

Научная статья

УДК 543.51: 669.1

DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-9-122-131

АНАЛИЗ НИКЕЛЯ ВЫСОКОЙ ЧИСТОТЫ МЕТОДОМ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ ВЫСОКОГО РАЗРЕШЕНИЯ С ТЛЕЮЩИМ РАЗРЯДОМ

А.В. Алексеев¹, П.В. Якимович¹

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Национального исследовательского центра «Курчатовский институт», Москва, Россия; admin@viam.ru

Аннотация. Определены примеси 68 элементов в никеле высокой (5N) чистоты методом масс-спектрометрии высокого разрешения с тлеющим разрядом. Описана подготовка пробы к анализу. Для достижения максимальных аналитических сигналов от всех искомым элементов выбраны соответствующие параметры настройки оборудования. Спектральные интерференции устранены за счет высокого разрешения. Рассчитаны коэффициенты относительной чувствительности для всех определяемых элементов с использованием стандартного образца никеля.

Ключевые слова: масс-спектрометрия высокого разрешения с тлеющим разрядом, никель, никелевые сплавы, определение вредных примесей

Для цитирования: Алексеев А.В., Якимович П.В. Анализ никеля высокой чистоты методом масс-спектрометрии высокого разрешения с тлеющим разрядом // Труды ВИАМ. 2023. № 9 (127). Ст. 11. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-9-122-131.

Scientific article

ANALYSIS OF HIGH PURITY NICKEL BY GLOW DISCHARGE HIGH RESOLUTION MASS SPECTROMETRY

A.V. Alekseev¹, P.V. Yakimovich¹

¹Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific-Research Institute of Aviation Materials» of National Research Center «Kurchatov Institute», Moscow, Russia; admin@viam.ru

Abstract. The impurities of 68 elements in high (5N) purity nickel were determined by the method of high-resolution glow discharge mass spectrometry. Sample preparation for analysis is described. To achieve maximum analytical signals from all the required elements, the appropriate equipment settings were selected. Spectral interferences are eliminated by applying high resolution. Relative sensitivity coefficients were calculated for all analyzed elements using a standard nickel sample.

Keywords: high resolution glow discharge mass spectrometry, nickel, nickel alloys, determination of harmful impurities

For citation: Alekseev A.V., Yakimovich P.V. Analysis of high purity nickel by glow discharge high resolution mass spectrometry. *Trudy VIAM*, 2023, no. 9 (127), paper no. 11. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-9-122-131.

Введение

В современной промышленности никель применяют в производстве разнообразных сплавов и материалов, в том числе жаропрочных никелевых сплавов, используемых для изготовления ответственных узлов и деталей различных газотурбинных двигателей.

Изделия из жаропрочных никелевых сплавов эксплуатируются в экстремально жестких условиях высоких температур $\sim(1300-1500)$ °С и значительных силовых нагрузок [1–4]. Для разработки новых марок сплавов, отвечающих возрастающим требованиям по жаропрочности, необходимо использовать никель высокой чистоты (4N и более чистый) с минимальным содержанием примесных элементов. Никель высокой чистоты также используют в химическом (органическом) синтезе, в частности в нефтехимической промышленности при переработке нефти [5].

Важной задачей при производстве качественных сплавов и композиционных материалов является контроль чистоты первичного никеля в части содержания примесей множества различных элементов. Сложность данной задачи возрастает для никеля высокой чистоты. Так, для марки никеля Н-0 (чистота 4N) предельное содержание некоторых элементов составляет 0,0001 % (по массе) [6, 7].

Медь в никеле в количестве 0,005–0,6 % (по массе) можно определить методом классической спектрофотометрии. Пробу никеля растворяют в азотной кислоте и кипятят для удаления оксидов азота. Далее раствор разбавляют водой, вносят диэтилдитиокарбамат свинца. В данном комплексном соединении происходит замещение ионов свинца ионами меди. Новый комплекс с медью экстрагируют с помощью хлороформа и разделяют в делительной воронке. Далее определяют оптическую плотность полученного экстракта при длине волны 436 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 1 см [8]. Железо в диапазоне концентраций 0,001–0,1 % (по массе) определяют путем растворения пробы в соляной кислоте. Затем осаждают гидроксид железа с помощью раствора аммиака, осадок отфильтровывают и снова растворяют в соляной кислоте. К полученному раствору добавляют 1,10-фенантролин и измеряют оптическую плотность полученного комплексного соединения при длине волны 510 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 5 см [9]. Вышеописанные методики характеризуются большой трудоемкостью и сложностью, позволяют одновременно определять только один элемент и не всегда с достаточными пределами обнаружения.

Атомно-абсорбционная спектроскопия является более совершенным методом анализа. Так, магний в никеле с помощью данного метода можно определить в диапазоне 0,002–0,2 % (по массе). Растворенную в азотной кислоте пробу упаривают, разбавляют водой до необходимого объема и определяют абсорбцию (поглощение) растворов при длине волны 285,2 нм в пламени ацетилена и оксида азота [10]. Атомно-абсорбционная спектроскопия является одноэлементным методом анализа и подходит для определения не всех примесных элементов.

К многоэлементным методам анализа относится атомно-эмиссионная спектрометрия с индуктивно связанной плазмой (ИСП-АЭС). Метод основан на возбуждении спектра атомов определяемых элементов индуктивно связанной плазмой с последующей регистрацией излучения спектральных линий фотоэлектрическим способом и позволяет определять концентрацию большого количества элементов в различных материалах. При проведении анализа используют зависимость интенсивностей спектральных линий элементов от их массовых долей в пробе. В ГОСТ 6012–98 [11] описано выявление в никеле 9 элементов (Al, Fe, Cd, Co, Si, Mg, Mn, Cu, Zn) с минимальными определяемыми значениями концентраций. Так, для цинка наименьшая определяемая концентрация составляет 0,0003 % (по массе), но перечень выявляемых элементов не полный по сравнению с требованиями к химическому составу никеля. В стандарте ASTM E2594–09 [12] приведен расширенный перечень определяемых элементов (Al, B, Ca, Cu, Mg, Mn, Nb, P, Ta, Sn, Ti, W, V, Zr), однако диапазоны измеряемых концентраций не удовлетворяют требованиям нормативной документации для современных марок никеля. Например, минимальная определяемая концентрация фосфора согласно ASTM

E2594–09 составляет 0,0040 % (по массе), согласно ГОСТ 6012–98: 0,0010 % (по массе), что недостаточно для анализа никеля марки ДНК-0, содержащего не более 0,0005 % (по массе) фосфора. К недостаткам ИСП-АЭС можно также отнести наличие большого количества спектральных интерференций (наложений), что делает невозможным определение примесей некоторых элементов.

В настоящее время наиболее популярным методом определения примесей в материалах различного состава является масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой (ИСП-МС) [13]. Метод позволяет одновременно определять множество элементов и отличается низкими пределами обнаружения, простой пробоподготовкой с использованием микроволнового разложения пробы в смеси кислот. Вместе с тем ИСП-МС имеет и ряд недостатков, основным из которых является наличие спектральных интерференций сигналов (массовых пиков) от разных элементов друг на друга, что затрудняет анализ объектов сложного состава [14]. Для решения данной проблемы используют: реакционно-столкновительные ячейки, математическую коррекцию, уменьшение выходной мощности генератора плазмы и другие методы.

Наиболее подходящим методом анализа материалов высокой чистоты является масс-спектрометрия высокого разрешения с тлеющим разрядом (МСТР), позволяющая проводить полный элементный анализ в широком диапазоне содержаний непосредственно из твердого образца без длительной пробоподготовки и разбавления. Благодаря наличию масс-анализатора с двойной фокусировкой ионов высокого разрешения можно преодолеть большинство спектральных интерференций [15]. Содержание определяемых элементов рассчитывают с применением минимального количества (в большинстве случаев достаточно одного) стандартных образцов состава анализируемого материала благодаря широкому диапазону линейности и стабильности работы источника ионизации. При таком способе пробоотбора матричные эффекты меньше, чем при искровом и в индуктивно связанной плазме [16].

Цель данной работы – исследование возможности анализа (определение 72 элементов) никеля высокой чистоты (предполагаемая чистота металла 4N–5N) методом МСТР путем выбора условий анализа, а также с применением одного стандартного образца.

Работа выполнена с использованием оборудования ЦКП «Климатические испытания» НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ.

Методы исследования

Аппаратура

Для проведения исследования использовали масс-спектрометр высокого разрешения с тлеющим разрядом Element GD Plus. Для достижения максимальных аналитических сигналов определяемых элементов выполняли автоматическую настройку рабочих параметров прибора в соответствии со стандартной процедурой подготовки, заданной производителем (табл. 1). Прибор имеет три фиксированных разрешения: 300 (низкое – LR), 4000 (среднее – MR) и 10000 (высокое – HR), что позволяет практически полностью устранить спектральные интерференции, и обладает более высокой чувствительностью по сравнению с квадрупольным масс-анализатором низкого разрешения (метод ИСП-МС).

Первичную обработку поверхности образцов проводили на станке с применением алмазных абразивов. Абразивы на других основах применять нельзя из-за возможного загрязнения поверхности образца сторонними элементами.

Сбор и обработку данных проводили, используя программное обеспечение масс-спектрометра Element GD Plus.

Таблица 1

Условия определения элементов на масс-спектрометре Element GD Plus

Параметр	Значение параметра
Источник тлеющего разряда (источник GD)	Типа Гримма (с плоским катодом), работающий в режиме «fast flow» (расход аргона составляет 100–1000 мл/мин)
Материал анода и трубки потока (позволяет определять содержание серы <2 ppm)	Особо чистый графит с пиролитическим покрытием, внутренний диаметр анода составляет 8 мм
Материал конуса интерфейса (позволяет определять содержание серы <2 ppm)	Особо чистый графит
Давление аргона в источнике тлеющего разряда	1 мбар (0,1 МПа)
Расход разрядного газа (Ar \geq 99,998 %)	425 мл/мин
Ток разряда	50 мА (режим непрерывного постоянного тока)
Напряжение разряда	Не более 1400 В
Разрешение масс-анализатора	300 4000 10000
Напряжение на фокусной линзе	–1200 В
Предварительный прожиг образца для удаления поверхностных загрязнений и стабилизации сигналов основы	Не менее 2 мин

Объекты исследования

В работе использовали сертифицированный стандартный образец никеля IARM-190A. Проанализирован сертифицированный образец никеля высокой чистоты (5N).

Результаты и обсуждение

Выбор изотопов определяемых элементов

Перед началом анализа выбрали изотопы определяемых элементов (Li, B, Na, Mg, Al, Si, P, S, K, Ca, Sc, Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Ga, Ge, As, Se, Rb, Sr, Y, Zr, Nb, Mo, Ru, Rh, Pd, Ag, Cd, In, Sn, Sb, Te, Cs, Ba, La, Ce, Pr, Nd, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb, Lu, Hf, Ta, W, Re, Os, Ir, Pt, Au, Hg, Tl, Pb, Bi, Th, U) с учетом их максимальной распространенности для достижения максимального аналитического сигнала с минимальным количеством возможных интерференций (табл. 2) [14].

Таблица 2

Изотопы определяемых элементов, их основные интерференции и разрешение прибора

Изотоп	Распространенность изотопа, %	Мешающие ионы	Необходимое разрешение	Разрешение прибора
7Li	72,36	–	–	LR
11B	80,18	–	–	LR
23Na	85,69	–	–	LR
24Mg	78,99	$^{12}\text{C}^{12}\text{C}^+$	1604	LR, MR
27Al	100	$^{12}\text{C}^{15}\text{N}^+$, $^{15}\text{C}^{14}\text{N}^+$	1453, 1085	LR, MR
28Si	92,2	$^{12}\text{C}^{16}\text{O}^+$, $^{14}\text{N}^{14}\text{N}^+$	1557, 958	MR
31P	100	$^{15}\text{N}^{16}\text{O}^+$, $^{14}\text{N}^{16}\text{OH}^+$	1457, 967	MR
32S	95,02	$^{16}\text{O}^{16}\text{O}^+$	1802	MR
39K	87,87	–	–	LR
44Ca	96,33	–	–	LR
44Ca	2,09	$^{28}\text{Si}^{16}\text{O}^+$, $^{12}\text{C}^{16}\text{O}^{16}\text{O}^+$, $^{14}\text{N}^{14}\text{N}^{16}\text{O}^+$	2687, 1281, 965	MR
45Sc	100	$^{29}\text{Si}^{16}\text{O}^+$, $^{13}\text{C}^{16}\text{O}^{16}\text{O}^+$, $^{12}\text{C}^{16}\text{O}^{16}\text{OH}^+$, $^{14}\text{N}^{15}\text{N}^{16}\text{O}^+$	2901, 1207, 1078, 1066	MR
47Ti	7,44	–	–	LR
51V	99,75	–	–	LR
52Cr	83,79	$^{40}\text{Ar}^{12}\text{C}^+$, $^{36}\text{Ar}^{16}\text{O}^+$	2375, 2367	LR, MR
55Mn	100	$^{40}\text{Ar}^{15}\text{N}^+$	2248	LR, MR

Изотоп	Распространенность изотопа, %	Мешающие ионы	Необходимое разрешение	Разрешение прибора
56Fe	91,75	$^{40}\text{Ar}^{16}\text{O}^+$	2503	MR
59Co	100	$^{58}\text{NiH}^+$	5906	LR
60Ni	26,22	$^{59}\text{CoH}^+$	5853	LR
63Cu	69,17	$^{47}\text{Ti}^{16}\text{O}^+$	3687	MR
66Zn	27,9	$^{50}\text{Ti}^{16}\text{O}^+$, $^{50}\text{Cr}^{16}\text{O}^+$	4827, 4419	MR
71Ga	39,89	$^{55}\text{Mn}^{16}\text{O}^+$, $^{142}\text{Nd}^{++}$, $^{142}\text{Ce}^{++}$	8587, 2432, 2371	MR, HR
73Ge	7,72	$^{57}\text{Fe}^{16}\text{O}^+$, $^{146}\text{Nd}^{++}$	10646, 2203	MR, HR
75As	100	$^{59}\text{Co}^{16}\text{O}^+$, $^{58}\text{Ni}^{16}\text{OH}^+$, $^{150}\text{Nd}^{++}$	11509, 4544, 1929	MR, HR
82Se	8,73	^{82}Kr , $^{50}\text{Ti}^{16}\text{O}^{16}\text{O}^+$, $^{50}\text{Cr}^{16}\text{O}^{16}\text{O}^+$, $^{40}\text{Ar}^{40}\text{H}^1\text{H}^+$	25361 (82Se справа), 4577, 4276, 3455	MR
85Rb	87,41	–	–	LR
88Sr	78,92	–	–	LR
89Y	100	–	–	LR
91Zr	11,22	$^{51}\text{V}^{40}\text{Ar}^+$	129866	LR
93Nb	100	–	–	LR
95Mo	15,92	–	–	LR
101Ru	96,33	–	–	LR
103Rh	63,71	–	–	LR
105Pd	82,37	–	–	LR
107Ag	51,84	$^{91}\text{Zr}^{16}\text{O}^+$	23494	LR
111Cd	12,80	$^{95}\text{Mo}^{16}\text{O}^+$	32332	LR
115In	95,71	$^{99}\text{Ru}^{16}\text{O}^+$, ^{115}Sn	37921, 212783	LR
119Sn	8,585	–	–	LR
121Sb	57,21	–	–	LR
126Te	18,95	$^{94}\text{Mo}^{16}\text{O}^{16}\text{O}^+$	14987	LR
133Cs	95,02	–	–	LR
137Ba	11,23	$^{97}\text{Mo}^{40}\text{Ar}^+$	3657	MR
139La	99,9	$^{99}\text{Ru}^{40}\text{Ar}^+$	3650	MR
140Ce	88,45	$^{100}\text{Ru}^{40}\text{Ar}^+$, $^{100}\text{Mo}^{40}\text{Ar}^+$	3601, 3930	MR
141Pr	100	$^{101}\text{Ru}^{40}\text{Ar}^+$	3548	MR
146Nd	17,17	–	–	LR
147Sm	95,36	–	–	LR
153Eu	82,13	–	–	LR
157Gd	15,65	$^{141}\text{Pr}^{16}\text{O}^+$	7331	HR
159Tb	63,82	–	–	LR
163Dy	85,31	–	–	LR
165Ho	73,32	–	–	LR
166Er	21,02	–	–	LR
169Tm	63,96	–	–	LR
172Yb	83,54	–	–	LR
175Lu	83,49	–	–	LR
178Hf	27,28	–	–	LR
181Ta	99,99	–	–	LR
182W	26,50	–	–	LR
185Re	37,43	–	–	LR
189Os	58,34	–	–	LR
193Ir	75,63	–	–	LR
195Pt	84,46	–	–	LR
197Au	34,79	–	–	LR
201Hg	31,02	–	–	LR
205Tl	70,48	–	–	LR
207Pb	22,08	–	–	LR
209Bi	100	$^{177}\text{Hf}^{16}\text{O}^{16}\text{O}^+$	4413	LR, MR
232Th	84,35	–	–	LR
238U	98,63	–	–	LR

Разрешение прибора для каждого элемента выбирали с расчетом, чтобы устранить все возможные интерференции. При этом аналитические сигналы должны быть максимальными, так как при увеличении разрешения чувствительность прибора уменьшается.

Расчет коэффициентов относительной чувствительности

При использовании метода МСТР для количественной оценки результатов рассчитывают коэффициенты относительной чувствительности, полученные с применением стандартных образцов, идентичных или близких по составу определяемой матрице. Первоначально для элемента x определяют относительную интенсивность изотопов – значение IBR (Ion Beam Ratio) по формуле [15]

$$IBR_x = \frac{I_x / A_x}{\sum (I_i / A_i)},$$

где I_x – значение интенсивности изотопа определяемого элемента x , имп./с; A_x – распространенность изотопа определяемого элемента x , %.

В знаменателе данного уравнения указана сумма значений интенсивности всех определяемых элементов пробы, а не только интенсивность матричного элемента (или внутреннего стандарта). Далее вычисляют коэффициенты относительной чувствительности (КОЧ, Relative Sensitivity Factor – RSF):

$$RSF_x = \frac{C_x}{IBR_x},$$

где C_x – сертифицированное содержание элемента x в стандартном образце никеля IARM-190A.

Рассчитанные значения КОЧ для всех искомых элементов представлены в табл. 3.

Таблица 3

**Коэффициенты относительной чувствительности (КОЧ),
полученные при анализе стандартного образца никеля IARM-190A**

Элемент	КОЧ	Элемент	КОЧ	Элемент	КОЧ	Элемент	КОЧ
Be	6,12	Rb	1,85	Hf	0,79	Bi	2,94
B	6,49	Sr	2,07	Ta	1,24	V	0,54
Na	2,47	Y	0,54	W	1,61	Mo	0,92
Mg	1,51	Cd	3,41	Re	0,97	Eu	0,89
Si	3,04	In	1,45	Os	0,87	Tl	4,08
P	3,66	Sn	1,29	Ir	0,96	U	0,85
S	3,43	Sb	4,89	Cr	1,28	Th	0,86
K	3,34	Te	4,43	Mn	1,01	Ho	1,02
Ca	0,45	Cs	2,03	Fe	1,18	Ti	0,41
Sc	0,59	Ba	0,56	Co	1,04	Au	0,84
Ni	1,51	La	0,64	Ru	1,03	Zr	0,56
Cu	2,44	Ce	0,75	Rh	0,96	Nd	0,88
Zn	3,83	Pr	0,81	Pd	1,85	Pt	0,93
Ga	2,34	Er	0,85	Ag	3,85	Sm	1,32
Ge	1,33	Tm	1,08	Gd	0,68	Hg	0,91
As	5,13	Yb	0,91	Tb	1,23	Dy	1,41
Se	3,77	Lu	0,96	Pb	1,36	Nb	0,66

Далее полученные значения КОЧ использовали для расчета концентраций определяемых элементов.

Выбор времени абляции

Для получения достоверных результатов анализа необходимо подобрать время абляции (прожига) образца тлеющим разрядом. При этом необходимо полностью удалить загрязнения с поверхности пробы и достичь постоянства (выхода на плато) содержания определяемых элементов. Проанализированы пробы исследуемого образца и рассчитаны концентрации элементов, полученные за разное время абляции. На рис. 1 представлены зависимости относительной концентрации некоторых элементов от времени абляции, которая определяется по формуле

$$C_{\text{отн}} = C_{\text{абс}}/C_{\text{мин}},$$

где $C_{\text{абс}}$ – абсолютная концентрация элементов; $C_{\text{мин}}$ – минимальная определяемая концентрация элементов.

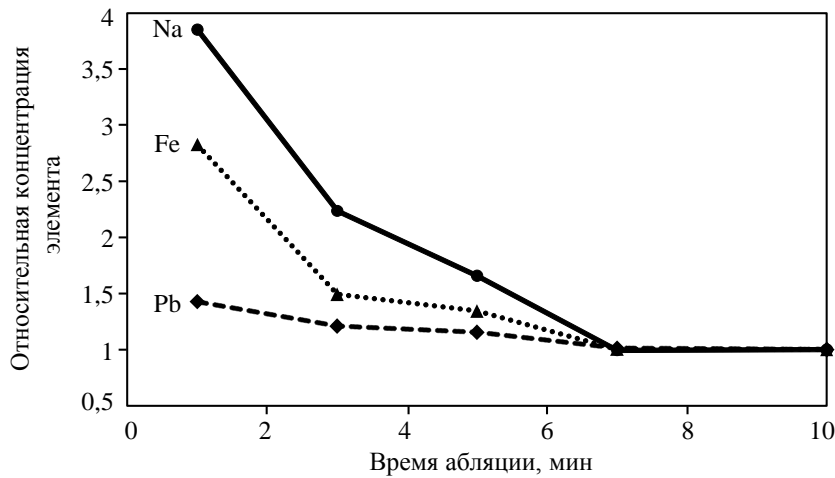


Рис. 1. Зависимость относительной концентрации элементов от времени абляции

Полное удаление загрязнений с поверхности пробы и выход на плато концентраций определяемых элементов достигаются уже после 7 мин прожига. Таким образом, для анализа никеля методом МСТР необходимо выполнять предварительную абляцию в течение 7 мин.

На рис. 2 представлен образец никеля высокой чистоты после анализа методом МСТР.



Рис. 2. Образец никеля высокой чистоты после анализа методом МСТР

Анализ никеля высокой чистоты

В табл. 4 представлены результаты анализа никеля высокой чистоты методом МСТР.

Таблица 4

Массовая доля примесей в образце никеля высокой чистоты ($n = 4, P = 0,95$)

Элемент	Массовая доля элемента, мкг/кг		Элемент	Массовая доля элемента, мкг/кг	
	Полученное значение	Аттестованное значение		Полученное значение	Аттестованное значение
Li	0,12±0,03	–	In	0,3±0,1	–
B	0,4±0,1	–	Sn	32±3	35±2
Na	4,1±0,5	–	Sb	300±10	300±10
Mg	6±1	5±2	Te	5±2	–
Al	2,5±0,6	2,2±0,3	Cs	2,3±0,1	–
Si	70±5	68±6	Ba	3,6±0,2	–
P	590±20	600±20	La	0,9±0,2	–
S	120±10	120±10	Ce	0,3±0,1	–
K	1,3±0,3	–	Pr	0,7±0,2	–
Ca	46±5	48±4	Nd	0,5±0,1	–
Sc	0,2±0,1	–	Sm	0,1±0,05	–
Ti	44±6	48±5	Eu	0,1±0,05	–
V	0,4±0,1	–	Gd	0,9±0,2	–
Cr	1,3±0,3	1,5±0,2	Tb	0,5±0,1	–
Mn	22±3	20±3	Dy	0,7±0,1	–
Fe	1600±100	1650±70	Ho	0,6±0,2	–
Co	2000±200	2100±100	Er	0,1±0,05	–
Cu	210±20	200±10	Tm	0,1±0,05	–
Zn	1200±100	1120±50	Yb	0,2±0,1	–
Ga	1,1±0,2	–	Lu	0,3±0,1	–
Ge	0,8±0,1	–	Hf	0,1±0,05	–
As	2,3±0,2	<5	Ta	6±2	5±2
Se	24±3	26±2	W	30±9	25±4
Rb	1,5±0,1	–	Re	0,1±0,05	–
Sr	3,2±0,2	–	Os	0,8±0,2	–
Y	0,8±0,2	–	Ir	0,6±0,2	–
Zr	0,5±0,1	<1	Pt	0,1±0,05	–
Nb	3,0±0,3	<5	Au	0,9±0,2	–
Mo	8,8±0,4	8,6±0,3	Hg	0,2±0,1	–
Ru	0,7±0,2	–	Tl	3±1	–
Rh	0,6±0,1	–	Pb	120±10	125±9
Pd	0,10±0,05	–	Bi	0,6±1	<1
Ag	970±40	950±30	Th	0,1±0,05	–
Cd	260±20	250±20	U	0,6±0,2	–

Для всех аттестованных элементов подтверждается точность полученных результатов (аттестованное значение попадает в доверительный интервал полученного значения). При этом чистота никеля составила 5N: 99,99923 % (по массе) – рассчитано как разница суммы концентраций примесей от 100 %.

Заключения

На основе проделанной работы можно сделать следующие выводы:

- методом МСТР возможно проводить анализ (определять примеси 68 элементов) никеля высокой чистоты (5N);
- для расчета коэффициентов относительной чувствительности возможно использовать только один стандартный образец состава никеля;
- время предварительной абляции должно составлять не менее 7 мин;
- достоверность результатов анализа подтверждена анализом сертифицированного образца никеля высокой чистоты.

Список источников

1. Бондаренко Ю.А. Тенденции развития высокотемпературных металлических материалов и технологий при создании современных авиационных газотурбинных двигателей // *Авиационные материалы и технологии*. 2019. № 2 (55). С. 3–11. DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-2-3-11.
2. Мин П.Г., Вадеев В.Е., Крамер В.В. Разработка нового жаропрочного никелевого сплава ВЖМ200 и технологии его производства для литья методом направленной кристаллизации рабочих лопаток перспективных двигателей // *Авиационные материалы и технологии*. 2021. № 3 (64). Ст. 02. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 01.06.2023). DOI: 10.18577/2071-9140-2021-0-3-11-18.
3. Светлов И.Л., Петрушин Н.В., Епишин А.И., Карашаев М.М., Елютин Е.С. Монокристаллы никелевых жаропрочных сплавов, легированных рением и рутением (обзор). Часть 2 // *Авиационные материалы и технологии*. 2023. № 2 (71). Ст. 01. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 01.06.2023). DOI: 10.18577/2071-9140-2023-0-2-3-22.
4. Горбовец М.А., Ходинев И.А., Рыжков П.В. Малоцикловая усталость при высоких температурах жаропрочного никелевого сплава, полученного селективным лазерным сплавлением // *Авиационные материалы и технологии*. 2019. № 4 (57). С. 65–74. DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-4-65-74.
5. Yoon Y.Y., Lee K.Y., Lee G.H. Neutron activation analysis of high purity nickel by solvent extraction using 2-benzylpyridin/benzene // *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry*. 1996. Vol. 210. No. 1. P. 55–63.
6. ГОСТ 849–2018. Никель первичный. Технические условия. М.: Стандартинформ, 2018. С. 3–4.
7. Каблов Е.Н., Чабина Е.Б., Морозов Г.А., Муравская Н.П. Оценка соответствия новых материалов с использованием СО и МИ высокого уровня // *Компетентность*. 2017. № 2. С. 40–46.
8. ГОСТ 6689.1–92. Никель, сплавы никелевые и медно-никелевые. Методы определения меди. М.: Изд-во стандартов, 1992. С. 8–9.
9. ГОСТ 6689.5–92. Никель, сплавы никелевые и медно-никелевые. Методы определения железа. М.: Изд-во стандартов, 1992. С. 1–4.
10. ГОСТ 6689.12–92. Никель, сплавы никелевые и медно-никелевые. Методы определения магния. М.: Изд-во стандартов, 1992. С. 5–6.
11. ГОСТ 6012–98. Никель. Методы химико-атомно-эмиссионного анализа. Минск: Изд-во стандартов, 1999. С. 1–4.
12. ASTM E2594–09. Standard Test Method for Analysis of Nickel Alloys by Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry. USA, 2014. P. 1–9.
13. Hu J., Wang H. Determination of Trace Elements in Super Alloy by ICP-MS // *Mikrochimica Acta*. 2001. Vol. 137. P. 149–155.
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. Jakubowski N., Prohaska T., Rottmann L., Vanhaecke F. Inductively coupled plasma- and glow discharge plasma-sector field mass spectrometry. Part I. Tutorial: Fundamentals and instrumentation // *Journal of Analytical Atomic Spectrometry*. 2011. Vol. 26. P. 693–726.
16. Ганеев А.А., Губаль А.Р., Усков К.Н., Потапов С.В. Аналитическая масс-спектрометрия с тлеющим разрядом // *Известия Академии наук. Серия химическая*. 2012. № 4. С. 1–15.

References

1. Bondarenko Yu.A. Trends in the development of high-temperature metal materials and technologies in the production of modern aircraft gas turbine engines. *Aviacionnyye materialy i tehnologii*, 2019, no. 2 (55), pp. 3–11. DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-2-3-11.
2. Min P.G., Vadeev V.E., Kramer V.V. The development of the new VZhM200 superalloy and the technology of its production for casting of the advanced engines' blades by the directional crystallization. *Aviation materials and technologies*, 2021, no. 3 (64), paper no. 02. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: June 01, 2023). DOI: 10.18577/2071-9140-2021-0-3-11-18.

3. Svetlov I.L., Petrushin N.V., Epishin A.I., Karashaev M.M., Elyutin E.S. Single crystals of nickel-based superalloys alloyed with rhenium and ruthenium (review). Part 2. *Aviation materials and technologies*, 2023, no. 2 (71), paper no. 01. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: June 01, 2023). DOI: 10.18577/2071-9140-2023-0-2-3-22.
4. Gorbovets M.A., Hodinev I.A., Ryzhkov P.V. Low-cycle fatigue at high temperatures of heat-resistant nickel-based alloy manufactured by selective laser melting. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2019, no. 4 (57), pp. 65–73. DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-4-65-73.
5. Yoon Y.Y., Lee K.Y., Lee G.H. Neutron activation analysis of high purity nickel by solvent extraction using 2-benzylpyridin/benzene. *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry*. 1996, vol. 210, no. 1, pp. 55–63.
6. State Standart 849–2018. *Nickel is primary. Specifications*. Moscow: Standinform, 2018, pp. 3–4.
7. Kablov E.N., Cabina E.B., Morozov G.A., Muravskaya N.P. Assessment of compliance of new materials using high-level CO and MI. *Kompetentnost*, 2017, no. 2, pp. 40–46.
8. State Standart 6689.1–92. *Nickel, nickel and copper-nickel alloys. Methods for determining copper*. Moscow: Publ. House of Standards, 1992, pp. 8–9.
9. State Standart 6689.5–92. *Nickel, nickel and copper-nickel alloys. Methods for determining iron*. Moscow: Publ. House of Standards, 1992, pp. 1–4.
10. State Standart 6689.12–92. *Nickel, nickel and copper-nickel alloys. Methods for determining magnesium*. Moscow: Publ. House of Standards, 1992, pp. 5–6.
11. State Standart 6012–98. *Nickel. Methods of chemical-atom-emission analysis*. Minsk: Publishing House of Standards, 1999, pp. 1–4.
12. ASTM E2594–09. *Standard Test Method for Analysis of Nickel Alloys by Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry*. USA, 2014, pp. 1–9.
13. Hu J., Wang H. Determination of Trace Elements in Super Alloy by ICP-MS. *Mikrochimica Acta*, 2001, vol. 137, pp. 149–155.
14. Pyupishev A.A., Epova E.N. The spectral interference of polyatomic ions in the method of mass spectrometry with inductively connected plasma. *Analitika i kontrol*, 2001, vol. 5, no. 4, pp. 335–369.
15. Jakubowski N., Prohaska T., Rottmann L., Vanhaecke F. Inductively coupled plasma- and glow discharge plasma-sector field mass spectrometry. Part I. Tutorial: Fundamentals and instrumentation. *Journal of Analytical Atomic Spectrometry*. 2011, vol. 26, pp. 693–726.
16. Ganeyev A.A., Gubal A.R., Uskov K.N., Potapov S.V. Analytical mass spectrometry with a smoldering category. *Izvestiya Akademii nauk. Seriya khimicheskaya*, 2012, no. 4, pp. 1–15.

Информация об авторах

Алексеев Андрей Владимирович, научный сотрудник, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Якимович Павел Витальевич, ведущий инженер, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Information about the authors

Andrey V. Alekseev, Researcher, Candidate of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Pavel V. Yakimovich, Leading Engineer, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Статья поступила в редакцию 20.06.2023; одобрена и принята к публикации после рецензирования 18.07.2023.
The article was submitted 20.06.2023; approved and accepted for publication after reviewing 18.07.2023.