

Научная статья

УДК 543.51:669.1

DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-8-163-172

АНАЛИЗ КРЕМНИЯ 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 43 элементов в кремнии 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 метода рентгенофлуоресцентной спектроскопии.

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

Для цитирования: Алексеев А.В., Якимович П.В. Анализ кремния методом масс-спектрометрии высокого разрешения с тлеющим разрядом // Труды ВИАМ. 2025. № 8 (150). Ст. 14. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-8-163-172.

Scientific article

ANALYSIS OF SILICON 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. In this work, we have determined the impurities of 43 elements in silicon by high-resolution glow discharge mass spectrometry. The sample preparation for analysis is described. The analysts have selected the corresponding equipment settings to achieve maximum analytical signals from all the elements being sought. Spectral interferences have been eliminated by using high resolution. Relative sensitivity coefficients have been calculated for all the elements being determined using X-ray fluorescence spectroscopy.

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

For citation: Alekseev A.V., Yakimovich P.V. Analysis of silicon by glow discharge high-resolution mass spectrometry. *Trudy VIAM*, 2025, no. 8 (150), paper no. 14. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-8-163-172.

Введение

В современной высокотехнологичной промышленности кремний является одним из основных материалов, используемых в микро- и фотоэлектронике, производстве солнечных батарей [1]. Кроме того, кремний применяется для изготовления высокотемпературных керамических композиционных материалов (на основе карбида кремния) [2–4] и является легирующим компонентом жаропрочных никелевых припоев (ВПр50), используемых при пайке ответственных узлов и деталей газотурбинных двигателей [5].

Для производства качественных сплавов и композиционных материалов необходимо контролировать чистоту первичного кремния в части содержания примесей множества различных элементов. При этом сложность данной задачи возрастает для кремния высокой чистоты, используемого в полупроводниковой промышленности и для изготовления солнечных батарей [6].

Методом классической спектрофотометрии возможно определить фосфор в кремнии в диапазоне содержаний 0,0002–0,0200 % (по массе). Навеску пробы растворяют в смеси азотной и фтористоводородной кислот в присутствии марганцовокислого калия. Далее основную массу кремния удаляют путем отгонки в виде фторида кремния, а фосфор концентрируют смесью *n*-бутанола с хлороформом. К раствору добавляют молибденовокислый натрий, получая комплексное соединение – молибденофосфорную гетерополикислоту. Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектродетекторе при длине волны 630 нм [7].

С помощью спектрофотометрии также определяют содержание железа в диапазоне 0,3–1,6 % (по массе). Анализируемый образец помещают в платиновую чашку и растворяют в смеси азотной и фтористоводородной кислот, разбавляют, добавляют сульфатноокислый гидроксилламин, уксуснокислый натрий и орто-фенантролин. Двухвалентное железо образует с орто-фенантролином оранжево-красное комплексное соединение. Оптическую плотность измеряют при длине волны 510 нм на фотоколориметре [8]. Приведенные методики имеют высокую точность, однако характеризуются недостаточными пределами определения, а также чрезвычайно длительны и трудоемки.

Метод комплексонометрического титрования позволяет определить кальций в кремнии в диапазоне концентраций 0,3–1,6 % (по массе). Пробу растворяют в смеси азотной и фтористоводородной кислот, разбавляют водой, добавляют триэтанолламин и винную кислоту. Далее вносят раствор индигокармина и гидроксида калия до изменения окраски с синей на желтую. К полученному раствору добавляют смесь индикаторов и титруют раствором трилона Б до перехода окраски от зеленой до фиолетовой. Массовую долю кальция рассчитывают по количеству раствора трилона Б, израсходованного на титрование [9]. К недостаткам метода титрометрии относятся большая трудоемкость и длительность выполнения анализа, а также узкий диапазон измеряемых концентраций.

Метод атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой позволяет проводить анализ различных материалов с одновременным определением нескольких элементов. Метод основан на возбуждении спектра атомов определяемых элементов индуктивно связанной плазмой с последующей регистрацией излучения спектральных линий фотоэлектрическим способом. При проведении анализа используют зависимость интенсивностей спектральных линий элементов от их массовых долей в пробе. В работе [10] выявлены примеси 44 элементов в кремнии с низкими значениями пределов определения. Так, для иттрия предел определения составил $1 \cdot 10^{-8}$ % (по массе). Однако данный результат достигнут с помощью предварительного отделения основы пробы выпариванием в виде гексафторида кремния, что требует наличия необходимых реактивов и специального оборудования (выпаривание проводили под

инфракрасной лампой в боксе из органического стекла с вытяжной вентиляцией). К недостаткам данного метода можно также отнести наличие множества спектральных интерференций (наложений), что делает невозможным определение примесей некоторых элементов.

В настоящее время одним из самых популярных методов определения примесей в материалах различного состава является масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой (ИСП-МС) [11]. Метод позволяет одновременно определять большое количество элементов и отличается низкими пределами обнаружения, простой пробоподготовкой с использованием микроволнового разложения пробы в смеси кислот. Вместе с тем ИСП-МС имеет ряд недостатков, основным из которых является наличие спектральных интерференций (наложений) сигналов (массовых пиков) от разных элементов друг на друга, что затрудняет анализ объектов сложного состава [12]. Для решения данной проблемы используют реакционно-столкновительные ячейки, математическую коррекцию, уменьшение выходной мощности генератора плазмы и другие методы. В работе [13] описано определение 40 примесных элементов в оксиде кремния методом ИСП-МС. Кремний отделяли в виде газообразного гексафторида путем проведения химической реакции оксида кремния с нитратом аммония и азотной кислотой. Данная процедура пробоподготовки требует наличия необходимых реактивов и оборудования, а также занимает длительное время.

Необходимо также отметить существование нейтронно-активационного метода анализа, позволяющего определить 20 примесных элементов в кремнии с минимальным содержанием $\sim 10^{-10}$ % (по массе) для европия и золота [14]. Метод основан на облучении анализируемых образцов нейтронами ядерного реактора и измерении наведенной активности радионуклидов определяемых элементов на гамма-спектрометре с полупроводниковым детектором. Массовую долю примесей определяют путем сопоставления скорости счета импульсов аналитических гамма-линий радионуклидов в спектрах исследуемых образцов и образцов сравнения.

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

Цель данной работы – исследование возможности анализа кремния (определение 43 примесных элементов) методом МСТР путем выбора условий эксперимента и расчета коэффициентов относительной чувствительности (КОЧ) определяемых элементов.

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

Материалы и методы

Для проведения исследования использовали масс-спектрометр высокого разрешения с тлеющим разрядом. 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). Это позволяет практически полностью устранить спектральные интерференции. Кроме того, прибор обладает более высокой чувствительностью по сравнению с квадрупольным масс-анализатором низкого разрешения (метод ИСП-МС).

Таблица 1

Условия определения элементов на масс-спектрометре

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 и 10000
Напряжение на фокусной линзе	–1200 В
Предварительный прожиг образца для удаления поверхностных загрязнений и стабилизации сигналов основы	Не менее 2 мин

Первичную обработку поверхности образцов проводили на плоскошлифовальном станке с применением алмазных абразивов. Абразивы на других основах применять нельзя из-за возможного загрязнения поверхности образца сторонними элементами. Из-за малых размеров образец для проведения анализа запрессован в токопроводящую смолу.

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

Для коррекции КОЧ использовали результаты, полученные на рентгенофлуоресцентном спектрометре. Для сравнительных испытаний применяли масс-спектрометр с индуктивно связанной плазмой (анализ выполняли из раствора), а также газоанализатор для одновременного определения углерода и серы.

В работе проведен анализ образца кремния марки КрЗ, применяемого для солнечных батарей.

Результаты и обсуждение

Выбор изотопов определяемых элементов

Перед началом анализа необходимо выбрать изотопы определяемых элементов (Li, Be, B, C, 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, Ag, In, Sn, Sb, Te, Hf, Ta, W, Re, Tl, Pb, Bi), учитывая их максимальную распространенность для достижения максимального аналитического сигнала с минимальным количеством возможных интерференций (табл. 2) [13].

Таблица 2

Изотопы определяемых элементов, их основные интерференции и разрешение прибора

Изотоп	Распространенность изотопа, %	Мешающие ионы	Необходимое разрешение	Разрешение прибора
7Li	72,36	–	–	LR
9Be	100			
11B	80,18			
12C	98,89			
23Na	85,69			
24Mg	78,99	$^{12}\text{C}^{12}\text{C}^+$	1604	LR, MR
27Al	100	$^{12}\text{C}^{15}\text{N}^+$, $^{13}\text{C}^{14}\text{N}^+$	1453, 1085	
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	
32S	95,02	$^{16}\text{O}^{16}\text{O}^+$	1802	
39K	87,87	–	–	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	
47Ti	7,44	–	–	LR
51V	99,75			
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	
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	
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	
71Ga	39,89	$^{55}\text{Mn}^{16}\text{O}^+$, $^{142}\text{Nd}^{1++}$, $^{142}\text{Ce}^{++}$	8587, 2432, 2371	MR, HR
73Ge	7,72	$^{57}\text{Fe}^{16}\text{O}^+$, $^{146}\text{Nd}^{++}$	10646, 2203	
75As	100	$^{59}\text{Co}^{16}\text{O}^+$, $^{58}\text{Ni}^{16}\text{OH}^+$, $^{150}\text{Nd}^{++}$	11509, 4544, 1929	
82Se	8,73	^{82}Kr , $^{50}\text{Ti}^{16}\text{O}^{16}\text{O}^+$, $^{50}\text{Cr}^{16}\text{O}^{16}\text{O}^+$, $^{40}\text{Ar}^{40}\text{Ar}^1\text{H}^1\text{H}^+$	25361 (82Se справа), 4577, 4276, 3455	MR
85Rb	87,41	–	–	LR
88Sr	78,92			
89Y	100			
91Zr	11,22			
93Nb	100	–	–	LR
107Ag	51,84	$^{91}\text{Zr}^{16}\text{O}^+$	23494	
115In	95,71	$^{99}\text{Ru}^{16}\text{O}^+$, ^{115}Sn	37921, 212783	
119Sn	8,585	–	–	
121Sb	57,21	–	–	
126Te	18,95	$^{94}\text{Mo}^{16}\text{O}^{16}\text{O}^+$	14987	
178Hf	27,28	–	–	
181Ta	99,99			
182W	26,50			
185Re	37,43			
205Tl	70,48			
207Pb	22,08			
209Bi	100	$^{177}\text{Hf}^{16}\text{O}^{16}\text{O}^+$	4413	LR, MR

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

Расчет коэффициентов относительной чувствительности

Для количественной оценки результатов анализа, полученных методом МСТР, используют КОЧ, значения которых можно получить путем анализа стандартного образца, идентичного или близкого по составу определяемой матрице. В случае отсутствия стандартного образца первоначально используются уже имеющиеся («вшитые» в программное обеспечение масс-спектрометра) КОЧ для железной матрицы. Далее проводится анализ пробы кремния с использованием «вшитых» КОЧ. Полученные результаты сравниваются с результатами анализа этой же пробы методом рентгенофлуоресцентной спектроскопии в режиме безэталонового анализа. Данные рентгенофлуоресцентной спектроскопии загружаются в программное обеспечение масс-спектрометра, и осуществляется автоматический расчет КОЧ всех искомых элементов для кремния (табл. 3).

Таблица 3

Коэффициенты относительной чувствительности (КОЧ), рассчитанные для анализа кремния методом масс-спектрометрии высокого разрешения с тлеющим разрядом

Элемент	КОЧ	Элемент	КОЧ	Элемент	КОЧ	Элемент	КОЧ
Li	1,50	Ti	0,51	Se	3,34	Ta	1,63
Be	6,32	V	0,58	Rb	1,65	W	1,52
B	6,13	Cr	1,22	Sr	2,09	Re	0,85
C	12,00	Mn	1,09	Y	0,32	Tl	4,32
Na	2,36	Fe	1,23	Zr	0,23	Pb	1,41
Mg	1,75	Co	1,09	Nb	0,36	Bi	2,52
Si	3,18	Ni	1,57	Ag	3,63	In	1,41
P	3,62	Cu	2,12	Sn	1,74	Sb	4,41
S	3,85	Zn	3,54	Ga	2,23	K	3,12
Ca	0,44	Ge	1,85	Te	4,63		
Sc	0,63	As	5,34	Hf	0,58		

Далее полученные значения КОЧ использовали для расчета концентраций определяемых элементов. Для этого первоначально определили относительную интенсивность изотопов (Ion Beam Ratio – IBR), рассчитанную для элемента x [14]:

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

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 интенсивностей всех определяемых элементов пробы, а не только интенсивность матричного элемента (или внутреннего стандарта).

Далее вычислили концентрацию определяемого элемента:

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

где RSF_x – коэффициент относительной чувствительности элемента x .

Выбор времени абляции

Для получения достоверных результатов анализа необходимо подобрать время абляции (прожига) образца тлеющим разрядом, при этом достичь полного удаления с поверхности пробы загрязнений и постоянства (выхода на плато) содержания

определяемых элементов. Проанализированы пробы исследуемого образца и рассчитаны концентрации элементов, полученные в разное время абляции. На рис. 1 представлены зависимости относительной концентрации трех 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.

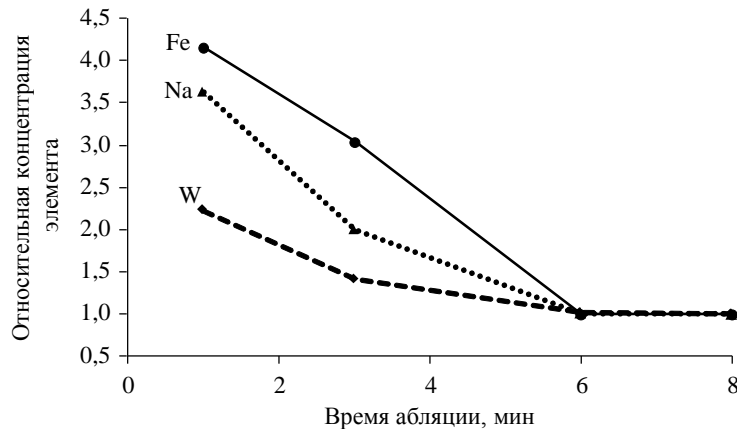


Рис. 1. Зависимости относительной концентрации элементов от времени абляции

Полное удаление с поверхности пробы загрязнений и выход на плато концентраций определяемых элементов достигаются уже после 6 мин прожига. Таким образом, для анализа кремния методом МСТР необходимо выполнить предварительную абляцию в течение 6 мин.

На рис. 2 представлен образец кремния после анализа методом масс-спектрометрии высокого разрешения с тлеющим разрядом



Рис. 2. Образец кремния после анализа методом масс-спектрометрии высокого разрешения с тлеющим разрядом

Результаты анализа кремния

В табл. 4 представлены результаты анализа кремния методом МСТР. В качестве аттестованных значений используются результаты, полученные методами ИСП-МС и газового анализа (для С и S).

Для всех аттестованных элементов подтверждается точность полученных результатов (аттестованное значение попадает в доверительный интервал полученного значения). При этом чистота кремния, рассчитанная как разница 100 % и суммы концентраций примесей, составила 99,96 % (по массе).

**Результаты определения примесей в образце кремния методом масс-спектрометрии
высокого разрешения с тлеющим разрядом ($n = 4, P = 0,95$)**

Элемент	Массовая доля элемента, мкг/кг		Элемент	Массовая доля элемента, мкг/кг	
	Полученное значение	Аттестованное значение		Полученное значение	Аттестованное значение
Li	<0,3	<1	Se	3±1	<4
Be	<0,01	<1	Rb	0,4±0,1	<1
B	0,11±0,03	<1	Sr	0,2±0,1	0,3±0,1
C	22±2	20±3	Y	<0,05	<0,1
Na	16±2	17±2	Zr	0,11±0,03	<1
Mg	0,3±0,1	<1	Nb	0,9±0,3	<1
Si	12±2	13±3	Ag	<1	<1
P	3±1	4±1	In	<1	<1
S	0,22±0,05	<1	Sn	1,1±0,2	1,3±0,3
K	0,33±0,08	<1	Sb	0,3±0,1	0,3±0,1
Ca	6±1	5±2	Te	<2	<2
Sc	<0,05	<1	Hf	0,2±0,1	<1
V	2,5±0,2	2,4±0,3	Ta	0,13±0,05	<1
Cr	63±8	60±9	W	800±10	800±10
Mn	0,16±0,03	<1	Re	2,1±0,2	2,3±0,3
Fe	160±10	165±10	Tl	<0,1	<0,1
Co	0,7±0,2	<1	Pb	<0,1	<0,1
Ni	45±7	45±8	Bi	<0,1	<0,1
Zn	0,13±0,02	<1	Al	6±2	6±2
Ga	<0,2	<1	Ti	2,1±0,2	<3
Ge	<0,4	<1	Cu	0,8±0,1	<1
As	0,6±0,2	<3			

Заключения

На основе проделанной работы можно сделать следующие выводы:

- методом МСТР возможно проводить анализ кремния (определять примеси 43 элементов);
- для расчета КОЧ возможно использовать результаты метода рентгенофлуоресцентной спектроскопии;
- время предварительной абляции должно составлять не менее 6 мин;
- достоверность результатов анализа подтверждена путем сравнения с данными, полученными методами ИСП-МС и газового анализа.

Список источников

1. Шелпакова И.Р., Шаверина А.В. Определение примесного состава кремния (обзор) // Аналитика и контроль. 2011. Т. 15. № 2. С. 141–150.
2. Евдокимов С.А., Щеголева Н.Е., Качаев А.А. Способы соединения керамических композиционных материалов на основе SiC с керамическими и металлическими материалами (обзор) // Авиационные материалы и технологии. 2022. № 3 (68). Ст. 07. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 14.12.2024). DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-3-75-83.
3. Квятковская А.С., Сабурова Ю.Б., Белоногов В.А. и др. Исследование Ni–SiC покрытий и способов их нанесения на алюминиевые сплавы // Авиационные материалы и технологии. 2024. № 4 (77). Ст. 09. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 14.12.2024). DOI: 10.18577/2713-0193-2024-0-4-128-139.

4. Ерасов В.С., Орешко Е.И. Испытания на усталость металлических материалов (обзор). Часть 1. Основные определения, параметры нагружения, представление результатов испытаний // *Авиационные материалы и технологии*. 2020. № 4 (61). С. 59–70. DOI: 10.18577/2071-9140-2020-0-4-59-70.
5. Каблов Е.Н., Кутырев А.Е., Вдовин А.И., Козлов И.А., Афанасьев-Ходыкин А.Н. Исследование возможности возникновения контактной коррозии в паяных соединениях, используемых в конструкции двигателей авиационной техники // *Авиационные материалы и технологии*. 2021. № 4 (65). Ст. 01. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 14.12.2024). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-4-3-13.
6. 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.
7. ГОСТ 26239.3–84. Кремний полупроводниковый, исходные продукты для его получения и кварц. Методы определения фосфора. М.: Изд-во стандартов, 1984. С. 1–3.
8. ГОСТ 19014.2–73. Кремний кристаллический. Методы определения железа. М.: Изд-во стандартов, 1973. С. 1–3.
9. ГОСТ 19014.3–73. Кремний кристаллический. Методы определения кальция. М.: Изд-во стандартов, 1973. С. 1–3.
10. Цыганкова А.Р., Шаверина А.В., Шелпакова И.Р., Сапрыкин А.И. Сравнение аналитических возможностей комбинированных методик анализа высокочистых веществ с возбуждением излучения в дуге постоянного тока и индуктивно-связанной плазме // *Аналитика и контроль*. 2012. Т. 16. № 4. С. 420–424.
11. Hu J., Wang H. Determination of Trace Elements in Super Alloy by ICP-MS // *Mikrochimica Acta*. 2001. Vol. 137. P. 149–155.
12. 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.
13. Dong X., Xiong Y., Wang N. et al. Determination of trace elements in high-purity quartz samples by ICP-OES and ICP-MS: A normal-pressure digestion pretreatment method for eliminating unfavorable substrate Si // *Analytical Chimica Acta*. 2020. Vol. 1110. P. 11–18. DOI: 10.1016/j.aca.2020.03.006.
14. ГОСТ 26239.5–84. Кремний полупроводниковый и кварц. Метод определения примесей. М.: Изд-во стандартов, 1984. С. 1–3.
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. Shelpakova I.R., Shaverina A.V. Determination of impurity composition of silicon (review). *Analitika i kontrol*, 2011, vol. 15, no. 2, pp. 141–150.
2. Evdokimov S.A., Shchegoleva N.E., Kachaev A.A. Methods for joining ceramic composite materials based on SiC with ceramic and metallic materials (review). *Aviation materials and technologies*, 2022, no. 3 (68), paper no. 07. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: December 14, 2024). DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-3-75-83.
3. Kvyatkovskaya A.S., Saburova Yu.B., Belonogov V.A. et al. The investigation of electrodeposited Ni–SiC coatings and the methods of its application on aluminum alloys. *Aviation materials and technologies*, 2024, no. 4 (77), paper no. 09. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: December 14, 2024). DOI: 10.18577/2713-0193-2024-0-4-128-139.
4. Erasov V.S., Oreshko E.I. Fatigue tests of metal materials (review). Part 1. Main definitions, loading parameters, representation of results of tests. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2020, no. 4 (61), pp. 59–70. DOI: 10.18577/2071-9140-2020-0-4-59-70.

5. Kablov E.N., Kuttyrev A.E., Vdovin A.I., Kozlov I.A., Afanasyev-Khodykin A.N. The research of possibility of galvanic corrosion in brazed connections used in aviation engine construction. *Aviation materials and technologies*, 2021, no. 4 (65), paper no. 01. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: December 14, 2024). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-4-3-13.
6. Kablov E.N., Chabina E.B., Morozov G.A., Muravskaya N.P. Conformity assessment of new materials using high-level CRMs and MI. *Kompetentnost*, 2017, no. 2. pp. 40–46.
7. State Standard 26239.3–84. *Semiconductor silicon, source products for its production and quartz. Methods for determination of phosphorus*. Moscow: Publ. house of standards, 1984, pp. 1–3.
8. State Standard 19014.2–73. *Crystalline silicon. Methods for determination of iron*. Moscow: Publ. house of standards, 1973, pp. 1–3.
9. State Standard 19014.3–73. *Crystalline silicon. Methods for determination of calcium*. Moscow: Publ. house of standards, 1973, pp. 1–3.
10. Tsygankova A.R., Shaverina A.V., Shelpakova I.R., Saprykin A.I. Comparison of analytical capabilities of combined methods of analysis of high-purity substances with excitation of radiation in a direct current arc and inductively coupled plasma. *Analitika i kontrol*, 2012, vol. 16, no. 4, pp. 420–424.
11. Hu J., Wang H. Determination of Trace Elements in Super Alloy by ICP-MS. *Mikrochimica Acta*, 2001, vol. 137, pp. 149–155.
12. Pupyshv A.A., Epova E.N. Spectral interference of polyatomic ions in the method of mass spectrometry with inductively coupled plasma. *Analitika i kontrol*, 2001, vol. 5, no. 4, pp. 335–369.
13. Dong X., Xiong Y., Wang N. et al. Determination of trace elements in high-purity quartz samples by ICP-OES and ICP-MS: A normal-pressure digestion pretreatment method for eliminating unfavorable substrate Si. *Analytical Chimica Acta*, 2020, vol. 1110, pp. 11–18. DOI: 10.1016/j.aca.2020.03.006.
14. State Standard 26239.5–84. *Semiconductor silicon and quartz. Method for determining impurities*. Moscow: Publ. house of standards, 1984, pp. 1–3.
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. Ganeev A.A., Gubal A.R., Uskov K.N., Potapov S.V. Analytical mass spectrometry with glow discharge. *Izvestiya Akademii nauk. Seriya khimicheskaya*, 2012, no. 4, pp. 1–15.

Информация об авторах

Алексеев Андрей Владимирович, старший 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, Senior 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 13.02.2025; одобрена и принята к публикации после рецензирования 03.03.2025.

The article was submitted 13.02.2025; approved and accepted for publication after reviewing 03.03.2025.