

УДК 669.245

А.Ф. Летов<sup>1</sup>, Ф.Н. Карачевцев<sup>1</sup>, Т.Н. Загвоздкина<sup>1</sup>**РАЗРАБОТКА КОМПЛЕКСА МЕТОДИК ИЗМЕРЕНИЙ  
ХИМИЧЕСКОГО СОСТАВА СПЛАВОВ НА НИКЕЛЕВОЙ ОСНОВЕ**

DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-8-89-97

*Жаропрочные никелевые сплавы (ЖНС) являются материалами, применяемыми для изготовления обширной номенклатуры деталей газотурбинных двигателей. Уровень жаропрочности ЖНС определяется их химическим и фазовым составом, а также применяемыми технологиями изготовления, обеспечивающими формирование заданной структуры материала. Важным фактором в промышленном производстве ЖНС и при проведении разработок сплавов нового поколения является возможность контроля химического состава литой прутковой заготовки и готовой продукции из ЖНС современными методами спектрального анализа. Проведена разработка комплекса методик измерений массовой доли элементов в жаропрочных никелевых сплавах методами масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой, оптико-эмиссионного и рентгенофлуоресцентного анализа, позволяющего контролировать содержание легирующих и микролегирующих элементов и различных примесей.*

**Ключевые слова:** методики измерений, никелевые сплавы, метрологические характеристики, масс-спектрометрический анализ, оптико-эмиссионный анализ, рентгенофлуоресцентный анализ.

A.F. Letov<sup>1</sup>, F.N. Karachevtsev<sup>1</sup>, T.N. Zagvozdina<sup>1</sup>**DEVELOPMENT THE SET OF METHODS MEASUREMENTS  
OF THE CHEMICAL COMPOSITION OF NICKEL-BASED ALLOYS**

*Heat-resistant nickel alloys are materials used to manufacture a wide range of gas turbine engine parts. The level of refractory strength of the heat-resistant nickel alloys is determined by their chemical and phase composition, as well as by the manufacturing techniques used, which ensure the formation of a given material structure. An important factor in the industrial production of the heat-resistant nickel alloys and in the development of new-generation alloys is the ability to control the chemical composition of the cast bar stock and finished products from the heat-resistant nickel alloys by modern methods of spectral analysis. The development of a set of methods for measuring the mass fraction of elements in heat-resistant nickel alloys by mass spectrometry with inductively coupled plasma, optical emission and X-ray fluorescence analysis, makes it possible to control the content of alloying and microalloying elements and various impurities.*

**Keywords:** measurement technique, nickel alloys, the metrological characteristics, mass-spectrometric analysis, optical-emission analysis, X-ray fluorescence analysis.

<sup>1</sup>Федеральное 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**

Состав современных жаропрочных никелевых сплавов (ЖНС) включает порядка двух десятков легирующих и микролегирующих элементов, в том числе тугоплавких и редкоземельных. Для обеспечения длительного ресурса этих сплавов необходимо контролировать содержание металлических и неметаллических примесей, которое

не должно превышать допустимых значений на уровне 0,0005–0,01% (по массе). При этом анализ содержания компонентов в ЖНС на предприятиях отрасли проводится с использованием нового поколения приборов атомно-эмиссионного, масс-спектрометрического, рентгенофлуоресцентного и оптико-эмиссионного анализа, позволяющих проводить измерения в экспресс-режиме.

Однако применение этого оборудования для исследования химического состава как разрабатываемых перспективных ЖНС, так и серийно выпускаемых марок возможно лишь при наличии аттестованных методик измерений массовой доли легирующих элементов и примесей, разработанных для данных аналитических приборов [1]. Например, количественное определение химического состава ЖНС спектральным методом проводилось до настоящего времени согласно ПИ 1.2.417–89 «Количественный спектральный анализ никелевых сплавов с фотоэлектрической и фотографической регистрацией спектра» (ВИАМ, 1989), не отвечающей современным требованиям.

В работе [2] показано, что для определения в ЖНС массовой доли легирующих, микролегирующих элементов и некоторых примесей методом атомно-эмиссионного анализа с индуктивно связанной плазмой подобные методики уже созданы.

Задача определения содержания таких элементов, как Bi, Pb, Sn, Zn, Ag, Cu, Cd, Mn, As, Sb, P, Se, Te, Tl, содержащихся в никелевых сплавах на уровнях миллионных долей (ppm), является очень важной и актуальной задачей в связи с тем, что превышение содержания вышеупомянутых элементов более установленных в нормативной документации уровней приводит к резкому снижению свойств. Напротив, такие редкоземельные элементы, как La и Y, повышают длительную прочность и жаростойкость никелевых сплавов [3–10]. В настоящее время для контроля вредных примесей и редкоземельных элементов в продукции из никелевых сплавов применяют преимущественно химические и физико-химические методы анализа с предварительным растворением пробы в смеси кислот, что не позволяет проводить анализ образцов ЖНС в экспресс-режиме в ходе производственных плавов [11]. Применение метода масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой в сочетании с техникой лазерного пробоотбора позволяет проводить такой анализ. Но достоверные результаты на таком оборудовании можно получить только при наличии методик измерений, определяющих требования к условиям проведения измерений, безопасности и охраны окружающей среды, средствам измерений, вспомогательным устройствам, материалам, реактивам, порядку проведения измерений, обработке, оформлению и контролю качества результатов измерений.

Целью данной работы являлась актуальная задача разработки методик измерений химического состава перспективных и серийных ЖНС рентгенофлуоресцентным, оптико-эмиссионным, масс-спектрометрическим и масс-спектрометрическим с приставкой лазерной абляции методами анализа.

Работа выполнена в рамках реализации комплексной научной проблемы 2.2. «Создание стандартных образцов состава, структуры и свойств перспективных композиционных, интерметаллидных материалов и сплавов различного назначения» («Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года») [12].

### Материалы и методы

Исследования проводили на масс-спектрометре с индуктивно связанной плазмой iCAP Qc с приставками лазерной абляции и гидридной генерации паров, оптико-эмиссионном спектрометре с искровым генератором, рентгенофлуоресцентном спектрометре S8 Tiger.

### Результаты

В процессе проведения экспериментов для разработки методик измерений массовой доли вредных примесей и редкоземельных элементов (РЗЭ) в никелевых сплавах масс-спектрометрическим методом анализа одной из важнейших задач был выбор оптимальных условий пробоподготовки для обеспечения полноты перевода анализируемых элементов в раствор и получения стабильных растворов никелевых сплавов. Испытания проводили с применением отечественных и зарубежных стандартных образцов никелевых сплавов.

Для определения Si, В, Са, Mg и РЗЭ выбрали массу навески 0,5 г, а также смеси для растворения – объемом 10 см<sup>3</sup> бидистиллированной воды, 3 см<sup>3</sup> HCl, 1 см<sup>3</sup> HNO<sub>3</sub>. При содержании хрома в сплавах >15% (по массе) вышеуказанная смесь не позволяет полностью растворить образец, а растворение необходимо проводить в два этапа, используя на первом этапе 5 см<sup>3</sup> HCl и добавляя на втором этапе в раствор 2,5 см<sup>3</sup> HNO<sub>3</sub> и 5 см<sup>3</sup> бидистиллированной воды перед циклом нагрева. Выбранные смеси растворения для определения P, Mn, Fe, Cu, Zn, As, Se, Ag, Cd, Sn, Sb, Te, Tl, Pb, Bi представлены в табл. 1.

Таблица 1

**Объемы кислот для растворения никелевых сплавов  
для определения P, Mn, Fe, Cu, Zn, As, Se, Ag, Cd, Sn, Sb, Te, Tl, Pb, Bi**

Содержание Cr, % (по массе)	Содержание W+Nb+Ta+Hf+Mo+Si+Ti, % (по массе)	Объем воды, см <sup>3</sup>	Объем азотной кислоты, см <sup>3</sup>	Объем фтороводородной кислоты, см <sup>3</sup>
≤12	≤18	10	4	1
≥15, ≤18	≤12	10	4	1
≥15, ≤18	>12	5	4	4
>18	–	5	4	4
–	>18	5	4	4

В свою очередь, для определения As и Se на уровне 0,00001% (по массе) необходимо увеличить массу навески анализируемой пробы до 0,2 г, использовать смесь для растворения, включающую 10 см<sup>3</sup> бидистиллированной воды, 3 см<sup>3</sup> HCl, 1 см<sup>3</sup> HNO<sub>3</sub>, 1 см<sup>3</sup> HF, а также установку гидридной генерации паров.

Построение калибровочных графиков с использованием метода стандартных добавок, как и в атомно-эмиссионном анализе, нивелирует матричные влияния на получаемые результаты. Поправка на кажущуюся концентрацию элемента в растворе пробы позволяет устранить спектральные помехи от полиатомных ионов элементов на определяемом изотопе. В случае наличия кажущейся концентрации входящих в состав сплава компонентов для ее определения необходимо измерить величины концентрации определяемого изотопа в модельных растворах мешающих элементов (не содержащих определяемый изотоп), концентрация которых соответствует содержанию данных элементов в сплаве.

Результаты проведенных исследований позволили разработать следующие методики:

– МИ 1.2.052–2013 «Методика измерений массовой доли вредных примесей (P, Mn, Fe, Cu, Zn, As, Se, Ag, Cd, Sn, Sb, Te, Tl, Pb, Bi) в никелевых сплавах методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой» – свидетельство об аттестации №06/2013-01.00276–2008, устанавливающая процедуру выполнения измерений массовой доли P, Mn, Fe, Cu, Zn, As, Se, Ag, Cd, Sn, Sb, Te, Tl, Pb, Bi в сплавах на никелевой основе в диапазонах, приведенных в табл. 2.

– МИ 1.2.053–2013 «Методика измерений массовой доли примесей (B, Si, Ca, Mg) в никелевых сплавах методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой» – свидетельство об аттестации №07/2013-01.00276–2008, устанавливающая процедуру выполнения измерений массовой доли B, Si, Ca, Mg в сплавах на никелевой основе в диапазонах, приведенных в табл. 3.

Таблица 2

**Метрологические характеристики МИ 1.2.052–2013**

Элемент	Диапазон измеряемых значений, % (по массе)	Показатель точности $\pm\delta$ , %, при $P=0,95$
P	От 0,0002 до 0,05 включительно	От 30 до 5
Mn	От 0,00002 до 0,2 включительно	От 30 до 3
Fe	От 0,0002 до 0,5 включительно	От 30 до 4
Cu	От 0,0001 до 0,05 включительно	От 30 до 6
Zn	От 0,0001 до 0,05 включительно	От 20 до 4
Ga	От 0,0002 до 0,005 включительно	От 4 до 3
As	От 0,00005 до 0,05 включительно	От 30 до 4
Se	От 0,0002 до 0,01 включительно	От 30 до 6
Ag	От 0,000005 до 0,005 включительно	От 20 до 8
Sn	От 0,000005 до 0,005 включительно	От 24 до 4
Cd	От 0,0001 до 0,01 включительно	От 20 до 7
Sb	От 0,0000025 до 0,005 включительно	От 30 до 4
Te	От 0,000005 до 0,005 включительно	От 30 до 6
Tl	От 0,000005 до 0,005 включительно	От 30 до 6
Pb	От 0,000005 до 0,005 включительно	От 30 до 4
Bi	От 0,0000025 до 0,005 включительно	От 30 до 6

Таблица 3

**Метрологические характеристики МИ 1.2.053–2013**

Элемент	Диапазон измеряемых значений, % (по массе)	Показатель точности $\pm\delta$ , %, при $P=0,95$
B	От 0,0001 до 0,05 включительно	От 30 до 6
Si	От 0,001 до 0,5 включительно	От 30 до 8
Ca	От 0,0005 до 0,05 включительно	От 30 до 4
Mg	От 0,00005 до 0,05 включительно	От 14 до 4

– МИ 1.2.060–2014 «Методика измерений массовой доли вредных примесей (As, Se) в никелевых сплавах методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой с гидридной генерацией паров» – свидетельство об аттестации №05/04.09.14-01.00276–2014, устанавливающая процедуру выполнения измерений массовой доли Se и As в сплавах на никелевой основе методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой с гидридной генерацией паров в диапазонах, приведенных в табл. 4 [13].

Таблица 4

**Метрологические характеристики МИ 1.2.060–2014**

Элемент	Диапазон измеряемых значений, % (по массе)	Показатель точности $\pm\delta$ , %, при $P=0,95$
Se	От 0,00001 до 0,001 включительно	От 30 до 4
As	От 0,00001 до 0,001 включительно	От 14 до 4

Не менее значимой была задача определения оптимальных условий подготовки поверхности и проведения анализа при испытаниях никелевых сплавов опико-эмиссионным и рентгенофлуоресцентным методами [1, 11].

Немаловажную роль при создании методик для этих методов анализа сыграли исследования влияния шероховатости поверхности на среднее квадратическое отклонение (СКО) получаемых данных о содержании элементов, так как вклад СКО (при его наличии) в случайную составляющую погрешности результатов измерений является значительным. Экспериментально установлено, что величина шероховатости поверхности  $R_z$  должна быть не более 20 мкм для опико-эмиссионного анализа, это обеспечивает наилучшие результаты анализов при прочих равных условиях. Подобные зависимости для рентгенофлуоресцентного анализа не выявлены. Проведены также

исследования на основании научно-технических литературных и справочных данных [14, 15] предполагаемых содержаний элементов в никелевых сплавах по выбору аналитических линий приборов для определения легирующих элементов и примесей.

Опыты по оценке условия проведения измерений оптико-эмиссионным методом анализа позволили определить оптимальное время (2 с) предварительной продувки аргоном перед измерением, а также продолжительности предварительного обжига образца (8 с) и обжига (5 с). Настройки генератора прибора при этом задаются производителем оборудования.

В случае рентгенофлуоресцентного анализа необходимо выбрать напряжение и ток генератора, обеспечивающие требуемую интенсивность первичного рентгеновского излучения; коллиматор, расстояние между пластинами которого регулирует разрешение пиков при проведении измерений, и интенсивность сигнала (коллиматор с большей разрешающей способностью обладает более низкой интенсивностью пропускаемого сигнала); тип кристалла и счетчика для каждого элемента.

Все вышеперечисленные исследования проводили с использованием ряда зарубежных и отечественных стандартных образцов (СО) сплавов на никелевой основе. На их основании созданы следующие методики измерений:

– МИ 1.2.061–2014 «Методика измерений массовой доли легирующих элементов и примесей в никелевых сплавах оптико-эмиссионным методом анализа» – свидетельство об аттестации №06/04.09.14-01.00276–2014, устанавливающая процедуру выполнения измерений массовой доли Al, B, C, Ca, Ce, Co, Cr, Cu, Fe, Hf, La, Mg, Mn, Mo, Nb, Ni, P, Re, S, Sb, Si, Sn, Ta, Ti, V, W, Y и Zr в сплавах на никелевой основе методом оптико-эмиссионной спектроскопии в диапазонах, приведенных в табл. 5 [1].

Таблица 5

Метрологические характеристики МИ 1.2.061–2014

Элемент	Диапазон измеряемых значений, % (по массе)	Показатель точности $\pm\delta$ , %, при $P=0,95$
Al	От 0,001 до 15,0 включительно	От 7 до 3,5
B	От 0,0001 до 5,0 включительно	От 12 до 3,5
C	От 0,001 до 2,5 включительно	От 20 до 3,5
Ca	От 0,0001 до 0,05 включительно	От 12 до 7
Ce	От 0,001 до 0,2 включительно	От 20 до 10
Co	От 0,001 до 30,0 включительно	От 7 до 3
Cr	От 0,001 до 40,0 включительно	От 10 до 3
Cu	От 0,001 до 35,0 включительно	От 12 до 3
Fe	От 0,001 до 50,0 включительно	От 7 до 3,5
Hf	От 0,001 до 2,0 включительно	От 20 до 3,5
La	От 0,001 до 0,5 включительно	10
Mg	От 0,0001 до 0,01 включительно	От 12 до 7
Mn	От 0,001 до 25,0 включительно	От 7 до 3
Mo	От 0,001 до 35,0 включительно	От 7 до 3,5
Nb	От 0,001 до 10,0 включительно	От 7 до 3,5
Ni	От 50,0 до 90,0 включительно	3
P	От 0,001 до 0,1 включительно	От 7 до 5
Re	От 0,02 до 12,0 включительно	4
S	От 0,001 до 0,2 включительно	От 18 до 10
Sb	От 0,0001 до 0,01 включительно	От 15 до 10
Si	От 0,001 до 8,0 включительно	От 7 до 3
Sn	От 0,001 до 0,1 включительно	От 7 до 3,5
Ta	От 0,001 до 8,0 включительно	От 7 до 3,5
Ti	От 0,001 до 6,0 включительно	От 7 до 3,5
V	От 0,005 до 5,0 включительно	От 7 до 3
W	От 0,001 до 20,0 включительно	От 18 до 3,5
Y	От 0,001 до 1,0 включительно	От 18 до 10
Zr	От 0,001 до 2,0 включительно	От 7 до 3

– МИ 1.2.071–2015 «Методика измерений массовой доли легирующих элементов и примесей в никелевых сплавах рентгенофлуоресцентным методом анализа» – свидетельство об аттестации №06/20.05.15-01.00276–2014 от 20.05.2015, устанавливающая процедуру выполнения измерений массовой доли Al, Co, Cr, Cu, Fe, Hf, La, Mn, Mo, Nb, Ni, P, Re, Ru, Si, Ta, Ti, V, W, Y и Zr в сплавах на никелевой основе рентгенофлуоресцентным методом анализа в диапазонах, приведенных в табл. 6.

Таблица 6

Метрологические характеристики МИ 1.2.071–2015

Элемент	Диапазон измеряемых значений, % (по массе)	Показатель точности $\pm\delta$ , %, при $P=0,95$
Al	От 0,05 до 15,0 включительно	От 20 до 3
Co	От 0,05 до 25,0 включительно	От 12 до 3
Cr	От 0,05 до 40,00 включительно	От 7 до 3
Cu	От 0,05 до 30,0 включительно	От 10 до 3
Fe	От 0,01 до 50,00 включительно	От 7 до 3
Hf	От 0,05 до 2,00 включительно	6
La	От 0,01 до 1,20 включительно	От 20 до 7
Mn	От 0,01 до 15,00 включительно	От 7 до 3
Mo	От 0,005 до 30,000 включительно	От 7 до 3
Nb	От 0,005 до 6,000 включительно	От 7 до 3
Ni	От 30 до 99 включительно	4
P	От 0,005 до 0,100 включительно	От 20 до 7
Re	От 0,1 до 8,0 включительно	3
Ru	От 2,0 до 8,0 включительно	3
Si	От 0,01 до 7,0 включительно	От 20 до 4
Ta	От 0,05 до 8,0 включительно	От 12 до 3
Ti	От 0,02 до 7,00 включительно	От 12 до 4
V	От 0,02 до 2,00 включительно	От 12 до 4
W	От 0,05 до 16,00 включительно	От 12 до 4
Y	От 0,005 до 1,500 включительно	От 20 до 3
Zr	От 0,003 до 1,500 включительно	От 20 до 4

При разработке методики измерений массовой доли вредных примесей и РЗЭ в никелевых сплавах масс-спектрометрическим методом анализа с лазерным пробоотбором, также как в экспериментах при создании методик МИ 1.2.061–2014 и МИ 1.2.071–2015, необходимо было оценить влияние величины шероховатости поверхности  $R_z$  на получаемые результаты испытаний. В дополнение к этим исследованиям оценивали влияние типа шаблона прожига поверхности образцов и определяли требуемые параметры лазерного пробоотбора. В результате проведенных экспериментов установлено, что оптимальной величиной шероховатости является значение 5,8 мкм. Для лазерного пробоотбора оптимальными параметрами являются однонаправленный протяженный шаблон прожига, диаметр пятна лазерного луча 780 мкм, мощность лазерного луча 100%, частота импульсов лазерного луча 10 Гц, скорость сканирования шаблона 200 мкм/с.

Поскольку параметры процесса введения проб в масс-спектрометр с использованием приставки лазерного пробоотбора отличаются от параметров введения растворов в кислоты образцов, дополнительно проведены исследования необходимых настроек оборудования. Оптимально использовать следующие данные:

- выходная мощность генератора 1250 Вт;
- плазменная горелка с инжектором диаметром 2 мм;
- конус скиммера (со вставкой 2,8 мм) или другой скиммер, предназначенный для работы в режиме высокой чувствительности.

Полученные данные стали основой для разработки МИ 1.2.072–2014 «Методика измерений массовой доли вредных примесей и редкоземельных элементов в никелевых сплавах методом масс-спектрометрии с лазерным пробоотбором» – свидетельство об аттестации №07/20.05.15-01.00276–2014 от 20.05.2015. Данная методика определяет процедуру выполнения измерений массовой доли P, V, Mn, Fe, Cu, Zn, Ga, Ge, As, Se, Ag, Zr, Nb, Ru, Sn, Cd, Sb, Te, Hf, Tl, Pb, Bi, In, Si, B, Ca, Sc, Y, La, Ce, Pr, Nd, Dy, Gd, Ho и Er в сплавах на никелевой основе методом масс-спектрометрии с лазерным пробоотбором в диапазонах, приведенных в табл. 7.

Таблица 7

Метрологические характеристики МИ 1.2.072–2015

Элемент	Диапазон измеряемых значений, % (по массе)	Показатель точности $\pm\delta$ , %, при $P=0,95$
P	От 0,005 до 0,05 включительно	От 40 до 15
V	От 0,0001 до 0,20 включительно	От 20 до 7
Mn	От 0,001 до 0,10 включительно	От 15 до 8
Fe	От 0,01 до 0,40 включительно	От 10 до 8
Cu	От 0,0001 до 0,100 включительно	От 15 до 8
Zn	От 0,0001 до 0,0010 включительно	40
Ga	От 0,0001 до 0,0020 включительно	15
Ge	От 0,0001 до 0,0020 включительно	15
As	От 0,0001 до 0,005 включительно	От 40 до 15
Se	От 0,0001 до 0,0050 включительно	От 40 до 15
Ag	От 0,0001 до 0,0010 включительно	15
Zr	От 0,0001 до 0,06 включительно	От 25 до 15
Nb	От 0,001 до 0,200 включительно	8
Ru	От 0,0001 до 0,200 включительно	От 25 до 8
Sn	От 0,0001 до 0,0040 включительно	15
Cd	От 0,00005 до 0,00100 включительно	25
Sb	От 0,00001 до 0,0010 включительно	От 40 до 15
Te	От 0,0001 до 0,0030 включительно	15
Hf	От 0,0001 до 0,050 включительно	От 40 до 15
Ta	От 0,00001 до 0,0010 включительно	От 25 до 15
Pb	От 0,00005 до 0,0010 включительно	От 40 до 15
Bi	От 0,00001 до 0,0010 включительно	От 25 до 15
In	От 0,00001 до 0,00100 включительно	15
Si	От 0,005 до 0,10 включительно	От 40 до 20
B	От 0,0001 до 0,050 включительно	От 30 до 15
Ca	От 0,0001 до 0,050 включительно	От 40 до 15
Sc	От 0,001 до 0,200 включительно	От 25 до 15
Y	От 0,0001 до 0,100 включительно	От 40 до 15
La	От 0,0001 до 0,200 включительно	От 40 до 15
Ce	От 0,0001 до 0,200 включительно	От 40 до 15
Pr	От 0,0001 до 0,100 включительно	От 40 до 15
Nd	От 0,0001 до 0,100 включительно	От 40 до 15
Dy	От 0,0001 до 0,100 включительно	От 40 до 15
Gd	От 0,0001 до 0,100 включительно	От 40 до 15
Ho	От 0,0001 до 0,100 включительно	От 40 до 15
Er	От 0,0001 до 0,100 включительно	От 40 до 15

### Обсуждение и заключения

Разработаны и аттестованы методики измерений массовой доли примесей P, Mn, Fe, Cu, Zn, Ga, As, Se, Ag, Sn, Cd, Sb, Te, Tl, Pb, Bi, B, Si, Ca и Mg в жаропрочных никелевых сплавах методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой, масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой с приставкой гидридной генерацией паров, масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой с использованием приставки лазерного пробоотбора. Разработана и аттестована методика измерений

массовой доли Al, B, C, Ca, Ce, Co, Cr, Cu, Fe, Hf, La, Mg, Mn, Mo, Nb, Ni, P, Re, S, Sb, Si, Sn, Ta, Ti, V, W, Y и Zr в никелевых сплавах оптико-эмиссионным методом анализа. Разработана и аттестована методика измерений массовой доли Al, Co, Cr, Cu, Fe, Hf, La, Mn, Mo, Nb, Ni, P, Re, Ru, Si, Ta, Ti, V, W, Y и Zr в никелевых сплавах рентгенофлуоресцентным методом анализа. Установлены оптимальные условия подготовки проб никелевых сплавов, выбраны аналитические линии и массы определяемых элементов, свободные от спектральных наложений. Оценено влияние шероховатости поверхности на СКО результатов анализов. Выбраны настройки аналитического оборудования.

Аттестация методик измерений проведена по ГОСТ 8.563–2009 в аккредитованной на данный вид деятельности организации – ФГУП «ВНИИОФИ». Все методики внесены в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

Методика МИ 1.2.052–2013 измерений массовой доли вредных примесей (P, Mn, Fe, Cu, Zn, As, Se, Ag, Cd, Sn, Sb, Te, Tl, Pb, Bi) в никелевых сплавах методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой» обеспечивает определение элементов в диапазоне от 0,5–5 до 10–100 ppm.

Методика МИ 1.2.053–2013 измерений массовой доли примесей (B, Si, Ca, Mg) в никелевых сплавах методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой обеспечивает определение элементов в диапазоне от 1–10 до 500 ppm.

Методика МИ 1.2.060–2014 измерений массовой доли вредных примесей (As, Se) в никелевых сплавах методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой с гидридной генерацией паров обеспечивает определение As, Se в диапазоне 0,1–10 ppm.

Методика МИ 1.2.061–2014 измерений массовой доли легирующих элементов и примесей в никелевых сплавах оптико-эмиссионным методом анализа обеспечивает относительную погрешность определения легирующих элементов не более 5% при значениях массовой доли более 1%.

Методика МИ 1.2.071–2014 измерений массовой доли легирующих элементов и примесей в никелевых сплавах рентгенофлуоресцентным методом анализа обеспечивает относительную погрешность определения легирующих элементов не более 5% при значениях массовой доли более 1%.

Длительность выполнения измерений образцов ЖНС по некоторым из разработанных методик составляет от 2 до 5 мин, вследствие чего МИ 1.2.061–2014, МИ 1.2.071–2015 и МИ 1.2.072–2015 могут быть использованы для выполнения экспресс-анализа в процессе проведения плавки, что имеет большое значение для обеспечения качества выпускаемой продукции, так как позволяет своевременно произвести коррекцию химического состава плавки.

В настоящее время разработанные методики измерений используются для количественного определения легирующих элементов, примесей в жаропрочных никелевых сплавах и припоях на никелевой основе в собственном производстве ФГУП «ВИАМ», а также при оценке химического состава серийно выпускаемых и разрабатываемых сплавов.

### ЛИТЕРАТУРА

1. Карачевцев Ф.Н., Загвоздкина Т.Н., Орлов Г.В. Разработка и исследование метрологических характеристик экспресс-методики анализа жаропрочных никелевых сплавов // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2015. №11. Ст. 09. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 15.06.2018). DOI: 10.18577/2307-6046-2015-0-11-9-9.

2. Загвоздкина Т.Н., Карачевцев Ф.Н., Дворецков Р.М., Механик Е.А. Применение оптико-физических методов измерений для исследований состава новых авиационных материалов // Метрология. 2015. №1. С. 60–68.
3. Каблов Е.Н., Петрушин Н.В., Парфенович П.И. Конструирование литейных жаропрочных никелевых сплавов с поликристаллической структурой // Металловедение и термическая обработка металлов. 2018. №2 (752). С. 47–55.
4. 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.
5. Каблов Е.Н., Петрушин Н.В., Светлов И.Л., Демонис И.М. Никелевые литейные жаропрочные сплавы нового поколения // Авиационные материалы и технологии. 2012. №S. С. 36–52.
6. Ломберг Б.С., Овсепян С.В., Бахрадзе М.М., Мазалов И.С. Высокотемпературные жаропрочные никелевые сплавы для деталей газотурбинных двигателей // Авиационные материалы и технологии. 2012. №S. С. 52–57.
7. Каблов Е.Н., Петрушин Н.В., Светлов И.Л., Демонис И.М. Литейные жаропрочные никелевые сплавы для перспективных авиационных ГТД // Технология легких сплавов. 2007. №2. С. 6–16.
8. Каблов Е.Н., Оспенникова О.Г., Петрушин Н.В., Висик Е.М. Монокристаллический жаропрочный никелевый сплав нового поколения с низкой плотностью // Авиационные материалы и технологии. 2015. №2. С. 14–25. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-2-14-25.
9. Каблов Е.Н., Оспенникова О.Г., Петрушин Н.В. Новый монокристаллический интерметаллидный жаропрочный сплав на основе  $\gamma'$ -фазы для лопаток ГТД // Авиационные материалы и технологии. 2015. №1. С. 34–40. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-34-40.
10. Овсепян С.В., Ломберг Б.С., Григорьева Т.И., Бахрадзе М.М. Жаропрочный деформируемый свариваемый сплав для деталей ГТД с низким температурным коэффициентом линейного расширения // Металлург. 2013. №7. С. 61–65.
11. Якимович П.В., Алексеев А.В. Определение галлия, германия, мышьяка и селена в жаропрочных никелевых сплавах, микролегированных РЗМ, методом ИСП-МС // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2015. №3. Ст. 09. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 15.06.2018). DOI: 10.18577/2307-6046-2015-0-3-9-9.
12. Каблов Е.Н. Инновационные разработки ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ по реализации «Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года» // Авиационные материалы и технологии. 2015. №1 (34). С. 3–33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.
13. Карачевцев Ф.Н., Алексеев А.В., Летов А.Ф., Дворецков Р.М. Плазменные методы анализа элементного химического состава никелевых сплавов // Авиационные материалы и технологии. 2017. №S. С. 483–497. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-S-483-497.
14. Стриганов А.Р., Одинцова Г.А. Таблицы спектральных линий атомов и ионов: справочник. М.: Энергоиздат, 1982. 600 с.
15. Вайнштейн Л.А., Собельман И.И., Юков Е.А. Возбуждение атомов и уширение спектральных линий. М.: Наука, 1979. 320 с.