спектрального, так и рентгеноспектрального методов анализа. Однако в случае необходимости измерения основных компонентов образцов с высокой точностью, серии образцов не должны готовиться последовательным разбавлением [4; 5].

Вторая технология, предложенная в ходе проведения данной работы [4-6] также включает предварительное изготовление исходной суспензии с максимальной концентрацией анализируемых элементов, но с последующей дозировкой ее объема (массы) в заданное количество раз меньше объема (массы) реальных проб масел, подвергаемых анализу.

Исходная суспензия изготавливалась в соответствии с отраслевыми Методическими указаниями по приготовлению и метрологической аттестации СО предприятий для градуировки установок МФС-3, МФС-5 в ЛНТД АТБ ГА и Инструкцией по приготовлению СО для градуировки анализатора БАРС-3.

Для получения СО с разной концентрацией бюреткой с погрешностью $\pm 0,05$ мл отбираются объемы исходной суспензии, рассчитываемые по формуле:

$$V_2 = (q_2/q_1) \times V_1, \quad (1)$$

где $V_1 = 25$ мл – объем реальных проб масел, подвергаемых анализу; q_1 – концентрация элемента в исходной суспензии; q_2 – концентрация элемента в СО, которую необходимо получить; V_2 – объем отбираемой суспензии для получения образца требуемой концентрации.

Полученные объемы суспензии фильтруются через мембраны "Владипор", которые с осевшими на них частицами имитаторов продуктов изнашивания и представляют собой СО. Значения концентраций и отбираемые для их получения объемы суспензии приведены в табл. 1.

Таблица 1

| № СОП | Концентрация | | Объем исходной суспензии для фильтрации, мл | Объем анализируемой пробы работающего масла, мл |
|-------|--------------|----------------|---|---|
| | Fe | Cu, Cr, Ni, Ti | | |
| 1-005 | 10 | 5 | 25 | 25 |
| 1-004 | 8 | 4 | 20 | |
| 1-003 | 6 | 3 | 15 | |
| 1-002 | 4 | 2 | 10 | |
| 1-001 | 2 | 1 | 5 | |

При этом погрешность отбора заданного объема не превышает $\pm 1,0$ %.

Для оценки составляющей погрешности СО из-за объемного расширения при отличии температуры воздуха от нормальной ($+20$ °С) в помещении лаборатории, где производится его изготовление, использована формула объемного расширения

$$V = V_o (1 + \beta\tau), \quad (2)$$

где V_o – начальный объем, мл; β – коэффициент объемного расширения (в данном случае $\beta=0,001$); τ – приращение температуры ($t - t_o$), °С.

Числовое значение погрешности, вызванной температурным расширением применяемых типов масел (в диапазоне от 16 до 25 °С), составляет $\pm 0,74$ %.

Суммарная погрешность СО рассчитывается с учетом взаимной независимости входящих в нее составляющих.

Как показал анализ источников погрешностей СО-суспензий, учету должна подлежать погрешность взвешивания навески окисла при изготовлении суспензии (другие составляющие несопоставимо малы, по сравнению с ней). Для взвешивания используются весы ВЛР-20г с диапазоном до 20 г и погрешностью $\pm 0,05$ мг. Значения погрешностей взвешивания по каждому из химических элементов приведены в табл. 2.

Таблица 2

| Элемент | Fe | Cu | Cr | Ni | Ti | Pb | Co | Zn | Mn | Ca |
|-----------------------------|------|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|
| Погрешность взвешивания, % | 0,89 | 2,0 | 1,7 | 1,8 | 3,0 | 5,3 | 4,2 | 2,0 | 4,0 | 1,4 |
| Суммарная погрешность СО, % | 2,0 | 2,5 | 2,5 | 2,5 | 2,5 | 5,5 | 4,5 | 2,5 | 4,5 | 2,0 |

Помимо комплекта СО, содержащего Fe, Cu, Cr, Ni, для проведения исследования точностных характеристик по элементам Ti, Pb, Co, Zn, Mn, Ca по второй технологии изготовлены СО с концентрацией 5 г/т, погрешность которых также определена расчетным путем.

Предложенная технология так называемого отбора для рентгеноспектральных анализаторов значительно уменьшает трудоемкость изготовления комплекта СО. При этом общая погрешность любого из полученных таким способом СО также существенно уменьшается. Так, для сравнения со стандартными образцами для установок эмиссионного анализа типа МФС-5 погрешность содержания железа, никеля и меди составляет от 8,8 до 10 % [7].

По сравнению с образцами, полученными разбавлением, расчетные числовые значения погрешности также меньше. Однако в случае метода разбавления значение аттестуемой характеристики содержит целый ряд неисключенных систематических погрешностей (многократное взвешивание колб и масла, наливание масел вместе с частицами окислов на стенки). Можно предположить, что наиболее сильное влияние при этом будет сказываться на СО с минимальной концентрацией.

Проведено исследование однородности (идентичности показаний) четырех экземпляров СО для анализатора БАРС-3, изготовленных из одной исходной суспензии с концентрациями железа, меди, хрома и никеля по 0,75 г/т. Обработка результатов велась следующим образом.

Первоначально проверялась нормальность закона распределения погрешности измерений анализатора при анализе элементов, по которым осуществляется диагностирование авиадвигателей в ГА: железо, медь, хром, никель. Для этого были построены гистограммы по каждому из элементов. Их анализ и расчет статистики t по критерию согласия χ^2 показал, что погрешности измерений рентгеноспектрального анализатора БАРС-3 распределены по законам, близким к нормальному.

Далее рассчитывались средние арифметические значения и дисперсии результатов измерений по каждому из СО. После этого проверка доступности рассеяния оценок дисперсий групп результатов по критерию Кохрена (т.к. число параллельных испытаний в группах равно). Установлено, что расчетные значения критерия меньше табличного, т.е. дисперсии однородны. После этого для каждого из элементов были рассчитаны значения межгрупповых и внутригрупповых дисперсий и критерия Фишера, характеризующего допустимость разброса средних арифметических значений серий измерений. Результаты обработки данных сравнивались с табличными значениями и не превысили их.

На основании этого был сделан вывод, что использование серии СО, изготовленных из одной исходной суспензии, не влечет за собой возникновение дополнительной погрешности.

Для исследования влияния неоднородности распределения частиц по поверхности стандартных образцов были изготовлены следующим образом три СО.

Для изготовления первого СО мембрану "Владипор" разрезали на две равные половины. Одну из них помещали на сетку устройства для фильтрации, на нее – целую мембрану. В устройство заливали 25 мл суспензии с концентрацией 6 г/т элементов железа, медь, хром, никель. Дальнейшие операции изготовления – в соответствии с разработанной методикой.

При изготовлении второго образца в центре другой мембраны вырезали отверстие определенного радиуса. Затем ее также помещали на сетку устройства для фильтрации, накладывали сверху целую мембрану и заливали 25 мл той же суспензии.

Третий образец изготавливали обычным образом.

Каждый из трех образцов анализировали по 10 раз. Обработка результатов (табл. 3) показала, что средние арифметические значения сигналов с СО при равномерном распределении частиц по поверхности фильтроэлемента превышают сигналы с СО с искусственно созданной неравномерностью. Причем, чем меньше площадь их распределения (при одной и той же массе частиц), тем меньше сигнал с СО.

Таблица 3

| Концентрация | Элементы | Сигнал (\bar{A}) при равномерном распределении частиц, ед.сч. | Уход сигнала, в % по отношению к \bar{A} | |
|--------------|----------|---|--|--------------------------|
| | | | частицы смещены к одной половине | частицы смещены к центру |
| 6 г/т | железо | 507 | -20 | -34 |
| | медь | 1541 | -7 | -18 |
| | хром | 1218 | -5 | -18 |
| | никель | 3890 | -9 | -2 |

Это явление можно объяснить тем, что интенсивность возбужденных рентгеновским излучением спектральных линий неидентична за счет разной толщины отпечатков.

Полученные результаты позволяют сделать вывод о том, что если при изготовлении СО на его поверхности будет визуально наблюдаться неравномерность в распределении частиц, он не может быть использован и должен браковаться.

Исследование фильтра от стандартных образцов. В качестве фильтроэлементов при изготовлении СОП1-009...СОП1-013 используются мембраны "Владипор" типа МФАС-М-2 с размерами пор от 0,9 до 1,49 мкм, представляющие собой мелкопористую пленку белого цвета без видимых дефектов, пятен, складок, механических включений и повреждений.

Наличие пор определило необходимость проверки полноты фильтрации имитаторов частиц изнашивания из суспензии. При проведении исследования на квантомере МФС-5 № 810016 пятикратным анализам были подвергнуты чистое масло – основа СО, две суспензии с концентрациями железа, медь, хром, никель по 0,75 и 6 г/т, а также фильтратов от них. Полученные результаты представлены в табл. 4.

Таблица 4

| Анализируемый объект | Средние арифметические значения по элементам, мВ | | | |
|-------------------------|--|------|------|------|
| | Fe | Cu | Cr | Ni |
| СО $C_{0,75}$ | 748 | 636 | 456 | 512 |
| C_6 | 1297 | 2024 | 1284 | 1301 |
| Фильтраты $\Phi_{0,75}$ | 398 | 207 | 280 | 275 |
| Фильтраты Φ_6 | 375 | 223 | 275 | 299 |
| Чистое масло | 351 | 192 | 279 | 274 |

Их анализ показывает, что:

1) сигналы $\Phi_{0,75}$ по железу, меди превышают сигналы Φ_6 по этим же элементам, а по меди и никелю – наоборот, т.е. отсутствует взаимосвязь между количеством частиц в фильтруемой суспензии и сигналами, получаемыми при анализе фильтратов;

2) сигналы, полученные с фильтратов и от чистого масла фактически не различаются друг от друга. Исключение, казалось бы составляет железо – по чистому маслу 351 мВ, а по $\Phi_{0,75}$ сигнал составляет 398 мВ. Однако при этом следует учитывать, что сигнал с чистого масла определен со среднеквадратической ошибкой 65,9 мВ, а $\Phi_{0,75}$ с ошибкой 77,8 мВ, т.е. результаты анализов различаются в пределах ошибки измерений.

Таким образом, может быть сделан вывод о полноте фильтрации имитаторов частиц изнашивания из исходной суспензии при изготовлении СО, и отсутствии в связи с этим какой-либо дополнительной погрешности.

Организация работ

Работы по изготовлению и метрологической аттестации стандартных образцов СОП1-009...СОП1-013 для градуировки рентгеноспектральных анализаторов при диагностировании ГТД для предприятий ВТ традиционно возложено на ГосНИИ ГА [8; 9].

Стандартные образцы состава СОП1-009...СОП1-013 относятся к категории средств измерений, в связи с чем работы выполняются на основании Лицензии Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии на изготовление средств измерений от 12.07.2010 г. № 006578-И. Образцы изготавливаются на основе авиационных марок масел (МС-8П; СМ-4,5; Турбоникойл-98; ЛЗ-240 и др.) в соответствии с Методическими указаниями от 27.01.1994 г. № ДВ-6.1-6.

Стандартные образцы могут изготавливаться:

1) с наклейкой на кадмиевые кольца (рис. 1) со сроком действия 1 год;

2) без наклейки со сроком действия 6 месяцев.

Погрешность аттестуемой характеристики не превышает $\pm 2\%$ (для железа) и $\pm 2,5\%$ (для меди и титана).

В технологическом процессе изготовления СОП1-009...СОП1-013 применяется комплект лабораторного оборудования, включающего в себя: ультразвуковой диспергатор, весы лабораторные аналитические, рентгеноспектральный анализатор и другое оборудование.

В настоящее время на ОАО "Климов" рассматривается вопрос о разработке эксплуатационного бюллетеня по диагностике двигателей ТВ-3-117 и их модификаций по элементу молибден. Для внедрения названного бюллетеня в практику лабораторий технической диагностики ГА метрологической службой ГосНИИ ГА разработано Дополнение к № ДВ-6.1-6 и освоена технология изготовления СОП1-009 ... СОП1-013, содержащих элемент молибден.

Выводы

1. ГосНИИ ГА является уполномоченной организацией в области проведения работ по изготовлению стандартных образцов для градуировки и метрологического обслуживания (калибровки) средств диагностики и имеет действующую до 2015 г. Лицензию Росстандарта от 12.07.2010 г. № 006578-И на их изготовление. Технологические процессы диагностирования в лабораториях технической диагностики и неразрушающего контроля предприятий ВТ обеспечены стандартными образцами, изготавливаемыми и аттестуемыми специалистами отдела метрологии ГосНИИ ГА [8; 9].

2. В развитие государственного стандарта ГОСТ 8.315-97 [1] в соответствии с Планом НИР Росавиации на 2002 г. под руководством и при непосредственном участии автора разработан, введен в действие и успешно применяется в авиационной деятельности стандарт отрасли ОСТ 54-3-155.83-2002 [2]. В стандарте учтены специфические особенности по изготовлению и аттестации стандартных образцов, применяемых в технологических процессах авиационной деятельности.

3. В национальном стандарте ГОСТ Р 55255-2012 [3], ответственным исполнителем разработки которого являлся автор, введен раздел "Метрологическое обеспечение", который содержит основные требования к стандартным образцам концентрации продуктов изнашивания в работающих авиамаслах.



Рис. 1. Внешний вид комплекта стандартных образцов СОП1-009...СОП1-013

4. Ключевым для применения стандартных образцов является не их ранг (статус) – государственный, отраслевой или стандартный образец предприятия, важны лишь значения их метрологических характеристик (аттестованные характеристики, погрешность, нестабильность, неоднородность и другие), а также их максимальное подобие по свойствам и химическому составу анализируемым веществам и материалам.

5. Применение разработанных ГосНИИ ГА технологий и изготавливаемых в соответствии с ними стандартных образцов обеспечивает поддержание на ВТ РФ единства и требуемой точности измерений концентрации продуктов изнашивания в работающих авиационных маслах при диагностировании авиационных ГТД. Одна из разработанных технологий защищена авторским свидетельством на изобретение А.С. СССР № 1272156 [6].

6. Впервые в практике ГА, авиационной промышленности и государственной авиации разработаны методы оценки погрешностей стандартных образцов для градуировки средств диагностирования ГТД по продуктам изнашивания в работающих авиамаслах, проведено их нормирование и установлены предельно допускаемые значения [7].

ЛИТЕРАТУРА

1. **ГОСТ 8.315-97.** Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения.

2. **ОСТ 54-3-155.83-2002.** Отраслевая система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы. Основные положения.

3. **ГОСТ Р 55255-2012.** Воздушный транспорт. Система технического обслуживания и ремонта авиационной техники. Организация работ по диагностике технического состояния. Основные положения.

4. **Богоявленский А.А.** Способ оценки стабильности и однородности стандартных образцов смазочных масел при диагностировании ГТД // Инженерное обеспечение повышения эффективности технической эксплуатации летательных аппаратов: межвуз. сб. научн. трудов. - М.: МИИ ГА, 1985. - С. 122-124.

5. **Богоявленский А.А., Юрскова Н.А., Ястребцов Л.М.** Исследование точностных характеристик стандартных образцов и способы их нормирования // Проблемы метрологического обеспечения разработки, испытаний, эксплуатации и ремонта АТ: тез. докл. всесоюзной научн.-технич. конф. - М.: ГосНИИ ГА, 1984. - С. 72-73.

6. **Титов В.И., Богоявленский А.А.** Способ приготовления стандартных образцов смазочных масел. - Авторское свидетельство СССР. 1986. - № 1272156. - Бюллетень изобретений. - № 43.

7. **Богоявленский А.А.** Формирование системы обеспечения единства измерений концентрации продуктов изнашивания при диагностировании авиационных ГТД: автореф. дисс. ... канд. техн. наук. - М.: МГТУ ГА, 1994.

8. **Матюхин К.Е., Богоявленский А.А.** Технологии метрологической аттестации и изготовления стандартных образцов при диагностировании авиационных ГТД по продуктам изнашивания в маслах // Метрологическое обеспечение испытаний и измерений в авиационно-космической промышленности: сб. докл. всероссийской научн.-технич. конф. - М.: Компания ИТЕ; ФГУП ЦАГИ, 2013. - С. 190-198.

9. **Богоявленский А.А., Ермолаева О.Л.** Об организации и проведении работ по обеспечению единства измерений на воздушном транспорте // Научный Вестник ГосНИИ ГА. - 2012. - № 2 (313). - С. 24-29.

MANUFACTURING TECHNOLOGY AND METROLOGICAL CERTIFICATION OF STANDART SAMPLES OF CONCENTRATION PRODUCTS OF WEAR PROCESS IN WORKING OILS

Bogoyavlenskiy A.A.

Summary of the research results obtained during the development of the technology of metrological certification and production of standard samples necessary for calibration of the means of diagnostics of aircraft GTE products of wear oils.

Key words: air transport, aircraft GTE, standard samples, metrological certification, technical diagnostics, wear products.

Сведения об авторе

Богоявленский Анатолий Александрович, 1958 г.р., окончил МИИ ГА (1981), главный метролог ФГУП ГосНИИ ГА, начальник отдела метрологии, старший научный сотрудник, кандидат технических наук, автор более 80 научных работ, область научных интересов – исследование законодательных и прикладных проблем метрологического обеспечения производственной деятельности ГА.