



УДК 543.51: 669.1

DOI: 10.18577/2307-6046-2015-0-7-3-3

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРИМЕСЕЙ В СПЛАВЕ НА ОСНОВЕ
НИОБИЯ МЕТОДОМ ИСП-МС. Часть II**

А.В. Алексеев

кандидат биологических наук

П.В. Якимович

П.Г. Мин

Июль 2015

Всероссийский институт авиационных материалов (ФГУП «ВИАМ» ГНЦ) – крупнейшее российское государственное материаловедческое предприятие, на протяжении 80 лет разрабатывающее и производящее материалы, определяющие облик современной авиационно-космической техники. 1700 сотрудников ВИАМ трудятся в более чем тридцати научно-исследовательских лабораториях, отделах, производственных цехах и испытательном центре, а также в четырех филиалах института. ВИАМ выполняет заказы на разработку и поставку металлических и неметаллических материалов, покрытий, технологических процессов и оборудования, методов защиты от коррозии, а также средств контроля исходных продуктов, полуфабрикатов и изделий на их основе. Работы ведутся как по государственным программам РФ, так и по заказам ведущих предприятий авиационно-космического комплекса России и мира.

В 1994 г. ВИАМ присвоен статус Государственного научного центра РФ, многократно затем им подтвержденный.

За разработку и создание материалов для авиационно-космической и других видов специальной техники 233 сотрудникам ВИАМ присуждены звания лауреатов различных государственных премий. Изобретения ВИАМ отмечены наградами на выставках и международных салонах в Женеве и Брюсселе. ВИАМ награжден 4 золотыми, 9 серебряными и 3 бронзовыми медалями, получено 15 дипломов.

Возглавляет институт лауреат государственных премий СССР и РФ, академик РАН, профессор Е.Н. Каблов.

УДК 543.51: 669.1

DOI: 10.18577/2307-6046-2015-0-7-3-3

А.В. Алексеев¹, П.В. Якимович¹, П.Г. Мин¹

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРИМЕСЕЙ В СПЛАВЕ НА ОСНОВЕ НИОБИЯ МЕТОДОМ ИСП-МС. Часть II

Высокотемпературные жаропрочные сплавы на основе Nb имеют более высокую рабочую температуру по сравнению с другими сплавами, используемыми в авиационном двигателестроении, поэтому их применение может улучшить рабочие характеристики газотурбинных двигателей. Вместе с тем важной задачей является контроль химического состава ниобиевых сплавов, в особенности содержания таких микропримесей, как теллур, свинец и висмут.

Проведено определение Te, Pb и Bi в сплаве на основе Nb методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (ИСП-МС). Разработан способ преодоления мешающего влияния легирующих элементов (Mo, Zr и Hf) на результаты определения. Спектральные интерференции подавлены путем добавок мешающего элемента в анализируемый раствор, что позволяет улучшить правильность измерений. Правильность методики измерения проверена методом «введено–найдено». Применение реакционно-столкновительной ячейки уменьшило мешающее влияние на определение Te, Pb и Bi и соответственно пределы их обнаружения на один-два порядка величины (по сравнению со стандартным режимом измерения). Приведена также методика растворения и подготовки пробы к анализу.

Ключевые слова: *масс-спектрометрия с индуктивно-связанной плазмой (ИСП-МС), сплавы на основе ниобия, определение примесей, микроволновая пробоподготовка.*

A.V. Alekseev, P.V. Yakimovich, P.G. Min

DETERMINATION OF IMPURITY IN ALLOY BASED ON Nb by ICP-MS. Part II

High temperature heat-resistant alloys based on Nb have a higher operating temperature compared to other alloys used in aircraft engine building, so their use can improve the performance of gas turbine engines. However, an important task is to control the chemical composition of niobium alloys, in particular the content of trace contaminants, which include tellurium, lead, and bismuth.

Determination of Te, Pb and Bi in an alloy on the basis of Nb by a mass spectrometry method with inductively connected plasma (ICP-MS) is carried out. The way of overcoming of the disturbing influence of the alloying elements (Mo, Zr and Hf) on results of definition is developed. Spectral interferences are suppressed by additives of the disturbing element in the analyzed solution that allows to improve correctness of measurements. The correctness of measurement techniques tested by the «added–found» method. The use of a reactive collision cell reduced the disturbing influence on the determination of Te, Pb and Bi and their respective detection limits for one or two orders of magnitude compared to the standard measurement mode. Also the method of dissolution of the sample and its preparation for analysis is described.

Keywords: *inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS), niobium-based alloys, determination of impurities, microwave sample preparation.*

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Государственный научный центр Российской Федерации [Federal state unitary enterprise «All-Russian scientific research institute of aviation materials» State research center of the Russian Federation] E-mail: admin@viam.ru

Введение

В настоящее время жаропрочные никелевые сплавы (ЖНС), применяемые при изготовлении лопаток газотурбинного двигателя (ГТД) и испытывающие во время работы огромные тепловые и силовые нагрузки, уже исчерпали возможность повышения рабочих температур, достигнув предела: 1100–1150°C [1–6]. Преодоление данного предела позволит повысить температуру рабочего тела (газа) и эффективность термодинамического цикла работы ГТД, оптимизировать систему охлаждения и снизить расход охлаждающего воздуха, уменьшить массу лопаток и дисков ГТД, повысить ресурс двигателя. Поэтому поиск новых материалов, способных работать при более высоких температурах, является чрезвычайно важной задачей [7, 8].

Одними из таких материалов являются высокотемпературные жаропрочные естественно-композиционные сплавы на основе ниобиевой матрицы с интерметаллидным упрочнением с рабочей температурой 1350°C, что на 200°C превосходит температурную способность современных лопаток из ЖНС – это, безусловно, революционное достижение. Данные материалы также не содержат тяжелых, дефицитных и дорогостоящих легирующих элементов, таких как рений, рутений, тантал и вольфрам, и поэтому обладают значительно более низкой плотностью [9, 10].

Примеси цветных металлов – свинца, висмута, мышьяка, олова и др. – образуют с ниобием и другими легирующими элементами легкоплавкие соединения, что снижает температуру плавления материала и, как следствие, понижает механические свойства сплавов – особенно длительную прочность. В связи с этим для получения качественно-

го высокотемпературного жаропрочного композиционного материала на основе ниобия необходимо обеспечить точный контроль содержания примесей цветных металлов [11, 12].

В настоящее время одним из самых лучших методов многоэлементного анализа является масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой (ИСП-МС). Данный метод обладает высокой чувствительностью, низкими пределами обнаружения и возможностью одновременного определения большого количества элементов [13]. Прямое масс-спектрометрическое определение содержания теллура, свинца и висмута в сложнелегированных ниобиевых сплавах не всегда возможно из-за наличия спектральных интерференций – в основном оксидных ионов легирующих элементов (Mo, Zr и Hf) и элемента основы – Nb [14]. Образование данных оксидных ионов можно частично подавить с помощью использования реакционно-столкновительной ячейки в режиме дискриминации ионов по кинетическим энергиям (KED) с напуском инертного газа в ячейку – гелия или смеси газов водород-гелий [15–17]. В атомно-эмиссионном спектральном анализе широко используется коррекция спектральных интерференций путем добавок мешающего элемента в анализируемый раствор или так называемая «межэлементная коррекция» [18]. Применение ИЕС в стандартном режиме масс-спектрометрических измерений (STD) позволяет улучшить правильность измерений и оценить степень мешающего влияния для каждого из определяемых элементов [19, 20]. Данный прием в сочетании с KED может дополнительно улучшить правильность определения теллура, свинца и висмута в ниобиевом сплаве.

Таким образом, цель данной работы состояла в повышении точности определения содержания теллура, свинца и висмута в ниобиевом сплаве методом ИСП-МС путем преодоления спектральных интерференций и выбора оптимальных условий измерений.

Материалы и методы

Аппаратура

Определение содержания теллура, свинца и висмута методом ИСП-МС выполняли на масс-спектрометре iCAP Qc (фирмы Thermo FisherScientific, Германия). Параметры работы прибора, при которых проводились эксперименты, представлены в табл. 1. Инструментальные параметры и расходы потоков аргона устанавливали в пределах, обеспечивающих максимальную чувствительность определения ионов изотопов ${}^7\text{Li} \geq 35000$, ${}^{115}\text{In} \geq 190000$ и ${}^{238}\text{U} \geq 300000$ (имп/с)/(мкг/л), наименьшие уровни оксидных

(отношение $^{156}\text{CeO}/^{140}\text{Ce}\leq 0,02$) и двухзарядных ионов (отношение $^{137}\text{Ba}^{2+}/^{137}\text{Ba}\leq 0,02$) в настроечном растворе, содержащем Li, In, Ba, Ce и U с концентрацией 1 мкг/л (каждого элемента).

Таблица 1

Параметры настройки прибора и измерений*

Параметр прибора	Значение параметра
Плазмообразующий газ, л/мин	14,0
Вспомогательный газ, л/мин	0,8
Распылительный газ, л/мин	1,03
Скорость перистaltического насоса, об./мин	40
Глубина плазмоотбора, мм	5
Мощность RF генератора, Вт	1400
Число каналов на массу	1
Число сканов в реплике	30
Число реплик для образца	3
Продолжительность интегрирования (Dwelltime), с	0,01
Напряжение на экстракторе (ExtractionLens 2), В	170
Напряжение на фокусной линзе (CCT FocusLens), В	2,5
Разрешение, а.е.м.	0,7
Номинальный расход жидкости через распылитель (микропоточный, концентрический, из тефлона PFA, OpalMist), мкл/мин	400
Температура распылительной камеры, °С	20
Параметры работы реакционно-столкновительной ячейки	
Расход газа**, мл/мин	5,5
Напряжение на входе в квадруполь PoleBias, В	18
Напряжение на выходе из ячейки CCTBias, В	22

* В процессе всех измерений использовали кварцевую циклонную распылительную камеру с термоэлектрическим охлаждением и полуразборную горелку с кварцевым инжектором $\varnothing 2,5$ мм.

** Газ ячейки – смесь 8% H_2 , 92% He.

Для растворения пробы при нагревании применяли микроволновую систему MARS 6 (СЕМ, США) в тефлоновых автоклавах MARS Xpress Plus (СЕМ, США) объемом 100 см^3 с аварийным сбросом давления.

Реагенты и объекты исследования

Азотную кислоту (HNO_3) получали с помощью суббойлерной дистилляции HNO_3 марки «осч.» в аппарате BSB-939-IR (фирма Berghof, Германия). Использовали также 40% (по массе) фтористоводородную кислоту (фирма Merck, Германия). Деионизованную воду (проводимость не менее $18,2\text{ МОм/см}$) использовали во всех экспериментах как растворитель. Стандартные растворы легирующих элементов сплава (Mo, Zr и Hf) с концентрацией 1 г/л производства фирмы High-Purity Standards (США) использовали для приготовления добавок в количестве 20 мг/л (каждого) к растворенному сплаву для оценки мешающего влияния в ходе масс-спектрометрических измерений. В качестве внутреннего стандарта во всех измерениях применяли индий с концентрацией 2 мкг/л, для добавок которого использовали стандартный раствор In с концентрацией

1 г/л производства фирмы High-Purity Standards (США). Для калибровки спектрометра (методом добавок) по Те, Рb и Вi использовали стандартные растворы Те, Рb и Вi с концентрацией 1 г/л производства фирмы High-Purity Standards (США).

В работе использовали две экспериментальные плавки ниобиевого сплава, легированного Мо, Zr и Hf.

Подготовка образцов к анализу

Образцы ниобиевого сплава массой по 0,5 г растворяли в соответствии с рекомендациями [16] в смеси: 20 мл воды+5 мл HNO₃+5 мл HF – при нагревании в микроволновой системе при 120°C в течение 20 мин. Далее исследуемые образцы разбавляли до конечной концентрации растворенного вещества: 0,5 г/л.

Сбор и обработку данных проводили, используя программное обеспечение спектрометра Qtegra. Правильность методики растворения и измерения проверяли методом «введено–найдено», путем добавок стандартных растворов Те, Рb и Вi в автоклавы перед нагревом к производственной плавке 1 ниобиевого сплава, таким образом чтобы концентрация добавки соответствовала 0,5 и 5 мг/л содержанию примесей Те, Рb и Вi в сплаве.

Результаты и обсуждение

В соответствии с рекомендациями, приведенными в работе [14], следует указать основные спектральные помехи (интерференции), возникающие при анализе ниобиевых сплавов (табл. 2).

Таблица 2

Массы используемых изотопов, основные интерференции и способы подавления интерференций для масс-спектрометрического определения содержания Те, Рb и Вi в ниобиевых сплавах

Определяемый элемент	Изотоп	Распространенность изотопа, %	Ионы, создающие помехи	Распространенность иона-интерферента, %	Способ подавления интерференции
Те	¹²⁵ Те	7,14	⁹³ Nb ¹⁶ O ¹⁶ O ⁺	99,52	Измерение ¹²⁵ Те в режиме KED или выбор альтернативного изотопа – ¹²⁸ Те
	¹²⁸ Те	31,69	¹²⁸ Xe	1,92	Математическая коррекция по ¹²⁹ Xe Межэлементная коррекция с добавкой Zr и Мо Измерение ¹²⁸ Те в режиме KED
			⁹⁶ Zr ¹⁶ O ¹⁶ O ⁺	2,79	
			⁹⁶ Mo ¹⁶ O ¹⁶ O ⁺	16,59	
Рb	²⁰⁸ Рb	52,35	¹⁷⁶ Hf ¹⁶ O ¹⁶ O ⁺	5,23	Измерение ²⁰⁶ Рb или ²⁰⁷ Рb в режиме STD, ²⁰⁸ Рb в режиме KED
Вi	²⁰⁹ Вi	100	¹⁷⁷ Hf ¹⁶ O ¹⁶ O ⁺	18,5	Измерение ²⁰⁹ Вi в режиме KED

В табл. 2. предлагается несколько способов подавления интерференций. Таким образом, целью дальнейшего исследования является поиск оптимального варианта решения поставленной задачи.

Определение содержания *Te*, *Pb* и *Bi* в двух производственных плавках ниобиевого сплава в стандартном режиме измерений (STD)

В табл. 3 и 4 приведены результаты определения содержания *Te*, *Pb* и *Bi* в двух производственных плавках ниобиевого сплава в стандартном режиме измерений (STD) с применением межэлементной коррекции и без нее.

Таблица 3

Результаты определения содержания *Te*, *Pb* и *Bi* в двух производственных плавках ниобиевого сплава в стандартном режиме STD без межэлементной коррекции

Условный номер образца	Содержание элементов для различных изотопов, % (по массе)			
	¹²⁵ Te	¹²⁸ Te	²⁰⁸ Pb	²⁰⁹ Bi
1	0,0095	0,00004	0,00009	0,00014
2	0,0089	0,00010	0,00011	0,00014

Таблица 4

Результаты определения содержания *Te*, *Pb* и *Bi* в двух производственных плавках ниобиевого сплава в стандартном режиме STD с межэлементной коррекцией

Условный номер образца	Содержание элементов для различных изотопов, % (по массе)			
	¹²⁵ Te	¹²⁸ Te	²⁰⁸ Pb	²⁰⁹ Bi
1	0,0095	0,000029	0,00002	0,00003
2	0,0089	0,000029	0,00002	0,00003

Из приведенных в таблицах данных видно, что при определении содержания примесей *Te*, *Pb* и *Bi* в стандартном режиме измерений без межэлементной коррекции получают сильно завышенные результаты по сравнению с методом, использующим данную коррекцию, что свидетельствует о наличии спектральных интерференций и необходимости их подавления. При использовании изотопа ¹²⁵Te также получают сильно завышенные результаты, что связано с мешающим влиянием оксидного иона ниобия, при этом использовать межэлементную коррекцию не представляется возможным, так как ниобий является основой исследуемого материала.

Определение содержания *Te*, *Pb* и *Bi* в двух производственных плавках ниобиевого сплава в режиме измерений KED

В табл. 5 и 6 приведены результаты определения содержания *Te*, *Pb* и *Bi* в двух производственных плавках ниобиевого сплава в режиме измерений KED с применением межэлементной коррекции и без нее.

Таблица 5

**Результаты определения содержания Те, Рb и Вi в двух производственных плавках
ниобиевого сплава в режиме KED без межэлементной коррекции**

Условный номер образца	Содержание элементов для различных изотопов, % (по массе)			
	¹²⁵ Te	¹²⁸ Te	²⁰⁸ Pb	²⁰⁹ Bi
1	0,0086	0,00004	0,00009	0,00014
2	0,0072	0,00008	0,00011	0,00014

Таблица 6

**Результаты определения содержания Те, Рb и Вi в двух производственных плавках
ниобиевого сплава в режиме KED с межэлементной коррекцией**

Условный номер образца	Содержание элементов для различных изотопов, % (по массе)			
	¹²⁵ Te	¹²⁸ Te	²⁰⁸ Pb	²⁰⁹ Bi
1	0,0086	0,000029	0,000018	0,000027
2	0,0072	0,000029	0,000018	0,000027

Из приведенных в таблицах данных видно, что при определении содержания примесей Те, Рb и Вi в режиме KED без межэлементной коррекции получают достаточно сильно завышенные результаты, поскольку уровень мешающего влияния в режиме KED больше, чем содержание определяемых элементов. Это также указывает на неполное подавление оксидных ионов Мо, Zr и Hf в режиме KED и необходимость дополнительного использования межэлементной коррекции. При этом изотоп ¹²⁵Te также дает сильно завышенные результаты из-за мешающего влияния оксидного иона ниобия, т. е. можно сделать вывод, что использовать его для дальнейшей работы нельзя.

Оценка степени влияния интерферента

Степень влияния интерферента (С) оценивали как отношение кажущейся концентрации определяемого элемента (в % (по массе)) к процентному содержанию интерферента в сплаве (по раствору с добавкой 20 мг/л интерферентов) – табл. 7.

Таблица 7

**Значения степени влияния интерферента (С) для различных изотопов
определяемых элементов**

Изотопы элементов и режим их измерения	Значения степени влияния интерферента (С)
¹²⁸ Te (STD)	0,000007
²⁰⁸ Pb (KED)	0,000002
²⁰⁹ Bi (KED)	0,000003

В соответствии с уравнением, приведенным далее, снижение степени влияния интерферента (С) показывает, что подавление кажущейся чувствительности по интерференту при отношении массы к заряду определяемого элемента значительно больше, чем подавление чувствительности по иону данного элемента.

$$C=C_{im}/C_M=S_{im}/S_a,$$

где C_{im} – кажущаяся концентрация определяемого элемента, % (по массе); C_m – содержание мешающего элемента в сплаве, % (по массе); S_{im} – кажущаяся чувствительность по интерферен-ту при отношении массы к заряду определяемого элемента, имп/(% по массе); S_a – чувствитель-ность по иону определяемого элемента, имп/% (по массе).

Пределы обнаружения

Пределы обнаружения в ниобиевом сплаве, оценивали как $0,3C \cdot 4\%$ (по массе) – табл. 8.

Таблица 8

Пределы обнаружения для различных изотопов определяемых элементов

Изотопы элементов и режим их измерения	Предел обнаружения*, % (по массе)
^{128}Te (STD)	0,00001
^{208}Pb (KED)	0,000003
^{209}Bi (KED)	0,000004

* Принимается равным трем стандартным отклонениям, полученным при 5 измерениях производствен-ной плавки 1 без добавок интерферентов.

Определение содержания Te, Pb и Bi методом «введено–найдено»

Определение содержания Te, Pb и Bi методом «введено–найдено» проведено для добавок 0,5 и 5 мг/л искомым элементам в производственной плавке 1 ниобиевого сплава в режимах STD и KED с межэлементной коррекцией (табл. 9).

Таблица 9

Результаты определения содержания Te, Pb и Bi методом «введено–найдено»

Изотопы элементов и режим их измерения	Введенное количество изотопа и его найденное значение, мг/л	
	0,5	5
^{128}Te (STD)	0,48	5,13
^{208}Pb (KED)	0,53	5,40
^{209}Bi (KED)	0,53	4,92

Результаты испытаний двух производственных плавок ниобиевого сплава

В табл. 10 приведены результаты испытаний двух производственных плавок ниоби-евого сплава в соответствии с пределом обнаружения, а также погрешности определения.

Таблица 10

Результаты определения содержания Te, Pb и Bi в двух производственных плавках ниобиевого сплава в соответствии с оценочными пределами обнаружения ($n=5, P=0,95$)

Условный номер образца	Содержание элементов для различных изотопов, % (по массе)		
	^{128}Te	^{208}Pb	^{209}Bi
1	<0,00003	<0,000002	<0,000003
2	<0,00003	<0,000002	<0,000003
Погрешность измерения, % (по массе)	0,000006	0,000004	0,000004

Заключение

– Микроволновое растворение ниобиевых сплавов, легированных Mo, Zr и Hf, в смеси фтористоводородной и азотной кислот способствует полному растворению основы и переводу в раствор определяемых элементов (Te, Pb и Bi).

– Межэлементная коррекция в стандартном режиме измерений недостаточно улучшает результаты (правильность) определения содержания Te, Pb и Bi из-за сильного влияния оксидных ионов Mo, Zr и Hf.

– Применение реакционно-столкновительной ячейки (режим измерения KED) позволило значительно уменьшить мешающее влияние оксидных ионов на определение содержания Te, Pb и Bi и соответственно снизить их пределы обнаружения на один-два порядка величины (по сравнению со стандартным режимом измерения). Целесообразность применения режима измерения KED подтверждена результатами метода «введено–найдено», правильность результатов в стандартном режиме хуже из-за нестабильного выхода оксидных ионов.

– При разработке методики определения вредных примесей в ниобиевых сплавах следует учитывать допустимые уровни мешающего влияния по каждому из легирующих элементов, поскольку от этого зависят пределы обнаружения определяемых элементов.

ЛИТЕРАТУРА

1. Каблов Е.Н., Бондаренко Ю.А., Ечин А.Б., Сурова В.А. Развитие процесса направленной кристаллизации лопаток ГТД из жаропрочных сплавов с монокристаллической и композиционной структурой //Авиационные материалы и технологии. 2012. №1. С. 3–8.
2. Каблов Е.Н., Петрушин Н.В., Светлов И.Л., Демонис И.М. Никелевые литейные жаропрочные сплавы нового поколения //Авиационные материалы и технологии. 2012. №5. С. 36–52.
3. 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. 34–38.
4. Каблов Е.Н., Герасимов В.В., Висик Е.М., Демонис И.М. Роль направленной кристаллизации в ресурсосберегающей технологии производства деталей ГТД //Труды ВИАМ. 2013. №3. Ст. 05 (viam-works.ru).

5. Каблов Е.Н., Оспенникова О.Г., Вершков А.В. Редкие металлы и редкоземельные элементы – материалы современных и будущих высоких технологий //Труды ВИАМ. 2013. №2. Ст. 01 (viam-works.ru).
6. Мин П.Г., Сидоров В.В. Опыт переработки литейных отходов сплава ЖС32-ВИ на научно-производственном комплексе ВИАМ по изготовлению литых прутковых (шихтовых) заготовок //Авиационные материалы и технологии. 2013. №4. С. 20–25.
7. Ломберг Б.С., Овсеян С.В., Бакрадзе М.М., Мазалов И.С. Высокотемпературные жаропрочные никелевые сплавы для деталей газотурбинных двигателей //Авиационные материалы и технологии. 2012. №5. С. 52–57.
8. Каблов Е.Н., Сидоров В.В., Каблов Д.Е., Ригин В.Е., Горюнов А.В. Современные технологии получения прутковых заготовок из литейных жаропрочных сплавов нового поколения //Авиационные материалы и технологии. 2012. №5. С. 97–105.
9. Bewlay В.Р., Jackson M.R., Zhao H.C. et al. Ultrahigh-Temperature Nb-Silicide-Based Composites //Mrs. Bulletin. Spt. 2003. P. 646–653.
10. Каблов Е.Н., Светлов И.Л., Ефимочкин И.Ю. Высокотемпературные Nb–Si-композиты //Вестник МГТУ им. Н.Э. Баумана. Сер. «Машиностроение». 2011. №SP2. С. 164–173.
11. Светлов И.Л., Абузин Ю.А., Бабич Б.Н. и др. Высокотемпературные Nb–Si-композиты, упрочненные силицидами ниобия //Журнал функциональных материалов. 2007. Т. 1. №2. С. 48–52.
12. High Temperature Niobium alloy: pat. №7632455 US; publ. 15.12.2009.
13. Nie X., Liang Y. Determination of trace elements in high purity nickel by high resolution inductively coupled plasma mass spectrometry //J. Cent. South Univ. 2012. V. 19. P. 2416–2420.
14. Пупышев А.А., Эпова Е.Н. Спектральные помехи полиатомных ионов в методе масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой //Аналитика и контроль. 2001. Т. 5. №4. С. 335–369.
15. Лейкин А.Ю., Якимович П.В. Системы подавления спектральных интерференций в масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой //Журнал аналитической химии. 2012. Т. 67. №8. С. 752–762.
16. МИ 1.2.052–2013 Методика измерений массовой доли примесей Р, Мn, Fe, Cu, Zn, Ga, As, Se, Ag, Cd, Sn, Sb, Te, Tl, Pb, Bi в никелевых сплавах методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой. М.: ВИАМ. 2013.

17. Смирнова Е.В., Ложкин В.И. О выборе аналитических изотопов редкоземельных элементов в методе масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой //Аналитика и контроль. 2004. Т. 8. №4. С. 329–338.
18. Пупышев А.А., Суриков В.Т. Масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой. Образование ионов. Екатеринбург: УрО РАН. 2006. 276 с.
19. Пупышев А.А., Данилова Д.А. Использование атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой для анализа материалов и продуктов черной металлургии //Аналитика и контроль. 2007. Т. 11. №2–3. С. 131–181.
20. Aries S., Valladon M. et al. A routine method for oxide and hydroxide interference correction in ICP-MS chemical analysis of environmental and geological samples //Geostandards Newsletter. 2000. V. 24. P. 19–31.

REFERENCES LIST

1. Kablov E.N., Bondarenko Ju.A., Echin A.B., Surova V.A. Razvitie processa napravlennoj kristallizacii lopatok GTD iz zharoprochnyh splavov s monokristallicheskoj i kompozicionnoj strukturoj [Development of process of the directed crystallization of blades of GTD from hot strength alloys with single-crystal and composition structure] //Aviacionnye materialy i tehnologii. 2012. №1. S. 3–8.
2. Kablov E.N., Petrushin N.V., Svetlov I.L., Demonis I.M. Nikelevye litejnye zharoprochnye splavy novogo pokolenija [Nickel foundry hot strength alloys of new generation] //Aviacionnye materialy i tehnologii. 2012. №S. S. 36–52.
3. Kablov E.N., Lomberg B.S., Ospennikova O.G. Sozdanie sovremennyh zharoprochnyh materialov i tehnologij ih proizvodstva dlja aviacionnogo dvigatelestroenija [Creation of modern heat resisting materials and technologies of their production for aviation engine building] //Kryl'ja Rodiny. 2012. №3–4. S. 34–38.
4. Kablov E.N., Gerasimov V.V., Visik E.M., Demonis I.M. Rol' napravlennoj kristallizacii v resursosberegajushhej tehnologii proizvodstva detalej GTD [Role of the directed crystallization in the resource-saving production technology of details of GTD] //Trudy VIAM. 2013. №3. St. 05 (viam-works.ru).
5. Kablov E.N., Ospennikova O.G., Vershkov A.V. Redkie metally i redkozemel'nye jelementy – materialy sovremennyh i budushhih vysokih tehnologij [Rare metals and rare earth elements – materials of modern and future high technologies] //Trudy VIAM. 2013. №2. St. 01 (viam-works.ru).

6. Min P.G., Sidorov V.V. Opyt pererabotki litejnyh othodov splava ZhS32-VI na nauchno-proizvodstvennom komplekse VIAM po izgotovleniju lityh prutkovykh (shihtovykh) zagotovok [Experience of processing of foundry waste of alloy ZhS32-VI on VIAM scientific-industrial complex on manufacturing of cast bar (blend) preparations] //Aviacionnye materialy i tehnologii. 2013. №4. S. 20–25.
7. Lomberg B.S., Ovsepjan S.V., Bakradze M.M., Mazalov I.S. Vysokotemperaturnye zharoprochnye nikelovye splavy dlja detalej gazoturbinyh dvigatelej [High-temperature heat resisting nickel alloys for details of gas turbine engines] //Aviacionnye materialy i tehnologii. 2012. №5. S. 52–57.
8. Kablov E.N., Sidorov V.V., Kablov D.E., Rigin V.E., Gorjunov A.V. Sovremennye tehnologii poluchenija prutkovykh zagotovok iz litejnyh zharoprochnykh splavov novogo pokolenija [Modern technologies of receiving bar preparations from foundry hot strength alloys of new generation] //Aviacionnye materialy i tehnologii. 2012. №5. S. 97–105.
9. Bewlay B.P., Jackson M.R., Zhao H.C. et al. Ultrahigh-Temperature Nb-Silicide-Based Composites //Mrs. Bulletin. Spt. 2003. P. 646–653.
10. Kablov E.N., Svetlov I.L., Efimochkin I.Ju. Vysokotemperaturnye Nb–Si-kompozity [High-temperature Nb–Si-composites] //Vestnik MGTU im. N.Je. Baumana. Ser. «Mashinostroenie». 2011. №SP2. S. 164–173.
11. Svetlov I.L., Abuzin Ju.A., Babich B.N. i dr. Vysokotemperaturnye Nb–Si-kompozity, uprochnennye silicidami niobija [The high-temperature Nb–Si-composites strengthened by silicides of niobium] //Zhurnal funkcional'nykh materialov. 2007. T. 1. №2. S. 48–52.
12. High Temperature Niobium alloy: pat. №7632455 US; pabl. 15.12.2009.
13. Nie X., Liang Y. Determination of trace elements in high purity nickel by high resolution inductively coupled plasma mass spectrometry //J. Cent. South Univ. 2012. V. 19. P. 2416–2420.
14. Pupyshev A.A., Jepova E.N. Spektral'nye pomehi poliatomnykh ionov v metode mass-spektrometrii s induktivno svjazannoj plazmoj [Spectral hindrances of polynuclear ions in mass-spectrometry method with inductively connected plasma] //Analitika i kontrol'. 2001. T. 5. №4. S. 335–369.
15. Lejkin A.Ju., Jakimovich P.V. Sistemy podavlenija spektral'nykh interferencij v mass-spektrometrii s induktivno svjazannoj plazmoj [Systems of suppression of spectral interferences in mass-spectrometry with inductively connected plasma] //Zhurnal analiticheskoj himii. 2012. T. 67. №8. S. 752–762.

16. MI 1.2.052–2013 Metodika izmerenij massovoj doli primesej R, Mn, Fe, Cu, Zn, Ga, As, Se, Ag, Cd, Sn, Sb, Te, Tl, Pb, Bi v nikel'nyh splavah metodom mass-spektrometrii s induktivno svjazannoj plazmoj [MI 1.2.052–2013 the Measurement technique of mass fraction of impurity P, Mn, Fe, Cu, Zn, Ga, As, Se, Ag, Cd, Sn, Sb, Te, Tl, Pb, Bi in nickel alloys mass-spectrometry method with inductively connected plasma]. M.: VIAM. 2013.
17. Smirnova E.V., Lozhkin V.I. O vybore analiticheskikh izotopov redkozemel'nyh jelementov v metode mass-spektrometrii s induktivno svjazannoj plazmoj [About choice of analytical isotopes of rare earth elements in mass-spectrometry method with inductively connected plasma] //Analitika i kontrol'. 2004. T. 8. №4. S. 329–338.
18. Pupyshev A.A., Surikov V.T. Mass-spektrometrija s induktivno svjazannoj plazmoj. Obrazovanie ionov [Mass-spectrometry with inductively connected plasma. Formation of ions]. Ekaterinburg: UrO RAN. 2006. 276 s.
19. Pupyshev A.A., Danilova D.A. Ispol'zovanie atomno-jemissionnoj spektrometrii s induktivno svjazannoj plazmoj dlja analiza materialov i produktov chernoj metallurgii [Use of nuclear and emission spectrometry with inductively connected plasma for the analysis of materials and products of ferrous metallurgy] //Analitika i kontrol'. 2007. T. 11. №2–3. S. 131–181.
20. Aries S., Valladon M. et al. A routine method for oxide and hydroxide interference correction in ICP-MS chemical analysis of environmental and geological samples //Geostandards Newsletter. 2000. V. 24. P. 19–31.