

DOI: 10.26896/1028-6861-2018-84-5-14-19

УДК (UDC) 543.054:543.423

АНАЛИЗ КОРРОЗИОННО-СТОЙКИХ ТИТАНОВЫХ СПЛАВОВ, ЛЕГИРОВАННЫХ РУТЕНИЕМ, МЕТОДОМ АТОМНО-ЭМИССИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ С ИНДУКТИВНО-СВЯЗАННОЙ ПЛАЗМОЙ*

© Александр Валерьевич Вячеславов¹, Юлия Юрьевна Малинкина¹,
Виталий Борисович Бичаев¹, Анна Денисовна Титова¹,
Татьяна Николаевна Ермоляева²

¹ НИЦ «Курчатовский институт» — ЦНИИ КМ «Прометей», г. Санкт-Петербург, Россия;
e-mail: avyacheslavov@icloud.com

² Липецкий государственный технический университет, г. Липецк, Россия; e-mail: ermolaeva@stu.lipetsk.ru

Статья поступила 4 декабря 2017 г.

Представлена методика анализа новых коррозионно-стойких титановых сплавов, легированных рутением, методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой (АЭС ИСП), включающая микроволновую подготовку пробы. Обоснованы состав кислотной смеси и температурно-временные параметры пробоподготовки титановых сплавов в условиях микроволнового нагрева в автоклаве, обеспечивающие количественное переведение пробы в удобную аналитическую форму без потерь летучих компонентов для последующего АЭС-ИСП анализа. Найдены оптимальные условия возбуждения аналитического сигнала, выбранны аналитические линии элементов, свободные от спектральных помех. Исследовали образцы опытных плавок промышленных титановых сплавов различных классов, объемно легированные рутением, которые находятся в стадии разработки и в РФ промышленно пока не выпускаются (марки сплавов ПТ-7М+Ru, ПТ-3В+Ru, 5В+Ru, 37+Ru, ВТ-22+Ru). Образцы сплавов содержали следующие легирующие элементы (% масс.): Al (1,8 – 6,3); V (1,0 – 5,5); Mo (0,7 – 5,5); Zr (0,2 – 3,0); Cr (0,5 – 1,5); Fe (0,5 – 1,5); Ru (0,05 – 0,15). Правильность определения легирующих элементов подтверждалась путем анализа стандартных образцов методом варирования навески, а в случае рутения — методом «введено – найдено». Разработанная методика позволяет существенно сократить продолжительность анализа за счет сочетания многоэлементного метода АЭС-ИСП с микроволновой пробоподготовкой, расширить перечень определяемых элементов в титановых сплавах и повысить прецизионность результатов анализа.

Ключевые слова: титановые сплавы; рутений; микроволновая пробоподготовка; АЭС-ИСП.

ANALYSIS OF CORROSION-RESISTANT TITANIUM ALLOYS DOPED WITH RUTHENIUM BY ICP-AES

© Alexander V. Vyacheslavov¹, Yulia Yu. Malinkina¹, Vitaly B. Bichaev¹,
Anna D. Titova¹, Tatyana N. Ermolaeva²

¹ NRC “Kurchatov Institute” — Central Research Institute of Structural Materials “Prometey”, St. Petersburg, Russia,
e-mail: avyacheslavov@icloud.com

² Lipetsk State Technical University, Lipetsk, Russia.

Submitted December 4, 2017.

We present a technique of multi-element analysis of new corrosion-resistant titanium alloys doped with ruthenium using Optima 7300 DV ICP-AES spectrometer (Perkin Elmer Corporation, USA) and microwave system Speedwave FOUR (Berghof Products, Germany). Compositions of the acid mixture as well as the temperature and time parameters of the sample preparation of titanium alloys under microwave heating in an autoclave which ensure a complete quantitative transfer of the sample into a convenient analytical form for subsequent ICP-AES analysis without loss of volatile components are substantiated. Optimal conditions of excitation of the analytical signal of analytes for ICP-spectrometer are specified and analytical lines of the elements free of spectral interference are chosen for deter-

* Работа выполнена при финансовой поддержке Минобрнауки в рамках соглашения № 14.595.21.0004, уникальный идентификатор RFMEFI59517X0004.

mination of all critical components in corrosion-resistant titanium alloys. The studies were carried out using samples of experimental melting of industrial titanium alloys of different classes, which, due to volumetric doping with ruthenium, are under development and are not yet commercially available in Russia (grades of alloys PT-7M+Ru, PT-3B+Ru, 5B+Ru, 37+Ru, BT-22+Ru). The samples contained the following alloying elements (% wt.): Al (1.8 – 6.3); V (1.0 – 5.5); Mo (0.7 – 5.5); Zr (0.2 – 3.0); Cr (0.5 – 1.5); Fe (0.5 – 1.5); Ru (0.05 – 0.15). The correctness of the alloying element determination is confirmed by analysis of standard samples using the method of sample variation and spike test for ruthenium determination. The developed technique significantly shortens the duration of the analysis due to combination of the multi-element method of ICP-AES with microwave sample preparation, expands the list of detectable elements in titanium alloys, and increases the accuracy of Al, Si, V, Cr, Fe, Ni, Cu, Zr, Nb, Mo and Ru determination in titanium alloys in critical(rated) ranges of concentrations.

Keywords: titanium alloys; ruthenium; microwave sample preparation; ICP-AES.

Титановые сплавы, характеризующиеся высокой прочностью и коррозионной стойкостью, находят применение в авиации, ракетной технике, химическом машиностроении, нефтехимии, судостроении, энергомашиностроении и во многих других отраслях [1]. Несмотря на значительную устойчивость титановых сплавов в природных и большинстве промышленных сред, новые области применения, в частности, изготовление оборудования для добычи нефти и газа на морском шельфе, теплообменного оборудования энергетических установок, в том числе атомных, для химического машиностроения предъявляют еще более высокие требования к коррозионной стойкости.

Наиболее эффективным способом повышения устойчивости к коррозии титана и его сплавов является перевод металла в устойчивое пассивное состояние за счет специального легирования. Возможны два типа легирования, которые улучшают пассивационные способности сплавов титана: металлами, влияющими преимущественно на анодную устойчивость (Ni, Mo, Nb, Cu, Ta и др.), и металлами, облегчающими протекание катодных процессов — малыми добавками (до 0,05 – 0,15 % масс.) с высоким перенапряжением выделения водорода (палладий, рутений, платина и др.) [2]. К сожалению, при производстве титановых сплавов в РФ большее распространение получил только первый тип легирования. В то же время практикуемое за рубежом легирование титановых сплавов рутением способствует значительному повышению коррозионной стойкости, что обеспечивает применение таких материалов в агрессивных средах с высоким солевым фоном при температуре выше 200 °C. Отечественная промышленность не производит такие сплавы, однако исследования по созданию легированных рутением титановых сплавов проводятся, о чем свидетельствуют патенты РФ [3].

В настоящее время для аналитического контроля промышленно выпускаемых титановых сплавов рекомендованы трудоемкие и длительные одноэлементные методы титриметрии, спектрофотометрии, потенциометрии или атомно-аб-

сорбционной спектрометрии (ГОСТ 19863.1 – ГОСТ 19863.15–91), а также фотографический и фотоэлектрический эмиссионные спектральные методы анализа (ГОСТ 23902) как твердых образцов, так и растворов проб после кислотного растворения. Однако указанный ГОСТ ориентирован на использование устаревшего оборудования (квантометров ДФС-36, ДФС-51, МФС-8 и т.д.) и описывает определение ограниченного перечня элементов в концентрационном диапазоне, который в полной мере не охватывает новые материалы. Кроме того, прямой анализ требует наличия набора стандартных образцов (СО) состава для каждого типа анализируемого материала.

Международные стандарты для анализа титановых сплавов рекомендуют более современные инструментальные методы атомно-эмиссионного [4] или рентгенофлуоресцентного анализа [5], в том числе, метод атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой (АЭС-ИСП), включающий градуировку спектрометра по водным стандартным растворам, соответствующим составу анализируемых проб. Такой подход был успешно продемонстрирован при анализе жаропрочных никелевых сплавов авиационного назначения, легированных рутением [6, 7], а также при определении ряда элементов в титановых сплавах [8]. В описанных методиках титановые сплавы рекомендуется переводить в раствор при нагревании в открытых системах с применением смеси кислот (HCl, H₂SO₄, HF, HNO₃, HClO₄ [9]; HF + HNO₃ или HCl + HF + HNO₃ в различных объемных отношениях [4]), что занимает продолжительное время и может быть причиной потери рутения в виде летучих соединений.

Наиболее перспективным способом пробоподготовки является деструкция проб в автоклавах с использованием смеси кислот в условиях микроволнового нагрева [10].

Цель настоящей работы — разработка методики АЭС-ИСП-анализа новых коррозионностойких титановых сплавов, включающая микроволновую пробоподготовку.

В качестве объектов исследования выбраны образцы опытных плавок широко известных промышленных титановых сплавов различных классов (α , β , псевдо- α и псевдо- β), объемно легированные рутением [3, 11], которые находятся в стадии разработки и промышленно в РФ пока не выпускаются (маки сплавов ПТ-7М+Ru, ПТ-3В+Ru, 5В+Ru, 37+Ru, ВТ-22+Ru). Данные сплавы содержат следующие легирующие элементы (% масс.): Al (1,8 – 6,3); V (1,0 – 5,5); Mo (0,7 – 5,5); Zr (0,2 – 3,0); Cr (0,5 – 1,5); Fe (0,5 – 1,5); Ru (0,05 – 0,15).

В работе использовали следующие реагенты: хлороводородную, фтороводородную, азотную кислоты (осч) без дополнительной очистки, пероксид натрия (хч), рутений металлический марки Ру А-1 (ГОСТ 12343), раствор ионов кремния (ГСО 9729–2010), титан, алюминий, ванадий, хром, железо, никель, медь, цирконий, ниобий, молибден металлические (>99,95 % масс.).

Учитывая химический состав исследуемых материалов, для растворения основы пробы и легирующих металлов (Al, Ti, V, Cr, Fe, Mo и Zr) в качестве основного компонента реакционной смеси [9] использовали концентрированную HCl. Добавление концентрированной HNO₃ по окончании нагрева способствует окислению компонентов и позволяет визуально контролировать полноту растворения пробы, так как титан растворяется в горячей HCl с образованием соединений Ti (III), которые имеют фиолетовую окраску, а при введении HNO₃ или другого окислителя переходят в соединения Ti (IV), имеющие желтую окраску. При наличии в пробах ниobia в реакционную смесь добавляли HF. Особое внимание уделяли составу и последовательности введения компонентов кислотной смеси, а также температурно-временному режиму пробоподготовки, поскольку при многоэлементном анализе необходимо переведение в удобную аналитическую форму всех определяемых компонентов пробы.

Пробоподготовку осуществляли с применением микроволновой системы Speedwave FOUR (Berghof Products, Германия) с автоклавами типа

DAP-60 из фторопласта TFM с внутренним объемом 100 мл и рабочим давлением до 60 атм. Температуру растворения (в диапазоне 50 – 220 °C) контролировали с помощью бесконтактного ИК-датчика.

Соотношение компонентов реакционной смеси, обеспечивающей полное растворение всех исследуемых проб коррозионно-стойких титановых сплавов, выбирали экспериментально при непрерывном нагреве до температур 140, 170 и 220 °C, полноту разложения контролировали визуально. Количественное переведение в раствор образцов сплавов всех типов наблюдалось при увеличении объема HCl до 10 мл и HF до 0,1 мл при нагреве до 220 °C.

Навеску пробы (0,1000 г) помещали во фторопластовый автоклав, добавляли 10 мл концентрированной HCl ($\rho = 1,19$ г/мл), при наличии в пробе Nb добавляли 0,1 мл HF ($\rho = 1,15$ г/мл), затем герметизировали автоклав предохранительной крышкой, помещали в микроволновую систему и подвергали нагреву. После охлаждения до комнатной температуры добавляли 1 мл раствора HNO₃ ($\rho = 1,41$ г/мл) и тщательно перемешивали. Полученный раствор переносили в мерную колбу вместимостью 100 мл и доводили объем раствора до метки дистиллированной водой. Полученный раствор устойчив в течение не менее 3 месяцев.

Использование HCl при разложении проб без применения окислителя позволило избежать бурного газообразования в автоклавах, вследствие чего стало возможным полное вскрытие образцов всех типов исследованных титановых сплавов при нагреве до температуры 220 °C со скоростью 11 °C/мин и терmostатировании в течение 15 мин. Для сокращения времени пробоподготовки предложено использовать трехступенчатый нагрев реакционной смеси до 220 °C с промежуточными стадиями стабилизации температуры в течение 3 мин (табл. 1). Общее время разложения проб составляет 30 мин.

Перечень определяемых элементов (Al, Si, V, Cr, Fe, Ni, Cu, Zr, Nb, Mo и Ru) обусловлен требованиями нормативной документации на титановые сплавы [12]. Для анализа титановых сплавов использовали ИСП-спектрометр «Optima 7300 DV» (PerkinElmer, США) с аксиальным наблюдением плазмы. Критериями выбора аналитических линий служили интенсивность аналитического сигнала и отсутствие спектральных помех, которые выявляли в результате анализа модельных водных растворов, содержащих анализ в минимальной концентрации, а матричные и легирующие компоненты — в максимальной. Аналитические линии выбирали на основе литературных данных [4, 13 и 14] и базы данных про-

Таблица 1. Условия микроволновой подготовки пробы

Параметр	Этап растворения		
	1	2	3
Температура, °C	140	170	220
Давление, атм	50	50	50
Мощность, %	80	80	90
Время нагрева до заданной температуры, мин	3	3	3
Время терmostатирования, мин	3	3	15

Таблица 2. Условия определения Al, Si, V, Cr, Fe, Ni, Cu, Zr, Nb, Mo и Ru методом АЭС-ИСП

Определяемый элемент	Аналитическая линия, нм	Возможные спектральные помехи, нм	Угловой коэффициент уравнения регрессии $I = bC + a$	Коэффициент корреляции, r	Диапазон градуировки, % масс.
Фактор разбавления 1:10 000					
Al	394,401	—	2599	0,999	1,0 – 10,0
V	359,202	—	3298	0,999	0,5 – 6,0
Mo	202,030	—	6289	0,999	0,3 – 6,0
Zr	343,823	—	40 050	0,999	0,1 – 5,0
Фактор разбавления 1:1000					
Cr	284,325	Zr 284,351	37 820	0,999	0,05 – 2,0
Si	288,158	—	20 400	0,993	0,01 – 0,5
Fe	259,939	—	66 570	0,999	0,01 – 2,0
Cu	327,393	—	108 000	0,999	0,01 – 1,0
Ni	231,604	—	24 390	0,999	0,01 – 1,0
Nb	269,706	—	11 970	0,999	0,1 – 5,0
Ru	240,272	Fe 240,260	2223	0,999	0,01 – 0,50

Таблица 3. Результаты анализа СО сплавов на основе титана ($n = 5; P = 0,95, t_{\text{табл}} = 2,78$)

Определяемый элемент	Объект анализа	СО	Содержание, $\bar{X} \pm \Delta$, % масс.		s_r	$t_{\text{эксп}}$
			Аттестованное	Найденное		
Al	ПТ-7М	783	1,81 ± 0,03	1,78 ± 0,06	0,01	1,18
	ПТ-3В	36	4,32 ± 0,08	4,45 ± 0,06	0,01	2,75
	5В	55	5,12 ± 0,07	5,12 ± 0,12	0,01	0,07
	Сп. 37	957	4,90 ± 0,06	4,99 ± 0,05	0,01	2,47
	BT-22	BT-22	4,79 ± 0,03	4,80 ± 0,05	0,01	0,48
V	ПТ-7М	783	0,93 ± 0,02	0,95 ± 0,02	0,01	1,56
	ПТ-3В	36	1,68 ± 0,02	1,71 ± 0,02	0,01	1,89
	5В	55	1,42 ± 0,02	1,42 ± 0,07	0,04	0,07
	BT-22	BT-22	4,77 ± 0,02	4,79 ± 0,18	0,03	0,37
Mo	5В	55	1,01 ± 0,03	0,98 ± 0,04	0,04	0,48
	Сп. 37	957	1,69 ± 0,03	1,67 ± 0,03	0,02	0,15
	BT-22	BT-22	4,76 ± 0,02	4,77 ± 0,03	0,01	0,73
Zr	ПТ-7М	783	3,41 ± 0,04	3,42 ± 0,06	0,01	0,48
Cr	ПТ-7М	783	0,062 ± 0,003	0,061 ± 0,002	0,03	0,62
	ПТ-3В	36	0,091 ± 0,004	0,089 ± 0,003	0,02	0,96
	BT-22	BT-22	0,98 ± 0,01	0,96 ± 0,04	0,03	1,12
Si	ПТ-7М	783	0,095 ± 0,006	0,098 ± 0,002	0,02	0,84
	ПТ-3В	36	0,062 ± 0,004	0,064 ± 0,001	0,01	0,69
	5В	55	0,042 ± 0,002	0,041 ± 0,002	0,04	1,02
	Сп. 37	957	0,23 ± 0,01	0,22 ± 0,01	0,05	1,72
	BT-22	BT-22	0,074 ± 0,003	0,074 ± 0,002	0,02	0,21
Fe	ПТ-7М	783	0,169 ± 0,006	0,160 ± 0,004	0,02	1,64
	ПТ-3В	36	0,222 ± 0,007	0,212 ± 0,006	0,02	2,06
	5В	55	0,193 ± 0,009	0,184 ± 0,005	0,02	1,60
	Сп. 37	957	0,25 ± 0,01	0,25 ± 0,01	0,04	0,52
	BT-22	BT-22	1,06 ± 0,02	1,09 ± 0,03	0,02	1,98
Cu	ПТ-7М	783	0,076 ± 0,003	0,078 ± 0,002	0,02	0,87
	ПТ-3В	36	0,075 ± 0,004	0,075 ± 0,002	0,03	0,16
Ni	ПТ-3В	36	0,083 ± 0,004	0,077 ± 0,003	0,03	2,46
Nb	Сп. 37	957	0,81 ± 0,03	0,75 ± 0,05	0,05	2,52

граммного обеспечения спектрометра (табл. 2). Обработку спектров, градуировку и учет фона осуществляли с применением программного пакета WinLab32.

Оптимальные условия атомизации, ионизации и измерения аналитических сигналов определяли с учетом оценки устойчивости состояния плазмы по отношению интенсивностей ионной и атомной линий магния Mg II 280,270 нм и Mg I 285,213 нм [15] при варьировании мощности, подводимой к плазме, от 800 до 1500 Вт и потока аргона, распыляющего пробу, от 0,25 до 1,0 л/мин. Устойчивое состояние плазмы при отношении линий магния >10 (минимально влияние неспектральных помех) было достигнуто в следующих условиях работы спектрометра: частота плазменного генератора — 40,68 МГц; мощность плазмы — 1250 Вт; плазмообразующий поток аргона — 15 л/мин; вспомогательный поток аргона — 0,2 л/мин; распыляющий поток аргона — 0,55 л/мин; скорость расхода раствора пробы — 1,5 мл/мин; наблюдение плазмы — аксиальное; разрешение спектрометра — высокое; время интеграции сигнала — авторежим (от 0,01 до 20 с); количество повторений считывания — 3; метод определения интенсивности спектральной линии — площадь пика по трем точкам. Распылительная камера типа Скотта с поперечнопотоковым распылителем типа GemTips™ изготовлена из полимерного материала, устойчивого к воздействию HF.

Для построения градуировочных характеристик измеряли интенсивности аналитических линий определяемых элементов в 4–5 стандартных растворах, содержащих Al, Si, V, Cr, Fe, Ni,

Cu, Zr, Nb, Mo и Ru и приготовленных из одноэлементных растворов с концентрацией 1000 мкг/мл, для рутения — 250 мкг/мл, которые получали путем растворения навесок чистых металлов в кислотах и фторосиликата натрия в дегидратированной воде. Кроме того, стандартные растворы в качестве фона содержали титан в концентрации 800 мкг/мл и кислоты, используемые для растворения проб.

Стандартный раствор рутения с концентрацией 250 мкг/мл готовили сплавлением точной навески 0,0500 г порошка металлического рутения с 4–5 г Na₂O₂ в корундовом тигле при 800 °C в течение 30 мин. Полученный плав выщелачивали 50 мл HCl (1:1) при слабом нагревании с последующим кипячением раствора для удаления избытка Na₂O₂. Раствор переносили в мерную колбу вместимостью 200 мл и доводили его объем до метки HCl (1:1).

Экспериментально установлено, что при определении Al, V, Zr и Mo зависимость аналитического сигнала от концентрации становится линейной при разбавлении 1:10 000 ($r > 0,999$), а для Si, Cr, Fe, Ni, Cu, Nb и Ru — при разбавлении 1:1000 ($r > 0,999$) (см. табл. 2). Статистическими методами подтверждена незначимость параметра a в уравнениях градуировочных характеристик для определения всех указанных элементов.

Правильность определения нормируемых элементов устанавливали при анализе CO титановых сплавов (табл. 3), а рутения — методом «введено – найдено» (табл. 4), а также путем варьирования навески при анализе сплавов, легированных рутением. За опорное значение массовой доли рутения принимали расчетное значе-

Таблица 4. Результаты оценки правильности определения рутения в титановых сплавах ($n = 3$; $P = 0,95$, $t_{\text{табл}} = 4,30$)

Объект анализа	CO	Введено, $\bar{X} \pm \Delta$, % масс.	Найдено, $\bar{X} \pm \Delta$, % масс.	s_r	$t_{\text{ЭКС}}$
ПТ-7М	783	0,20	0,19 ± 0,02	0,03	2,74
5В	55	0,100	0,099 ± 0,008	0,03	0,72
Сп. 37	957	0,150	0,147 ± 0,004	0,01	3,00
ПТ-3В	36	0,050	0,051 ± 0,004	0,03	0,76
ВТ-22	ВТ-22	0,100	0,100 ± 0,004	0,02	0,38

Таблица 5. Результаты определения рутения в сплавах на основе титана, легированных рутением (опытная плавка) ($n = 5$; $P = 0,95$, $t_{\text{табл}} = 2,78$)

Объект анализа	Шихта, $\bar{X} \pm \Delta$, % масс.	Найдено, $\bar{X} \pm \Delta$, % масс.	s_r	$t_{\text{ЭКС}}$
ПТ-3В	0,050	0,057 ± 0,002	0,02	1,67
	0,100	0,105 ± 0,003	0,03	0,92
ПТ-7М	0,150	0,151 ± 0,005	0,02	0,10
Сп. 37	0,150	0,148 ± 0,003	0,01	0,16
5В	0,150	0,146 ± 0,004	0,02	0,36
ВТ-22	0,150	0,164 ± 0,003	0,01	1,19

ние при выплавке (табл. 5). Сопоставление расчетных значений критерия Стьюдента $t_{\text{эксп}}$ с $t_{\text{табл}}$ указывает на отсутствие систематической погрешности.

Таким образом, разработанная методика многоэлементного АЭС-ИСП анализа титановых сплавов характеризуется высокой прецизионностью как при определении нормируемых элементов в производственных образцах, так и при определении рутения в сплавах, объемно легированных рутением (см. табл. 5); позволяет существенно сократить продолжительность анализа за счет сочетания многоэлементного метода АЭС-ИСП с микроволновой пробоподготовкой, расширить перечень определяемых элементов по сравнению с известными методиками. Поэтому разработанная методика может быть рекомендована для определения Al, Si, V, Cr, Fe, Ni, Cu, Zr, Nb, Mo, а также Ru в титановых сплавах в нормируемых диапазонах концентраций.

Исследования выполнены с использованием оборудования Центра коллективного пользования научным оборудованием «Состав, структура и свойства конструкционных и функциональных материалов» НИЦ «Курчатовский институт» — ЦНИИ КМ «Прометей».

ЛИТЕРАТУРА

1. Ильин А. А., Колачев Б. А., Полькин И. С. Титановые сплавы. Состав, структура, свойства: справ. — М.: ВИЛС – МАТИ, 2009. С. 17.
2. Горынин И. В., Ушков С. С., Хатунцев А. Н. и др. Титановые сплавы для морской техники — СПб.: Политехника, 2007. С. 93.
3. Пат. 2426808 Российская Федерация, МПК C 22 C14/00. Сплав на основе титана / Кудрявцев А. С., Чудаков Е. В., Щербинин В. Ф. и др.; ФГУП «ЦНИИ КМ «Прометей». — № 2010117136/02; заявл. 29.04.2010; опубл. 20.08.2011. Бюл. № 23.
4. ASTM E2371-13. Standard Test Method for Analysis of Titanium and Titanium Alloys by Direct Current Plasma and Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry (Performance-Based Test Methodology) / ASTM International publ. 2013. P. 13. DOI: 10.1520/E2371-13.
5. ASTM E539-11. Standard Test Method for Analysis of Titanium Alloys by X-Ray Fluorescence Spectrometry / ASTM International publ. 2011. P. 10. DOI: 10.1520/E539-11.
6. Титов В. И., Гундобин Н. В., Котиков В. Н. Определение рутения в жаропрочных никелевых сплавах методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой / Журн. прикл. спектроскопии. 2013. Т 80. № 4. С. 489 – 493.
7. Каблов Е. Н., Карпов Ю. А., Титов В. И. и др. Определение рения и рутения в наноструктурированных жаропрочных никелевых сплавах для авиационно-космической техники / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2014. Т. 80. № 1. С. 6 – 12.
8. Inamoto I. The Progress of Analysis Technologies for Titanium / Nippon Steel Technical Report. 2002. N 85. P. 149 – 156.
9. Мосичев В. И., Калинкин И. П., Николаев Г. И. Анализический контроль состава материалов черной и цветной металлургии: справ. В 4 кн. Кн. 3. Металлы и сплавы. Анализ и исследование / Отв. ред. В. И. Мосичев. — СПб.: НПО «Профессионал», 2007. — 1092 с.
10. Кубракова И. В. Микроволновое излучение в аналитической химии: возможности и перспективы использования / Успехи химии. 2002. Т. 71. № 4. С. 327 – 340.
11. Пат. 2439183 Российской Федерации, МПК С 22 C14/00. Сплав на основе титана / Леонов В. П., Кудрявцев А. С., Чудаков Е. В. и др.; ФГУП «ЦНИИ КМ «Прометей». — № 2010113612/02; заявл. 07.04.2010; опубл. 10.01.2012. Бюл. № 1.
12. ГОСТ 19807. Титан и сплавы титановые деформируемые. Марки. — М.: Изд. стандартов, 1992. — 3 с.
13. Sansonetti J. E., Martin W. C. Handbook of Basic Atomic Spectroscopic Data / J. Phys. Chem. Ref. Data. 2005. Vol. 34. N 4. P. 1559 – 2259.
14. Зайдель А. Н., Прокофьев В. К., Райский С. М. и др. Таблицы спектральных линий: справ. — М.: Наука, 1977. С. 649 – 656.
15. Mermet J. M. Use of magnesium as a test element for inductively coupled plasma atomic emission spectrometry diagnostics / Anal. Chim. Acta. 1991. Vol. 250. P. 85 – 94.

REFERENCES

1. Il'in A. A., Kolachev B. A., Pol'kin I. S. Titanium alloys. Composition, structure, properties. Directory. — Moscow: VILS – MATI, 2009. — 520 p. [in Russian].
2. Gorynin I. V., Ushkov S. S., Khatuntsev A. N., et al. Titanium alloys for marine engineering. — St. Petersburg: Politekhnika, 2007. — 387 p. [in Russian].
3. RF Pat. N 2426808, Kudriavtsev A. S., et al. Alloy on the basis of titanium / Byull. Otkryt. Izobret. 2011. N 23 [in Russian].
4. ASTM E2371-13. Standard Test Method for Analysis of Titanium and Titanium Alloys by Direct Current Plasma and Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry (Performance-Based Test Methodology) / ASTM International publ. 2013. P. 13. DOI: 10.1520/E2371-13.
5. ASTM E539-11. Standard Test Method for Analysis of Titanium Alloys by X-Ray Fluorescence Spectrometry / ASTM International publ. 2011. P. 10. DOI: 10.1520/E539-11.
6. Titov V. I., Goundobin N. V., Kotikov V. N. Determination of Ruthenium in Heat-Resistant Nickel Alloys by Atomic Emission Spectrometry with Inductively Coupled Plasma / J. Applied Spectrosc. 2013. Vol. 80. N 4. P. 477 – 481.
7. Kablov E. N., Karpov Yu. A., Titov V. I., et al. Rhenium and Ruthenium Determination in Nanostructured High-Temperature Alloys for Aerospace Engineering / Inorg. Mater. 2015. Vol. 51. N 14. P. 1363 – 1369.
8. Inamoto I. The Progress of Analysis Technologies for Titanium / Nippon Steel Technical Report. 2002. N 85. P. 149 – 156.
9. Mosichev V. I., Kalinkin I. P., Nikolaev G. I. Analytical control of the composition of materials of ferrous and nonferrous metallurgy. Vol. 3. Metals and alloys. Analysis and research. — St. Petersburg: NPO “Professional”, 2007. — 1092 p. [in Russian].
10. Kubrakova I. V. Microwave radiation in analytical chemistry: the scope and prospects for application / Russ. Chem. Rev. 2002. Vol. 71. N 4. P. 283 – 294.
11. RF Pat. N 2439183, Leonov V. P. et al. Alloy on the basis of titanium / Byull. Otkryt. Izobret. 2012. N 1 [in Russian].
12. RF State Standard GOST 19807-91. Wrought titanium and titanium alloys. Grades. — Moscow: Standartinform, 1992. — 3 p. [in Russian].
13. Sansonetti J. E., Martin W. C. Handbook of Basic Atomic Spectroscopic Data / J. Phys. Chem. Ref. Data. 2005. Vol. 34. N 4. P. 1559 – 2259.
14. Zaidel' A. N., Prokof'ev V. K., Raiskii S. M., et al. Tables of spectral lines. — Moscow: Nauka, 1977. P. 649 – 656 [in Russian].
15. Mermet J. M. Use of magnesium as a test element for inductively coupled plasma atomic emission spectrometry diagnostics / Anal. Chim. Acta. 1991. Vol. 250. P. 85 – 94.