

П  
3-13

ISSN 1028-6861

ЗАВОДСКАЯ  
ЛАБОРАТОРИЯ  
ДИАГНОСТИКА МАТЕРИАЛОВ

9

2014

ЕНТЯБРЬ

№ 9 ТОМ 80  
2014

Основан в январе 1932 г., Москва  
Учредитель: ООО Издательство "ТЕСТ-ЗЛ"

# ЗАВОДСКАЯ ЛАБОРАТОРИЯ

## ДИАГНОСТИКА МАТЕРИАЛОВ

ЕЖЕМЕСЯЧНЫЙ НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ЖУРНАЛ ПО АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ, ФИЗИЧЕСКИМ,  
МАТЕМАТИЧЕСКИМ И МЕХАНИЧЕСКИМ МЕТОДАМ ИССЛЕДОВАНИЯ, А ТАКЖЕ СЕРТИФИКАЦИИ МАТЕРИАЛОВ

### СОДЕРЖАНИЕ

#### АНАЛИЗ ВЕЩЕСТВА

Колпакова Н. А. Определение платиновых металлов в минеральном сырье методом инверсионной вольтамперометрии (обзор) . . . . .	5
Хвостиков В. А., Карапашев В. К., Бурмий Ж. П. Анализ образцов а-оксида алюминия методом масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой и лазерной аблацией . . . . .	14
Дальнова О. А., Дмитриева А. П., Карпов Ю. А. Определение сурьмы и висмута в техногенном сырье . . . . .	19
Кедик С. А., Шаталов Д. О., Бексаев С. Г., Седишев И. П., Жаворонок Е. С., Суслов В. В., Панов А. В., Нгуен Тхи Тхань Там. Разработка и валидация метода контроля мономерной примеси гексаметиллендиамина в разветвленном гидрохлориде олиготексаметилленгуанидина . . . . .	22
Бабичева Е. А., Браккер Е. П., Кофанова Т. А., Чернова С. А. Определение тантала в сплавах на никелевой основе методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой . . . . .	26

#### ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ

##### ФИЗИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ И КОНТРОЛЯ

Крылов В. П. Моделирование актуальных радиофизических задач прохождения волны через диэлектрический слой . . . . .	28
Перминов А. С., Савченко Е. С., Рябова Ю. А., Савченко А. Г., Менщиков В. П. Определение параметров температурной стабильности магнитных свойств сплавов для постоянных магнитов . . . . .	33
Артамонов Е. В., Василега Д. С., Тверяков А. М. Определение температуры максимальной работоспособности твердосплавных режущих пластин на основе электрической проводимости . . . . .	36
Фокина Е. Л., Клёнова К. А. Практические методы определения параметров дисперсности порошков оксидных материалов . . . . .	39
Головкин Б. Г. Гравиметрический метод оценки изменения массы реакционной смеси Обмен опытом . . . . .	43
Трубачев А. В., Трубачева Л. В. Методика локального электрохимического определения толщины молибденовых покрытий с применением минерально-органических электролитов . . . . .	45
Машкинов Л. Б. Конструктивные особенности быстродействующего диатермического калориметра сжигания (БКС) . . . . .	48

##### МЕХАНИКА МАТЕРИАЛОВ: ПРОЧНОСТЬ, РЕСУРС, БЕЗОПАСНОСТЬ

Ковшова Ю. С., Кузеев И. Р., Наумкин Е. А., Махутов Н. А., Гаденин М. М. Влияние квазистатических режимов нагружения на прочность сосудов, работающих под давлением . . . . .	50
Улыбышев К. Е., Зборовский В. Г., Кожакин А. Н., Лиханский В. В., Сорокин А. А., Солдаткин Д. М., Хорошилов А. В. Определение трещиностойкости таблетки ядерного топлива во внереакторных испытаниях с помощью неравномерного радиального нагрева . . . . .	55
Загидулин Т. Р. Применение индикатора механического напряжения металла ИН-01 при технической диагностике и экспертизе элементов металлоконструкций . . . . .	62
Иванов В. А., Ефимов В. М., Петров З. Е., Левин А. И. Система автоматизации натурных испытаний труб и сосудов высокого давления . . . . .	67
Глинэр Р. Е., Катюхин Е. Б. Исследование деформационного упрочнения металла лабораторной прокаткой плоских образцов . . . . .	71

#### ЮБИЛЕИ

В. Т. Бублик (к 80-летию со дня рождения) . . . . .

ЗАВОДСКАЯ®  
ЛАБОРАТОРИЯ  
ДИАГНОСТИКА МАТЕРИАЛОВ

Логотип "Заводская лаборатория. Диагностика материалов" является зарегистрированной торговой маркой ООО "ТЕСТ-ЗЛ". Все права охраняются законом.

## CONTENTS

### ANALYSIS OF MATERIALS

**Kolpakova N. A.** Stripping Voltammetry in Determination of Platinum Group Metals in Mineral Raw Materials (review) . . . . .

5

**Khvostikov V. A., Karandashev V. K., Burmii Zh. P.** Analysis of  $\alpha$ -Alumina Samples Using Mass Spectrometry with Inductively Coupled Plasma and Laser Ablation . . . . .

14

**Dal'nova O. A., Dmitrieva A. P., Karpov Yu. A.** Determination of Antimony and Bismuth in the Technogenic Raw Materials . . . . .

19

**Kedik S. A., Shatalov D. O., Beksaev S. G., Sedishev I. P., Zhavoronok E. S., Suslov V. V., Panov A. V., Nguen Thi Than Tam.** Development and Validation of Hexamethylenediamine Monomer Impurity Monitoring in Branched Oligohexamethyleneguanidine Hydrochloride (OHMG-HC) . . . . .

22

**Babicheva E. A., Brakker E. P., Kofanova T. A., Chernova S. A.** Determination of Tantalum in Nickel-Based Alloys by Atomic Emission Spectrometry with Inductively Coupled Plasma . . . . .

26

### TESTING OF STRUCTURE AND PARAMETERS

#### PHYSICAL METHODS OF TESTING AND QUALITY CONTROL

**Krylov V. P.** Simulation of Topical Radio Physical Problems of Wave Propagation Through a Dielectric Layer . . . . .

28

**Perminov A. S., Savchenko E. S., Ryabova J. A., Savchenko A. G., Menushenkov V. P.** Determination of the Parameters of the Thermal Stability of the Magnetic Properties of the Alloys Used for Permanent Magnets . . . . .

33

**Artamonov E. V., Vasilega D. S., Tveryakov A. M.** Determination of the Maximum Performance Temperature of Cemented Metal Carbide Tips Proceeding from Electrical Conductivity . . . . .

36

**Fokina E. L., Klenova K. A.** Practical Methods for Determining Parameters of the Range of Particle Dimensions in powders of Oxide Materials . . . . .

39

**Golovkin B. G.** Gravimetric Assessing of Change in the Reaction Mixture Mass. . . . .

43

#### Exchange of Experience

**Trubachev A. V., Trubacheva L. V.** Local Electrochemical Determination of the Thickness of Molybdenum Coatings Using Mineral-Organic Electrolytes . . . . .

45

**Mashkinov L. B.** The Design Features of a Fast-Response Diathermy Combustion Calorimeter (FCC) . . . . .

48

### MECHANICAL TESTING METHODS

**Kovshova Yu. S., Kuzeev I. R., Naumkin E. A., Makhotov N. A., Gadenin M. M.** The Effect of Quasi-Static Loading on the Pressure Vessel Strength. . . . .

50

**Ulybyshev K. E., Zborovskii V. G., Kozhakin A. N., Likhanskii V. V., Sorokin A. A., Soldatkin D. M., Khoroshilov A. V.** Determination of the Crack Resistance of Nuclear Fuel Pellets in Out-of-Pile Tests Using Non-Uniform Radial Heating . . . . .

55

**Zagidulin T. R.** Practice of Metal Strain Indicator IN-01m in Technical Diagnostics and Forensic Inspection of Steel Constructions . . . . .

62

**Ivanov V. A., Efimov V. M., Petrov Z. E., Levin A. I.** Automation System of *in situ* Tests of Pipes and High Pressure Vessels . . . . .

67

**Gliner R. E., Katyukhin E. B.** Study of the Strain-Hardening of Metal Using Laboratory Rolling of Plate Specimens

71

### JUBILEES

**Bublik V. T. (to the 80th anniversary)** . . . . .

## ABSTRACTS

UDC 543.552.054.1

#### Stripping Voltammetry in Determination of Platinum Group Metals in Mineral Raw Materials (review)

*Kolpakova N. A.*

Potentialities of stripping voltammetry in determination of platinum metals in mineral raw materials are considered. We present a review of novel variants of electroconcentrating of platinum metals on the surface of graphite electrode followed by electrochemical oxidation of the precipitate and formation of the analytical signal: for iridium — determination on a mercury graphite electrode using currents of electrochemical oxidation of iridium (III), adsorbed on mercury; for osmium — determination by «reverse» peaks obtained in the solutions containing hydrogen peroxide; for platinum and rhodium — electroconcentrating into the alloy with a metal-activator followed by selective electrochemical oxidation of the metal-activator from platinum or rhodium intermetallic compound.

**Keywords:** determination; platinum metals; stripping voltammetry; mineral raw materials.

UDC 543.51:543.621

#### Analysis of $\alpha$ -Alumina Samples Using Mass Spectrometry with Inductively Coupled Plasma and Laser Ablation

*Khvostikov V. A., Karandashev V. K., Burmii Zh. P.*

A method for analysis of  $\alpha$ -alumina (sapphire, corundum, etc.) samples using mass spectrometry with inductively coupled plasma and laser ablation (LA-ICP-MS) which allows determination of up to 60 trace elements with detection limits from  $10^{-7}$  to  $10^{-4}$  wt.% is presented. Correctness of the LA-ICP-MS determination is confirmed in comparison of the results thus obtained with data of independent measurements based on dissolution of the samples in a mixture of  $H_2SO_4$  and  $H_3PO_4$  followed by atomic emission and mass spectrometry with inductively coupled plasma determination of trace elements.

**Keywords:** laser ablation; inductively coupled plasma; mass spectrometry;  $\alpha$ -alumina.

UDC 543.422

#### Determination of Antimony and Bismuth in the Technogenic Raw Materials

*Dal'nova O. A., Dmitrieva A. P., Karpov Yu. A.*

Data on antimony and bismuth determination in metal-containing technogenic raw materials using atomic absorption spectrometry with electrothermal atomization (AAS with ETA) are presented. To improve the metrological characteristics graphite furnaces were modified with complexes of noble metals (NM) and in cases of separation and concentration of antimony and bismuth with N,S-containing hetero-polymeric sorbents.

**Keywords:** determination; antimony; bismuth; atomic absorption spectrometry with electrothermal atomization; ETAAS; technogenic raw materials; noble metals; sorption concentration; sorbents.

UDC 54.062

#### Development and Validation of Hexamethylenediamine Monomer Impurity Monitoring in Branched Oligohexamethyleneguanidine Hydrochloride (OHMG-HC)

*Kedik S. A., Shatalov D. O., Beksaev S. G., Sedishev I. P., Zhavoronok E. S., Suslov V. V., Panov A. V., Nguen Thi Than Tam*

Current methods for determination of free hexamethylenediamine in analysis of different samples are discussed to reveal the shortcomings of the methods impeding the monomer monitoring in the pharmaceutical substance. We developed a method of hexamethylenediamine determination in a pharmaceutical substance «branched oligohexamethyleneguanidine hydrochloride» using HPLC. Validation of the method is performed to standardize the substance by the parameter «extrinsic compound».

**Keywords:** oligohexamethyleneguanidine hydrochloride; hexamethylenediamine; extrinsic compounds; high performance liquid chromatography.

UDC 543.423, 543.7

#### Determination of Tantalum in Nickel-Based Alloys by Atomic Emission Spectrometry with Inductively Coupled Plasma

*Babicheva E. A., Brakker E. P., Kofanova T. A., Chernova S. A.*

A method of ICP-AES determination of tantalum in nickel-based alloys with a Ta content ranging within 2–5% is described. The accuracy pa-