

УДК 669.018.44:669.245

П.В. Якимович<sup>1</sup>, А.В. Алексеев<sup>1</sup>**УЛУЧШЕНИЕ АНАЛИТИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК  
ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПРИМЕСЕЙ В ЖАРОПРОЧНЫХ  
НИКЕЛЕВЫХ СПЛАВАХ МЕТОДОМ ИСП-МС**

DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-5-3-11

*Проведено определение P, As, Se, Cd, Cu, Zn, Te и Sb в образцах сложнолегированных никелевых сплавов методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (ИСП-МС). Приведена методика растворения пробы и подготовки ее к анализу. Применены различные методы устранения спектральных интерференций и повышения чувствительности определения: реакционно-столкновительная ячейка и математическая коррекция. Диапазон определяемых концентраций составил 0,000007–0,0401% (по массе), относительное стандартное отклонение не превышает 0,05.*

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

P.V. Yakimovich<sup>1</sup>, A.V. Alekseev<sup>1</sup>**IMPROVEMENT OF ANALYTICAL CHARACTERISTICS  
FOR THE DETERMINATION OF IMPURITIES IN  
HIGH TEMPERATURE NICKEL ALLOYS USING ICP-MS**

*In this work, the determination of P, As, Se, Cd, Cu, Zn, Te, Sb in samples of complex alloy nickel alloys by inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS) was carried out. The technique of dissolving the sample and preparing it for analysis. Applied different techniques for elimination of spectral interferences and improve sensitivity definitions: reaction-collision cell and mathematical correction. Range of determined concentrations were 0,000001–0,087% by weight, relative standard deviation not greater than 0,05.*

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

<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**

Сплавы на основе никеля позволяют изготавливать конструкции и детали, способные выдерживать длительные силовые и тепловые нагрузки, сохраняя при этом все свои основные свойства [1, 2]. Эксплуатационные характеристики и надежность являются основными показателями качества материалов, изготавливаемых из данных сплавов. Для проектирования и производства современных летательных аппаратов необходимо создавать новые типы жаропрочных сплавов со все более лучшими свойствами. Данные сплавы нашли широкое применение при производстве газотурбинных двигателей различных конструкций [3–6]. Множество различных химических элементов (Cr, Mo, W, Ti, Al, Co, Hf, Ta, Nb и Re) являются компонентами никелевых сплавов, обеспечивая необходимые свойства выпускаемым материалам [7]. Однако присутствие других

элементов (вредных примесей, к которым относятся P, As, Se, Cd, Cu, Zn, Te и Sb) Периодической системы даже в микроколичествах может негативно влиять на механические свойства. Таким образом, определение содержания вредных примесей в жаропрочных никелевых сплавах – чрезвычайно важная задача.

Масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой (ИСП-МС) является наиболее предпочтительным методом многоэлементного анализа. Положительные характеристики данного метода – высокая чувствительность, возможность одновременного определения большого количества элементов и точность анализа [8, 9].

При определении меди, цинка, мышьяка и селена данным методом возникают трудности, связанные с наличием спектральных интерференций, проявляющихся в наложении на сигналы определяемых элементов сигналов от мешающих ионов.

Практически полностью избавиться от масс-спектральных интерференций можно с помощью гидридной генерации паров, где в результате химической реакции определяемых элементов с водородом образуются их гидриды, которые далее попадают в масс-спектрометр уже без мешающих элементов [10]. К сожалению, для метода гидридной генерации паров ограничением также являются наличие необходимого оборудования, сужение перечня определяемых элементов до одного-двух и большая трудоемкость и сложность процесса гидридообразования, связанная с влиянием легирующих элементов на стадии образования определяемых гидридов.

Для преодоления спектральных интерференций также возможно использование специальных ячеек подавления/устранения интерференций, являющихся неотъемлемой частью современных ИСП-МС спектрометров [11].

Необходимо также упомянуть о методе ИСП-МС высокого разрешения [12, 13], который подходит для определения меди, цинка, мышьяка и селена в никелевых сплавах, но имеет недостатки, такие как высокая стоимость оборудования и неполное разрешение некоторых спектральных помех – например, определения примесей кадмия в присутствии молибдена.

Таким образом, цель данной работы состояла в повышении точности определения и снижении пределов определения P, As, Se, Cd, Cu, Zn, Te и Sb в сложнолегированных никелевых сплавах методом ИСП-МС путем преодоления спектральных интерференций с помощью различных методов и выбора оптимальных условий измерений.

Работа выполнена в рамках реализации комплексной научной проблемы 9.1. «Монокристаллические жаропрочные суперсплавы, включая естественные композиты» («Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года») [1, 2].

### Материалы и методы

#### Аппаратура

Масс-спектрометр iCAP Qc (фирмы Thermo Fisher Scientific, Германия) использовали для определения P, As, Se, Cd, Cu, Zn, Te и Sb в никелевых сплавах. Для достижения максимальных аналитических сигналов определяемых элементов выполняли автоматическую настройку параметров работы прибора в соответствии со стандартной процедурой подготовки прибора, заданной производителем (табл. 1). При этом были достигнуты следующие характеристики чувствительности: уровень оксидных ионов  $^{156}\text{CeO}/^{140}\text{Ce}=2,0\%$ , уровень двухзарядных ионов  $^{137}\text{Ba}^{2+}/^{137}\text{Ba}=2,5\%$ ,  $^7\text{Li}\geq 35000$  (имп/с)/(мкг/дм<sup>3</sup>),  $^{238}\text{U}\geq 300000$  (имп/с)/(мкг/дм<sup>3</sup>).

Таблица 1

## Параметры настройки прибора

Параметр прибора	Значение параметра
Плазмообразующий газ, л/мин	14,0
Вспомогательный газ, л/мин	0,8
Распылительный газ, л/мин	0,99
Скорость перистaltического насоса, об/мин	40
Глубина плазмоотбора, мм	5
Мощность RF генератора, Вт	1400
Число каналов на массу	1
Число сканов в реплике	50
Число реплик для образца	3
Продолжительность интегрирования (Dwell time), с	0,01
Напряжение на экстракторе (Extraction Lens 2), В	164
Напряжение на фокусной линзе (CCT Focus Lens), В	3,6
Разрешение, а.е.м.	0,7
Распылитель	Микропоточный, концентрический PFA-ST (400 мкл/мин)
Распылительная камера	Кварцевая, циклонная с термоэлектрическим охлаждением
Температура распылительной камеры, °С	2,7
Самплер	Стандартный никелевый
Скиммер	Стандартный никелевый со вставкой 3,5 мм

Работа реакционно-столкновительной ячейки с гелием в режиме дискриминации по кинетической энергии (KED) позволяет избежать возникновения новых интерференций, которые имеют место при использовании реакционноспособных газов, что позволяет анализировать образцы со сложной матрицей и переменным составом. Произведена настройка работы реакционно-столкновительной ячейки в режиме KED с гелием, при этом значение напряжения на входе в квадруполь Pole Bias составило 18 В, напряжение на выходе из ячейки CCT Bias Bias: 21 В. Расход гелия через ячейку подобран вручную и составил 6 мл/мин, при этом достигнут минимальный уровень оксидных ионов  $^{156}\text{CeO}/^{140}\text{Ce}=0,5\%$ . Для растворения проб использовали систему микроволновой пробоподготовки MARS 6 (SEM, США) с тефлоновыми автоклавами MARS Xpress Plus (SEM, США) объемом 100 см<sup>3</sup>.

**Реагенты и объекты исследования**

Для растворения проб использовали азотную и соляную кислоты марки «осч», очищенные с помощью системы перегонки без кипения BSB-939-IR (фирма Berghof, Германия), и 40% (по массе) фтористоводородную кислоту (фирма Merck, Германия). В качестве растворителя применяли деионизованную воду (сопротивление – не менее 18,2 МОм). В качестве внутреннего стандарта, который вводили вручную, использовали раствор индия с концентрацией 2 мкг/л, приготовленный из стандартного раствора индия с концентрацией 1 г/л производства фирмы High-Purity Standards (США). При построении градуировочных зависимостей для аналитического определения применяли стандартные растворы Р, As, Se, Cd, Cu, Zn, Те и Sb с концентрацией 1 г/л производства фирмы High-Purity Standards (США). Стандартные растворы легирующих элементов сплава (Ti, Cr и Co) 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.

Исследованы три сертифицированных стандартных образца (СО) состава сплава типа ВЖМ-5: ВЖМП-1, ВЖМП-2 и ВЖМП-3, изготовленные во ФГУП «ВИАМ».

**Пробоподготовка образцов к анализу**

Образцы никелевых сплавов массой по 0,5 г (по четыре параллельных пробы) растворяли в 10 мл воды, 8 мл HNO<sub>3</sub> и 2 мл HF. Вода необходима для лучшего растворения получаемых в процессе разложения солей, а также для равномерного распределения микроволновой мощности. Вначале к образцу добавляли воду, далее последовательно – плавиковую и азотную кислоты. Нагрев автоклавов в микроволновой системе до 120°C осуществляли в течение 20 мин, затем еще 20 мин поддерживали температуру 120°C. Максимальная мощность нагрева задавалась из расчета 150 Вт на автоклав, предельное давление – не более 20 ат (~2 МПа). Полученный раствор доводили до объема 100 мл и разбавляли до концентрации 0,5 г/л по матрице, далее его использовали непосредственно для измерения [14].

Для построения градуировочных зависимостей интенсивностей сигналов от концентрации использовали метод добавок, при котором известные содержания определяемых элементов вводят как добавки непосредственно в анализируемый образец. Внутренние стандарты применяли для коррекции дрейфа сигнала в течение измерений и матричного влияния компонентов основы сплава на интенсивности сигналов определяемых элементов.

Сбор и обработку данных проводили, используя программное обеспечение масс-спектрометра Qtegra. За результат измерений принимали среднее арифметическое результатов четырех параллельных проб (включая все стадии пробоподготовки). При этом должно выполняться условие приемлемости повторяемости:

$$\frac{4 \cdot |X_{\max} - X_{\min}| \cdot 100}{(X_1 + X_2 + X_3 + X_4)} \leq r,$$

где X<sub>1</sub>, X<sub>2</sub>, X<sub>3</sub>, X<sub>4</sub> – результаты параллельных определений массовой доли компонента, %; r – значение предела повторяемости, %.

**Результаты и обсуждение**

Перед началом анализа необходимо выбрать изотопы определяемых элементов с учетом максимальной их распространенности для достижения максимального аналитического сигнала и с минимальным числом возможных интерференций (табл. 2) [15, 16].

Таблица 2

**Изотопы определяемых элементов и их основные интерференции**

Определяемый элемент	Изотоп	Распространенность изотопа, %	Мешающие ионы	Распространенность иона-интерферента, %	Способ подавления интерференции
P	<sup>31</sup> P	100	<sup>15</sup> N <sup>16</sup> O <sup>+</sup>	3,45	Математическая коррекция
Cd	<sup>111</sup> Cd	12,80	<sup>95</sup> Mo <sup>16</sup> O <sup>+</sup>	10,25	Измерение <sup>111</sup> Cd в режиме KED или в стандартном режиме с добавкой Mo при уровне мешающего влияния, равном определяемому содержанию Cd
Cu	<sup>65</sup> Cu	30,83	<sup>49</sup> Ti <sup>16</sup> O <sup>+</sup>	5,49	Измерение <sup>65</sup> Cu в режиме KED или в стандартном режиме с добавкой Ti при уровне мешающего влияния, равном определяемому содержанию Cu
Zn	<sup>66</sup> Zn	27,9	<sup>50</sup> Ti <sup>16</sup> O <sup>+</sup> ; <sup>50</sup> Cr <sup>16</sup> O <sup>+</sup>	5,39 4,33	Измерение <sup>66</sup> Zn в режиме KED или в стандартном режиме с добавкой Ti и Cr при уровне мешающего влияния, равном определяемому содержанию Zn
As	<sup>75</sup> As	100	<sup>59</sup> Co <sup>16</sup> O <sup>+</sup>	99,76	Измерение <sup>75</sup> As в режиме KED или в стандартном режиме с добавкой Co при уровне мешающего влияния, равном определяемому содержанию As
Se	<sup>82</sup> Se	9,2	<sup>50</sup> Cr <sup>16</sup> O <sup>16</sup> O <sup>+</sup>	4,32	Измерение <sup>82</sup> Se в режиме KED или в стандартном режиме с добавкой Cr при уровне мешающего влияния, равном определяемому содержанию Se
Te	<sup>125</sup> Te	7,14	–	–	–
Sb	<sup>121</sup> Sb	57,21	<sup>105</sup> Pd <sup>16</sup> O <sup>+</sup>	33,45	Измерение <sup>121</sup> Sb в режиме KED

В табл. 2 предлагается несколько способов подавления интерференций. Целью дальнейшего исследования является поиск оптимального варианта решения поставленной задачи.

**Определение содержания P, As, Se, Cd, Cu, Zn, Te и Sb в стандартных образцах никелевых сплавов в стандартном режиме измерений (STD) без использования уравнений математической коррекции**

В табл. 3 приведены результаты определения содержания P, As, Se, Cd, Cu, Zn, Te и Sb в интервале содержаний 0,000007–0,0401% (по массе) в трех сертифицированных стандартных образцах ВЖМП-1, ВЖМП-2 и ВЖМП-3, которые легированы хромом, кобальтом и титаном. Определение выполняли с использованием внутреннего стандарта.

Таблица 3

**Результаты определения содержания P, As, Se, Cd, Cu, Zn, Te и Sb в стандартных образцах никелевых сплавов в режиме измерений STD без использования уравнений математической коррекции (n=4, P=0,95)**

Наименование образца*	Содержание элементов, % (по массе)							
	Cu	Zn	As	Se	P	Cd	Te	Sb
ВЖМП-1 (0,00057±0,00021 Cu; 0,00014±0,00003 Zn; 0,00020±0,00002 As; 0,00002 Se; 0,00055±0,00001 P; 0,00004±0,00001 Cd; 0,000010±0,000003 Te; 0,000007±0,000001 Sb)	0,00098± ±0,00012	0,00064± ±0,00008	0,0012± ±0,0002	0,0005± ±0,0001	0,00045± ±0,00005	0,00005± ±0,00002	0,000014± ±0,000004	0,000005± ±0,000001
ВЖМП-2 (0,0220±0,0009 Cu; 0,00040±0,00003 Zn; 0,00060±0,000022 As; 0,00110±0,00011 Se; 0,0120±0,0009 P; 0,00015±0,00004 Cd; 0,00050±0,00008 Te; 0,00031±0,00008 Sb)	0,0224± ±0,0008	0,00090± ±0,00002	0,0016± ±0,00006	0,0016± ±0,0002	0,0132± ±0,0005	0,00014± ±0,00002	0,00052± 0,00008	0,00027± ±0,00007
ВЖМП-3 (0,0401±0,0031 Cu; 0,00020±0,00004 Zn; 0,0047±0,0006 As; 0,0046±0,0004 Se; 0,0240±0,0009 P; 0,00018±0,00003 Cd; 0,0021±0,0003 Te; 0,00090±0,00009 Sb)	0,0406± ±0,0006	0,00070± ±0,00003	0,0056± ±0,0006	0,0051± ±0,0004	0,0245± ±0,0005	0,00012± ±0,00002	0,0027± ±0,0007	0,00085± ±0,00009

\* В скобках указаны аттестованные значения содержаний в % (по массе): Cu, Zn, As, Se, P, Cd, Te и Sb.

Из приведенных в табл. 3 данных видно, что при определении содержания P, As, Se, Cd, Cu, Zn, Te и Sb в стандартном режиме измерений без межэлементной коррекции получают сильно завышенные результаты по сравнению с аттестованными значениями, особенно при уровне мешающего влияния, сопоставимом с концентрацией определяемого элемента, что свидетельствует о наличии спектральных интерференций и необходимости их подавления.

**Определение содержания P, As, Se, Cd, Cu, Zn, Te и Sb в стандартных образцах никелевых сплавов в режиме измерений KED**

В табл. 4 приведены результаты определения содержания P, As, Se, Cd, Cu, Zn, Te и Sb в режиме измерений KED без использования уравнений математической коррекции, в интервале содержаний 0,000007–0,0401% (по массе) в трех сертифицированных стандартных образцах ВЖМП-1, ВЖМП-2 и ВЖМП-3, которые легированы хромом, кобальтом и титаном. Определение выполняли с использованием внутреннего стандарта.

Таблица 4

**Результаты определения содержания P, As, Se, Cd, Cu, Zn, Te и Sb в стандартных образцах никелевых сплавов в режиме измерений KED без использования уравнений математической коррекции (n=4, P=0,95)**

Наименование образца*	Содержание элементов, % (по массе)							
	Cu	Zn	As	Se	P	Cd	Te	Sb
ВЖМП-1 (0,00057±0,00021 Cu; 0,00014±0,00003 Zn; 0,00020±0,00002 As; 0,00002 Se; 0,00055±0,00001 P; 0,00004±0,00001 Cd; 0,000010±0,000003 Te; 0,000007±0,000001 Sb)	0,00055± ±0,00013	0,00015± ±0,00002	0,0013± ±0,0003	0,0004± ±0,0001	0,00052± ±0,00005	0,00005± ±0,00002	0,000014± ±0,000004	0,000007± ±0,000001
ВЖМП-2 (0,0220±0,0009 Cu; 0,00040±0,00003 Zn; 0,00060±0,000022 As; 0,00110±0,00011 Se; 0,0120±0,0009 P; 0,00015±0,00004 Cd; 0,00050±0,00008 Te; 0,00031±0,00008 Sb)	0,0217± ±0,0009	0,00039± ±0,00004	0,0016± ±0,0001	0,0015± ±0,0002	0,0121± ±0,0005	0,00014± ±0,00002	0,00052± ±0,00008	0,00027± ±0,00007
ВЖМП-3 (0,0401±0,0031 Cu; 0,00020±0,00004 Zn; 0,0047±0,0006 As; 0,0046±0,0004 Se; 0,0240±0,0009 P; 0,00018±0,00003 Cd; 0,0021±0,0003 Te; 0,00090±0,00009 Sb)	0,0398± ±0,001	0,00019± ±0,00003	0,0058± ±0,0004	0,0050± ±0,0003	0,0240± ±0,0005	0,00012± ±0,00002	0,0027± ±0,0007	0,00085± ±0,00009

\* В скобках указаны аттестованные значения содержаний в % (по массе): Cu, Zn, As, Se, P, Cd, Te и Sb.

Из приведенных в табл. 4 данных видно, что содержания Cu и Zn определяют достаточно точно, а As и Se – нет. Причина заключается в следующем: в режиме KED водород оказывает нежелательное влияние на соотношение сигнал/фон на массах ионов  $^{75}\text{As}$  и  $^{82}\text{Se}$ , вероятно, из-за увеличения образования молекулярных ионов  $^{58}\text{Ni}^{16}\text{O}^1\text{H}^+$  и  $^{40}\text{Ar}^{40}\text{Ar}^1\text{H}^1\text{H}^+$  в реакционно-столкновительной ячейке. В связи с этим необходимо проведение измерений в режиме KED со 100% гелия без добавления водорода.

**Определение содержания P, As, Se, Cd, Cu, Zn, Te и Sb в стандартных образцах никелевых сплавов в режиме измерений STD с использованием уравнений математической коррекции**

Из-за высокого содержания кобальта, титана и хрома в сплаве целесообразно использовать коррекцию спектральных интерференций (без измерений изотопов мешающих элементов) путем добавок известных количеств мешающего элемента в анализируемый раствор – так называемая «межэлементная коррекция».

Изотопы определяемых элементов, мешающие ионы и значения коэффициентов уравнений коррекции, рассчитанные исходя из уровня мешающего влияния (кажущейся концентрации), приведены в табл. 5.

Таблица 5

**Массы используемых изотопов, основные интерференции и коэффициенты уравнений коррекции для масс-спектрометрического определения Cu, Zn, As и Se**

Элемент	Изотоп	Распространенность изотопа, %	Мешающие ионы	Коэффициент уравнения коррекции
Cu	<sup>65</sup> Cu	30,83	<sup>49</sup> Ti <sup>16</sup> O <sup>+</sup>	0,00041
Zn	<sup>66</sup> Zn	27,9	<sup>50</sup> Ti <sup>16</sup> O <sup>+</sup> ; <sup>50</sup> Cr <sup>16</sup> O <sup>+</sup>	0,00052
As	<sup>75</sup> As	100	<sup>59</sup> Co <sup>16</sup> O <sup>+</sup>	0,0010
Se	<sup>82</sup> Se	9,2	<sup>50</sup> Cr <sup>16</sup> O <sup>16</sup> O <sup>+</sup>	0,0005

Проведено определение содержания P, As, Se, Cd, Cu, Zn, Te и Sb в режиме измерений STD с использованием уравнений математической коррекции в интервале содержаний 0,000007–0,0401% (по массе) в трех сертифицированных стандартных образцах ВЖМП-1, ВЖМП-2 и ВЖМП-3, которые легированы хромом, кобальтом и титаном. Определение выполняли с использованием внутреннего стандарта (табл. 6).

Таблица 6

**Результаты определения содержания P, As, Se, Cd, Cu, Zn, Te и Sb в стандартных образцах никелевых сплавов в режиме измерений STD с использованием уравнений математической коррекции (n=4, P=0,95)**

Наименование образца*	Содержание элементов, % (по массе)							
	Cu	Zn	As	Se	P	Cd	Te	Sb
ВЖМП-1 (0,00057±0,00021 Cu; 0,00014±0,00003 Zn; 0,00020±0,00002 As; 0,00002 Se; 0,00055±0,00001 P; 0,00004±0,00001 Cd; 0,000010±0,000003 Te; 0,000007±0,000001 Sb)	0,00052± ±0,00009	0,00015± ±0,00002	0,00017± ±0,00003	0,00006± ±0,00002	0,00052± ±0,00005	0,00005± ±0,00002	0,000014± ±0,000004	0,000007± ±0,000001
ВЖМП-2 (0,0220±0,0009 Cu; 0,00040±0,00003 Zn; 0,00060±0,000022 As; 0,00110±0,00011 Se; 0,0120±0,0009 P; 0,00015±0,00004 Cd; 0,00050±0,00008 Te; 0,00031±0,00008 Sb)	0,0228± ±0,0007	0,00042± ±0,00003	0,00056± ±0,00007	0,0012± ±0,0001	0,0121± ±0,0005	0,00014± ±0,00002	0,00052± ±0,00008	0,00027± ±0,00007
ВЖМП-3 (0,0401±0,0031 Cu; 0,00020±0,00004 Zn; 0,0047±0,0006 As; 0,0046±0,0004 Se; 0,0240±0,0009 P; 0,00018±0,00003 Cd; 0,0021±0,0003 Te; 0,00090±0,00009 Sb)	0,0412± ±0,0024	0,00018± ±0,00003	0,0048± ±0,0003	0,0044± ±0,0003	0,0240± ±0,0005	0,00012± ±0,00002	0,0027± ±0,0007	0,00085± ±0,00009

\* В скобках указаны аттестованные значения содержаний в % (по массе): Cu, Zn, As, Se, P, Cd, Te и Sb.

Как видно из данных табл. 6, наиболее точным является определение с использованием уравнений математической коррекции, при этом достигается лучшее соответствие найденного и аттестованного значений.

*Пределы обнаружения содержания P, As, Se, Cd, Cu, Zn, Te и Sb  
в никелевых сплавах*

В экспериментах с концентрацией растворенного вещества 1 г/л пределы обнаружения составили в % (по массе): 0,000008 Cu; 0,000007 Zn; 0,00001 As; 0,00005 Se; 0,000004 P; 0,000004 Cd; 0,000001 Te; 0,000007 Sb.

**Заключения**

На основе проделанной работы можно сделать следующие выводы:

– микроволновое растворение никелевых сплавов, легированных Cr, Co и Ti, в смеси фтористоводородной и азотной кислот способствует полному растворению основы и переводу в раствор определяемых элементов (P, As, Se, Cd, Cu, Zn, Te и Sb);

– применение реакционно-столкновительной ячейки (режим измерения КЕД с газовой смесью: 8% водорода+92% гелия) позволило значительно уменьшить мешающее влияние оксидных ионов на определение Cu, Zn и Cd, но при этом никак не улучшило результаты определения As, Se, P, Te и Sb;

– межэлементная коррекция в стандартном режиме измерений позволила достаточно хорошо учесть мешающее влияние оксидных ионов Cr, Co и Ti, что подтверждается сравнением полученных результатов с аттестованными.

ЛИТЕРАТУРА

1. Каблов Е.Н. Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года // *Авиационные материалы и технологии*. 2012. №S. С. 7–17.
2. 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.
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., Оспенникова О.Г., Петрушин Н.В., Висик Е.М. Монокристаллический жаропрочный никелевый сплав нового поколения с низкой плотностью // *Авиационные материалы и технологии*. 2015. №2 (35). С. 14–25. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-2-14-25.
5. Ечин А.Б., Бондаренко Ю.А. Особенности структуры и свойства никелевого монокристаллического жаропрочного сплава, полученного в условиях переменного температурного градиента на фронте роста // *Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн.* 2015. №8. Ст. 01. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 07.07.2018). DOI: 10.18557/2307-6046-2015-0-8-1-1.
6. Каблов Е.Н., Бондаренко Ю.А., Ечин А.Б. Развитие технологии направленной кристаллизации литейных высокожаропрочных сплавов с переменным управляемым температурным градиентом // *Авиационные материалы и технологии*. 2017. №S. С. 24–38. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-S-24-38.
7. Шеин Е.А. Тенденции в области легирования и микролегирования жаропрочных монокристаллических сплавов на основе никеля (обзор) // *Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн.* 2016. №3 (39) Ст. 02. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 07.07.2018). DOI: 10.18557/2307-6046-2016-0-3-2-2.
8. Hu J., Wang H. Determination of Trace Elements in Super Alloy by ICP-MS // *Mikrochim. Acta*. 2001. Vol. 137. P. 149–155.
9. Алексеев А.В., Якимович П.В., Мин П.Г. Определение примесей в сплаве на основе ниобия методом ИСП-МС. Часть II // *Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн.* 2015. №7. Ст. 03. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 01.04.2019). DOI: 10.18557/2307-6046-2015-0-7-3-3.

10. 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.
11. Gao Y., Liu R., Yang L. Application of chemical vapor generation in ICP-MS: A review // Chinese Science Bulletin. 2013. Vol. 58. No. 8. P. 1980–1991.
12. 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.
13. Nie X., Liang Y. Determination of trace elements in high purity nickel by high resolution inductively coupled plasma mass spectrometry // Journal of Central South University. 2012. Vol. 19. P. 2416–2420.
14. Jakubowski N., Prohaska T., Rottmann L., Vanhaecke F. Inductively coupled plasma- and glow discharge plasma-sector field mass spectrometry // Journal of Analytical Atomic Spectrometry. 2011. Vol. 26. P. 693–726.
15. Liu H., Chen S., Chang P. et al. Determination of bismuth, selenium and tellurium in nickel-based alloys and pure copper by flow-injection hydride generation atomic absorption spectrometry with ascorbic acid prereduction and cupferron chelation extraction // Analytica Chimica Acta. 2002. Vol. 459. P. 161–168.
16. Якубенко Е.В., Войткова З.А., Черникова И.И., Ермолаева Т.Н. Микроволновая пробоподготовка для определения Si, P, V, Cr, Mn, Ni, Cu, W методом АЭС-ИСП в конструкционных сталях // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2014. Т. 80. №1. С. 12–15.