

Анализ вещества

Substances analysis

DOI: 10.26896/1028-6861-2018-84-6-5-10

УДК (UDC) 543.054:543.423

АНАЛИЗ НАПЛАВОЧНЫХ МАТЕРИАЛОВ ИЗ ЛИТЫХ ТВЕРДЫХ СПЛАВОВ МЕТОДОМ АТОМНО-ЭМИССИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ С ИНДУКТИВНО-СВЯЗАННОЙ ПЛАЗМОЙ*

© Александр Валерьевич Вячеславов¹, Валерия Валерьевна Цепкова¹,
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.

Статья поступила 13 февраля 2018 г.

Разработана методика анализа наплавочных материалов из литых твердых сплавов на основе кобальта методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой (АЭС-ИСП) в сочетании с микроволновой автоклавной пробоподготовкой. Обоснованы состав кислотной смеси и температурно-временные параметры пробоподготовки в условиях микроволнового нагрева в автоклаве, обеспечивающие количественное переведение пробы в удобную аналитическую форму без потери летучих компонентов для последующего АЭС-ИСП анализа. Подобраны аналитические линии, свободные от спектральных помех, для определения всех нормируемых компонентов в наплавочных материалах из литых твердых сплавов. Исследования выполняли с применением образцов наплавок из прутков сплавов Пр-В3К — ПрН-У10ХК63В5, Пр-В3К-Р — ПрН-У20ХК57В10 и ЦН-2 — Э-190К62Х29В5С2, содержащих следующие легирующие элементы (% масс): Co (до 65); Cr (28,0 – 32,0); W (4,0 – 11,0); Si (1,0 – 3,0); C (1,0 – 2,0); Ni (0,1 – 2,0); Mn (0,3 – 0,6) и Fe (до 2,0). Правильность определения нормируемых элементов подтверждалась путем анализа стандартных образцов и методом варьирования навески. Разработанная методика апробирована при анализе промышленных образцов наплавок из литых твердых сплавов на основе кобальта исследованных марок, характеризуется экспрессностью и экономичностью за счет сокращения времени анализа по сравнению с одноэлементными методами в 11 раз и снижения объема применяемых реагентов в 12,5 раза. Сочетание многоэлементного метода АЭС-ИСП с микроволновой пробоподготовкой позволило повысить прецизионность определения Si, Cr, Mn, Fe, Ni, и W в наплавочных материалах из литых твердых сплавов в нормируемых диапазонах концентраций.

Ключевые слова: наплавочные материалы из литых твердых сплавов; стеллиты; микроволновая пробоподготовка; АЭС-ИСП.

ANALYSIS OF SURFACING MATERIALS FROM CAST CARBIDE ALLOYS USING INDUCTIVELY COUPLED PLASMA ATOMIC EMISSION SPECTROSCOPY (ICP-AES)

© Alexander V. Vyacheslavov¹, Valeria V. Tsepkova¹,
Anna D. Titova¹, Tatiana 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 February 13, 2018.

A technique for analysis of surfacing materials (cast cobalt-based carbide alloys) using by ICP-AES in combination with microwave autoclave sample preparation is developed. Composition of the acid mixture, temperature and time parameters of the sample preparation under microwave heating in an

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

autoclave are specified, thus ensuring complete quantitative transfer of the sample into a convenient analytical form without losses of volatile components for the subsequent ICP-AES analysis. Analytic lines of the elements free from spectral interference were chosen to determine all the rated components in the casting materials from cast carbide alloys. Study of surfacing materials was carried out using alloys Pr-B3K-PrH-U10Kh63B5, Pr-B3K-P-PrN-U20Kh57B10 and TsN-2-E-190K62X29B5C2, containing the alloying elements (% wt.): Co (up to 65); Cr (28.0 – 32.0); W (4.0 – 11.0); Si (1.0 to 3.0); C (1.0 – 2.0); Ni (0.1 – 2.0); Mn (0.3 – 0.6) and Fe (up to 2.0). The correctness of determining rated element was confirmed in analysis of standard samples using sample weight variation. The developed technique was tested on industrial prototypes of surfacing materials made of cobalt-based cast carbide alloys of tested grades. The method is rapid (11-fold reduction in the time of analysis) and reagent-saving (by 12.5 times) procedure compared to single-element methods by 11 times and reduction of the volume of applied reagents. Combination of the multielement ICP-AES method with microwave sample preparation provides an increase in the accuracy of Si, Cr, Mn, Fe, Ni, and W determination in surfacing materials of cast carbide alloys within a range of rated concentrations.

Keywords: surfacing materials from cast carbide alloys; microwave sample preparation; ICP-AES.

Наплавочные материалы (НМ) используют для повышения срока службы деталей машин и механизмов в качестве покрытий рабочих поверхностей в целях придания этим поверхностям определенных заранее заданных свойств, отличных от свойств материала деталей [1]. Стelliteы — литье сплавы на основе кобальта, вольфрама и хрома с добавками углерода, кремния и марганца — отличаются хорошей износостойкостью, прочностью, пластичностью, жаростойкостью и коррозионной устойчивостью. НМ из стеллитов получают путем дуговой или газовой наплавки с помощью специальных электродов для создания эрозионно стойких уплотнительных поверхностей арматур для котлов, трубопроводов, нефтеаппаратуры, которые работают при высоких температурах и в агрессивных средах, а также в условиях воздействия абразивного износа, ударных нагрузок и коррозии [2].

Химический состав выпускаемых отечественной промышленностью стеллитов строго регламентирован ГОСТ [3, 4] (табл. 1). Высокая износо- и коррозионная стойкость НМ обеспечивается присутствием в стеллитах кобальта, хрома, ванадия, кремния и углерода: Со образует твердые растворы и определяет прочность и пластичность, карбиды Cr и W повышают твердость и износостойкость, Si обеспечивает коррозиестойкость и жаростойкость. Это осложняет процесс перевода пробы в раствор: необходимы жесткие условия (высокие температуры нагрева, применение концентрированных кислот для определения отдельных анализаторов, доспекание), что сказы-

вается на трудоемкости и длительности всего анализа.

В настоящее время основу аналитического контроля состава НМ из литых твердых сплавов составляют трудоемкие одноэлементные методы анализа (гравиметрия, титриметрия и спектрофотометрия) [5 – 10], которые предполагают процедуры многократного упаривания, отделения или маскирования матричных компонентов и в некоторых случаях — доспекания нерастворимых остатков после растворения пробы.

В то же время для многоэлементного анализа металлов и сплавов все большую популярность приобретает метод атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой, характеризующийся широким диапазоном определяемых концентраций, экспрессностью, высокими метрологическими показателями и позволяющий проводить градуировку по стандартным растворам, состав которых можно максимально приблизить к составу анализируемой пробы. Поскольку в процессе перевода проб НМ в раствор возможны потери определяемых компонентов в виде летучих соединений, в настоящее время наиболее перспективным способом пробоподготовки является растворение проб в автоклавах с нагревом в микроволновом поле с использованием кислотных реакционных смесей [11 – 12].

Цель настоящей работы — разработка методики одновременного определения Si, Cr, Mn, Fe, Ni и W в НМ из стеллитов (на примере наплавок из сплава Пр-В3К — ПрН-У10ХК63B5, Пр-В3К-Р — ПрН-У20ХК57B10 и ЦН-2 —

Таблица 1. Химический состав прутков для наплавки из стеллитов

| Марка | Содержание, % масс. | | | | | | | | |
|----------|---------------------|-----------|-------------|-----------|-----------|-----------|------------|------------|------|
| | Co | C | Cr | Si | Mn | Ni | W | Sb | Fe |
| Пр-В3К | 60,0 – 65,0 | 1,0 – 1,3 | 28,0 – 32,0 | 2,0 – 2,7 | — | 0,5 – 2,0 | 4,0 – 5,0 | — | <2,0 |
| Пр-В3К-Р | 55,0 – 59,0 | 1,6 – 2,0 | 28,0 – 32,0 | 1,2 – 1,5 | 0,3 – 0,6 | 0,1 – 2,0 | 7,0 – 11,0 | 0,02 – 0,1 | <3,0 |
| ЦН-2 | 59,0 – 65,0 | 1,6 – 2,2 | 26,0 – 32,0 | 1,5 – 2,6 | — | — | 4,0 – 5,0 | — | — |

Э-190К62Х29В5С2) методом АЭС-ИСП в сочетании с микроволновой пробоподготовкой в автоклавах при повышенных температурах и давлении, позволяющей исключить потери летучих компонентов и повысить прецизионность, экспрессность и экономичность анализа.

Для проверки правильности определения нормируемых элементов применяли стандартные образцы для спектрального анализа (СО) сплава на основе кобальта, близкого по составу к исследуемым: 119ХСТ3, 14937, 14942, 12672, 12667.

Для растворения анализируемых образцов применяли азотную, плавиковую и соляную кислоты квалификации осч, также в работе использовали раствор ионов кремния (ГСО 9729–2010), металлические хром, марганец, железо, никель и вольфрам (>99,95 % масс.). Микроволновую пробоподготовку осуществляли в системе Speedwave FOUR (Berghof Products, Германия) с автоклавами типа DAP-100 из фторопласта TFM с внутренним объемом 100 мл и рабочим давлением до 30 атм. Температуру разложения (в диапазоне 50 – 220 °C) контролировали с помощью бесконтактного ИК-датчика. Навеску пробы НМ (0,1 г) помещали во фторопластовый автоклав, добавляли реагенты для разложения пробы, герметизировали автоклав предохранительной мембраной, закрывали крышку и помещали в микроволновую систему.

Определение элементов проводили с помощью спектрометра Optima 7300 DV (PerkinElmer, США), для анализа были выбраны стандартные условия работы спектрометра: мощность плазмы — 1300 Вт; частота плазменного генератора — 40,68 МГц; плазмообразующий поток аргона — 15 л/мин; вспомогательный поток аргона — 0,2 л/мин; распыляющий поток аргона — 0,8 л/мин; скорость расхода раствора пробы на перистальтическом насосе — 1,5 мл/мин; наблюдение плазмы — радиальное; время интеграции сигнала — авторежим (от 0,1 до 20 с); количество повторений считывания — 3; метод определения интенсивности спектральной линии — площадь пика по трем точкам; режим спектрального разрешения — высокое. Использовали распылительную камеру Скотта из полимерного материала, устойчивого к воздействию HF, в сочетании с поперечнопоточным распылителем типа GemTips™.

При выборе условий пробоподготовки варьировали качественный и количественный состав реакционной смеси для растворения пробы НМ и температурно-временной режим нагрева в микроволновом поле.

ГОСТ регламентируют использование следующих кислот для индивидуального определе-

ния элементов в НМ: HCl, H₂SO₄, HF, HNO₃ и H₃PO₄. Учитывая присутствие в пробе НМ из стеллитов труднорастворимых соединений, для растворения проб перед многоэлементным анализом методом АЭС-ИСП было необходимо обосновать состав реакционной смеси, обеспечивающий количественное переведение в удобную аналитическую форму всех соединений, входящих в состав образца. Для растворения труднорастворимых карбидов и силицидов хрома и вольфрама в состав реакционной смеси [13] было рекомендовано включать следующие кислоты: HF, HNO₃ и HCl. Присутствие в смеси HF связано с ее способностью в присутствии окислителя обеспечивать переведение в раствор карбидов и силицидов Cr и W и удерживать в растворе вольфрам за счет реакций комплексообразования, предупреждая выпадение в осадок вольфрамовой кислоты; HNO₃ хорошо растворяет Mn, Fe, Co и Ni, а HCl — Cr.

Выбор состава реакционной смеси и температурно-временного режима, обеспечивающих полное разложение исследуемых проб НМ, осуществляли экспериментально при непрерывном нагреве до температур 140, 170 и 220 °C, полноту разложения контролировали визуально.

Полное переведение проб в раствор наблюдали в присутствии 5 мл HCl ($\rho = 1,19$ г/мл), 1 мл HNO₃ ($\rho = 1,41$ г/мл) и 0,5 мл HF ($\rho = 1,15$ г/мл) при нагреве до 220 °C, что объясняется присутствием в пробах большого количества карбидов и силицидов тугоплавких металлов. Использование автоклавов в качестве реакционных сосудов предотвращает потерю летучих компонентов пробы, таких как кремний, при использовании HF.

При непрерывном нагреве реакционной смеси, содержащей летучие кислоты в сочетании с окислителем, возможно резкое увеличение давления в автоклаве из-за протекания экзотермических реакций, связанных с высоким содержанием углерода в пробе. Это приводит к дополнительному «саморазогреву» внутреннего объема автоклава, что может быть причиной его разгерметизации и потери летучих компонентов, а также части пробы. Избежать вскрытия автоклава возможно при уменьшении скорости нагрева, что замедляет процесс перевода пробы в раствор, или путем ступенчатого подвода микроволновой энергии с терmostатированием реакционной смеси в течение фиксированного промежутка времени. Для сокращения времени пробоподготовки было предложено использовать трехступенчатый нагрев реакционной смеси вместо монотонного набора температуры до 220 °C с промежуточными этапами стабилизации температуры в автокла-

Таблица 2. Условия микроволновой пробоподготовки НМ

| Параметр | Шаг | | |
|--|-----|-----|-----|
| | 1 | 2 | 3 |
| Температура, °C | 140 | 170 | 220 |
| Давление, атм | 35 | 35 | 35 |
| Мощность, % | 80 | 80 | 90 |
| Время нагрева до заданной температуры, мин | 2 | 2 | 1 |
| Время термостатирования, мин | 2 | 2 | 15 |

Таблица 3. Условия определения Si, Cr, Mn, Fe, Ni, W в НМ методом АЭС-ИСП

| Определяемый элемент | Длина волны аналитической линии, нм | Возможные мешающие спектральные линии, нм | Угловой коэффициент градиуровочной функции, <i>b</i> | Коэффициент корреляции, <i>r</i> | Линейный динамический диапазон, % масс. |
|--|-------------------------------------|---|--|----------------------------------|---|
| Определение легирующих элементов, $I_{\text{отн}} = bC$, фактор разбавления 1:10 000 | | | | | |
| Cr | 206,158 | — | 509,6 | 0,999 | 15,0 – 40,0 |
| W | 207,923 | — | 97,77 | 0,999 | 1,0 – 15,0 |
| Определение микролегирующих элементов, $I = bC$, фактор разбавления 1:1000 | | | | | |
| Si | 228,158 | W 288,161; Co 288,158 | 403 | 0,999 | 0,05 – 5,0 |
| Fe | 259,939 | — | 3945 | 0,999 | 0,05 – 5,0 |
| Ni | 231,604 | Co 231,616 | 834 | 0,999 | 0,1 – 5,0 |
| Mn | 293,305 | W 293,298 | 3914 | 0,999 | 0,05 – 2,0 |

вах в течение 2 мин (табл. 2): до 140 °C со скоростью 70 °C/мин, до 170 °C со скоростью 15 °C/мин и до 220 °C со скоростью 50 °C/мин и термостатировании при заключительной температуре в течение 15 мин. Общее время разложения проб составляло 24 мин.

При построении градиуровочных характеристик для определения всех нормируемых элементов (Si, Cr, Mn, Fe, Ni и W) в НМ измеряли интенсивности аналитических линий в 5 – 6 стандартных растворах, содержащих Si, Cr, Mn, Fe, Ni и W, приготовленных из одноэлементных растворов с концентрацией 1000 мкг/см³, которые получали путем растворения навесок чистых металлов в кислотах и фторсиликата натрия в деионизированной воде (ГСО 9729–2010). Кроме того, стандартные растворы в качестве фона содержали кобальт на уровне 500 мкг/см³ и кислоты, используемые для растворения проб.

Основными факторами при выборе аналитических линий были достаточная чувствительность и отсутствие значимых спектральных помех, которые выявляли в результате анализа модельных водных растворов, содержащих минимальную концентрацию аналита и максимальную концентрацию матричных и легирующих элементов. Аналитические линии элементов, выбранные на основе литературных данных [14, 15] и базы данных программного обеспечения спектрометра, представлены в табл. 3.

Для получения достоверных результатов анализа проб НМ методом АЭС-ИСП требовалось выявить источники спектральных помех и учесть связанные с этим возможные ошибки определения элементов. Чтобы оценить мешающее влияние элементов матрицы на аналитические сигналы микролегирующих элементов, анализировали одноэлементные растворы, содержащие 500 мкг/см³ кобальта, 300 мкг/см³ хрома, 100 мкг/см³ вольфрама и 0,5; 1,0 и 5,0 мкг/см³ аналита. Так, при определении Si по линии 288,158 нм влияние линий W 288,161 нм и Co 288,158 нм на результат анализа оказалось незначительным из-за малой интенсивности последних, при определении Mn по линии 293,305 нм на результат не оказывает влияния линия W 293,298 нм, при определении более 1 мкг/см³ Ni по линии 231,604 нм влияние линии Co 231,616 нм становится незначимым.

Для повышения прецизионности измерения аналитического сигнала при определении легирующих хрома и вольфрама применяли метод внутреннего стандарта. В качестве внутреннего стандарта использовали Sc 424,683 нм. В результате за аналитический сигнал принимали отношение интенсивностей линий аналита и внутреннего стандарта: $I_{\text{отн}} = I_{\text{элемента}}/I_{\text{вн.стандарт}}$. Использование внутреннего стандарта при определении хрома и вольфрама в СО позволило в среднем снизить относительное стандартное от-

Таблица 4. Результаты анализа СО литых твердых сплавов на основе кобальта ($n = 5; P = 0,95$)

| Определяемый элемент | СО | Содержание, % масс. | | s_r |
|----------------------|---------|---------------------|------------------|-------|
| | | Аттестовано | Найдено | |
| Cr | 119xST3 | 29,80 | $30,28 \pm 0,22$ | 0,006 |
| | 14937 | 25,17 | $24,93 \pm 0,65$ | 0,021 |
| | 14942 | 30,05 | $30,13 \pm 0,07$ | 0,002 |
| | 12672 | 20,60 | $20,60 \pm 0,20$ | 0,008 |
| | 12667 | 21,10 | $21,26 \pm 0,20$ | 0,007 |
| W | 119xST3 | 12,10 | $12,12 \pm 0,12$ | 0,008 |
| | 14937 | 2,84 | $2,84 \pm 0,03$ | 0,009 |
| | 14942 | 1,30 | $1,38 \pm 0,02$ | 0,012 |
| | 12672 | 9,14 | $9,20 \pm 0,15$ | 0,012 |
| | 12667 | 10,23 | $10,27 \pm 0,13$ | 0,009 |
| Ni | 119xST3 | 2,55 | $2,48 \pm 0,05$ | 0,015 |
| | 14937 | 2,88 | $2,88 \pm 0,06$ | 0,016 |
| | 14942 | 0,54 | $0,51 \pm 0,01$ | 0,022 |
| | 12672 | 0,92 | $0,92 \pm 0,02$ | 0,015 |
| | 12667 | 0,60 | $0,59 \pm 0,01$ | 0,008 |
| Fe | 119xST3 | 3,10 | $3,26 \pm 0,05$ | 0,013 |
| | 14937 | 2,28 | $2,38 \pm 0,06$ | 0,020 |
| | 14942 | 0,69 | $0,73 \pm 0,02$ | 0,027 |
| | 12672 | 1,58 | $1,53 \pm 0,04$ | 0,019 |
| | 12667 | 1,10 | $1,08 \pm 0,01$ | 0,004 |
| Si | 119xST3 | 0,79 | $0,79 \pm 0,03$ | 0,032 |
| | 14937 | 1,18 | $1,18 \pm 0,06$ | 0,047 |
| | 14942 | 0,75 | $0,78 \pm 0,02$ | 0,017 |
| | 12672 | 0,47 | $0,50 \pm 0,02$ | 0,039 |
| | 12667 | 0,67 | $0,68 \pm 0,02$ | 0,026 |
| Mn | 119xST3 | 1,09 | $1,12 \pm 0,02$ | 0,011 |
| | 14937 | 0,47 | $0,44 \pm 0,01$ | 0,019 |
| | 14942 | 0,64 | $0,64 \pm 0,04$ | 0,018 |
| | 12672 | 0,60 | $0,60 \pm 0,01$ | 0,019 |
| | 12667 | 0,50 | $0,46 \pm 0,01$ | 0,019 |

Таблица 5. Сравнительные данные о расходе реагентов и продолжительности анализа по разработанной и стандартным методикам (при анализе одной пробы)

| | Расход реагентов, мл | | | | | | Суммарное время анализа, ч |
|------------------------|----------------------|-----|-----|--------------------------------|--------------------------------|-------------------|----------------------------|
| | HNO ₃ | HCl | HF | H ₂ SO ₄ | H ₃ PO ₄ | HClO ₄ | |
| Стандартные методики | 5 | 25 | 5 | 31 | 5 | 10 | 81 |
| Разработанная методика | 5 | 1 | 0,5 | — | — | — | 6,5 |

клонение с 0,015 до 0,006 и с 0,015 до 0,009 соответственно.

Обработку спектров, градуировку, учет фона и корректировку сигнала с учетом использования метода внутреннего стандарта осуществляли с применением программного пакета WinLab32.

Экспериментально установлено, что при определении Cr и W зависимость аналитического

сигнала от концентрации становится линейной при разбавлении 1:10 000 ($r > 0,999$), для Si, Mn, Fe и Ni — при разбавлении 1:1000 ($r > 0,999$) (см. табл. 2). Статистическими методами подтверждена незначимость параметра a в уравнениях градиуровочных функций для определения Si, Cr, Mn, Fe, Ni и W.

Правильность определения элементов проверяли путем анализа СО (табл. 4), а также методом варьирования навески НМ.

Таким образом, разработанная методика анализа НМ из стеллитов (на примере наплавок из сплавов Пр-В3К, Пр-В3К-Р и ЦН-2) методом АЭС-ИСП после разложения проб в автоклавах с нагревом в микроволновом поле при повышенных температурах и давлении характеризуется хорошими метрологическими характеристиками, экспрессностью и экономичностью анализа за счет сокращения времени анализа по сравнению с одноэлементными методами в 11 раз и снижением объема применяемых реагентов в 12,5 раз (табл. 5). Разработанная методика апробирована при анализе промышленных образцов НМ из стеллитов исследованных марок и может быть рекомендована для определения Si, Cr, Mn, Fe, Ni и W в НМ из литьих твердых сплавов на основе кобальта в нормируемых диапазонах концентраций.

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

ЛИТЕРАТУРА

- Панов В. С., Чувилин А. М., Фальковский В. А. Технология и свойства спеченных твердых сплавов и изделий их них: учеб. пособие для вузов. — М.: МИСИС, 2004. С. 7, 8, 14, 15.
- Шеенко И. Н., Орешкин В. Д., Репкин Ю. Д. Современные наплавочные материалы. — Киев: Наукова думка, 1970. С. 100.
- ГОСТ 21449–75. Прутки для наплавки. Технические условия. — М.: Изд-во стандартов, 1994. — 9 с.
- ГОСТ 10051–75. Электроды покрытые металлические для ручной дуговой наплавки поверхностных слоев с особыми свойствами. — М.: Изд-во стандартов, 2003. — 6 с.
- ГОСТ 11930.3–79. Материалы наплавочные. Метод определения кремния. — М.: Изд-во стандартов, 2011. — 3 с.
- ГОСТ 11930.4–79. Материалы наплавочные. Метод определения хрома. — М.: Изд-во стандартов, 2011. — 2 с.
- ГОСТ 11930.5–79. — Материалы наплавочные. Методы определения марганца. — М.: Изд-во стандартов, 2011. — 3 с.
- ГОСТ 11930.6–79. Материалы наплавочные. Методы определения никеля. — М.: Изд-во стандартов, 2011. — 3 с.
- ГОСТ 11930.7–79. Материалы наплавочные. Методы определения железа. — М.: Изд-во стандартов, 2011. — 3 с.
- ГОСТ 11930.10–79. Материалы наплавочные. Метод определения вольфрама. — М.: Изд-во стандартов, 2011. — 2 с.
- Кубракова И. В., Торопченова Е. С. Микроволновый нагрев как средство повышения эффективности аналитических операций / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2007. Т. 73. № 5. С. 3 – 14.
- Тормышева Е. А., Смирнова Е. В., Ермоляева Т. Н. Микроволновая пробоподготовка наплавочных материалов для анализа методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2010. Т. 76. № 10. С. 10 – 13.
- Бок Р. Методы разложения в аналитической химии / Пер. с англ. — М.: Химия, 1984. — 380 с.
- 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.
- Зайдель А. Н., Прокофьев В. К., Райский С. М. и др. Таблицы спектральных линий. — М.: Наука, 1977. С. 649 – 656.

REFERENCES

- Panov V. S., Chuvilin A. M., Fal'kovskii V. A. Technology and properties of sintered hard alloys and products from them. Textbook for high schools. — Moscow: MISIS, 2004. P. 7, 8, 14, 15 [in Russian].
- Sheenko I. N., Oreshkin V. D., Repkin Yu. D. Modern surfacing materials. — Kiev: Naukova dumka, 1970. P. 100 [in Russian].
- RF State Standard GOST 21449–75. Rods for welding deposit. — Moscow: Izd. standartov, 1994. — 9 p. [in Russian].
- RF State Standard GOST 10051–75. Metal covered electrodes for manual arc surfacing of upper layers with special properties. Types. — Moscow: Izd. standartov, 2003. — 6 p. [in Russian].
- RF State Standard GOST 11930.3–79. Hard-facing materials. Method of silicon determination. — Moscow: Izd. standartov, 2011. — 3 p. [in Russian].
- RF State Standard GOST 11930.4–79. Hard-facing materials. Method of chromium determination. — Moscow: Izd. standartov, 2011. — 2 p. [in Russian].
- RF State Standard GOST 11930.5–79. — Hard-facing materials. Method of manganese determination. — Moscow: Izd. standartov, 2011. — 3 p. [in Russian].
- RF State Standard GOST 11930.6–79. Hard-facing materials. Method of nickel determination. — Moscow: Izd. standartov, 2011. — 3 p. [in Russian].
- RF State Standard GOST 11930.7–79. Hard-facing materials. Method of iron determination. — Moscow: Izd. standartov, 2011. — 3 p. [in Russian].
- RF State Standard GOST 11930.10–79. Hard-facing materials. Method of tungsten determination. — Moscow: Izd. standartov, 2011. — 2 p. [in Russian].
- Kubrakova I. V., Toropchenova E. S. Microwave heating as way of analytical operations efficiency increase (review) / Zavod. Lab. Diagn. Mater. 2007. Vol. 73. N 5. P. 3 – 14 [in Russian].
- Tormysheva E. A., Smirnova E. V., Ermolaeva T. N. Micro-wave sample preparation of facing materials for analysis by atomic emission spectroscopy with inductively coupled plasma / Zavod. Lab. Diagn. Mater. 2010. Vol. 76. N 10. P. 10 – 13 [in Russian].
- Bok R. A handbook of decomposition methods in analytical chemistry. — Moscow: Khimiya, 1984. — 380 p. [Russian translation].
- 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.
- Zaidel' A. N., Prokof'ev V. K., Raiskii S. M., et al. Tables of spectral lines. — Moscow: Nauka, 1977. P. 649 – 656 [in Russian].