

DOI: <https://doi.org/10.26896/1028-6861-2020-86-1-19-25>

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МОДИФИЦИРУЮЩИХ ДОБАВОК И ПРИМЕСЕЙ В КОМПОЗИТАХ НА ОСНОВЕ СИСТЕМЫ Nb – Si МЕТОДОМ АТОМНО-ЭМИССИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ С ИНДУКТИВНО-СВЯЗАННОЙ ПЛАЗМОЙ

© Роман Михайлович Дворецков, Федор Николаевич Карачевцев,
Татьяна Николаевна Загвоздкина, Игорь Леонидович Светлов

Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов, Россия, 105005, Москва, ул. Радио, д. 17;
e-mail: admin@viam.ru

*Статья поступила 13 августа 2019 г. Поступила после доработки 28 сентября 2019 г.
Принята к публикации 26 ноября 2019 г.*

Эволюционное развитие конструкционных жаропрочных сплавов привело к созданию высокотемпературных естественно-композиционных материалов (КМ) на основе системы Nb – Si, которые являются перспективными для изготовления лопаток авиационных газотурбинных двигателей с рабочей температурой до 1350 °С. Для придания необходимых свойств (жаропрочность, жаростойкость, сопротивление ползучести, вязкость разрушения, технологичность и др.) в КМ на основе системы Nb – Si вводят модифицирующие добавки В, Ge, Sn, Zr. При использовании технологии механического легирования для производства композитов системы Nb – Si в материал могут попадать Fe и Ni как технические примеси. В авиакосмической промышленности к качеству материалов предъявляются высокие требования. Для контроля качества полуфабрикатов в ходе производства и готовых композитов системы Nb – Si необходимо точное определение матричных, легирующих и примесных элементов в составе сплавов. Разработана методика анализа композитных материалов на основе системы Nb – Si методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой с использованием микроволновой подготовки проб. Выбраны аналитические линии В, Ge, Sn, Zr, Fe, Ni, свободные от значимых спектральных наложений. Диапазон определяемых содержаний составляет (%): Nb — 40 – 80; В, Ge, Zr — 1 – 5; Sn — 1 – 2,5; Fe — 0,01 – 10; Ni — 0,01 – 5. Для оценки метрологических характеристик методики в качестве образцов сравнения использовали модельные растворы, аналогичные по составу анализируемым композитам, приготовленные из ГСО растворов ионов элементов. Для проверки правильности результатов анализа методом «введено – найдено» использовали близкие по составу к композитам на основе системы Nb – Si ГСО феррониобия и титановых сплавов. Для всех определяемых элементов показатель повторяемости не превышает 2 % отн., а показатель промежуточной прецизионности — 4 % отн.

Ключевые слова: методика анализа; атомно-эмиссионная спектроскопия; индуктивно-связанная плазма; микроволновое разложение; ниобий; кремний; высокотемпературные композиты.

DETERMINATION OF MODIFYING ADDITIVES AND IMPURITIES IN Nb – Si-BASED COMPOSITES USING INDUCTIVELY COUPLED PLASMA ATOMIC EMISSION SPECTROMETRY (ICP AES)

© Roman M. Dvoretzky, Fedor N. Karachevtsev,
Tatyana N. Zagvozdkina, Igor L. Svetlov

All-Russian scientific research institute of aviation materials, 17 Radio st., Moscow, 105005, Russia; e-mail: admin@viam.ru

Received August 13, 2019. Revised September 28, 2019. Accepted November 26, 2019.

The evolutionary development of structural heat-resistant superalloys has led to creation of high-temperature niobium-silicon based natural composite materials (CM) which are promising for manufacturing of aircraft gas turbine engine blades with an operating temperature of up to 1350°C. To impart the necessary properties (heat resistance, heat resistance, creep resistance, fracture toughness, manufacturability, etc.) CM are doped with modifiers, e.g., В, Ge, Sn, Zr. When using the technology of mechanical alloying for production of niobium-silicon based composites Fe and Ni can enter the material as technical impurities. The quality of materials is the first concern in the aerospace industry. Accurate determination the matrix, alloying and impurity elements in the CM composition is necessary for quality control of the semi-products

and off-the-shelf CM. We improved the method of ICP AES with microwave sample preparation for determination of the chemical composition of niobium-silicon based composite materials. The analytical lines of B, Ge, Sn, Zr, Fe, and Ni free of significant spectral overlap are used. The range of the determinable contents (wt.%) is: Nb — 40 – 80; B, Ge, Zr — 1 – 5; Sn — 1 – 2.5; Fe — 0.01 – 10; Ni — 0.01 – 5. To evaluate the metrological characteristics of the method, model solutions similar in composition to the composites analyzed, prepared from certified solutions of the ions, were used as reference samples. State standard reference samples of ferroniobium and titanium alloys similar in composition to Nb – Si based CM were used to verify the accuracy of the technique in spiked tests. The repeatability and intermediate precision indices did not exceed 2 and 4 %rel., respectively, for all the elements studied.

Keywords: technique of analysis; atomic emission spectrometry; inductively coupled plasma; microwave decomposition; niobium; silicon; heat-resistant structural materials; high-temperature composites.

Введение

Высокожаропрочные ниобиевые сплавы с силицидным упрочнением или естественно-композиционные материалы (in situ composite, КМ) на основе системы Nb – Si планируется применять при производстве лопаток для авиационных двигателей вместо жаропрочных сплавов на основе Ni. Предполагается, что КМ должны обеспечить рабочую температуру лопаток до 1350 °С и повысить эффективность работы двигателей [1]. Для получения заданных свойств (жаропрочность, жаростойкость, сопротивление ползучести, вязкость разрушения, технологичность и др.) КМ на основе системы Nb – Si легируют соответствующими элементами: Ti, Hf, W, Mo, Al, Cr [2]. Определены варианты состава композитов Nb – Si с удовлетворительным балансом механических свойств и сопротивлением окислению. Разработаны технологии получения этих композитов методами традиционной металлургии производства слитков, в том числе и методом направленной кристаллизации, а также порошковой металлургии [3, 4].

Известно, что ниобиевые сплавы обладают низким сопротивлением окислению при повышенной температуре [5]. Для улучшения сопротивляемости окислению свыше 500 °С в КМ на основе системы Nb – Si вводят Ge и В [6, 7]. Для уменьшения склонности данных КМ к пестинг-коррозии применяют легирование Sn [8]. Добавка Zr в систему Nb – Si увеличивает прочность твердого раствора ниобия, поскольку Zr хорошо растворяется в Nb, модифицируя направленную структуру КМ при выплавке методом направленной кристаллизации [9].

В определенных марках КМ на основе системы Nb – Si недопустимо наличие Fe или Ni, которые могут отрицательно сказываться на свойствах КМ, однако эти элементы попадают в композиты как технические примеси, например, при использовании технологии механического легирования [10].

Таким образом, КМ на основе системы Nb – Si могут быть легированы одновременно 5 – 7 элементами и содержать ряд примесей. Диа-

пазоны допустимых содержаний элементов в КМ разных марок могут существенно различаться. Суммарное содержание долей легирующих элементов в КМ может быть более 50 %. К конструкционным материалам в авиационной промышленности предъявляются высокие требования по химическому составу: аналитический контроль проводят при получении полуфабрикатов и самих композитов на основе системы Nb – Si [11]. При содержании легирующих элементов ниже, чем в установленном в технических условиях диапазоне, КМ не будут обладать заданными прочностными характеристиками, а в случае превышения верхней границы диапазона допустимых содержаний возможны структурные дефекты.

Ранее для определения ультранизких содержаний примесей в КМ на основе системы Nb – Si была разработана методика с применением масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой (МС ИСП) [12, 13]. В работе [14] описана методика анализа данных КМ методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой (АЭС ИСП) для определения ряда легирующих элементов (Si, Ti, W, Mo, Hf, Cr и Al). Однако приведенные методики не предусматривают определения Nb и таких элементов, как B, Ge, Sn, Zr, Fe и Ni, которые в значительной степени влияют на свойства композитов на основе системы Nb – Si.

Цель данной работы — разработка методики определения ниобия, модифицирующих добавок B, Ge, Sn, Zr и примесей Fe и Ni в композитах на основе Nb – Si методом АЭС ИСП в диапазонах содержаний, приведенных ниже, и проверка правильности разработанной методики с использованием стандартных образцов (СО) материалов, близких по составу к исследуемым композитам.

Элемент	Диапазон определяемых содержаний, %
Nb.	40 – 80
B.	1 – 5
Ge.	1 – 5
Sn.	1 – 2,5
Zr.	1 – 5
Fe.	0,01 – 10
Ni.	0,01 – 5

Экспериментальная часть

Навески производственных проб КМ на основе системы Nb – Si в виде порошка и металлической стружки массой 200 мг переводили в раствор с помощью системы микроволнового разложения в тefлоновых автоклавах в смеси разбавленных кислот ($\text{H}_2\text{O}:\text{HF}:\text{HNO}_3 = 10:2:1$ по объему). Параметры процесса разложения: нагрев содержимого автоклава до 120 °С — 10 мин; удержание при данной температуре — 20 мин; охлаждение до 25 °С. Далее полученные кислотные растворы помещали в мерные колбы из полипропилена объемом 100 мл, затем разбавляли в 20 раз так, чтобы конечные анализируемые растворы имели концентрацию 100 мг/л. Раствор контрольного опыта содержал только разбавленные кислоты (0,1 мл HF и 0,05 мл HNO_3 на 100 мл H_2O).

В работе использовали спектрометр Agilent 5100 в режиме аксиального обзора плазмы с инертной к HF системой распыления раствора

пробы. Время стабилизации сигнала перед измерением интенсивности аналитических линий составляло 30 с, далее для каждого раствора проводили пять измерений по 5 с. Градуировочные зависимости строили методом добавок. Предварительно аналитические линии элементов выбирали на основании базы данных спектральных линий программного обеспечения прибора.

Обсуждение результатов

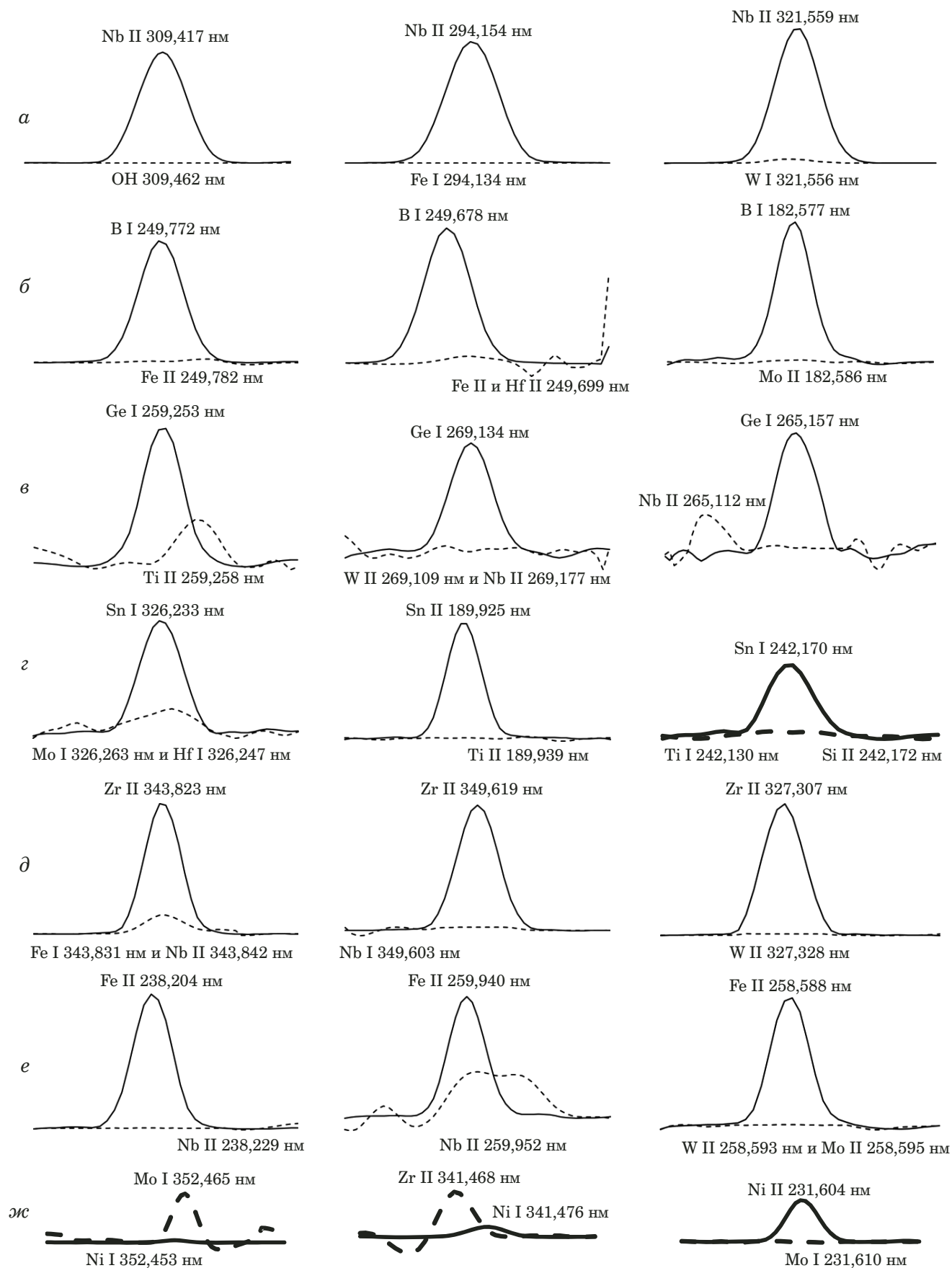
Для выбора аналитических линий, свободных от значимых спектральных наложений линий мешающих элементов, анализировали модельные растворы: растворы «А», используемые для градуировки, содержали только один определяемый элемент (1 мг/л), а растворы «И» — остальные мешающие элементы (80 мг/л — Nb; 20 мг/л — Ti; Si, Hf, Mo, W, Fe — по 10 мг/л; Cr, Al, Zr, Ge, Sn, B, Ni — по 5 мг/л), за исключением определяемого в конкретном опыте элемента.

Таблица 1. Спектральные наложения линий мешающих элементов на аналитические линии Nb, B, Ge, Sn, Zr, Fe, Ni при определении методом АЭС ИСП в материалах на основе системы Nb – Si

Table 1. Spectral overlaps of the lines of interfering elements and analytical lines of Nb, B, Ge, Sn, Zr, Fe, and Ni determined by ICP AES in the niobium-silicon based materials

Определяемый элемент, тип линии	Длина волны аналитической линии λ_A , нм	Мешающий элемент, тип линии	Длина волны мешающей линии λ_I , нм	Интенсивность сигнала на длинах волн аналитических линий, имп/с			$C_{\min}$, мг/л	«Мнимая» концентрация аналита в растворе «И», мг/л*
				Раствор РКО	Раствор «А»	Раствор «И»		
Nb	II	309,417	OH	309,462	36	175 891	35	0,01
		294,154	Fe I	294,134	57	179 050	38	0,01
		321,559	W I	321,556	61	131 721	2034	0,60
B	I	249,772	Fe II	249,782	102	15 883	230	0,003
		249,678	Hf II	249,699	73	7636	486	0,01
		182,577	Mo II	182,586	23	595	20	0,02
Ge	I	259,253	Ti II	259,258	11	542	80	0,04
		265,157	Nb II	265,112	17	821	19	0,04
		269,134	Nb II	269,177	8	1246	12	0,10
Sn	I	326,233	Hf I	326,247	23	3832	186	0,07
	II	189,925	Ti II	189,939	5	2820	9	0,02
	I	242,170	Si II	242,172	14	1437	22	0,03
Zr	II	343,823	NbII	343,842	141	46 530	6381	0,002
		349,619	Nb I	349,603	35	28 953	43	0,002
		327,307	W II	327,328	16	15 911	29	0,001
Fe	II	238,204	Nb II	238,229	694	2399	751	0,01
		259,940	Nb II	259,952	242	799	393	0,003
		258,588	Mo II	258,595	151	468	164	0,004
Ni	I	352,453	Mo I	352,465	27	682	6757	0,01
	I	341,476	Zr II	341,468	123	1370	2272	0,01
	II	231,604	Mo I	231,610	32	1038	35	0,01

* Результаты, существенно (более чем в 3 раза) превышающие предел обнаружения $C_{\min}$, выделены жирным шрифтом.



Вид эмиссионных спектров вблизи исследуемых аналитических линий Nb (а), В (б), Ge (в), Sn (г), Zr (д), Fe (е) и Ni (ж) (сплошная линия — спектры растворов аналитов, пунктир — интерферентов)

Emission spectra near the analytical lines of Nb (a), B (b), Ge (c), Sn (d), Zr (e); Fe (f), and Ni (g) (spectra of analyte solutions — solid line, interferent solution — dotted line)

На предварительно выбранных из библиотеки программного обеспечения ICP Expert (версия 7.2.1.8252) спектрометра Agilent 5100 длинах волн для раствора контрольного опыта (РКО) измеряли интенсивность фона, затем измеряли интенсивности сигналов на тех же длинах волн в модельных растворах. Положительное заключение о наличии значимых интерференций делали при существенном превышении рассчитанной концентрации определяемых элементов в растворах с элементами-интерферентами по сравнению с пределом обнаружения $C_{\min}$, рассчитанным по 3s-критерию для 10 параллельных определений (табл. 1).

Для иллюстрации полученных данных на рисунке представлен вид спектров вблизи исследуемых линий Nb, B, Ge, Sn, Zr, Fe и Ni.

С учетом данных, представленных в табл. 1 и на рисунке, были выбраны аналитические линии для определения элементов в КМ на основе системы Nb – Si, свободные от наиболее значимых спектральных интерференций:

Элемент	Аналитические линии, нм
Nb	294,154; 309,417
B	249,772; 182,577
Ge	269,134; 265,157
Sn	189,925; 242,170
Zr	349,619; 327,307
Fe	258,588; 238,204
Ni	231,604

В качестве образцов сравнения (ОС) использовали модельные растворы, приготовленные из одноэлементных ГСО растворов ионов элементов. При выборе опорных значений ОС — C_m руководствовались тем, чтобы диапазоны концентраций определяемых элементов охватывали диапазоны, установленные в методике (табл. 2). Погрешности выбранных опорных значений $\Delta_{\text{ом}}$ концентрации элементов в ОС оценивали путем суммирования допустимых систематических и случайных погрешностей используемых дозато-

ров, колб и аттестованных значений ГСО ионов элементов в растворе: максимальное значение $\Delta_{\text{ом}}$ для определяемых элементов не превышает 2 % отн.

Для каждого из четырех вариантов состава ОС (см. табл. 2) отбирали по четыре серии (p) по шесть аликвотных частей (n) и определяли концентрации элементов. Расчет метрологических характеристик разрабатываемой методики проводили в соответствии с ГОСТ 5725–2002 и РМГ 61–2010. Данные, полученные при определении Fe и Ni в ОС, приведены в табл. 3.

По полученным данным, используя критерий Стьюдента ($P = 0,95$; $f = 3$), оценивали систематическую погрешность: установлено, что между результатами определения элементов в растворах методом АЭС ИСП и опорными значениями ОС отсутствуют значимые расхождения. Результаты оценки метрологических характеристик методики представлены в табл. 4.

Ввиду отсутствия ГСО композитных материалов на основе системы Nb – Si для контроля правильности определения Nb, Zr, Sn, Fe с применением разработанной методики использовали

Таблица 2. Состав образцов сравнения (массовая доля, %)

Table 2. Composition of the reference materials (wt.%)

Элемент	Опорные значения, C_m			
Nb	80	70	60	40
Si	5	10	10	15
Ti	5	10	10	20
Hf	5	10	10	15
B	1	2	3	5
Ge	5	3	2	1
Sn	1	2	3	3
Zr	5	3	2	1
Fe	0,01	0,1	0,5	10
Ni	0,01	0,1	0,5	5

Таблица 3. Результаты определения Fe и Ni в ОС ($n = 6$; $P = 0,95$)

Table 3. The results of Fe and Ni determination in model solutions ($n = 6$; $P = 0.95$)

Элемент	C_m , %	$\bar{x} \pm \Delta$, %, для номера серии			
		1	2	3	4
Fe	0,01	$0,0098 \pm 0,0001$	$0,0104 \pm 0,0002$	$0,0106 \pm 0,0001$	$0,0105 \pm 0,0002$
	0,1	$0,104 \pm 0,001$	$0,103 \pm 0,001$	$0,103 \pm 0,001$	$0,103 \pm 0,001$
	0,5	$0,49 \pm 0,01$	$0,51 \pm 0,01$	$0,50 \pm 0,01$	$0,49 \pm 0,01$
	10	$10,26 \pm 0,04$	$10,17 \pm 0,08$	$9,95 \pm 0,17$	$9,96 \pm 0,15$
Ni	0,01	$0,0097 \pm 0,0003$	$0,0101 \pm 0,0002$	$0,0095 \pm 0,0003$	$0,0094 \pm 0,0003$
	0,1	$0,105 \pm 0,001$	$0,099 \pm 0,001$	$0,101 \pm 0,001$	$0,104 \pm 0,002$
	0,5	$0,49 \pm 0,01$	$0,49 \pm 0,01$	$0,51 \pm 0,01$	$0,50 \pm 0,01$
	5	$4,92 \pm 0,01$	$5,04 \pm 0,01$	$4,99 \pm 0,01$	$5,01 \pm 0,01$

Таблица 4. Результаты оценки метрологических характеристик методики, полученные с использованием модельных растворов**Table 4.** The results of evaluating the metrological characteristics of the technique obtained using model solutions

Элемент	Диапазон определяемых содержаний, %	Показатель повторяемости $S_{r,m}$, % отн., не более	Показатель промежуточной прецизионности $S_{I(TO)}$, % отн., не более	Показатель точности $\pm\delta$, % отн., при $P = 0,95$, не более
Nb	40,0 – 80,0	1	2	3
B	1,0 – 5,0	1	2	4
Ge	1,0 – 5,0	1	2	4
Sn	1,0 – 2,5	1	2	3
Zr	1,0 – 5,0	1	2	4
Fe	0,01 – 0,5	2	4	10
	0,5 – 10,0	1	2	4
Ni	0,01 – 0,5	2	3	9
	0,5 – 5,0	1	2	4

Таблица 5. Аттестованные содержания элементов в СО и введенные содержания элементов (а), результаты анализа растворов методом АЭС ИСП (б) ($n = 3$; $P = 0,95$; $t = 4,3$)**Table 5.** Certified values of CRM (a) and results of element determination in the solutions using ICP AES method (b) ($n = 3$; $P = 0.95$; $t = 4.3$)

СО		Nb	Zr	Sn	Fe	B	Ge	Ni
Феррониобий СО № 162	а	48,47	1,41	—	н/а	1,00*	5,00*	0,010*
	б	$49,51 \pm 1,04$	$1,37 \pm 0,09$	—	—	$1,04 \pm 0,06$	$5,10 \pm 0,23$	$0,013 \pm 0,004$
BT5-1 ГСО 2730–83	а	40,0*	—	2,50	0,109	—	—	—
	б	$40,65 \pm 0,88$		$2,47 \pm 0,09$	$0,112 \pm 0,004$	—	—	—
BT20 ГСО 2194–81	а	80,0*	3,28	—	0,40	5,00*	1,00*	0,100*
	б	$81,22 \pm 1,34$	$3,19 \pm 0,11$		$0,42 \pm 0,02$	$5,21 \pm 0,25$	$0,99 \pm 0,05$	$0,105 \pm 0,007$

* Содержания введенных элементов.

архивные стандартные образцы феррониобия СО № 162 (аттестованы Уральским научно-исследовательским институтом черных металлов), а также титановых сплавов BT5-1 ГСО 2730–83 и BT20 ГСО 2194–81 (аттестованы Всероссийским институтом легких сплавов (ВИЛС)). Кроме того, для проверки правильности разработанной методики при определении Nb, B, Ge, Ni использовали те же самые СО и метод «введено – найдено». Полученные данные при определении элементов с помощью метода АЭС ИСП в растворах проб и значения содержаний элементов в ГСО представлены в табл. 5 (концентрации введенных элементов отмечены звездочкой). Между результатами АЭС ИСП, аттестованными значениями содержаний элементов в СО и значениями массовых долей введенных элементов отсутствуют значимые расхождения.

Заключение

Таким образом, разработана методика количественного элементного анализа КМ на основе системы Nb – Si методом АЭС ИСП с предварительным микроволновым разложением для опре-

деления модифицирующих добавок, примесей и ниобия. Экспериментально выбраны аналитические линии для определения Nb, B, Ge, Sn, Zr, Fe, Ni. Проведена оценка метрологических характеристик методики: показатель повторяемости не превышает 2 % отн., а показатель промежуточной прецизионности — 4 % отн., показатель точности не превышает 4 % отн. для содержания элементов больше 0,5 % и 10 % отн. — для содержания Fe и Ni менее 0,5 %. Приведенные данные использованы при разработке МИ 1.2.049–2013 «Методика измерений массовой доли легирующих элементов в высокотемпературном естественно-композиционном материале на основе Nb – Si».

Финансирование

Работа проведена при реализации направления 2.1 «Фундаментально-ориентированные исследования» («Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года») [15].

ЛИТЕРАТУРА

1. Каблов Е. Н., Светлов И. Л., Ефимочкин И. Ю. Высоко-температурные Nb — Si-композиты / Вестн. МГТУ им. Н. Э. Баумана. Серия: Машиностроение. 2011. № SP2. С. 164 – 173.
2. Гращенков Д. В., Щетанов Б. В., Ефимочкин И. Ю., Севостьянов Н. В. Композиционные материалы на основе тугоплавких металлов / Конструкции из композиционных материалов. 2016. № 4(144). С. 16 – 22.
3. Бондаренко Ю. А., Колодяжный М. Ю., Ечин А. Б., Нарский А. Р. Направленная кристаллизация, структура и свойства естественного композита на основе эвтектики Nb – Si на рабочие температуры до 1350 °С для лопаток ГТД / Труды ВИАМ: электрон. науч.-техн. журн. 2018. № 1(61). <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 27.08.2018). DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-1-1-1.
4. Гращенков Д. В., Щетанов Б. В., Ефимочкин И. Ю. Развитие порошковой металлургии жаропрочных материалов / Все материалы. Энциклопедический справочник. 2011. № 5. С. 13 – 26.
5. Гуляева Р. И., Мансурова А. Н., Чумарев В. М. и др. Кинетический анализ окисления эвтектического сплава Nb – Si / Физическая химия и технология в металлургии: сб. трудов, посвященный 60-летию ИМЕТ УрО РАН. — Екатеринбург: Институт металлургии УрО РАН, 2015. С. 83 – 90.
6. Wang Jun, Guo Xiping, Guo Jinming. Effects of B on the Microstructure and Oxidation Resistance of Nb – Ti – Si-based Ultrahigh-temperature Alloy / Chinese J. Aeronautics. 2009. Vol. 22. N 5. P. 544 – 550. DOI: 10.1016/S1000-9361(08)60139-9.
7. Мансурова А. Н., Гуляева Р. И., Чумарев В. М. Кинетический анализ окисления эвтектического сплава Nb – Si, легированного бором / Перспективные материалы. 2016. № 8. С. 37 – 47.
8. Bewlay B. P., Dovidenko K. The effect of alloying on Nb-silicide phase stability / Microsc. Microanal. 2005. Vol. 11. Suppl. 2. P. 2030 – 2031. DOI: 10.1017/S1431927605508869.
9. Каблов Е. Н., Светлов И. Л., Карпов М. И. и др. Высоко-температурные композиты на основе системы Nb – Si, армированные силицидами ниобия / Материаловедение. 2017. № 2. С. 24 – 32.
10. Zhang S. M., Zhou J. R., Sha J. B. Effect of Fe additions on microstructure and mechanical properties of a multi-component Nb-16Si-22Ti-2Hf-2Al-2Cr alloy at room and high temperatures / Intermetallics. 2015. Vol. 57. P. 146 – 155. DOI: 10.1016/j.intermet.2014.10.013.
11. Карпов Ю. А., Барановская В. Б. Аналитический контроль — неотъемлемая часть диагностики материалов / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2017. Т. 83. № 1. Ч. I. С. 5 – 12.
12. Алексеев А. В., Якимович П. В., Мин П. Г. Определение примесей в сплаве на основе ниобия методом ИСП-МС. Ч. I / Труды ВИАМ: электрон. науч.-техн. журн. 2015. № 6. <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 29.08.2018). DOI: 10.18577/2307-6046-2015-0-6-4-4.
13. Алексеев А. В., Якимович П. В., Мин П. Г. Определение примесей в сплаве на основе ниобия методом ИСП-МС. Ч. II / Труды ВИАМ: электрон. науч.-техн. журн. 2015. № 7. <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 29.08.2018). DOI: 10.18577/2307-6046-2015-0-7-3-3.
14. Дворецков Р. М., Светлов И. Л., Карачевцев Ф. Н., Загвоздкина Т. Н. Определение легирующих элементов в композитах на основе системы Nb – Si методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2018. Т. 84. № 1. Ч. I. С. 14 – 20. DOI: 10.26896/1028-6861-2018-84-1-I-14-20.
15. 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.

REFERENCES

1. Kablov E. N., Svetlov I. L., Efimochkin I. Yu. High-Temperature Nb – Si Composites / Vestn. MG TU im N. E. Bauman. Ser. Mashinostr. 2011. N SP2. P. 164 – 173 [in Russian].
2. Grashchenkov D. V., Shchetanov B. V., Efimochkin I. Yu., Sevostyanov N. V. Composite materials based on high-temperature metals / Konstr. Kompozits. Mater. 2016. N 4(144). P. 16 – 22 [in Russian].
3. Bondarenko Yu. A., Kolodyazhny M. Yu., Echin A. B., Narskiy A. R. Directional solidification, structure and properties of natural composite based on eutectic Nb – Si at working temperatures up to 1350 °C degrees for the blades of gas turbine engine / Trudy VIAM: Élektron. Nauch.-Tekhn. Zh. 2018. N 1(61). Part 1. DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-1-1-1 [in Russian].
4. Grashchenkov D. V., Shchetanov B. V., Efimochkin I. Yu. Development of powder metallurgy of heat-resistant materials / Vse Mater. Éntsikl. Sprav. 2011. N 5. P. 13 – 26 [in Russian].
5. Gulyaeva R. I., Mansurova A. N., Chumarev V. M., et al. Kinetic analysis of oxidation of the eutectic alloy Nb – Si / Physical chemistry and technology in metallurgy. Collected works on the 60th anniversary of the IMET UrB RAS. — Yekaterinburg: Institute of Metallurgy of the Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, 2015. P. 83 – 90 [in Russian].
6. Wang Jun, Guo Xiping, Guo Jinming. Effects of B on the Microstructure and Oxidation Resistance of Nb – Ti – Si-based Ultrahigh-temperature Alloy / Chinese J. Aeronautics. 2009. Vol. 22. N 5. P. 544 – 550. DOI: 10.1016/S1000-9361(08)60139-9.
7. Mansurova A. N., Gulyaeva R. I., Chumarev V. M. Kinetic Analysis of the oxidation of Nb – Si eutectic alloy doped with boron / Inorg. Mater.: Appl. Res. 2017. Vol. 8. N 2. P. 318 – 326. DOI: 10.1134/S2075113317020150.
8. Bewlay B. P., Dovidenko K. The effect of alloying on Nb-silicide phase stability / Microsc. Microanal. 2005. Vol. 11. Suppl. 2. P. 2030 – 2031. DOI: 10.1017/S1431927605508869.
9. Kablov E. N., Svetlov I. L., Karpov M. I., et al. High-temperature Nb – Si based composites reinforced with niobium silicides / Materialovedenie. 2017. N 2. P. 24 – 32 [in Russian].
10. Zhang S. M., Zhou J. R., Sha J. B. Effect of Fe additions on microstructure and mechanical properties of a multi-component Nb-16Si-22Ti-2Hf-2Al-2Cr alloy at room and high temperatures / Intermetallics. 2015. Vol. 57. P. 146 – 155. DOI: 10.1016/j.intermet.2014.10.013.
11. Karpov Yu. A., Baranovskaya V. B. The Analytical Control as an Integral Part of Material Diagnostics / Inorg. Mater. 2018. Vol. 54. N 14. P. 1363 – 1370. DOI: 10.1134/S002016851814011X.
12. Alekseev A. V., Yakimovich P. V., Min P. G. Determination of impurities in a niobium-based alloy by ICP-MS. Part I / Trudy VIAM: Élektron. Nauch.-Tekhn. Zh. 2015. N 6. Part 04. DOI: 10.18577/2307-6046-2015-0-6-4-4 [in Russian].
13. Alekseev A. V., Yakimovich P. V., Min P. G. Determination of impurities in a niobium-based alloy by ICP-MS. Part II / Trudy VIAM: Élektron. Nauch.-Tekhn. Zh. 2015. N 7. Part 03. DOI: 10.18577/2307-6046-2015-0-7-3-3 [in Russian].
14. Dvoretzskov R. M., Svetlov I. L., Karachevtsev F. N., Zagvozdina T. N. ICP-AES determination of alloying elements in Nb – Si based composites / Zavod. Lab. Diagn. Mater. 2018. Vol. 84. N 1. Part I. P. 14 – 20. DOI: 10.26896/1028-6861-2018-84-1-I-14-20 [in Russian].
15. Kablov E. N. Innovative developments of FSUE “VIAM” SSC RF on the implementation of “Strategic directions for the development of materials and technologies for their processing until 2030” / Aviats. Mater. Tekhnol. 2015. N 1(34). P. 3 – 33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33 [in Russian].