
Научная статья

УДК 669.255

DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-3-167-182

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЛЕГИРУЮЩИХ ЭЛЕМЕНТОВ В СПЛАВАХ НА ОСНОВЕ КОБАЛЬТА МЕТОДОМ АЭС ИСП

Р.М. Дворецков¹, К.В. Савина¹

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Национального исследовательского центра «Курчатовский институт», Москва, Россия; admin@viam.ru

Аннотация. Предложена методика одновременного определения матричного элемента Co и легирующих элементов (Cr, Ni, W, Si, Mn, Fe, Mo, Ti, Ta, V) в кобальтовых сплавах различного назначения методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой с предварительным микроволновым вскрытием проб. Описана схема растворения проб кобальтовых сплавов разных марок в микроволновой системе разложения за две стадии, обеспечивающая полный переход элементов в раствор. Выбраны свободные от значимых спектральных влияний аналитические линии элементов. Оценены метрологические характеристики методики на основе результатов анализа стандартных образцов.

Ключевые слова: методика анализа, кобальтовые сплавы, микроволновое разложение, растворение сплавов, атомно-эмиссионная спектроскопия с индуктивно связанной плазмой (АЭС ИСП)

Для цитирования: Дворецков Р.М., Савина К.В. Определение легирующих элементов в сплавах на основе кобальта методом АЭС ИСП // Труды ВИАМ. 2026. № 3 (156). С. 167–182. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-3-167-182.

Scientific article

DETERMINATION OF ADDITIVE ELEMENTS IN COBALT-BASED ALLOYS BY ICP AES METHOD

R.M. Dvoretsov¹, K.V. Savina¹

¹Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific-Research Institute of Aviation Materials» of National Research Center «Kurchatov Institute», Moscow, Russia; admin@viam.ru

Abstract. A method is proposed for the simultaneous determination of the matrix element Co and alloying elements (Cr, Ni, W, Si, Mn, Fe, Mo, Ti, Ta, V) in cobalt alloys for various purposes by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry with preliminary microwave sample opening. A scheme for dissolving samples of cobalt alloys of different grades in a microwave decomposition system in 2 stages is described, which ensures the complete transition of the elements into solution. Analytical lines of elements free from significant spectral influences are selected. The metrological characteristics of the method are evaluated based on the results of the analysis of reference materials.

Keywords: analysis technique, cobalt alloys, microwave decomposition, dissolution of alloys, atomic emission spectrometry with inductively coupled plasma (AES ICP)

For citation: Dvoretsov R.M., Savina K.V. Determination of additive elements in cobalt-based alloys by ICP AES method. *Trudy VIAM*, 2026, no. 3 (156), pp. 167–182. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-3-167-182.

Введение

Современные сплавы на основе кобальта широко используются в различных областях жизнедеятельности человека и классифицируются как твердые, жаропрочные, магнитные сплавы на основе кобальта [1–3].

Твердые кобальтовые сплавы типа стеллита (ГОСТ 21449–75) содержат ~(50–60) % (по массе) кобальта, ~30 % (по массе) хрома с добавками ~10 % (по массе) вольфрама и небольшим количеством других элементов (Si, Mn, Ni, Fe, Mo, C), они характеризуются высокими твердостью, износо- и коррозионной стойкостью [4]. Подобные твердые сплавы используют для изготовления режущих и горнобуровых инструментов, а также нанесения износостойких покрытий [5].

Благодаря своим уникальным антикоррозионным и износостойким свойствам кобальтовые сплавы, легированные Cr, Ni, W, Mo, Ti, используются в медицине [6] для изготовления искусственных суставов, соединительных элементов костных систем, имплантатов, каркасов, скобок для сшивания сосудов и наложения швов (ГОСТ 31623–2012, ГОСТ 31624–2012, ГОСТ 31625–2012).

Сплавы, в которых кобальт имеет высокое содержание на уровне элементов основы, хорошо зарекомендовали себя как материалы со стабильными и высокими показателями магнитных свойств [7]. В современной автоматизированной технике и приборах, в том числе в различных гаджетах широко применяются магнитные компоненты и модули. Такие материалы используются также в авиакосмической и ракетостроительной отраслях. Прецизионные магнитные сплавы типа пермендюр, суперпермендюр, викаллой и другие могут содержать до 54 % (по массе) кобальта, железа и никеля, а также легирующие добавки, такие как Al, V, Cr, Mo и W (ГОСТ 10994–74). Сплавы кобальта с большим содержанием редкоземельных металлов [8–10] в данной статье не рассматриваются, анализ подобных материалов методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой (АЭС ИСП) представлен ранее в работе [11].

Кобальт используется как основа для разработки жаропрочных сплавов типа MAR-M, Haynes и др. [12–14]. В таких сплавах жаропрочность связана с образованием тугоплавких карбидов типа Me_7C_3 , Me_6C , Me_2C и $Me_{23}C_6$; типичный представитель – сплав виталиум. Жаропрочные кобальтовые сплавы, в которых кобальтовая матрица может быть легирована следующими элементами, % (по массе): 3–16 никеля; 20–27 хрома; 5–7 молибдена; 0,4 углерода; ~8 вольфрама; 2–12 железа, – применяются для изготовления лопаток турбореактивных двигателей и деталей, работающих при температурах 800–1100 °C [15].

В настоящее время ведутся разработки новых жаропрочных сплавов на основе кобальта, в том числе для применения их в аддитивных технологиях [16]. Металлопорошковая композиция сплава на основе кобальта марки ВЛК1 уже используется для изготовления и ремонта сложнопрофильных деталей газотурбинных двигателей с использованием аддитивных технологий (ТУ 1-595-6-1701–2017).

Необходимо отметить важное значение материалов на основе кобальта для разнообразной деятельности человека. В названных ранее отраслях науки и техники к применяемым материалам предъявляются высокие требования – и прежде всего по химическому составу [17].

Рассмотрев составы сплавов, описанных в разных научно-технических литературных источниках, можно сделать вывод, что сплавы на основе кобальта – это сложные многоэлементные объекты для химического анализа. Кроме основного элемента Co, в таких сплавах могут содержаться и другие элементы, % (по массе): до 40–50 Ni, Fe; до 30–40 Cr, Mo; до 10 W, V, Ta; от 0,1 до 2–3 Si, Mn, Ti, Zr, а также примесные элементы Al, P, Sb и др., углерод для образования карбидов и газообразующие примеси S, N, O.

Следует отметить, что в нормативных документах на кобальтовые сплавы рекомендовано их химический состав определять по ГОСТ 12344–ГОСТ 12348, ГОСТ 12350, ГОСТ 12352–ГОСТ 12354, ГОСТ 29095, ГОСТ 28473 или другими методами, обеспечивающими требуемую точность. Однако упомянутые методики разработаны для легированных и высоколегированных сталей. В них рассматриваются одноэлементные методы анализа (фотометрия, титриметрия, гравиметрия, потенциометрия, атомная абсорбция), которые довольно длительны и трудоемки [18].

Очевидно, что в настоящее время для аналитического контроля на производстве и входного контроля у потребителей таких сложных многокомпонентных объектов, как кобальтовые сплавы, необходимы современные многоэлементные методы анализа, хорошо автоматизированные, охватывающие широкий диапазон концентраций, имеющие высокую точность и чувствительность [19]. На сегодняшний день в сфере аналитического контроля металлических материалов для одновременного определения содержаний нескольких элементов в исследуемом объекте применяют методы спектрального анализа с разными источниками возбуждения сигнала, в том числе с индуктивно связанной плазмой [20].

Атомно-эмиссионная спектроскопия с индуктивно связанной плазмой обладает возможностью возбуждения и регистрации аналитических сигналов от элементов, входящих в состав сплавов, как на уровне легирующих элементов, так и на уровне примесей, обеспечивая при этом высокую точность определения химического состава [21]. Исключением являются углерод и примеси серы, азота, кислорода. Определение примесей и газообразующих элементов в данной статье не рассматривается. Преимуществами метода АЭС ИСП являются, в том числе, градуировка с использованием стандартных растворов чистых элементов и возможность контроля правильности с использованием модельных растворов при отсутствии соответствующих стандартных образцов [22, 23].

Ранее разработаны методики определения некоторых элементов в никелевых сплавах и сталях методом АЭС ИСП [24, 25], однако возникает вопрос о применимости таких методик для анализа кобальтовых сплавов. Несмотря на схожие химические свойства кобальта, никеля и железа для применения метода АЭС ИСП для анализа кобальтовых сплавов, обеспечения высокой точности результатов и максимального использования преимуществ многоэлементного анализа, важно выбрать способ полного перевода всех элементов из твердых проб в раствор, а также учесть матричные и межэлементные спектральные влияния [26, 27].

Цель данной работы – разработка методики для одновременного определения матричного элемента Со и легирующих элементов (Cr, Ni, W, Si, Mn, Fe, Mo, Ti, Ta, V) в кобальтовых сплавах различного назначения методом АЭС ИСП с использованием микроволновой системы разложения для перевода проб в раствор.

Материалы и методы

Навески по 0,2 г стандартных образцов и рутинных проб в виде металлической стружки (или металлопорошковой композиции) растворяли в смеси кислот в химически инертных полимерных автоклавах системы микроволнового разложения. В качестве реагентов использовали разбавленные дистиллированной водой кислоты HCl, HF и HNO₃ марки ос.ч (особо чистые). Полученные растворы кислот переводили в мерные колбы из полипропилена объемом 100 мл, затем разбавляли в 20 раз так, чтобы конечные анализируемые растворы имели концентрацию 100 мг/л. Определение массовой доли элементов выполняли на атомно-эмиссионном спектрометре с индуктивно связанной плазмой в режиме аксиального обзора плазмы. Использовали две системы ввода проб в плазму: стеклянную и инертную к фтористоводородной кислоте.

Работа выполнена с использованием оборудования ЦКП «Климатические испытания» НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ.

Результаты и обсуждение Подбор схемы растворения

Из научно-технических литературных источников [28, 29] о растворении чистых металлов в кислотах известно, что матричный элемент Co и легирующие элементы Ni, Mn, Fe растворяются в разбавленных азотной или соляной кислотах, при этом концентрированная азотная кислота при определенных условиях либо пассивирует чистые металлы (Ni, Co, Fe), либо очень медленно растворяет, а такой металл, как ванадий, наоборот, растворяется только в концентрированной азотной кислоте; хром пассивируется и разбавленной, и концентрированной азотной кислотой. Тугоплавкие металлы Mo, Ta, W и Ti, а также Si растворяются в смеси фтористоводородной и азотной кислот, при этом титан пассивируется разбавленной азотной кислотой. При разложении проб с Si в присутствии фтористоводородной кислоты велика вероятность образования неустойчивого летучего соединения SiF_4 и, как следствие, потери Si [30].

Необходимо отметить, что входящие в состав кобальтовых сплавов элементы образуют друг с другом твердые растворы и интерметаллидные фазы, а в сплавах с повышенным содержанием углерода образуется большое количество труднорастворимых карбидов типа TiC, SiC, Cr_{23}C_6 , Cr_7C_3 и др., в присутствии W и Mo – двойные карбиды типа $(\text{W}, \text{Mo})_6\text{C}$ [31].

На рис. 1 (а, б) представлена структура двух разных кобальтовых сплавов типа стеллита, на рис. 2 (а–д) представлены структура и ЭДС-карты распределения Co, C, Cr и W на участке поверхности шлифа сплава типа В4К. На рисунках видны крупные фазовые образования разного состава, по спектрам – большое количество карбидной фазы и сегрегации вольфрама. Количество таких труднорастворимых компонентов оказывает влияние на химические свойства сплава в целом.

Как показано ранее во введении, составы кобальтовых сплавов могут существенно отличаться по набору элементов, поэтому актуальной является задача по выбору универсального способа перевода в раствор проб исследуемых материалов для их последующего химического анализа. Для увеличения скорости химических реакций и растворения металлов в кислотах целесообразно использовать автоклавы и микроволновую систему разложения (МСП). Автоклавное разложение существенно уменьшает вероятность потери газообразных соединений, сокращает количество используемых кислот, исключает возможность внесения загрязнений и обеспечивает максимальную степень извлечения элементов из пробы [32].

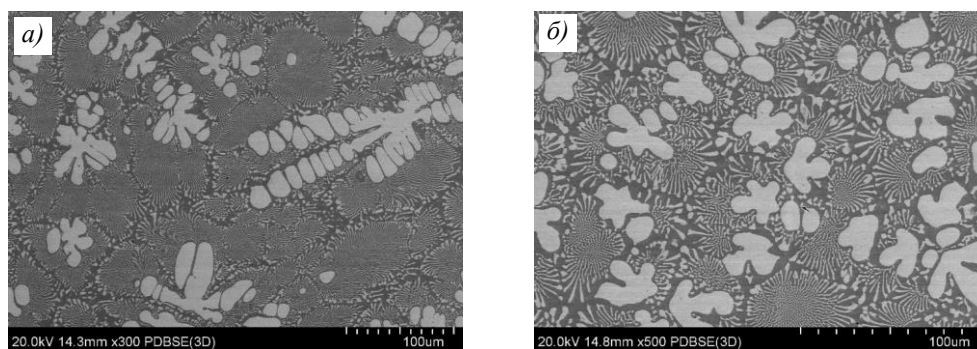


Рис. 1. Микроструктура (а – $\times 300$; б – $\times 500$) кобальтовых сплавов типа стеллита

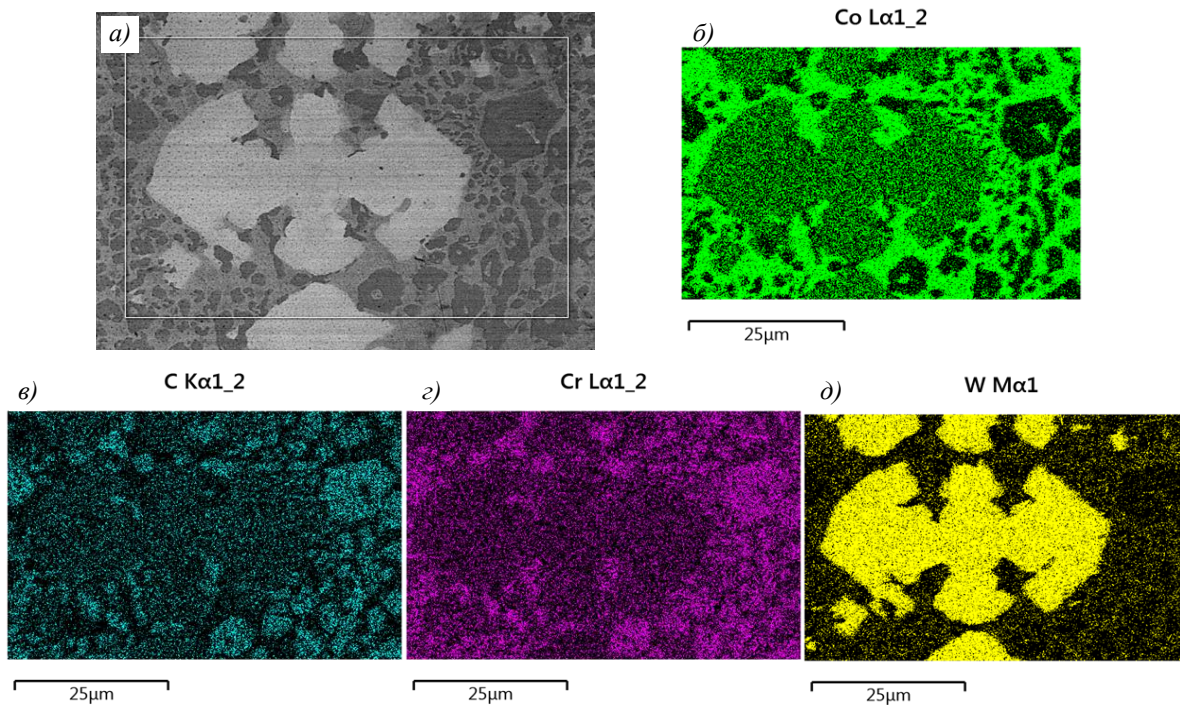


Рис. 2. Микроструктура ($a - \times 1500$) и ЭДС-карты ($b-d$) распределения Co, C, Cr и W в сплаве типа В4К

Для подбора схемы растворения, обеспечивающей полный перевод всех элементов в раствор, проведена серия экспериментов с рутинными пробами кобальтовых сплавов разных марок в виде стружки и металлопорошковой композиции.

Для автоклавного разложения отбирали навески сплавов по 0,2 г. При этом варьировали объем кислот и использовали одну или две стадии растворения: на *первой стадии* минимизировали объем азотной кислоты, чтобы обеспечить растворение хрома; на *второй стадии* увеличивали объем азотной кислоты, чтобы обеспечить растворение остальных элементов. Изменяли также температуру (180, 160, 140 °С), чтобы выбрать минимально необходимые параметры для полного вскрытия проб и при этом уменьшить нагрузку на автоклавы из-за повышенного давления паров кислот. Во всех экспериментах не меняли продолжительность нагрева и выдержки, которые составляли по 20 мин (табл. 1).

Таблица 1

Растворение сплава типа ВЗКЛ при температуре 180 °С

Количество стадий растворения	Условный номер образца	Соотношение реагентов: H ₂ O/HCl/HNO ₃ /HF (+ добавка HNO ₃)	Степень извлечения элемента, отн. %				
			Co	Cr	Ni	Si	W
Одна стадия	1-1	10/3/1/1	91	88	92	90	94
	1-2	10/3/0/1	99	98	100	95	72
	1-3	5/5/0/1	96	97	98	99	79
	1-4	0/10/0/1	100	98	95	91	73
Две стадии	2-1	10/3/1/1 (+2)	98	92	94	91	93
	2-2	10/3/0/1 (+1)	100	99	99	100	100
	2-3	5/5/0/1 (+1)	99	98	100	99	98
	2-4	0/10/0/1 (+1)	100	100	98	100	99

Из данных, представленных в табл. 1 и на рис. 3, можно предположить, что при растворении образцов стружки сплава типа ВЗКЛ в МСР при температуре 180 °С:

- образец 1-1 растворился не полностью из-за пассивирования Cr азотной кислотой;
- в образцах 1-2, 1-3 и 1-4 не до конца растворился W из-за отсутствия азотной кислоты;
- образец 2-1 растворился не полностью из-за образования оксидной пленки на первой стадии;
- образцы 2-2, 2-3 и 2-4 полностью растворились за две стадии.

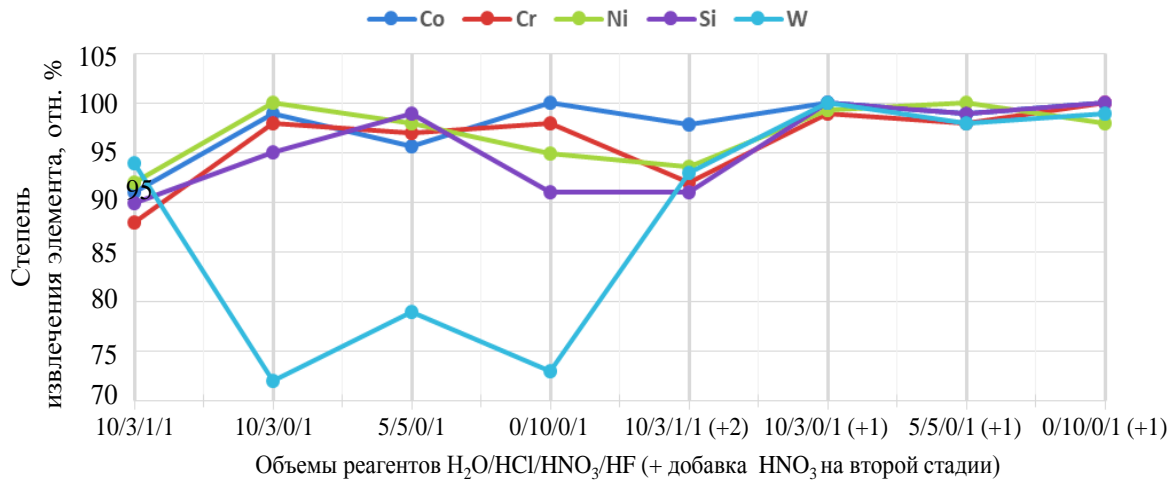


Рис. 3. Растворение сплава типа ВЗКЛ при температуре 180 °С

Аналогично при растворении за одну стадию с азотной кислотой в МСР стружки зарубежного стандартного образца категории CRM (certified reference material) SRM1775 никелевого сплава с большим содержанием кобальта, хрома и молибдена (состав – см. далее в табл. 5) произошла пассивация хрома, при растворении без азотной кислоты – степень извлечения молибдена не более 80 % при указанных ранее продолжительностях нагрева/выдержки и температуре. На рис. 4 (а, б) представлен вид не растворившегося в МСР кусочка стружки сплава 1775 и ЭДС-спектр, где содержание молибдена 96 % (по массе).

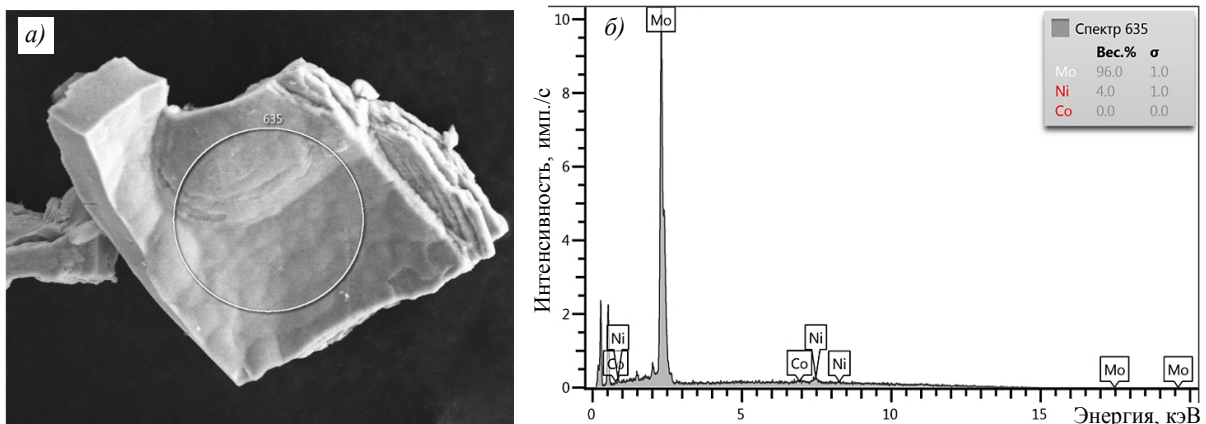


Рис. 4. Структура (×1000) и ЭДС-спектр (б) нерастворившегося кусочка стружки сплава 1775

Из данных, представленных на рис. 5, видно, что при растворении образцов стружки сплава типа В4К в МСР:

– за одну стадию в азотной кислоте произошла пассивация хрома, при растворении без азотной кислоты – степень извлечения вольфрама не более 80 % при указанных ранее продолжительностях нагрева/выдержки при температуре 160 °С, за две стадии образец растворился;

– при указанных ранее продолжительностях нагрева/выдержки при температуре 140 °С образцы растворились не полностью, степень извлечения элементов низкая.

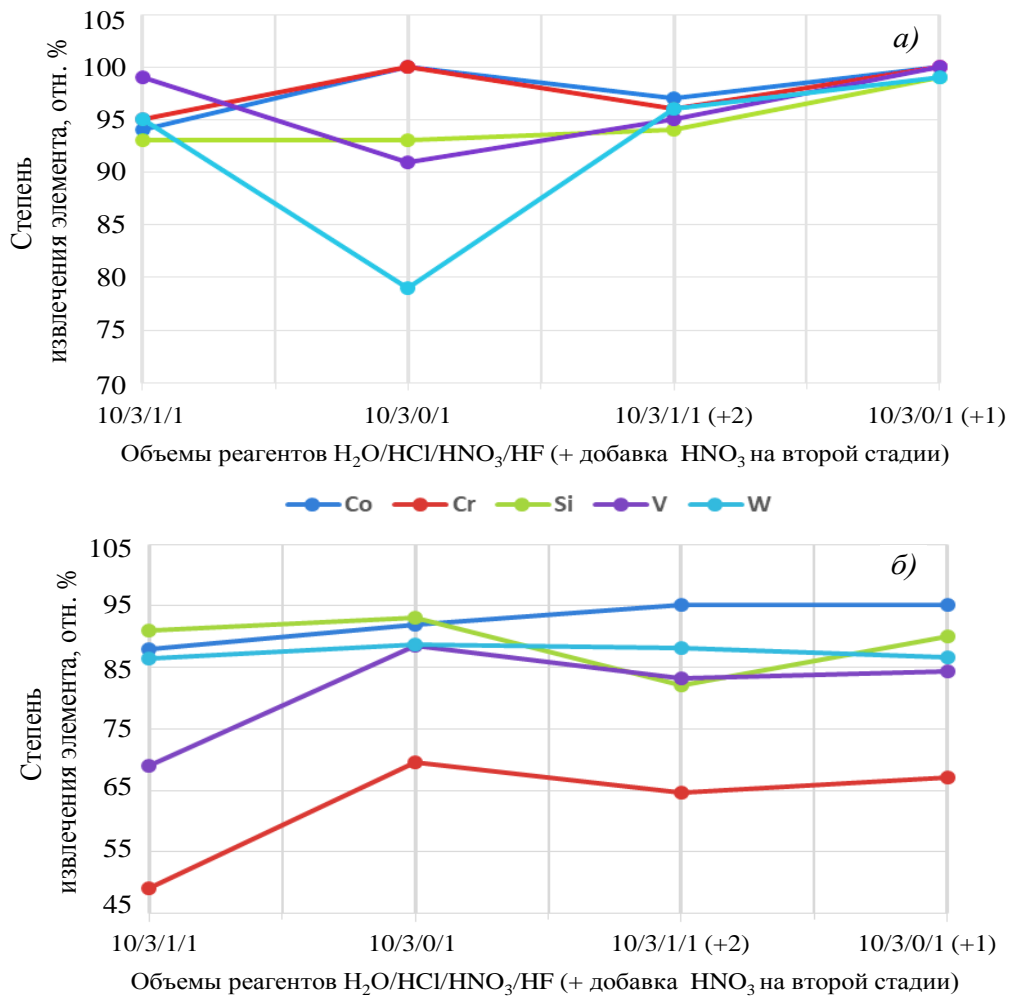


Рис. 5. Растворение сплава типа В4К при температурах 160 (а) и 140 °С (б)

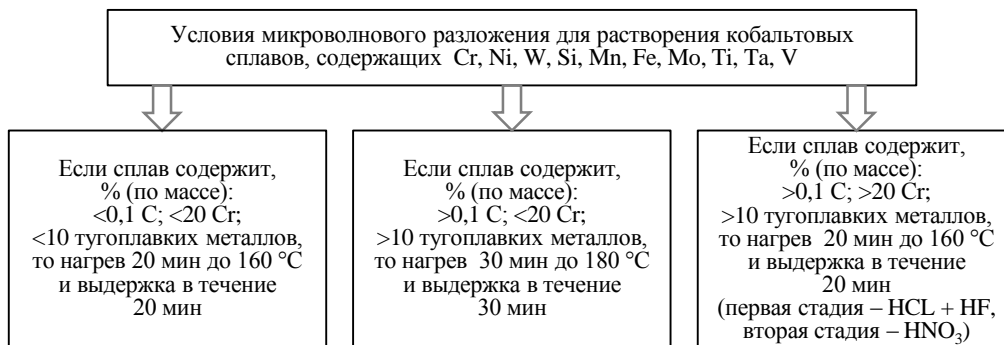


Рис. 6. Схема растворения кобальтовых сплавов

При этом при растворении высокодисперсной металлопорошковой композиции сплава ВЛК1 в МСР при температуре 160 °С за одну стадию образцы полностью растворялись, в отличие от стружки того же сплава.

Таким образом, на основе проведенных исследований растворения образцов кобальтовых сплавов в МСР предложена следующая схема растворения – рис. 6.

Выбор аналитических линий и оценка пределов определения элементов

Для прецизионного определения элементов выбирали спектральные линии с учетом максимального значения интенсивности и отсутствия спектральных помех [33]. Для оценки отсутствия взаимного наложения линий элементов, входящих в состав кобальтовых сплавов, проводили эксперименты с модельными растворами. На предварительно выбранных 10 самых интенсивных длинах волн элементов проводили измерение интенсивности по растворам: А – содержащим исключительно целевые элементы – аналиты с концентрациями 1 мг/л (1 ppm); И – содержащим потенциальные элементы – интерференты, взятые с концентрациями, соответствующими приближительной максимальной массовой доле этих элементов в кобальтовых сплавах, за исключением соответствующих элементов-аналитов (табл. 2).

Таблица 2

Состав растворов для выбора аналитических линий с наименьшим матричным эффектом

Группа элементов	Состав растворов А		Состав растворов И	
	Элементы-аналиты	Концентрация, мг/л	Элементы-интерференты	Концентрация, мг/л
1	W, Si, Mn, Mo, Ti, Ta, V	1	Co, Cr, Ni, Fe	50
2	Co, Cr, Ni, Fe	1	W, Si, Mn, Mo, Ti, Ta, V	10
3	Ni, Fe	1	Co, Cr	50

Затем сравнивали интенсивности, полученные при измерении растворов А и И, и выбирали спектральные линии с наименьшим матричным эффектом. Для иллюстрации полученных данных на рис. 7 представлен вид некоторых спектров исследуемых линий: Co (а), Cr (б), Ni (в), Fe (г), W (д) и Mo (е).

Для выбранных спектральных линий проведена оценка нижних границ определяемых содержаний или пределов определения элементов по каждой выбранной спектральной линии в растворе кобальта 100 мкг/мл (100 ppm), приготовленного из моноэлементного стандартного раствора Co. Оценку проводили для двух типов распылительных систем: полностью стеклянной и инертной к фтористоводородной кислоте (пластиковые распылитель и распылительная камера и корундовый сердечник горелки). Пределы определения рассчитывали по 3S-критерию (10 параллельных измерений раствора кобальта 100 мкг/мл). Как показано в табл. 3, пределы определения элементов составляют от 0,001 до 0,2 мкг/мл, причем для стеклянного типа распылительной системы предел определения по некоторым элементам отличается в меньшую сторону по сравнению с инертной системой.

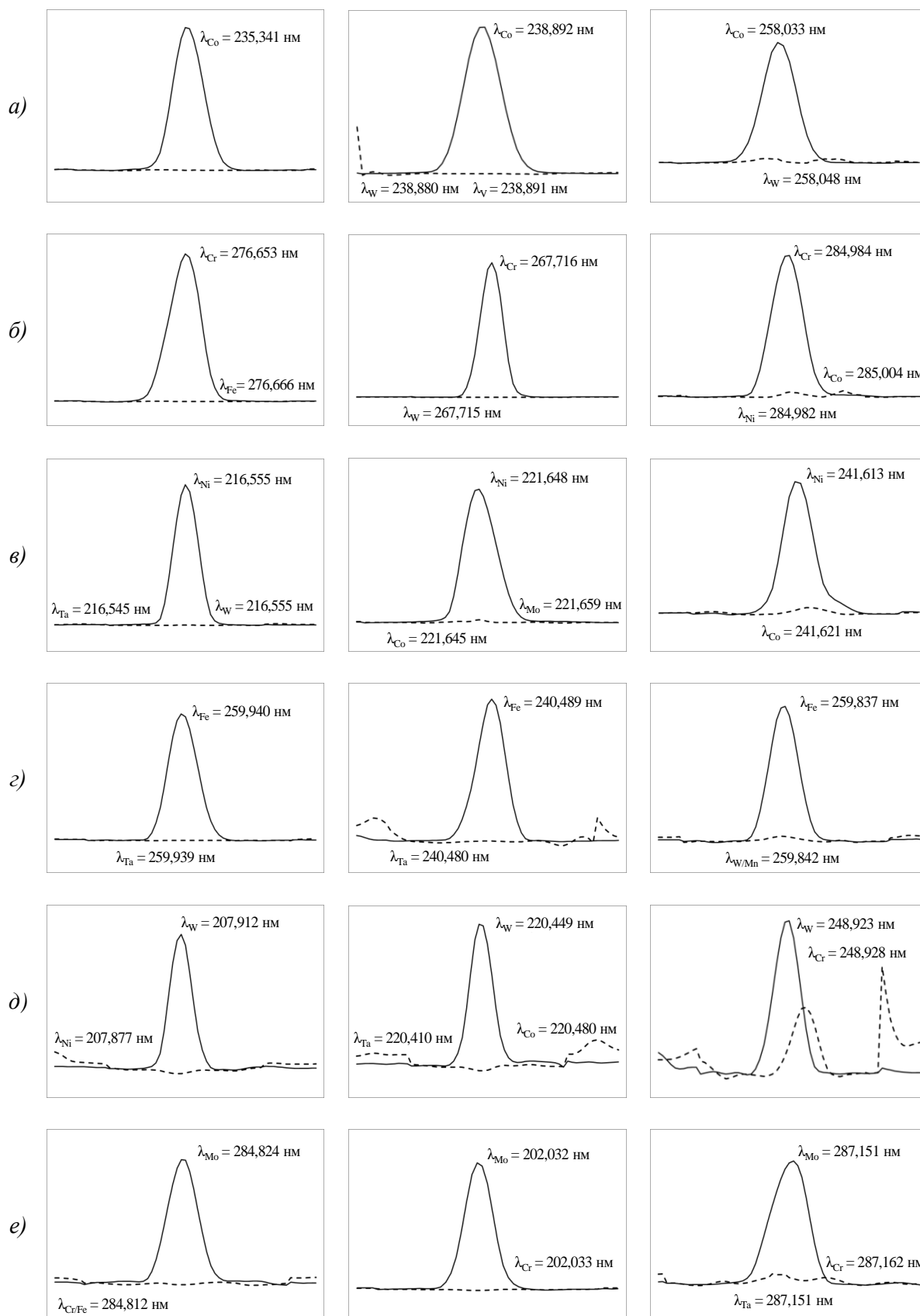


Рис. 7. Вид спектров элементов (аналитов (—) и интерферентов (- -)) вблизи исследуемых спектральных линий: Co (а), Cr (б), Ni (в), Fe (г), W (д) и Mo (е)

Таблица 3

Выбранные аналитические линии и пределы определения элементов

Элемент	Длина волны аналитической линии, нм		Пределы определения на системе, мкг/мл			
			инертной к HF		стеклянной	
Co	235,341	237,863	–	–	–	–
Cr	267,716	276,653	0,009	0,004	0,006	0,004
Ni	216,555	351,505	0,02	0,03	0,02	0,02
Fe	240,489	259,940	0,04	0,04	0,009	0,008
W	207,912	203,000	0,1	0,2	0,07	0,1
Mo	202,032	284,824	0,05	0,01	0,02	0,008
Si	251,432	251,611	0,1	0,03	0,04	0,02
Mn	257,610	293,931	0,001	0,007	0,001	0,004
Ti	324,199	337,280	0,003	0,002	0,002	0,001
Ta	226,230	263,558	0,03	0,02	0,02	0,01
V	292,401	311,837	0,002	0,008	0,001	0,006

**Анализ стандартных образцов
и оценка метрологических характеристик методики**

Суммируя данные о химическом составе разных марок кобальтовых сплавов, полученных из российских и некоторых международных источников (в том числе государственных стандартов, технических справочников, профессиональной документации), можно обозначить приблизительные интервалы содержаний элементов в сплавах, где содержание кобальта либо >50 % (по массе), либо где он является матричным элементом и имеет относительно равные концентрации – например, с никелем и железом (табл. 4).

Таблица 4

**Обобщенные диапазоны содержаний легирующих элементов
в кобальтовых сплавах разных марок**

Граница определяемых содержаний	Содержание элементов, % (по массе)										
	Co	Cr	Ni	W	Si	Mn	Fe	Mo	Ta	Ti	V
Нижняя	30	<0,5	<0,1	<0,02	<0,02	<0,01	<0,3	1	3	<0,1	1
Верхняя	70	35	37	20	3	3	50	11	6	4	14

Поскольку в различных марках кобальтовых сплавов в большом количестве (иногда на уровне матричного элемента Co) присутствуют Ni или Fe, то для оценки метрологических характеристик предложенной методики анализа (АЭС ИСП) в сочетании с микроволновой подготовкой по выбранной схеме растворения использовали, в том числе, стандартные образцы сталей и никелевых сплавов с близкими содержаниями определяемых легирующих элементов, а также стандартные образцы кобальтовых сплавов [34, 35].

Для того чтобы оценить по предложенной методике показатели прецизионности и правильности определения массовой доли каждого элемента в исследуемых диапазонах содержаний, выбраны следующие марки стандартных образцов: 212X 4007, 24xWASP3, BS690A, BS800, BS825E, Co-318, Co-882, Co-884, H14B, IMZ-180, IMZ-187, SRM1775, C26Д, С31Г, С46Д, для которых содержания исследуемых элементов приведены в табл. 5.

Таблица 5

Содержание элементов в стандартных образцах (минимальное и максимальное содержание элемента выделено шрифтом)

Марка стандартного образца	Содержание элементов, % (по массе)										
	Co	Cr	Ni	Fe	W	Mo	Ta	V	Si	Mn	Ti
CRM 212X 4007	–	–	–	1,89	–	–	–	–	2,19	0,96	–
CRM 24x WASP3	13,77	19,76	–	1,20	0,11	3,98	–	–	–	0,65	3,90
CRM BS690A	–	29,50	–	9,08	–	–	–	–	–	–	–
CRM BS800	–	19,90	31,29	46,00	–	–	–	–	0,56	0,79	–
CRM BS825E	–	21,87	39,92	31,45	–	2,74	–	0,05	–	0,51	0,82
СОП Со-318	40,06	19,52	16,01	–	–	7,05	–	–	–	2,09	–
СОП Со-882	–	10,97	20,11	–	7,19	3,04	–	–	–	1,71	1,87
СОП Со-884	–	14,52	16,52	–	5,31	4,97	–	–	0,70	2,51	1,31
ГСО Н14В	–	24,35	–	2,16	13,47	1,32	–	–	0,67	–	–
CRM IMZ-180	9,95	7,98	–	–	–	5,93	4,26	–	–	–	1,02
CRM IMZ-187	9,70	8,78	–	–	6,93	1,82	3,79	–	–	–	2,31
CRM SRM1775	33,352	20,47	34,91	0,91	–	9,51	–	–	–	–	0,73
ГСО С26Д	–	3,97	–	–	9,60	–	–	2,33	–	–	–
ГСО С31Г	–	12,26	7,49	–	–	1,28	–	1,42	0,49	–	–
ГСО С46Д	17,16	–	29,27	–	–	–	–	–	–	–	–

Примечание. CRM – сертифицированный стандартный образец (certified reference material); СОП – стандартный образец предприятия; ГСО – государственный стандартный образец.

Таким образом, проводили расчет метрологических характеристик в интервалах содержаний элементов, приблизительно соответствующих тем, которые приведены в табл. 4.

При этом оценка метрологических характеристик для нижних границ определяемых элементов на уровне примесей (<0,1 % (по массе)) требует расширенного набора статистических данных и дополнительных исследований, что в данной статье авторами не предполагалось.

Стандартные образцы, представленные в табл. 5, применяли для набора статистических данных: разные операторы за разное время измеряли четыре серии по шесть параллельных проб (n) каждого стандартного образца и определяли концентрации элементов. Некоторые данные, полученные, например, при определении хрома в стандартных образцах, приведены в табл. 6.

Таблица 6

Результаты, полученные при определении хрома (\bar{x}) в стандартных образцах (СО)

Марка стандартного образца	C_m	Δ_{Cm}	Среднее значение \bar{x} /СКО, %, для номера серии			
	%		1	2	3	4
ГСО С26Д	3,97	0,01	4,05/0,02	4,10/0,06	3,95/0,12	3,88/0,14
СОП Со-882	11,0	0,2	11,4/0,1	11,0/0,2	11,2/0,4	11,0/0,2
СОП Со-318	19,5	0,3	20,0/0,2	20,2/0,4	19,2/0,3	19,2/0,6
CRM BS690A	29,5	0,1	30,3/0,5	29,8/1,0	29,8/1,1	30,6/1,1

Примечание. C_m – аттестованное значение СО; Δ_{Cm} – погрешность (неопределенность) аттестованного значения СО (% – массовые доли; $n = 6$, $P = 0,95$); СКО – среднее квадратичное отклонение.

Метрологические характеристики методики

Элемент	Значения границ диапазона		Показатель повторяемости	Показатель воспроизводимости	Показатель правильности
	min	max			
Co	9,70	40,1	1	1	3
Cr	3,97	29,5	1	2	3
Ni	7,49	39,9	1	1	2
Fe	0,91	46,0	1	1	2
W	0,11	13,5	1	3	4
Mo	1,28	9,51	1	1	2
Si	0,49	2,19	1	3	4
Mn	0,51	2,51	1	1	2
Ti	0,73	3,90	1	1	2
Ta	3,79	4,26	1	3	4
V	1,42	2,33	1	2	3

Расчет метрологических характеристик по представленной методике проводили в соответствии с нормативным документом РМГ 61–2010. По данным из табл. 6 рассчитывали показатели повторяемости, воспроизводимости (или внутрилабораторной прецизионности) и правильности методики анализа. Результаты оценки метрологических характеристик методики представлены в табл. 7.

Заключения

Разработана методика количественного элементного анализа для одновременно определения матричного элемента Co и легирующих элементов (Cr, Ni, W, Si, Mn, Fe, Mo, Ti, Ta, V) в кобальтовых сплавах различных марок методом АЭС ИСП с предварительным микроволновым вскрытием проб. Рассмотрены причины неполного вскрытия проб при различном соотношении реагентов и разной температуре выдержки. Описана схема растворения проб кобальтовых сплавов разных марок в микроволновой системе разложения за одну или две стадии, обеспечивающая полный переход определяемых элементов в раствор. Выбраны аналитические линии элементов, свободные от значимых спектральных наложений и матричного эффекта. Оценены метрологические характеристики методики на основе результатов анализа стандартных образцов кобальтовых сплавов или близких по содержанию некоторых элементов сталей и никелевых сплавов.

Список источников

1. Арзамасов Б.Н., Соловьева Т.В., Герасимов С.А. и др. Справочник по конструкционным материалам. М.: Изд-во МГТУ им. Баумана, 2005. 640 с.
2. Сорокин В.Г. Стали и сплавы. Марочник. М.: Интермет Инжиниринг, 2001. 608 с.
3. Росерт Р. Сплавы на кобальтовой основе для наплавки // Автоматическая сварка. 2015. № 5-6 (742). С. 108–113.
4. Усольцев Е.А. Разработка технологии получения износостойких изделий из литых твердых сплавов на основе кобальта: дис. ... канд. техн. наук. Екатеринбург, 2020. 115 с.
5. Свиридов А.В., Евгенов А.Г., Афанасьев-Ходыкин А.Н., Галушка И.А. Пайка отечественного износостойкого стеллита В5К на рабочие лопатки ГТД из никелевых жаропрочных сплавов // Авиационные материалы и технологии. 2022. № 3 (68). С. 27–36. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 16.06.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-3-27-36.

6. Демин Д.В., Чугунов В.А. Современное представление о материалах в имплантологии // Стоматология – наука и практика, перспективы развития: материалы Междунар. науч.-практ. конф. (Волгоград, 24 окт. 2024 г.). Волгоград: Волгоград. гос. мед. ун-т, 2024. С. 56–60.
7. Пискорский В.П., Королев Д.В., Валеев Р.А. и др. Индустрия магнитов – проблемы и достижения // Физика и инженерия постоянных магнитов. М.: ВИАМ, 2018. С. 13–50.
8. Дворецкая Е.В., Королев Д.В., Пискорский В.П., Валеев Р.А., Коплак О.В., Моргунов Р.Б. Магнетронное напыление оболочки железа и микровключения в микропроводах PrDyFeCoB // Авиационные материалы и технологии. 2022. № 2 (67). С. 85–96. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 16.06.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-2-85-96.
9. Каблов Е.Н., Оспенникова О.Г., Давыдова Е.А., Бузенков А.В., Валеев Р.А., Моргунов Р.Б., Пискорский В.П. Влияние отжига сплава Pr–Dy–Fe–Co–B на его фазовый состав и свойства спеченных магнитов, изготовленных из него // Металлы. 2018. № 2. С. 28–32.
10. Каблов Е.Н., Оспенникова О.Г., Пискорский В.П. и др. Магнитные свойства и спиновая динамика многослойных гранулированных гетероструктур CoFeB–SiO₂ // Физика твердого тела. 2016. Т. 58. № 6. С. 1086–1092.
11. Дворецков Р.М., Карачевцев Ф.Н., Исаченко Я.А., Загвоздкина Т.Н. Определение основных и легирующих элементов в термостабильных магнитных материалах системы РЗМ–Fe–Co–B методом АЭС-ИСП // Труды ВИАМ. 2014. № 11. С. 62–65. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 16.06.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2014-0-11-10-10.
12. Мазалов П.Б., Сухов Д.И., Сульянова Е.А., Мазалов И.С. Жаропрочные сплавы на основе кобальта // Авиационные материалы и технологии. 2021. № 3 (64). С. 3–10. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 16.06.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-3-3-10.
13. Свиридов А.В., Евгенов А.Г., Афанасьев-Ходыкин А.Н., Галушка И.А. Упрочнение деталей из никелевого жаропрочного сплава методом композиционной пайки с использованием стеллита на основе кобальта B5K // Авиационные материалы и технологии. 2024. № 1 (74). С. 3–13. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 17.06.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2024-0-1-3-13.
14. Мазалов И.С., Сухов Д.И., Неруш С.В., Сульянова Е.А. Особенности формирования микроstructures сплавов системы Co–Cr–Ni–W–Ta и их механические свойства // Кристаллография. 2019. Т. 64. № 4. С. 544–549.
15. Неруш С.В., Свиридов А.В., Афанасьев-Ходыкин А.Н. и др. Разработка технологии пайки деталей, полученных аддитивными технологиями, из металлопорошковой композиции на основе кобальта // Авиационные материалы и технологии. 2022. № 2 (67). С. 18–29. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 18.06.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-2-18-29.
16. Петрушин Н.В. Кобальтовые сплавы // Большая российская энциклопедия: научно-образовательный портал. URL: <https://bigenc.ru/c/kobal-tovye-splavy-e5fcbe/?v=8286708> (дата обращения: 17.06.2025).
17. Степановских В.В. Метрологическая прослеживаемость результатов определения химического состава металлургических материалов. Практические вопросы // Аналитика. 2024. Т. 14. № 2. С. 184–186. DOI: 10.22184/2227-572X.2024.14.2.184.186.
18. Филичкина В.А., Скорская О.Л., Муравьева И.В. Методы и средства аналитического контроля материалов. Химические и физико-химические методы аналитического контроля: учеб. пособие. М.: Изд. дом МИСиС, 2015. 107 с.
19. Карачевцев Ф.Н. Возможности современных методов химико-аналитического анализа сплавов // Современные подходы и тенденции развития структурно-фазовых, химико-аналитических методов анализа: сб. докл. XV Всерос. конф. по испытаниям и исследованиям свойств материалов «ТестМат» (Москва, 10 фев. 2023 г.). М.: НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, 2023. С. 34–52.
20. Карпов Ю.А., Барановская В.Б. Роль и возможности аналитического контроля в металлургии // II Всерос. конф. по испытаниям и исследованиям свойств материалов «Тест-Мат–2013» (г. Москва, 28 фев. 2013 г.). М.: ВИАМ, 2013. С. 35.

21. Пупышев А.А., Данилова Д.А. Атомно-эмиссионный спектральный анализ с индуктивно связанной плазмой и тлеющим разрядом по Гриму // Аналитика и контроль. 2003. Т. 7. № 1. С. 101.
22. Дворецков Р.М., Уридия З.П., Карачевцев Ф.Н., Загвоздкина Т.Н. Определение химического состава магниевых сплавов методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой // Труды ВИАМ. 2019. № 12 (84). С. 88–98. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 16.06.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-12-88-98.
23. Дворецков Р.М., Карачевцев Ф.Н., Демин С.А. Аналитический контроль химического состава гальванических электролитов никелирования методами АЭС ИСП и МС ИСП // Труды ВИАМ. 2023. № 3 (121). С. 117–131. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 16.06.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-3-117-131.
24. Шалыгина Л.В., Попкова Г.Н. Определение тантала в сталях методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2023. Т. 89. № 2-2. С. 65–69. DOI: 10.26896/1028-6861-2023-89-2-II-65-69.
25. Летов А.Ф. Применение инструментальных методов анализа для определения химического состава новых авиационных материалов // I Всерос. конф. по испытаниям и исследованиям свойств материалов «ТестМат–2012» (г. Москва, 4–5 дек. 2012 г.). М.: ВИАМ, 2012. С. 10.
26. Золотов Ю.А. Методологические аспекты аналитической химии // Журнал аналитической химии. 2021. Т. 76. № 1. С. 5–19. DOI: 10.31857/S0044450221010175.
27. Дворецков Р.М. Многоэлементный спектральный анализ авиационных жаропрочных никелевых сплавов: дис. ... канд. хим. наук. М., 2019. 211 с.
28. Лидин Р.А., Молочко В.А., Андреева Л.Л. Химические свойства неорганических веществ. М.: Химия, 2000. 480 с.
29. Карпов Ю.А., Савостин А.П. Методы пробоотбора и пробоподготовки. М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2003. 243 с.
30. Бок Р. Методы разложения в аналитической химии. М.: Химия, 1984. 432 с.
31. Волченкова В.А., Благовещенский Ю.В., Казенас Е.К. и др. Совершенствование схем анализа материалов на основе карбида вольфрама // Физика и химия обработки материалов. 2024. № 1. С. 65–76. DOI: 10.30791/0015-3214-2024-1-65-76.
32. Черникова И.И., Остроухова У.А., Ермолаева Т.Н. Микроволновая пробоподготовка в анализе ферровольфрама, силикокальция и ферробора методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2018. Т. 84. № 2. С. 11–17. DOI: 10.26896/1028-6861-2018-84-2-11-17.
33. Пупышев А.А. Спектральные помехи и их коррекция в атомно-эмиссионном спектральном анализе // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2019. Т. 85. № 1–2. С. 15–32. DOI: 10.26896/1028-6861-2019-85-1-II-15-32.
34. Степановских В.В., Колпакова Е.К., Хузагалеева Р.К. Аналитический контроль сырья и продукции в металлургии на основе применения сертифицированных стандартных образцов // Аналитика. 2024. Т. 14. № 6. С. 488–491. DOI: 10.22184/2227-572X.2024.14.6.488.491.
35. Степановских В.В., Колпакова Е.К., Хузагалеева Р.К. Аналитический контроль материалов черной металлургии на основе применения сертифицированных стандартных образцов, разработанных ЗАО «ИСО» // Стандартные образцы в измерениях и технологиях: тез. докл. VI Междунар. науч. конф. (г. Екатеринбург, 3–6 сент. 2024 г.). Екатеринбург: ВНИИМ им. Д.И. Менделеева, 2024. С. 157–158.

References

1. Arzamasov B.N., Solovieva T.V., Gerasimov S.A. et al. *Handbook of Structural Materials*. Moscow: BMSTU Publ. House, 2005, 640 p.
2. Sorokin V.G. *Steels and Alloys. Brand Book*. Moscow: Internet Engineering, 2001, 608 p.
3. Rosert R. Cobalt-Based Alloys for Surfacing. *Avtomaticheskaya svarka*, 2015, no. 5-6 (742), pp. 108–113.
4. Usoltsev E.A. *Development of Technology for Manufacturing Wear-Resistant Products from Cast Cobalt-Based Hard Alloys*: thesis, Cand. Sc. (Tech.). Ekaterinburg, 2020, 115 p.

5. Sviridov A.V., Evgenov A.G., Afansiev-Khodykin A.N., Galushka I.A. Brazing of a native wear-resistant stellite V5K on the working blades of the GTE from nickel super alloys. *Aviation materials and technologies*, 2022, no. 3 (68), pp. 27–36. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: June 16, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-3-27-36.
6. Demin D.V., Chugunov V.A. Modern understanding of materials in implantology. *Dentistry – science and practice, development prospects*: proc. Int. sci.-pract. conf. (Volgograd, October 24, 2024). Volgograd: VolSMU, 2024, pp. 56–60.
7. Piskorsky V.P., Korolev D.V., Valeev R.A. et al. Magnet industry – problems and achievements. *Physics and engineering of permanent magnets*. Moscow: VIAM, 2018, pp. 3–50.
8. Dvoretzkaya E.V., Korolev D.V., Piskorskii V.P., Valeev R.A., Koplak O.V., Morgunov R.B. Magnetron sputtering of the iron shell and microinclusions in microwires PrDyFeCoB. *Aviation materials and technologies*, 2022, no. 2 (67), pp. 85–96. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: June 16, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-2-85-96.
9. Kablov E.N., Ospennikova O.G., Davydova E.A., Buzenkov A.V., Valeev R.A., Morgunov R.B., Piskorskii V.P. Effect of annealing of Pr–Dy–Fe–Co–B alloy on its phase composition and properties of sintered magnets made from it. *Metally*, 2018, no. 2, pp. 28–32.
10. Kablov E.N., Ospennikova O.G., Piskorskii V.P. et al. Magnetic properties and spin dynamics of multilayer granular CoFeB–SiO₂ heterostructures. *Fizika tverdogo tela*, 2016, vol. 58, no. 6, pp. 1086–1092.
11. Dvoretzky R.M., Karachevtsev F.N., Isachenko Ya.A., Zagvozdskina T.N. ICP-AES determination of basic and alloying elements in thermostable magnetic materials of REM–Fe–Co–B system. *Trudy VIAM*, 2014, no. 11, pp. 62–65. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: June 16, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2014-0-11-10-10.
12. Mazalov P.B., Suhov D.I., Sulyanova E.A., Mazalov I.S. Heat-resistant cobalt-based alloys. *Aviation materials and technologies*, 2021, no. 3 (64), pp. 3–10. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: June 16, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-3-3-10.
13. Sviridov A.V., Evgenov A.G., Afansiev-Khodykin A.N., Galushka I.A. Hardening of nickel superalloy parts by the composite brazing method using cobalt based stellite V5K. *Aviation materials and technologies*, 2024, no. 1 (74), pp. 3–13. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: June 17, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2024-0-1-3-13.
14. Mazalov I.S., Sukhov D.I., Nerush S.V., Sulyanova E.A. Features of the formation of the microstructure of alloys of the Co–Cr–Ni–W–Ta system and their mechanical properties. *Kristallografiya*, 2019, vol. 64, no. 4, pp. 544–549.
15. Nerush S.V., Sviridov A.V., Afansiev-Khodykin A.N., Galushka I.A., Tarasov S.A. Development of brazing technology for parts obtained by additive technologies from cobalt based metal powder composition. *Aviation materials and technologies*, 2022, no. 2 (67), pp. 18–29. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: June 18, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-2-18-29.
16. Petrushin N.V. Cobalt alloys. *Great Russian Encyclopedia*: scientific and educational portal. Available at: <https://bigenc.ru/c/kobal-tovye-splavy-e5fc6e/?v=8286708> (accessed: June 17, 2025).
17. Stepanovskikh V.V. Metrological traceability of the results of determining the chemical composition of metallurgical materials. Practical issues. *Analitika*, 2024, vol. 14, no. 2, pp. 184–186. DOI: 10.22184/2227-572X.2024.14.2.184.186.
18. Filichkina V.A., Skorskaya O.L., Muravyova I.V. *Methods and means of analytical control of materials. Chemical and physicochemical methods of analytical control*: textbook. Moscow: Publishing house MISiS, 2015, 107 p.
19. Karachevtsev F.N. Capabilities of modern methods of chemical-analytical analysis of alloys. *Modern approaches and trends in the development of structural-phase, chemical-analytical methods of analysis*: Reports of the XV All-Rus. Conf. on Testing and Research of Materials Properties «TestMat» (Moscow, February 10, 2023). Moscow: NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, 2023, pp. 34–52.
20. Karpov Yu.A., Baranovskaya V.B. The Role and Possibilities of Analytical Control in Metallurgy. *II All-Rus. Conf. on Testing and Research of Materials Properties «TestMat–2013»* (Moscow, February 28, 2013). Moscow: VIAM, 2013, p. 35.

21. Pupyshv A.A., Danilova D.A. Atomic Emission Spectral Analysis with Inductively Coupled Plasma and Glow Discharge According to Grimm. *Analitika i kontrol*, 2003, vol. 7, no. 1, p. 101.
22. Dvoretsov R.M., Uridia Z.P., Karachevtsev F.N., Zagvozdina T.N. Determination of the chemical composition of magnesium alloys by the atomic emission spectrometry with inductively coupled plasma. *Trudy VIAM*, 2019, no. 12 (84), pp. 88–98. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: June 16, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-12-88-98.
23. Dvoretsov R.M., Karachevtsev F.N., Demin S.A. Analytical control of the chemical composition of galvanic electrolytes of nickel plating by the ICP AES and ICP MS methods. *Trudy VIAM*, 2023, no. 3 (121), pp. 117–131. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: June 16, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-3-117-131.
24. Shalygina L.V., Popkova G.N. Determination of tantalum in steels by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry. *Zavodskaya laboratoriya. Diagnostika materialov*, 2023, vol. 89, no. 2-2, pp. 65–69. DOI: 10.26896/1028-6861-2023-89-2-II-65-69.
25. Letov A.F. Application of instrumental methods of analysis to determine the chemical composition of new aviation materials. *I All-Rus. Conf. on Testing and Research of Materials Properties «TestMat–2012»* (Moscow, December 4–5, 2012). Moscow: VIAM, 2012, p. 10.
26. Zolotov Yu.A. Methodological Aspects of Analytical Chemistry. *Zhurnal analiticheskoy khimii*, 2021, vol. 76, no. 1, pp. 5–19. DOI: 10.31857/S0044450221010175.
27. Dvoretsov R.M. *Multielement Spectral Analysis of Aviation Heat-Resistant Nickel Alloys*: thesis, Cand. Sc. (Chem.). Moscow, 2019, 211 p.
28. Lidin R.A., Molochko V.A., Andreeva L.L. *Chemical Properties of Inorganic Substances*. Moscow: Khimiya, 2000, 480 p.
29. Karpov Yu.A., Savostin A.P. *Methods of Sampling and Sample Preparation*. Moscow: BINOM. Laboratoriya znaniy, 2003, 243 p.
30. Bock R. *Decomposition Methods in Analytical Chemistry*. Moscow: Khimiya, 1984, 432 p.
31. Volchenkova V.A., Blagoveshchensky Yu.V., Kazenas E.K. et al. Improving Analysis Schemes for Tungsten Carbide-Based Materials. *Fizika i khimiya obrabotki materialov*, 2024, no. 1, pp. 65–76. DOI: 10.30791/0015-3214-2024-1-65-76.
32. Chernikova I.I., Ostroukhova U.A., Ermolaeva T.N. Microwave Sample Preparation in the Analysis of Ferrotungsten, Silicocalcium, and Ferroboron by Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry. *Zavodskaya laboratoriya. Diagnostika materialov*, 2018, vol. 84, no. 2, pp. 1–17. DOI: 10.26896/1028-6861-2018-84-2-11-17.
33. Pupyshv A.A. Spectral interference and its correction in atomic emission spectral analysis. *Zavodskaya laboratoriya. Diagnostika materialov*, 2019, vol. 85, no. 1–2, pp. 15–32. DOI: 10.26896/1028-6861-2019-85-1-II-15-32.
34. Stepanovskikh V.V., Kolpakova E.K., Khuzagaleeva R.K. Analytical control of raw materials and products in metallurgy based on the use of certified reference materials. *Analytika*, 2024, vol. 14, no. 6, pp. 488–491. DOI: 10.22184/2227-572X.2024.14.6.488.491.
35. Stepanovskikh V.V., Kolpakova E.K., Khuzagaleeva R.K. Analytical control of ferrous metallurgy materials based on the use of certified reference materials developed by ISO JSC. *Reference materials in measurements and technologies*: report summary of the VI Int. scientific conf. (Ekaterinburg, September 3–6, 2024). Ekaterinburg: VNIIM im. D.I. Mendeleev, 2024, pp. 157–158.

Информация об авторах

Дворецков Роман Михайлович, начальник сектора, к.х.н., НИЦ «Курчатовский институт» – VIAM, admin@viam.ru

Савина Ксения Владимировна, инженер, НИЦ «Курчатовский институт» – VIAM, admin@viam.ru

Information about the authors

Roman M. Dvoretsov, Head of Sector, Candidate of Sciences (Chem.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Ksenia V. Savina, Engineer, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Статья поступила в редакцию 05.08.2025; одобрена и принята к публикации после рецензирования 11.08.2025.
The article was submitted 05.08.2025; approved and accepted for publication after reviewing 11.08.2025.