

DOI: 10.26896/1028-6861-2018-84-1-I-14-20

УДК (UDC) 543.42; 669.293

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЛЕГИРУЮЩИХ ЭЛЕМЕНТОВ В КОМПОЗИТАХ НА ОСНОВЕ СИСТЕМЫ Nb – Si МЕТОДОМ АТОМНО-ЭМИССИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ С ИНДУКТИВНО-СВЯЗАННОЙ ПЛАЗМОЙ

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

Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов. Государственный научный центр Российской Федерации; e-mail: admin@viam.ru

Статья поступила 26 мая 2017 г.

Высокотемпературные композиты на основе системы Nb – Si принадлежат к новому поколению жаропрочных конструкционных материалов, используемых для изготовления лопаток газотурбинных двигателей. Для придания необходимых свойств систему Nb-Si легируют Ti, N, Mo, Hf, Cr, Al и другими элементами, содержание которых необходимо контролировать. Описана методика определения легирующих элементов Si, Ti, W, Mo, Hf, Cr, Al в композиционных материалах (КМ) на основе системы Nb – Si методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой с использованием микроволновой пробоподготовки. Выбраны условия растворения проб (смесь $\text{H}_2\text{O} + \text{HF} + \text{HNO}_3$ в объемном отношении 10:2:1, нагревание в автоклаве до 120 °C). Для построения градуировочной зависимости использовали метод добавок. Путем анализа модельных растворов, содержащих аналит и возможные интерференты, выбраны аналитические линии всех определяемых элементов, свободные от значимых спектральных наложений. Диапазон определяемых содержаний предложенной методики составляет (%): Si — 1 – 10; Ti — 1 – 25; W — 1 – 20; Mo — 1 – 10; Hf — 1 – 10; Cr — 1 – 5; Al — 1 – 3. Метрологические характеристики методики были оценены с использованием модельных растворов: показатель повторяемости не превышает 1 % отн., показатель промежуточной прецизионности не превышает 3 % отн.

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

ICP-AES DETERMINATION OF ALLOYING ELEMENTS IN Nb – Si BASED COMPOSITES

© Roman M. Dvoretzky, Igor L. Svetlov, Fedor N. Karachevtsev,
Tat'yana N. Zagvozdina

All-Russian Scientific Research Institute of Aviation Materials, Moscow, Russia; e-mail: admin@viam.ru

Submitted May 26, 2017.

At present, high-temperature composites of the Nb-Si-system are the most promising for use as High-temperature composites of Nb – Si-system are among the most promising materials to be used as heat-resistant structural materials and as an alternative to high-temperature nickel-based alloys that have largely exhausted their ability to increase the operating temperature. The next generation of high-temperature materials for casting blades of gas turbine engines should provide a temperature of about 1350°C or higher which can significantly improve the efficiency of engines and contribute to their environmental performance. Nb – Si composites are obtained by traditional methods of ingot production and powder metallurgy. Statutory regulations impose heavy demands on the chemical composition of aviation materials used for manufacturing heavy-duty parts of gas turbine engines. We present a technique for determination of the alloying elements Si, Ti, W, Mo, Hf, Cr, and Al in advanced high-temperature Nb – Si based composite materials (CM) using inductively coupled plasma-atomic emission spectroscopy (ICP-AES) and microwave sample preparation. Conditions of sample dissolution, method of calibration line construction, and analytical lines free of significant spectral overlapping are specified to determine all the alloying elements of Nb – Si-based composites. To assess the metrological characteristics of the developed technique we used model solutions of Nb – Si composites prepared from state standard reference sample of solutions of ions of the elements. The repeatability of the technique does not exceed 1% rel., the intermediate precision does not exceed 3% rel.

Keywords: determination technique, inductively coupled plasma- atomic emission spectrometry, microwave decomposition, model solutions, niobium, silicon, heat-resistant structural materials.

В настоящее время ниобиевые сплавы с силицидным упрочнением — естественно-композиционные материалы (КМ) на основе системы Nb – Si [1 – 3] являются одними из наиболее перспективных жаропрочных конструкционных материалов, используемых в качестве альтернативы жаропрочным никелевым сплавам, которые уже практически исчерпали свои возможности по увеличению рабочей температуры. Следующее поколение жаропрочных материалов для лопаток газотурбинных двигателей должно обеспечить рабочую температуру ~1350 °С или выше, что существенно повысит эффективность двигателей и будет также способствовать улучшению их экологических показателей.

Такие материалы должны обладать рядом уникальных характеристик: высокое сопротивление термоциклированию и ползучести, высокие показатели вязкости разрушения и термостойкости, жаростойкость, технологичность и т. д. [4 – 6]. Nb – Si-композиты получают методами традиционной металлургии производства слитков и порошковой металлургии. Для придания необходимых свойств систему Nb – Si легируют Ti, W, Mo, Hf, Cr, Al и другими элементами [7 – 9]. Состав КМ системы Nb – Si может включать одновременно до 8 – 10 элементов, содержания которых в материале конкретной марки изменяются в узком диапазоне.

Химический анализ является неотъемлемой и важнейшей информационной составляющей оценки качества материалов [10]. К методам анализа КМ, используемым в авиационной отрасли, предъявляют требования по многоэлементности, точности, чувствительности и широкому диапазону определяемых содержаний [11].

Один из таких универсальных методов — атомно-эмиссионная спектроскопия с индуктивно-связанной плазмой (АЭС ИСП). Преимуществом этого метода является возможность использования одно- и многоэлементных стандартных растворов сравнения на основе чистых элементов для градуировки спектрометра, а также приготовления на их основе аттестованных смесей для контроля правильности результатов анализа. Последнее особенно актуально для таких новых объектов, как КМ на основе системы Nb – Si в связи с отсутствием стандартных образцов.

Одним из основных этапов анализа с применением метода АЭС ИСП является переводение всех искомым элементов в раствор. Для этой цели используют различные способы разложения проб как в открытых системах, так и в замкнутых (например, в автоклавах). Наиболее эффективным способом перевода в раствор трудноскрываемых объектов является микроволновое разложе-

ние. Применение систем разложения с герметично закрытыми автоклавами позволяет повысить скорость растворения проб, сократив при этом количество используемых кислот, а также устранить вероятность потери отдельных элементов при образовании летучих соединений [12 – 14].

Цель данной работы — разработка методики определения Si, Ti, W, Mo, Hf, Cr, Al в КМ на основе Nb – Si методом АЭС ИСП с использованием микроволновой пробоподготовки. Диапазоны содержания элементов в легированном КМ на основе системы Nb – Si составляют (%): Si — 1 – 10; Ti — 1 – 25; W — 1 – 20; Mo — 1 – 10; Hg — 1 – 10; Cr — 1 – 5; Al — 1 – 3.

Растворение навесок КМ массой 200 мг в виде порошка и металлической стружки проводили в системе микроволнового разложения Milestone ETHOS One в тefлоновых автоклавах в смеси H₂O + HF + HNO₃ (в объемном отношении 10:2:1). Содержимое автоклава нагревали до 120 °С в течение 10 мин с дальнейшим удержанием при этой температуре в течение 20 мин и последующим охлаждением до 25 °С. Далее полученные растворы переносили в колбы из полипропилена объемом 100 мл и разбавляли в 20 раз так, чтобы конечные растворы имели концентрацию 100 мг/л. Анализ выполняли с использованием спектрометров Varian 730 ES и Agilent 5100 с аксиальным обзором плазмы при следующих условиях: мощность плазмы — 1,2 кВт, плазмообразующий поток — 12 л/мин, аксиальный поток — 1,0 л/мин, поток распылителя — 0,7 л/мин. Время анализа одной пробы — 1 мин.

Для приготовления градуировочных и модельных растворов использовали государственные стандартные образцы состава растворов ионов Nb, Si, Ti, W, Mo, Hf, Cr, Al. Для обеспечения максимально точного соответствия условий градуировки и определения при построении градуировочных зависимостей использовали метод добавок. Содержание определяемого элемента в добавке, которую вводили непосредственно в анализируемый раствор, составляло 25, 50 и 100 % предполагаемого содержания элемента в пробе. В качестве раствора контрольного опыта использовали кислотный раствор, аналогичный тому, в котором растворяли пробу и разбавленный в 20 раз. Градуировочную функцию представляли в виде графика зависимости аналитического сигнала от концентрации добавки ($y = kx + b$, где x — концентрация, y — интенсивность); полученную зависимость экстраполировали на значение сигнала раствора контрольного опыта и находили содержание определяемого элемента. Таким образом, градуировочный график строили по пяти точкам.

Предварительно аналитические линии определяемых элементов выбирали на основании библиотеки программного обеспечения спектрометров. Однако возможны наложение аналитических линий элементов, присутствующих в растворах проб, и изменение фона в спектре. На предварительно выбранных длинах волн λ_A в растворе контрольного опыта определяли интенсивности сигналов аналитов (А). Затем измеряли интенсивности сигналов на тех же длинах волн в растворах, содержащих только аналит в концентрации, соответствующей минимальной массовой доле из указанного выше диапазона, а также в растворах, содержащих остальные элементы КМ — интерференты (И) — в концентрациях, соответствующих максимальной массовой доле из диапазона определяемых содержаний. Растворы «А» содержали только 1 мг/л аналита, растворы «И» — возможные интерференты в следующих концентрациях (мг/л): Nb — 80; Ti, W — 30; Si, Mo, Hf — 10 и Cr, Al, Fe — 5 (так как возможно попадание в КМ технической примеси железа). Положительное заключение о наличии спектрального наложения делали в случае значительного превышения концентрации аналитов в рас-

творах, содержащих интерференты, по сравнению с пределом обнаружения $C_{\min}$, рассчитанным как утроенное СКО 10 параллельных измерений сигнала раствора контрольного опыта (РКО) (табл. 1).

Для иллюстрации полученных данных на рисунке представлен вид спектров вблизи исследуемых аналитических линий Si, Ti, W, Mo, Hf, Cr и Al.

Выбранные таким образом аналитические линии всех легирующих элементов КМ, свободные от значимых спектральных наложений приведены ниже:

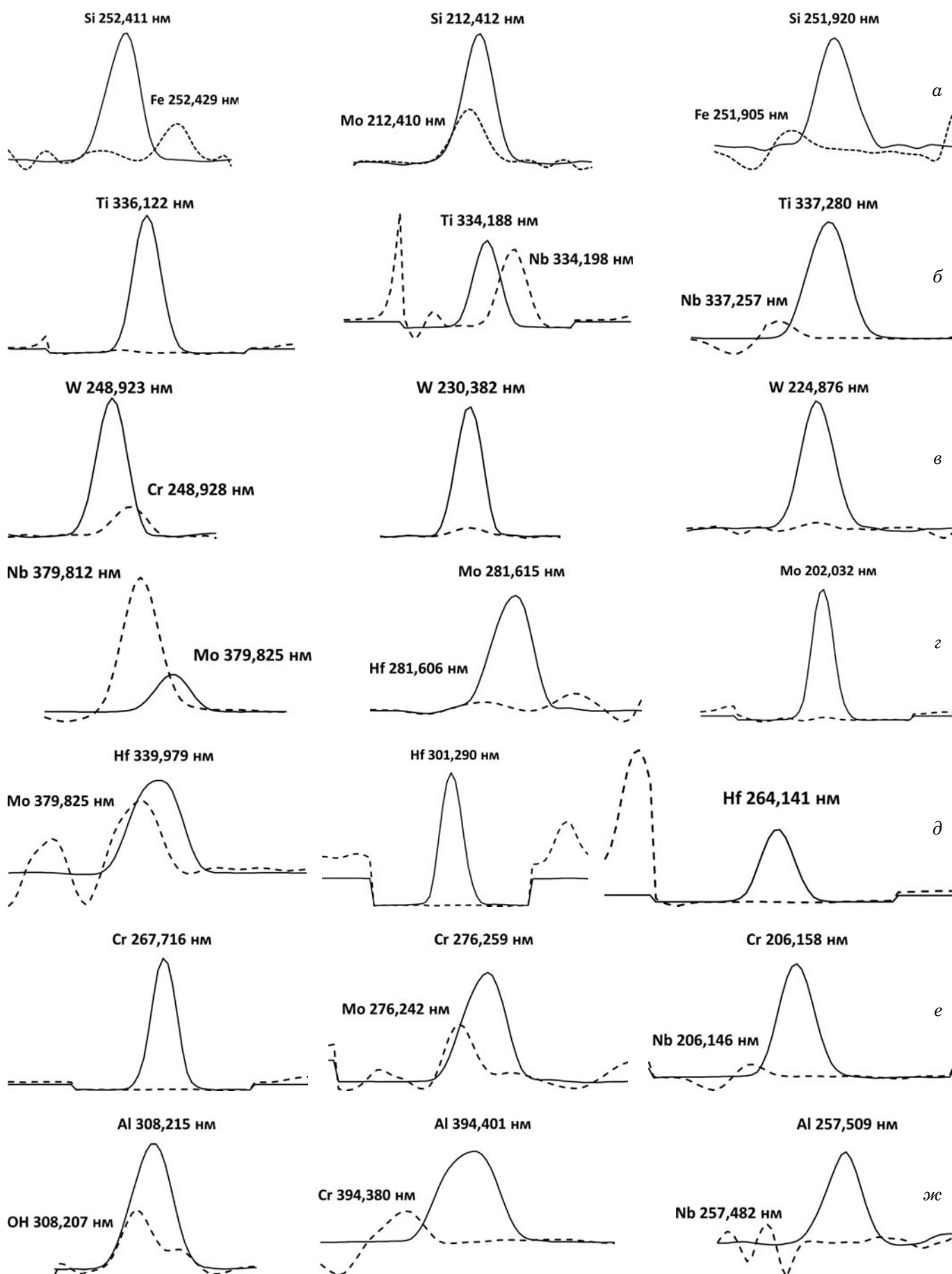
Элемент	Аналитическая линия, нм
Si.	252,411; 251,920
Ti.	336,122; 337,280
W.	230,382; 224,876
Mo	281,615; 202,032
Hf	301,290; 264,141
Cr	267,716; 206,158
Al.	394,401; 257,509

Поскольку стандартные образцы КМ системы Nb – Si отсутствуют, для оценки метрологических характеристик разрабатываемой методики в качестве образцов сравнения (ОС) использовали

Таблица 1. Спектральные наложения потенциальных интерферентов на аналитические линии Si, Ti, W, Mo, Hf, Cr, Al

А	λ_A , нм	И	$\lambda_{И}$, нм	I , имп/с			$C_{\min}$, мг/л	Концентрации аналита в р-ре «И»*, мг/л
				РКО	А	И		
Si	252,411	Fe	252,429	55	966	48	0,014	0,008
Si	212,412	Mo	212,410	68	1096	496	0,018	0,42
Si	251,920	Fe	251,905	31	317	6	0,067	0,089
Ti	336,122	W	336,110	325	85 908	470	0,001	0,002
Ti	334,188	Nb	334,198	204	44 063	13 168	0,001	0,14
Ti	337,280	Nb	337,257	137	35 640	196	0,001	0,002
W	248,923	Cr	248,928	54	48 999	304	0,008	0,11
W	230,382	Fe	230,335	30	22 492	82	0,024	0,039
W	224,876	Cr	224,855	16	7849	23	0,006	0,019
Mo	379,825	Nb	379,812	99	5945	10 855	0,003	1,84
Mo	281,615	Hf	281,606	69	5213	186	0,006	0,020
Mo	202,032	Nb	202,022	109	7076	119	0,003	0,001
Hf	339,979	Nb	339,970	37	8013	4249	0,003	0,53
Hf	301,290	Cr	301,303	8	6458	15	0,007	0,001
Hf	264,141	Cr	264,128	18	7055	9	0,003	0,004
Cr	267,716	W	267,715	41	16 929	54	0,001	0,001
Cr	276,259	Mo	276,242	29	5042	1077	0,005	0,21
Cr	206,158	Nb	206,146	15	1164	14	0,018	0,011
Al	308,215	OH	308,207	771	3298	955	0,003	0,073
Al	394,401	Cr	394,380	95	6254	4	0,006	0,015
Al	257,509	Nb	257,482	30	446	6	0,022	0,056

* Значения, существенно превышающие $C_{\min}$, выделены жирным шрифтом.



Вид эмиссионных спектров вблизи исследуемых аналитических линий Si (а), Ti (б), W (в), Nb (г), Hf (д), Cr (е), Al (ж) (сплошная линия — спектры растворов аналитов А, пунктир — интерферентов И)

Таблица 2. Состав модельных растворов КМ (массовая доля, %)

Nb	Si	Ti	W	Mo	Hf	Cr	Al
Осн.	1,0	1,0	20,0	10,0	1,0	5,0	3,0
Осн.	5,0	10,0	10,0	5,0	5,0	3,0	2,0
Осн.	10,0	25,0	1,0	1,0	10,0	1,0	1,0

Таблица 3. Результаты анализа ОС (массовая доля, %) ($n = 6$; $P = 0,95$)

Опре- ляемый элемент	C_m	Номер серии							
		1		2		3		4	
		$\bar{x}$	СКО	$\bar{x}$	СКО	$\bar{x}$	СКО	$\bar{x}$	СКО
Si	1,0	0,99 ± 0,01	0,003	1,00 ± 0,01	0,01	0,99 ± 0,01	0,02	1,01 ± 0,01	0,01
	5,0	5,10 ± 0,1	0,05	5,02 ± 0,02	0,12	5,06 ± 0,1	0,07	5,07 ± 0,1	0,12
	10,0	10,04 ± 0,04	0,12	10,05 ± 0,1	0,05	9,97 ± 0,03	0,12	10,08 ± 0,1	0,05
W	1,0	1,01 ± 0,01	0,004	1,02 ± 0,02	0,002	1,00 ± 0,003	0,01	1,02 ± 0,02	0,01
	10,0	10,12 ± 0,12	0,01	10,14 ± 0,14	0,03	10,03 ± 0,03	0,22	10,15 ± 0,15	0,24
	20,0	20,11 ± 0,11	0,20	20,12 ± 0,12	0,19	19,92 ± 0,08	0,19	20,10 ± 0,1	0,06
Ti	1,0	1,001 ± 0,01	0,006	1,00 ± 0,001	0,01	1,00 ± 0,002	0,01	1,01 ± 0,01	0,00
	10,0	10,10 ± 0,1	0,08	10,00 ± 0,004	0,08	10,1 ± 0,01	0,05	10,05 ± 0,1	0,06
	25,0	24,69 ± 0,3	0,19	25,01 ± 0,01	0,21	24,97 ± 0,03	0,20	24,87 ± 0,1	0,25
Cr	1,0	1,01 ± 0,01	0,003	1,01 ± 0,01	0,003	1,02 ± 0,02	0,01	1,00 ± 0,00	0,02
	3,0	3,06 ± 0,06	0,03	3,00 ± 0,00	0,01	3,03 ± 0,03	0,02	3,03 ± 0,03	0,01
	5,0	5,03 ± 0,03	0,03	4,99 ± 0,01	0,02	5,00 ± 0,00	0,04	5,01 ± 0,01	0,03

Таблица 4. Результаты оценки метрологических характеристик методики

Элемент	Диапазон определяемых содержаний, %	Показатель повторяемости S_r , % отн., не более	Показатель промежуточной прецизионности $S_{I(TO)}$, % отн., не более
Si	1,0 – 10,0	1	3
Ti	1,0 – 25,0	1	2
W	1,0 – 20,0	1	2
Mo	1,0 – 10,0	1	3
Hf	1,0 – 10,0	1	2
Cr	1,0 – 5,0	1	2
Al	1,0 – 3,0	1	2

модельные растворы КМ системы Nb – Si с общей концентрацией 2 г/л с разными массовыми долями определяемых элементов (C_m), приготовленные из ГСО растворов ионов элементов. Значения C_m выбирали так, чтобы содержание определяемого элемента в ОС охватывало весь диапазон измерений, предусмотренный методикой (табл. 2). Погрешности Δ_{om} опорных значений массовой доли элементов в модельных растворах оценивали путем суммирования допустимых систематических и случайных погрешностей используемых дозаторов, мерных колб и аттестованных значений ГСО ионов элементов в раство-

ре. В данной работе максимальное значение Δ_{om} не превышает 1,4 % отн.

Из полученных растворов (ОС) отбирали четыре серии (p) по шесть аликвотных частей (n) и проводили определение элементов. Результаты, полученные для Si, Ti, W, Cr, приведены в табл. 3.

Для оценки систематической погрешности вычисляли разность между средним значением результатов анализа четырех серий и опорным значением C_m образца сравнения, проверяли значимость вычисленных значений разности по критерию Стьюдента ($P = 0,95$; $f = 3$). Между результатами анализа и опорными значениями отсутствуют значимые расхождения. На основании полученных данных по схеме, изложенной в ГОСТ Р ИСО 5725-2-2002, оценивали показатель повторяемости S_r — среднеквадратическое отклонение (СКО) повторяемости и показатель промежуточной прецизионности $S_{I(TO)}$ — СКО промежуточной прецизионности при изменении факторов времени и оператора (табл. 4).

Сравнение результатов анализа производственных проб модельного КМ на основе системы Nb – Si, растворенных разными операторами в разные дни с использованием разного набора посуды, реактивов из разных партий и проанализи-

Таблица 5. Результаты анализа производственных проб, % масс. ($n = 3$; $P = 0,95$; $t = 4,3$)

Оператор	Шихтовой состав КМ				
	Si 5,5 – 6,5	Ti 15,5 – 16,5	Hf 9,0 – 10,0	Cr 2,5 – 3,5	Al 1,0 – 1,5
Аналитик 1	5,92 ± 0,17	15,77 ± 0,11	9,86 ± 0,15	2,77 ± 0,04	1,09 ± 0,06
Аналитик 2	5,82 ± 0,13	15,70 ± 0,10	9,84 ± 0,12	2,73 ± 0,04	1,11 ± 0,05
Аналитик 3	5,77 ± 0,11	15,63 ± 0,16	9,74 ± 0,12	2,81 ± 0,05	1,17 ± 0,06

рованных с применением спектрометров, приведено в табл. 5.

Из данных, приведенных в табл. 5, видно, что результаты сопоставимы и между собой, и с информацией о шихтовом составе — между ними отсутствуют значимые различия.

Таким образом, выбраны способ и условия пробоподготовки композитных материалов системы Nb – Si, экспериментально подобраны аналитические линии для определения Si, Ti, W, Mo, Hf, Cr, Al. На основании приведенных данных разработана методика определения Si, Ti, W, Mo, Hf, Cr, Al в материалах системы Nb – Si методом АЭС ИСП и оценены ее метрологические характеристики. Показатель повторяемости не превышает 1 % отн., показатель промежуточной прецизионности — 3 % отн.

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

ЛИТЕРАТУРА

1. Светлов И. Л., Абузин Ю. А., Бабич Б. Н. и др. Высоко-температурные ниобиевые композиты, упрочненные силицидами ниобия / Журн. функциональных материалов. 2007. Т. 1. № 2. С. 48 – 52.
2. Оспенникова О. Г., Подъячев В. Н., Столянков Ю. В. Тугоплавкие сплавы для новой техники / Труды ВИАМ: электрон. науч.-техн. журн. 2016. № 10(46). Ст. 05. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 03.04.2017). DOI: 10.18577/2307-6046-2016-0-10-5-5.
3. Гращенков Д. В., Чурсова Л. В. Стратегия и развитие композиционных и функциональных материалов / Авиационные материалы и технологии. 2012. Специальный выпуск. С. 231 – 241.
4. 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.
5. Каблов Е. Н., Фоломейкин Ю. И., Столярова В. Л., Лопатин С. И. Процессы взаимодействия ниобий-кремниевых расплава с огнеупорной керамикой / Журн. общей химии. 2016. Т. 86. № 9. С. 1542 – 1546.
6. Щетанов Б. В., Ефимочкин И. Ю., Паэгле С. В., Карачевцев Ф. Н. Исследование высокотемпературной прочности in-situ-композитов на основе Nb, армированных монокристаллическими волокнами α -Al₂O₃ / Авиационные материалы и технологии. 2016. № 3(42). С. 53 – 59. DOI: 10.18577/2071-9140-2016-0-3-53-59.

7. Светлов И. Л. Высокотемпературные ниобий-кремниевые композиты — замена монокристаллическим никелевым жаропрочным сплавам / Двигатель. 2010. № 5. С. 36.
8. Кузьмина Н. А., Бондаренко Ю. А. Исследование фазового состава и структуры ниобий-кремниевых композитов, полученного методом направленной кристаллизации в жидкометаллическом охладителе / Труды ВИАМ: электрон. науч.-техн. журн. 2016. № 5(41). Ст. 03. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 04.04. 2017). DOI: 10.18577/2307-6046-2016-0-5-3-3.
9. Светлов И. Л., Кузьмина Н. А., Нейман А. В. Микро-структура никелевых Ni/Ni₃Al-NbC и ниобиевых Nb-Nb₅Si₃ эвтектических композитов / Материаловедение. 2015. № 3. С. 50 – 56.
10. Карпов Ю. А., Барановская В. Б. Аналитический контроль — неотъемлемая часть диагностики материалов / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2017. Т. 83. № 1. С. 5 – 12.
11. Карпов Ю. А., Барановская В. Б. Роль и возможности аналитического контроля в металлургии / Цветные металлы. 2016. № 8(884). С. 63 – 67.
12. Елизарова И. Р., Маслובоева С. М. Особенности применения метода масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой для анализа высокочистых прекурсоров на основе пентаоксида ниобия / Вестн. МГТУ им. Н. Э. Баумана. 2013. Т. 16. № 3. С. 550.
13. 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. Ст. 04. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 05.04.2017). DOI: 10.18577/2307-6046-2015-0-6-4-4.
14. 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. Ст. 03. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 05.04.2017). DOI: 10.18577/2307-6046-2015-0-7-3-3.
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. Svetlov I. L., Abuzin Yu. A., Babich B. N., et al. High-temperature niobium composites reinforced with niobium silicides / Zh. Funkts. Mater. 2007. Vol. 1. N 2. P. 48 – 52 [in Russian].
2. Ospennikova O. G., Pod'yachev V. N., Stolyankov Yu. V. Refractory alloys for new technology / Trudy VIAM. Elektron. Nauch.-Tekhn. Zh. 2016. N 10(46). St. 05. URL: <http://www.viam-works.ru> (data obrashcheniya: 03.04.2017). DOI: 10.18577/2307-6046-2016-0-10-5-5 [in Russian].
3. Grashchenkov D. V., Chursova L. V. Strategy and development of composite and functional materials / Aviats. Mater. Tekhnol. 2012. Special issue. P. 231 – 241 [in Russian].
4. Kablov E. N., Svetlov I. L., Efimochkin I. Yu. High-temperature Nb – Si composites / Vestn. MGTU im. N. É. Bauman. Ser. Mashinostr. 2011. N SP2. P. 164 – 173 [in Russian].
5. Kablov E. N., Folomejkin Y. I., Stolyarova V. L., Lopatin S. I. Processes of interaction of niobium-silicon melt with refractory ceramics / Rus. J. General Chem. 2016. Vol. 86. P. 2105 – 2108.

6. **Shchetanov B. V., Efimochkin I. Yu., Paégle S. V., Karachevtsev F. N.** Investigation of the high-temperature strength of in-situ composites based on Nb reinforced with α -Al₂O₃ single-crystal fibers / *Aviats. Mater. Tekhnol.* 2016. N 3(42). P 53 – 59. DOI: 10.18577/2071-9140-2016-0-3-53-59 [in Russian].
7. **Svetlov I. L.** High-temperature niobium-silicon composites — replacement of single-crystal nickel heat-resistant alloys / *Dvigatel'.* 2010. N 5. P. 36 [in Russian].
8. **Kuz'mina N. A., Bondarenko Yu. A.** Investigation of the phase composition and structure of a niobium-silicon composite obtained by directional crystallization in a liquid metal coolant / *Trudy VIAM. Élektron. Nauch.-Tekhn. Zh.* 2016. N 5(41). Art. 03. URL: <http://www.viam-works.ru> (accessed 04.04.2017). DOI: 10.18577/2307-6046-2016-0-5-3-3 [in Russian].
9. **Svetlov I. L., Kuz'mina N. A., Neiman A. V.** Microstructure of nickel Ni/Ni₃Al-NbC and niobium Nb-Nb₅Si₃ eutectic composites / *Materialovedenie.* 2015. N 3. P. 50 – 56 [in Russian].
10. **Karpov Yu. A., Baranovskaya V. B.** Analytical control is an integral part of the diagnostics of materials / *Zavod. Lab. Diagn. Mater.* 2017. Vol. 83. N 1. P. 5 – 12 [in Russian].
11. **Karpov Yu. A., Baranovskaya V. B.** The role and possibilities of analytical control in metallurgy / *Tsvet. Met.* 2016. N 8(884). P. 63 – 67 [in Russian].
12. **Elizarova I. R., Masloboeva S. M.** Peculiarity of the inductively coupled plasma — mass spectrometry application for the analysis of high-purity precursors based on niobium pentoxide / *Vestn. MGTU im. N. É. Bauman.* 2013. Vol. 16. N 3. P. 550 [in Russian].
13. **Alekseev A. V., Yakimovich P. V., Min P. G.** Determination of impurities in a niobium-based alloy by the ICP-MS method. Part I / *Trudy VIAM. Élektron. Nauch.-Tekhn. Zh.* 2015. N 6. Art. 04. URL: <http://www.viam-works.ru> (accessed 05.04.2017). DOI: 10.18577/2307-6046-2015-0-6-4-4 [in Russian].
14. **Alekseev A. V., Yakimovich P. V., Min P. G.** Determination of impurities in a niobium-based alloy by the ICP-MS method. Part II / *Trudy VIAM. Élektron. Nauch.-Tekhn. Zh.* 2015. N 7. Art. 03. URL: <http://www.viam-works.ru> (accessed 05.04.2017). DOI: 10.18577/2307-6046-2015-0-7-3-3 [in Russian].
15. **Kablov E. N.** Innovative developments 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].