

Научная статья

УДК 543.51; 669.1

DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-7- 116-124

АНАЛИЗ ПРАЗЕОДИМА МЕТОДОМ ИСП-МС

А.В. Алексеев¹, П.В. Якимович¹

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

Аннотация. Проведено определение содержаний примесей 33 элементов (Li, Be, B, Na, Mg, Al, P, K, Ca, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Ga, As, Se, Rb, Sr, Zr, Mo, Cd, Cs, Ba, Re, Tl, Pb, Bi, Th, U) в образце празеодима методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (ИСП-МС). Рассмотрена методика растворения пробы и подготовки ее к анализу. Спектральные интерференции устранены с помощью применения уравнений математической коррекции, реакционно-столкновительной ячейки, а также путем подбора мощности плазмы.

Ключевые слова: масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой, ИСП-МС, редкоземельные металлы, определение вредных примесей, анализ редкоземельных металлов, микроволновая пробоподготовка

Для цитирования: Алексеев А.В., Якимович П.В. Анализ празеодима методом ИСП-МС // Труды ВИАМ. 2022. № 7 (113). Ст. 10. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-7-116-124.

Scientific article

ANALYSIS OF PRASEODYME BY THE ICP-MS METHOD

A.V. Alekseev¹, P.V. Yakimovich¹

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

Abstract. The content of impurities of 33 elements (Li, Be, B, Na, Mg, Al, P, K, Ca, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Ga, As, Se, Rb, Sr, Zr, Mo, Cd, Cs, Ba, Re, Tl, Pb, Bi, Th, U) in a praseodymium sample by inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS). The technique of sample dissolution and its preparation for analysis is given. Spectral interferences are eliminated by applying mathematical correction equations, a reaction-collision cell, and by adjusting the plasma power.

Keywords: inductively coupled plasma mass spectrometry, ICP-MS, rare earth metals, determination of harmful impurities, analysis of rare earth metals, microwave sample preparation

For citation: Alekseev A.V., Yakimovich P.V. Analysis of praseodyme by the ICP-MS method. *Trudy VIAM*, 2022, no. 7 (113), paper no. 10. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-7-116-124.

Введение

Современные навигационные приборы требуют постоянного повышения эксплуатационных характеристик используемых в конструкции функциональных материалов, обладающих как магнитными, так и термостабильными свойствами, – магнитотвердых материалов. До недавнего времени в динамически настраиваемых гироскопах использовали постоянные магниты типа Sm₂Co₁₇ с низким температурным коэффициентом индукции: КСДГ-25 и КСГЭ-26, однако потенциал их усовершенствования полностью исчерпан [1–3]. Наиболее перспективными материалами для навигационной техники можно

считать магниты системы РЗМ–Fe–Co–В (РЗМ – редкоземельные металлы, чаще всего используются Pr и Dy) с температурным коэффициентом индукции, близким к нулю, что чрезвычайно важно при производстве динамически настраиваемых гироскопов и акселерометров, которые имеют более широкие температурные диапазоны работы, чем ранее применяемые материалы [4–6].

Наиболее важные свойства сплавов системы РЗМ–Fe–Co–В напрямую зависят от их химического состава – от содержания как основных компонентов системы, так и различных примесей (фосфора, меди, цинка и др.). При этом на качество готовой продукции прямо влияет содержание данных примесей в шихтовых материалах, а именно в самих РЗМ. Выпуск качественных магнитных материалов невозможен без точного контроля содержания всех примесных элементов в РЗМ [7, 8].

В настоящее время существует более 20 нормативных документов (ГОСТ), описывающих методики определения различных примесных элементов в РЗМ. В части методик применяется классический метод спектрофотометрии. Так, для определения содержания ванадия в диапазоне 0,00001–0,0001 % (по массе) пробу РЗМ растворяют в азотной кислоте, меняют рН на 2–2,5 с помощью раствора аммиака, добавляют раствор бромноватокислого калия и раствор Аш-кислоты. Далее емкость с полученным раствором ставят на водяную баню с температурой 50–52 °С и выдерживают при данной температуре в течение 15 мин. Оптическую плотность испытываемого раствора измеряют на фотоэлектроколориметре при длине волны поглощения 490 нм. В качестве раствора сравнения используют воду [9]. Хром определяют путем растворения пробы азотной кислотой и последующего упаривания до кристаллизации солей. Затем полученный осадок растворяют в разбавленной серной кислоте, добавляют две капли перманганата калия и раствор дифенилкарбазида. Интенсивность окраски сравнивают на белом фоне с интенсивностью окраски растворов шкалы сравнения, наблюдая окраску сверху вниз [10]. Исходя из описанного, данные методики характеризуются чрезвычайно большой трудоемкостью и сложностью, а также позволяют определять только по одному элементу и не всегда с достаточными пределами обнаружения.

Более совершенными являются спектральные методы анализа, позволяющие одновременно определять сразу несколько элементов. С помощью данных методов возможно определение железа, кобальта, кремния, марганца, меди, никеля и хрома в диспрозии и празеодиме в широком диапазоне содержания (0,00001–0,1 % (по массе)). Методика, представленная в ГОСТ 23862.4–79 [11], основана на возбуждении и фотографической регистрации дуговых эмиссионных спектров анализируемого материала и образцов сравнения с последующим определением содержания примесей по градуировочному графику. Пробу РЗМ переводят в оксид и смешивают с порошками графита и хлористого натрия. Полученную смесь помещают в кратеры двух электродов. Нижний электрод со смесью служит анодом, а верхний электрод – катодом. Между электродами зажигают дугу постоянного тока 15 А. Продолжительность экспозиции 45 с. Расстояние между электродами 3 мм. Спектры фотографируют в области 240–340 нм. Данная методика является длительной и трудоемкой в части приготовления проб для анализа и образцов сравнения, а также подходит для определения не всех примесных элементов.

Для определения примесей в различных материалах широко используют атомно-эмиссионную спектрометрию с индуктивно связанной плазмой (ИСП-АЭС). Метод основан на возбуждении спектра атомов определяемых элементов индуктивно связанной плазмой с последующей регистрацией излучения спектральных линий фотоэлектрическим способом и позволяет проводить одновременное измерение концентраций большого количества элементов в различных материалах. При выполнении анализа используют зависимость интенсивностей спектральных линий элементов от их массовых долей в пробе. В работе [12] приведено описание определения 34 элементов (Al, Ca, Co, Cr, Cu, Fe, Mn, Mg, Mo, Na, Nb, Ni, Ta, Ti, V, W, Zn, Zr, Ce, Dy, Er, Eu, Gd, Ho, La, Nd,

Lu, Pr, Sc, Sm, Tb, Tm, Y, Yb) в скандии и иттрии. К недостаткам метода ИСП-АЭС можно отнести наличие огромного количества спектральных интерференций (наложений), что делает затруднительным анализ РЗМ.

Наиболее подходящим методом определения примесных элементов является масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой (ИСП-МС) [13]. Данный метод позволяет одновременно определять большое число элементов и отличается низкими пределами обнаружения, простотой пробоподготовки с использованием микроволнового разложения пробы в смеси кислот.

Вместе с тем метод ИСП-МС имеет и ряд недостатков, основным из которых является наличие спектральных интерференций (наложений) сигналов (массовых пиков) от разных элементов друг на друга, что делает затруднительным анализ объектов сложного состава [14]. Для решения данной проблемы можно использовать несколько подходов:

- применение реакционно-столкновительной ячейки, являющейся составной частью современных масс-спектрометров, в режиме работы дискриминации по кинетической энергии (KED); через ячейку при этом пропускается инертный газ [15];
- проведение математической коррекции путем измерения сигнала изотопа мешающего элемента, который свободен от наложений, и вычитание данного сигнала из общего значения с учетом распространенности изотопов для конкретного элемента [16];
- уменьшение выходной мощности генератора плазмы для подавления образования двухзарядных ионов, сигналы которых накладываются на массовые пики искомых элементов [17].

Цель данной работы – исследование возможности определения примесей в празеодиме методом ИСП-МС путем преодоления спектральных интерференций различными способами и выбора оптимальных условий измерений.

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

Материалы и методы

Аппаратура

В работе использовали масс-спектрометр с индуктивно связанной плазмой iCAP Q. Для достижения максимальных аналитических сигналов определяемых элементов выполняли автоматическую настройку параметров работы прибора в соответствии со стандартной процедурой подготовки прибора, заданной производителем (табл. 1). При этом чувствительность настроенного раствора, содержащего Li, In, Ba, Ce, U с концентрацией 1 мкг/дм³, составляла, имп./с/(мкг/дм³) (не менее): 60000 – для ⁷Li, 250000 – для ¹¹⁵In, 400000 – для ²³⁸U; уровень оксидных ионов ¹⁵⁶CeO/¹⁴⁰Ce = 2,0 %, а двухзарядных ионов ¹³⁷Ba²⁺/¹³⁷Ba = 2,5 %.

Работа реакционно-столкновительной ячейки с гелием в режиме дискриминации по KED позволяет избежать возникновения новых интерференций, которые имеют место при использовании реакционноспособных газов, что дает возможность анализировать образцы со сложной матрицей и переменным составом [14]. Произведена настройка работы реакционно-столкновительной ячейки в режиме KED с гелием, при этом значение напряжения на входе в масс-анализатор составило 17 В, а значение напряжения на выходе из этой ячейки 20 В. Расход гелия через ячейку подобран вручную и составил 6,5 мл/мин, при этом достигнут минимальный уровень оксидных ионов: ¹⁵⁶CeO/¹⁴⁰Ce = 0,5 %.

Для растворения проб использовали систему микроволновой пробоподготовки MARS 6 с тefлоновыми автоклавами MARS Xpress Plus объемом 100 см³.

Сравнительные испытания проводили с помощью масс-спектрометра высокого разрешения с ионизацией в тлеющем разряде Element GD.

Таблица 1

Параметры настройки прибора

Параметр	Значение параметра
Расход плазмообразующего газа, л/мин	13,5
Расход вспомогательного газа, л/мин	0,75
Расход распылительного газа, л/мин	0,95
Скорость перистальтического насоса, об/мин	40
Глубина плазмоотбора, мм	5
Мощность генератора, Вт	1400
Число каналов на массу	1
Число сканов в реплике	50
Число реплик для образца	3
Время интегрирования (Dwell time), с	0,01
Напряжение на экстракторе (Extraction Lens 2), В	164
Напряжение на фокусной линзе (CCT Focus Lens), В	3,6
Разрешение, а.е.м.	0,7
Распылитель	Микропоточный, концентрический PFA-ST (400 мкл/мин)
Распылительная камера	Кварцевая, циклонная с термоэлектрическим охлаждением
Температура распылительной камеры, °С	2,7
Самплер	Стандартный никелевый
Скиммер	Стандартный никелевый со вставкой 3,5 мм

Реагенты и объекты исследования

Для растворения проб использовали азотную кислоту марки ос.ч., очищенную с помощью системы перегонки без кипения BSB-939-IR. В качестве растворителя применяли деионизованную воду (сопротивление не менее 18,2 МОм). В качестве внутреннего стандарта, который вводили вручную, использовали растворы индия и европия с концентрацией 2 мкг/л, приготовленные из стандартных растворов In и Eu с концентрацией 1 г/л. При построении градуировки для аналитического определения использовали стандартные растворы Li, Be, B, Na, Mg, Al, P, K, Ca, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Ga, As, Se, Rb, Sr, Zr, Mo, Cd, Cs, Ba, Re, Tl, Pb, Bi, Th, U с концентрацией 1 г/л.

В качестве плазмообразующего, распылительного и вспомогательного газа использовали аргон с чистотой 99,998 %, а в качестве газа реакционно-столкновительной ячейки – гелий с чистотой 99,999 %.

Пробоподготовка образцов

Образцы празеодима массой 0,5 г каждый (4 параллельные пробы) растворяли в 20 мл воды и 10 мл HNO₃. Вода была необходима для лучшего растворения получаемых в процессе разложения солей, а также для равномерного распределения микроволновой мощности. Сначала к образцу добавляли воду, далее плавиковую кислоту и затем азотную кислоту. Нагрев автоклавов в микроволновой системе до температуры 120 °С осуществляли в течение 20 мин, затем еще 20 мин поддерживали указанную температуру. Максимальная мощность нагрева задана из расчета 150 Вт на автоклав, предельное давление составляло не более 20 ат (~2 МПа). Полученный раствор доводили до объема 100 мл, разбавляли до концентрации 0,5 г/л по матрице, а далее использовали непосредственно для измерения.

Для построения градуировочных зависимостей интенсивностей сигналов от концентрации применяли метод добавок, при котором известные содержания определяемых элементов вводят как добавки непосредственно в анализируемый образец. Внутренние стандарты использовали для коррекции дрейфа сигнала в течение измерений и матричного влияния компонентов основы на интенсивности сигналов определяемых элементов. Получены результаты как с использованием двух внутренних стандартов (In, Eu), так и без них.

Сбор и обработку данных проводили с использованием программного обеспечения масс-спектрометра Qtegra.

За результат измерений принимали среднее арифметическое результатов 4 параллельных проб (включая все стадии пробоподготовки).

Результаты и обсуждение

Перед началом анализа необходимо было выбрать изотопы определяемых элементов с учетом максимальной их распространенности для достижения максимального аналитического сигнала и с минимальным числом возможных интерференций (табл. 2) [14].

Таблица 2

Изотопы определяемых элементов, основные интерференции и способы их подавления

Определяемый элемент	Изотоп	Распространенность изотопа, %	Мешающие ионы	Распространенность иона-интерферента, %	Способ подавления интерференции
Li	⁷ Li	92,4	–	–	–
Be	⁹ Be	100	–	–	–
B	¹¹ B	80,2	–	–	–
Na	²³ Na	100	–	–	–
Mg	²⁴ Mg	79	–	–	–
Al	²⁷ Al	100	–	–	–
P	³¹ P	100	¹⁴ N ¹⁶ OH ⁺	99,63	Математическая коррекция: $^{31}\text{P} = ^{31}\text{P} - k \cdot ^{15}\text{N}$, где ^{31}P и ^{15}N – интенсивности, $k = 0,04$ [16]
K	³⁹ K	93,4	–	–	–
Ca	⁴⁴ Ca	2,1	¹² C ¹⁶ O ₂ ⁺	98,9	Измерение в режиме KED [15]
V	⁵¹ V	99,8	–	–	–
Cr	⁵² Cr	83,8	–	–	–
Mn	⁵⁵ Mn	100	–	–	–
Fe	⁵⁷ Fe	2,1	⁴⁰ Ar ¹⁶ OH ⁺	99,6	Измерение в режиме KED [15]
Co	⁵⁹ Co	100	–	–	–
Ni	⁶⁰ Ni	26,2	–	–	–
Cu	⁶³ Cu	69,2	–	–	–
Zn	⁶⁶ Zn	27,9	–	–	–
Ga	⁷¹ Ga	39,9	¹⁴² Nd ⁺⁺ ¹⁴² Ce ⁺⁺	27,2 11,1	Уменьшение выходной мощности генератора плазмы [17]
As	⁷⁵ As	100	¹⁵⁰ Nd ⁺⁺	5,6	
Se	⁸² Se	81,9	¹⁶⁴ Dy ⁺⁺ ¹⁶⁴ Er ⁺⁺	28,2 1,6	
Rb	⁸⁵ Rb	72,1	¹⁷⁰ Er ⁺⁺ ¹⁷⁰ Yb ⁺⁺	14,9 3,0	
Sr	⁸⁸ Sr	82,6	¹⁷⁶ Yb ⁺⁺	12,8	
Zr	⁹⁰ Zr	51,5	–	–	–
Mo	⁹⁵ Mo	15,9	–	–	–
Cd	¹¹¹ Cd	12,8	–	–	–
Cs	¹³³ Cs	100	–	–	–
Ba	¹³⁷ Ba	11,2	–	–	–
Re	¹⁸⁵ Re	37,4	–	–	–
Tl	²⁰⁵ Tl	70,5	–	–	–
Pb	²⁰⁸ Pb	52,4	–	–	–
Bi	²⁰⁹ Bi	100	–	–	–
Th	²³² Th	100	–	–	–
U	²³⁸ U	99,3	–	–	–

Из данных, представленных в табл. 2, видно, что проблемными для определения содержания элементами являются железо и фосфор, причем мешающие интерференты –

аргон и азот – присутствуют соответственно в плазмообразующем газе и кислоте, что приводит к значительным наложениям сигналов, устранить которые возможно с использованием реакционно-столкновительной ячейки и математической коррекции. На аналитические сигналы от галлия, мышьяка, селена, рубидия и стронция также накладываются сигналы двухзарядных ионов РЗМ.

Определение примесей в празеодиме

Проведено определение примесей Li, Be, B, Na, Mg, Al, P, K, Ca, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Ga, As, Se, Rb, Sr, Zr, Mo, Cd, Cs, Ba, Re, Tl, Pb, Bi, Th, U в образце празеодима с подобранными настройками прибора (табл. 3 и 4). Для определения кальция и железа использовали стандартный режим и режим измерения KED. Значения содержания фосфора рассчитывали с использованием математической коррекции. Галлий, мышьяк, селен, рубидий и стронций определяли при нескольких значениях выходной мощности генератора плазмы: 1100, 1200, 1300, 1400 и 1500 Вт.

Таблица 3

Результаты определения примесей в празеодиме ($n = 4, P = 0,95$)

Результат	Массовая доля элементов, мкг/г					
	Li	Be	B	Na	Mg	Al
Полученное значение	<0,1	<0,1	41±3	<0,1	51±4	75±5
МСТР*	0,01**	0,03	40±2	0,01	53±2	71±3
Элемент	P	K	Ca	V	Cr	Mn
Полученное значение	3±1 (12±2)***	<0,1	650±20 (850±40)****	12±2	53±4	32±4
МСТР	2±1	0,02**	660±20	10±2	55±5	35±4
Элемент	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Zr
Полученное значение	520±20 (680±30)****	5±2	38±4	21±2	3±1	740±30
МСТР	530±20	5±1	36±3	23±2	2±1	710±20
Элемент	Mo	Cd	Cs	Ba	Re	Tl
Полученное значение	85±5	0,4±0,1	<0,1	3±1	0,3±0,1	<0,1
МСТР	82±4	0,3±1	0,01	2±1	0,4±0,1	0,02
Элемент	Pb		Bi	Th	U	
Полученное значение	14±2		0,4±0,1	<0,1	<0,1	
МСТР	15±1		0,4±0,2	0,01	0,01	
<p>* Результаты сравнительного анализа методом масс-спектрометрии высокого разрешения с тлеющим разрядом. ** Для концентраций <0,1 мг/кг доверительный интервал не приводится. *** Результат без использования математической коррекции. **** Результат без использования режима измерения KED.</p>						

Из данных, представленных в табл. 3, видно, что для всех элементов подтверждается точность полученных результатов (аттестованное значение попадает в доверительный интервал полученного значения). Результаты без использования внутренних стандартов не приведены, так как при этом происходит сильное завышение полученных значений по сравнению с аттестованными.

Результаты определения галлия, мышьяка, селена, рубидия и стронция в празеодиме ($n = 4$, $P = 0,95$) при различных условиях анализа

Выходная мощность плазмы, Вт	Массовая доля элементов, мкг/г				
	Ga	As	Se	Rb	Sr
1500	62±4	35±4	52±4	8±2	71±5
1400	37±4	27±3**	47±4	5±1	63±5
1300	22±3**	27±3	41±3	2±1**	53±3**
1200	21±3	28±3	16±3**	2±1	54±4
1100	22±2	26±3	17±3	3±1	51±3
МСТР*	20±3	28±3	16±2	2±1	54±3

* Результаты сравнительного анализа методом масс-спектрометрии высокого разрешения с тлеющим разрядом.
 ** Результат, удовлетворяющий критерию правильности (аттестованное значение попадает в доверительный интервал полученного значения).

Наиболее точные результаты определения галлия (аттестованное значение попадает в доверительный интервал полученного значения) получены при выходной мощности генератора плазмы, равной 1300 Вт, что можно объяснить уменьшением образования двухзарядных ионов РЗМ по сравнению с большей мощностью. Использование же мощности <1300 Вт нецелесообразно, поскольку при этом уменьшаются интенсивности сигналов от ионов элементов. Аналогично для мышьяка наиболее подходящая мощность генератора плазмы составила 1400 Вт, для селена 1200 Вт, для рубидия 1300 Вт и для стронция 1300 Вт.

Таким образом, метод ИСП-МС позволяет точно определять примеси в празеодиме с использованием подобранных в данной работе условий анализа.

Заключения

Метод ИСП-МС позволяет проводить контроль содержаний всех необходимых примесей в празеодиме, что обеспечивает качество выпускаемой продукции, где применяется данный металл.

Разработаны подходы к определению примесей в празеодиме указанным методом.

Полученные результаты определения примесей в празеодиме подтверждены сравнительным анализом, выполненным с помощью метода масс-спектрометрии высокого разрешения с тлеющим разрядом.

Список источников

1. Моргунов Р.Б., Пискорский В.П., Валеев Р.А., Королев Д.В. Температурная стабильность редкоземельных магнитов, поддерживаемая с помощью магнитокалорического эффекта // *Авиационные материалы и технологии*. 2019. № 1 (54). С. 88–94. DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-1-88-94.
2. Королев Д.В., Столянков Ю.В., Пискорский В.П., Валеев Р.А., Бахметьев М.В., Дворецкая Е.В., Коплак О.В., Моргунов Р.Б. Магнитные свойства и полосовые домены в микрополосках PrDyFeCoB // *Авиационные материалы и технологии*. 2021. № 3 (64). Ст. 08. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 06.06.2021). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-3-86-93.
3. Чередниченко И.В., Оспенникова О.Г., Пискорский В.П., Валеев Р.А., Бузенков А.В. Экономические аспекты производства постоянных магнитов // *Новости материаловедения. Наука и техника*. 2016. № 4 (22). Ст. 06. URL: <http://www.materialsnews.ru> (дата обращения: 06.06.2021).
4. Королев Д.В., Резчикова И.И., Пискорский В.П., Валеев Р.А., Моргунов Р.Б. Метод горячей деформации для изготовления постоянных магнитов системы РЗМ–Fe–B с использованием установок искрового плазменного спекания (обзор) // *Авиационные материалы и технологии*. 2017. № 4 (49). С. 11–18. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-4-11-18.

5. Каблов Е.Н., Оспенникова О.Г., Чередниченко И.В., Резчикова И.И., Валеев Р.А., Пискорский В.П. Влияние содержания меди на фазовый состав и магнитные свойства термостабильных спеченных магнитов систем Nd–Dy–Fe–Co–B и Pr–Dy–Fe–Co–B // *Авиационные материалы и технологии*. 2015. № S2 (39). С. 11–19. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-S2-11-19.
6. Каблов Е.Н., Оспенникова О.Г., Резчикова И.И., Пискорский В.П., Валеев Р.А., Королев Д.В. Зависимость свойств спеченных материалов системы Nd–Dy–Fe–Co–B от технологических параметров // *Авиационные материалы и технологии*. 2015. № S2 (39). С. 24–29. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-S2-24-29.
7. Луценко А.Н., Перов Н.С., Чабина Е.Б. Новые этапы развития Испытательного центра // *Авиационные материалы и технологии*. 2017. № S. С. 460–468. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-S-460-468.
8. Каблов Е.Н., Чабина Е.Б., Морозов Г.А., Муравская Н.П. Оценка соответствия новых материалов с использованием СО и МИ высокого уровня // *Компетентность*. 2017. № 2. С. 40–46.
9. ГОСТ 23862.20–79. Редкоземельные металлы и их окиси. Методы определения ванадия. М.: Госстандарт СССР, 1979. С. 1–3.
10. ГОСТ 23862.21–79. Редкоземельные металлы и их окиси. Методы определения хрома. М.: Госстандарт СССР, 1979. С. 1–2.
11. ГОСТ 23862.4–79. Редкоземельные металлы и их окиси. Спектральный метод определения ванадия, железа, кобальта, кремния, марганца, меди, никеля, свинца, титана, хрома. М.: Госстандарт СССР, 1979. С. 1–4.
12. Zhernokleeva K.V., Baranovskaya V.B. Analysis of Pure Scandium, Yttrium, and Their Oxides Using Methods of Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry and Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry // *Inorganic Materials*. 2011. Vol. 47. No. 15. P. 1627–1634.
13. Shu-Xiu Z., Murachi S., Imasaka T., Watanabe M. Determination of Rare Earth Impurities in Ultrapure Europium Oxide by Inductively-Coupled Plasma Mass Spectrometry // *Analytica Chimica Acta*. 1995. Vol. 314. No. 4. P. 193–201.
14. Пупышев А.А., Эпова Е.Н. Спектральные помехи полиатомных ионов в методе масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой // *Аналитика и контроль*. 2001. Т. 5. № 4. С. 335–369.
15. Лейкин А.Ю., Карандашев В.К., Лисовский С.В., Волков И.А. Использование реакционно-столкновительной ячейки для определения примесных элементов в редкоземельных металлах методом ИСП-МС // *Заводская лаборатория. Диагностика материалов*. 2014. Т. 80. № 5. С. 6–9.
16. Якимович П.В., Алексеев А.В., Мин П.Г. Определение низких содержаний фосфора в жаропрочных никелевых сплавах методом ИСП-МС // *Труды ВИАМ*. 2014. № 10. Ст. 02. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 06.06.2021). DOI: 10.18557/2307-6046-2014-0-10-2-2.
17. Карандашев В.К., Жерноклеева К.В., Карпов Ю.А. Использование двухзарядных ионов при определении некоторых редкоземельных элементов в неодиме, самарии, европии и их соединениях методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой // *Заводская лаборатория. Диагностика материалов*. 2012. Т. 78. № 12. С. 5–10.

References

1. Morgunov R.B., Piskorskiy V.P., Valeev R.A., Korolev D.V. The thermal stability of rare-earth magnets supported by means of the magnetocaloric effect. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2019, no. 1 (54), pp. 88–94. DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-1-88-94.
2. Korolev D.V., Stolyankov Yu.V., Piskorskiy V.P., Valeev R.A., Bahmetiev M.V., Dvoretzkaya E.V., Koplak O.V., Morgunov R.B. Magnetic properties and magnetic strip domains in micro stripes PrDyFeCoB. *Aviation materials and technologies*, 2021, no. 3 (64), paper no. 08. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: June 06, 2021). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-3-86-93.
3. Cherednichenko I.V., Ospennikova O.G., Piskorskiy V.P., Valeev R.A., Buzenkov A.V. Economic aspects of the production of permanent magnets. *Novosti materialovedeniya. Nauka i tekhnika*, 2016, no. 4 (22). Art. 06. Available at: <http://www.materialsnews.ru> (accessed: June 06, 2021).
4. Korolev D.V., Rezchikova I.I., Piskorskiy V.P., Valeev R.A., Morgunov R.B. The method of hot deformation for the manufacture of the permanent magnets of REM–Fe–B by the spark plasma sintering (review). *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2017, no. 4 (49), pp. 11–18. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-4-11-18.

5. Kablov E.N., Ospennikova O.G., Cherednichenko I.V., Rezchikova I.I., Valeev R.A., Piskorskij V.P. Influence of Cu content to phase structure and magnetic properties of thermostable sintered magnets of Nd–Dy–Fe–Co–B and Pr–Dy–Fe–Co–B systems. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2015, no. S2 (39), pp. 11–19. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-S2-11-19.
6. Kablov E.N., Ospennikova O.G., Rezchikova I.I., Piskorskij V.P., Valeev R.A., Korolev D.V. Properties dependence of the Nd–Dy–Fe–Co–B sintered materials on technological parameters. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2015, no. S2 (39), pp. 24–29. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-S2-24-29.
7. Lutsenko A.N., Perov N.S., Chabina E.B. The new stages of development of Testing Center. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2017, no. S, pp. 460–468. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-S-460-468.
8. Kablov E.N., Chabina E.B., Morozov G.A., Muravskaya N.P. Conformity assessment of new materials using high-level RM and MI. *Kompetentnost*, 2017, no. 2, pp. 40–46.
9. State Standard 23862.20–79. *Rare earth metals and their oxides. Methods for the determination of vanadium*. Moscow: Gosstandart of the USSR, 1979, pp. 1–3.
10. State Standard 23862.21–79. *Rare earth metals and their oxides. Methods for the determination of chromium*. Moscow: Gosstandart of the USSR, 1979, pp. 1–2.
11. State Standard 23862.4–79. *Rare earth metals and their oxides. Spectral method for the determination of vanadium, iron, cobalt, silicon, manganese, copper, nickel, lead, titanium, chromium*. Moscow: Gosstandart of the USSR, 1979, pp. 1–4.
12. Zhernokleeva K.V., Baranovskaya V.B. Analysis of Pure Scandium, Yttrium, and Their Oxides Using Methods of Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry and Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry. *Inorganic Materials*, 2011, vol. 47, no. 15, pp. 1627–1634.
13. Shu-Xiu Z., Murachi S., Imasaka T., Watanabe M. Determination of Rare Earth Impurities in Ultrapure Europium Oxide by Inductively-Coupled Plasma Mass Spectrometry. *Analytica Chimica Acta*, 1995, vol. 314, no. 4, pp. 193–201.
14. Pupyshv A.A., Epova E.N. Spectral noise of polyatomic ions in the method of mass spectrometry with inductively coupled plasma. *Analytics and control*, 2001, vol. 5, no. 4, pp. 335–369.
15. Leikin A.Yu., Karandashev V.K., Lisovsky S.V., Volkov I.A. The use of a reaction-collision cell for the determination of impurity elements in rare earth metals using the ICP-MS method. *Zavodskaya laboratoriya. Diagnostika materialov*, 2014, vol. 80, no. 5, pp. 6–9.
16. Yakimovich P.V., Alekseev A.V., Min P.G. Determination of low phosphorus content in heat-resistant nickel alloys by ICP-MS method. *Trudy VIAM*, 2014, no. 10, paper no. 02. Available at: <http://viam-works.ru> (accessed: June 06, 2021). DOI: 10.18577/2307-6046-2014-0-10-2-2.
17. Karandashev V.K., Zhernokleeva K.V., Karpov Yu.A. The use of doubly charged ions in the determination of some rare earth elements in neodymium, samarium, europium and their compounds by inductively coupled plasma mass spectrometry. *Zavodskaya laboratoriya. Diagnostika materialov*, 2012, vol. 78, no. 12, pp. 5–10.

Информация об авторах

Алексеев Андрей Владимирович, научный сотрудник, к.б.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Якимович Павел Витальевич, ведущий инженер, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Information about the authors

Andrey V. Alekseev, Researcher, Candidate of Sciences (Bio.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Pavel V. Yakimovich, Leading Engineer, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Статья поступила в редакцию 18.05.2022; одобрена и принята к публикации после рецензирования 19.05.2022.

The article was submitted 18.05.2022; approved and accepted for publication after reviewing 19.05.2022.