

DOI: <https://doi.org/10.26896/1028-6861-2023-89-11-24-33>

АНАЛИЗ ЦЕРИЙ-ЗАМЕЩЕННЫХ ФЕРРОГРАНАТОВ ИТТРИЯ МЕТОДОМ АТОМНО-ЭМИССИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ С ИНДУКТИВНО-СВЯЗАННОЙ ПЛАЗМОЙ С ПРЕДВАРИТЕЛЬНЫМ РАЗЛОЖЕНИЕМ В МИКРОВОЛНОВОЙ СИСТЕМЕ

© Наталья Александровна Короткова*, Ксения Вадимовна Петрова, Василиса Борисовна Барановская

Институт общей и неорганической химии им. Н. С. Курнакова Российской Академии Наук, Россия, 119991, Москва, Ленинский пр-т, д. 31, стр. 1; *e-mail: natalya.korotkova.95@mail.ru

Статья поступила 3 августа 2023 г. Поступила после доработки 5 сентября 2023 г. Принята к публикации 21 сентября 2023 г.

Описана методика анализа феррогранатов состава $Y_{3-x}Ce_xFe_{5-y}Ga_yO_{12}$, где $x = 0,4 - 0,5$, а $y = 2,4 - 2,6$, методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой (АЭС-ИСП), с предварительным разложением пробы в микроволновой системе. В ходе исследования были изучены и выбраны условия для микроволнового разложения образцов — состав кислотных смесей (HCl/HNO_3) и режимы микроволнового нагрева (время и температура выдержки), обеспечивающие полное растворение исследуемых образцов. Исследованы условия АЭС-ИСП анализа феррогранатов иттрия, легированных церием, изучено влияние матричных компонентов (Y, Ce, Fe, Ga) на определение примесных элементов. В целях минимизации матричного эффекта выбраны рабочие параметры спектрометра (мощность высокочастотного генератора и скорость распылительного потока аргона), позволяющие снизить матричный эффект при определении примесей Na, Mg, Al, Si, P, K, Ca, Sc, Cr, Mn, Co, Ni, Cu, Zn, Se, Cd, Sn, Te, La, Pr, Nd, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb, Lu, Pb в феррогранатах иттрия методом АЭС-ИСП. Исследования методом АЭС-ИСП проводили в аксиальном и радиальном режиме обзора плазмы для примесных элементов, и в радиальном режиме — для матричных элементов. Пределы определения большинства аналитов находятся в интервале $n \cdot 10^{-5} - n \cdot 10^{-4}$ % масс. Точность методики подтверждена методом «введено – найдено», а также анализом образцов с аттестованными содержаниями элементов. Стандартное отклонение находится в диапазоне 1 – 5 % в зависимости от выбранного режима обзора плазмы и определяемых элементов. Разработанный метод позволяет определять макро- и микрокомпоненты в феррогранатах иттрия в широком диапазоне концентраций с высокой точностью.

Ключевые слова: церий-замещенный феррогранат иттрия; атомно-эмиссионная спектроскопия с индуктивно-связанной плазмой; система микроволнового разложения; редкоземельные металлы; анализ.

ANALYSIS OF CERIUM-SUBSTITUTED YTTRIUM IRON GARNETS BY INDUCTIVELY COUPLED PLASMA ATOMIC EMISSION SPECTROMETRY WITH PRELIMINARY MICROWAVE DECOMPOSITION

© Natalia A. Korotkova*, Kseniya V. Petrova, Vasilisa B. Baranovskaya

Kurnakov Institute of General and Inorganic Chemistry of the Russian Academy of Sciences (IGIC RAS), 31 bld. 1, Leninsky prosp., Moscow, 119991, Russia, *e-mail: natalya.korotkova.95@mail.ru

Received August 3, 2023. Revised September 5, 2023. Accepted September 21, 2023.

An analytical procedure for inductively coupled plasma atomic emission (ICP-AES) analysis of iron garnets of the composition $Y_{3-x}Ce_xFe_{5-y}Ga_yO_{12}$, where $x = 0.4 - 0.5$ and $y = 2.4 - 2.6$ with preliminary microwave decomposition of the sample is described. The compositions of acid mixtures (HCl/HNO_3), as well as modes of microwave heating (holding time and temperature), providing complete dissolution of the samples are proposed. In addition to optimized sample preparation, conditions for ICP-AES analysis of cerium-doped yttrium iron garnets were studied. The effect of matrix components (Y, Ce, Fe, Ga) on the determination of doping elements was revealed and studied. The operating parameters of the spectrometer (ICP power and nebulizer flow rate) have been substantiated, which make it possible to reduce the matrix effect of Fe, Ga, Y, Ce on the elements Na, Mg, Al, Si, P, K, Ca, Sc, Cr, Mn, Co, Ni, Cu, Zn, Se, Cd, Sn, Te, La, Pr, Nd, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb, Lu, Pb in iron yttrium garnets by the ICP-AES. ICP-AES

measurements were performed in the axial and radial mode for trace elements and in the radial mode for matrix elements. The limits of quantification (LOQs) of most elements ranged within $n \times 10^{-5} - n \times 10^{-4}$ wt.%. The accuracy is confirmed by the spike recovery test. The relative standard deviation is in the range of 1 – 5% depending on the selected plasma view mode and the analyzed analytes. The developed method makes it possible to determine macro- and microcomponents in yttrium iron garnets in a wide range of concentrations with a high accuracy.

Keywords: yttrium iron garnet; inductively coupled plasma atomic emission spectrometry; microwave decomposition; rare earth metals; analysis.

Введение

Одним из перспективных направлений современного материаловедения является получение материалов с магнитооптическими свойствами. Среди широкого круга таких материалов феррогранаты, легированные редкоземельными элементами (РЗЭ), — одни из наиболее востребованных вследствие высокой оптической прозрачности и хороших магнитооптических свойств [1, 2]. В настоящее время много работ посвящено получению гомогенных церий-замещенных феррогранатов с предельно возможным содержанием церия. Так, авторами работы [2] был синтезирован феррогранат состава $Y_{3-x}Ce_xFe_{5-y}Ga_yO_{12}$, где $x = 0,4 - 0,5$, а $y = 2,4 - 2,6$. Эти материалы содержат в качестве основных компонентов Y (27 – 28 % масс.), Ce (8 – 9 % масс.), Fe (17 – 18 % масс.) и Ga (21 – 22 % масс.). При этом для обеспечения требуемых магнитооптических свойств феррогранатов иттрия содержания целевых примесных элементов, таких как Na, Mg, Al, Si, P, K, Ca, Sc, Cr, Mn, Co, Ni, Cu, Zn, Se, Cd, Sn, Te, La, Pr, Nd, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb, Lu, Pb, не должны превышать $n \cdot 10^{-5} - n \cdot 10^{-3}$ % масс. в зависимости от элемента. Так, например, по техническим условиям, установленным для феррограната иттрия ($Y_{3-x}Ce_xFe_{5-y}Ga_yO_{12}$, где $x = 0,4 - 0,5$, $y = 2,4 - 2,6$) содержание Ni и Cu не должно превышать (% масс.) $5 \cdot 10^{-3}$; Cr, Ca, Si, Pb — $3 \cdot 10^{-3}$; Na, K, Te, P — $1 \cdot 10^{-3}$; Mg, Se, РЗЭ — $5 \cdot 10^{-4}$; Al и Co — $1 \cdot 10^{-4}$; Cd, Mn, Zn, Sn — $5 \cdot 10^{-5}$. Следовательно, необходим аналитический контроль на всех стадиях синтеза данных материалов, включая анализ исходных веществ, промежуточных и конечных продуктов.

Для определения элементов в различных функциональных материалах на основе РЗЭ широко используют спектроскопические методы [3 – 7]. При этом наиболее перспективным с точки зрения определения как основных, так и примесных элементов в церий-замещенных феррогранатах представляется метод АЭС-ИСП, который позволяет определять большое число элементов в широком диапазоне концентраций и характеризуется экспрессностью и высокой чувствительностью.

При разработке аналитических методик важным этапом является пробоподготовка образцов.

Именно стадия перевода пробы в раствор существенно увеличивает продолжительность анализа и ухудшает метрологические характеристики инструментального метода определения из-за возможных потерь определяемых элементов и внешнего загрязнения. Использование закрытых микроволновых систем повышает эффективность и экспрессность разложения образцов, снижает риск внешнего загрязнения и требует меньшего количества кислот. Это улучшает пределы обнаружения элементов и точность анализа [8 – 10].

Цель настоящей работы — разработка методики анализа церий-замещенных феррогранатов иттрия методом АЭС-ИСП с предварительным разложением в микроволновой системе.

Экспериментальная часть

В качестве объектов исследования выбраны образцы феррограната иттрия, легированного церием ($Y_{2,5}Ce_{0,5}Fe_{2,5}Ga_{2,5}O_{12}$), синтезированные методом сжигания геля [11] в Институте общей и неорганической химии РАН.

Для растворения проб в работе использовали азотную (осч) и соляную (осч) кислоты без предварительной очистки. Растворы разбавляли деионизированной водой с удельным сопротивлением $18,2 \text{ МОм} \cdot \text{см}$ при 25°C .

Растворы для построения градуировочной зависимости готовили из многоэлементных и одноэлементных стандартных растворов (High-Purity Standards, Charleston, SC, USA) путем разбавления 2 %-ной смесью HNO_3 и HCl до концентраций: 0,1 – 100 мг/л для Na, Mg, Al, Si, P, K, Ca, Sc, Cr, Mn, Co, Ni, Cu, Zn, Se, Cd, Sn, Te, La, Pr, Nd, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb, Lu, Pb и 10 – 500 мг/л для Fe, Ga, Y, Ce.

Разложение образцов церий-замещенных феррогранатов иттрия осуществляли с использованием лабораторной системы MARS6 (CEM Corp., США) и сосудов Easy-Prep iWave, которые позволяют проводить эксперименты в более широком диапазоне объема (от 5 до 30 мл) и соотношения кислот (возможность использовать как концентрированные кислоты, так и водные растворы кислот), а также при более высоких температурах (до 310°C). Варьировали несколько параметров разложения: состав кислотной смеси,

время выдержки и температуру выдержки. Во всех экспериментах масса навески пробы составляла 0,1 г, время нагрева — 10 мин, выходная мощность — 800 Вт, время охлаждения — 15 мин; эксперимент проводили с применением разбавленных растворов концентрированных кислот, объем воды составлял 5 мл. Остальные характеристики микроволнового разложения приведены ниже:

Выходная мощность, Вт	800
Сосуды	EasyPrep iWave
Количество сосудов	12
Объем раствора, мл	5 – 30
Сенсорное управление	P
Время нагрева, мин	10
Время выдержки, мин	10 – 60
Температура, °C	150 – 250
Время охлаждения, мин	15
Масса образцов, мг	100
Объем H ₂ O, мл	5
Объем HNO ₃ , мл	0 – 10
Объем HCl, мл	0 – 10

После охлаждения растворы переносили в полипропиленовые колбы на 50 мл. Полноту разложения проб контролировали путем определения в аттестованных образцах, подвергшихся разложению, целевых элементов методом АЭС-ИСП, перед проведением анализа образцы разбавляли в 10 – 50 раз деионизированной водой в зависимости от определяемого элемента. Кислотность всех растворов составляла 1 – 3 %. Одновременно с приготовлением растворов анализируемой пробы готовили холостые растворы: выполняли все операции разложения без анализируемого образца.

Измерения выполняли с использованием атомно-эмиссионного спектрометра Thermo Scientific iCAP PRO XP с вертикальной горелкой, полихроматором echelle и детектором Charge Injection Device. Рабочие параметры спектрометра приведены ниже:

Выходная мощность, Вт	1100 – 1400
Диапазон длин волн, нм	167 – 852
Охлаждающий поток, л/мин	15
Плазмообразующий поток, л/мин	0,35
Распылительный поток, л/мин	0,5 – 1,1
Скорость подачи образца, об/мин	60
Диаметр инжектора, мм	0,64
Высота радиального обзора, мм	10
Диаметр инжектора, мм	2
Распылитель	SeaSpray Nebulizer, Glass Expansion
Распылительная камера	Циклонная Spray Chamber, Glass Expansion

Обсуждение результатов

Выбор условий разложения в микроволновой системе. Учитывая химический состав исследуемых феррогранатов иттрия, для растворения пробы применяли азотную и соляную кислоты, а также их смесь. Выбор кислот сделан на основании химических свойств феррогранатов иттрия. Более агрессивные кислоты (HF, HClO₄) было решено не применять, так как они могут вносить дополнительные помехи в фон атомно-эмиссионного спектра, что может повлиять на пределы определения аналитов. Соотношение компонентов кислотной смеси, обеспечивающей полное растворение исследуемых образцов, выбирали экспериментально. Серию экспериментов проводили при температуре выдержки 170 °C и времени выдержки 60 мин с использованием образца феррограната иттрия, легированного церием, содержащего (% масс.): Y — 27,83, Ce — 8,75, Fe — 17,50, Ga — 21,90. Полноту вскрытия устанавливали путем определения указанных компонентов методом АЭС-ИСП при рабочих условиях, приведенных выше.

Экспериментально установлено, что увеличение объема азотной кислоты в смеси приводит к увеличению степени перехода железа и галлия в раствор (рис. 1, а), в то время как повышение объема соляной кислоты способствует более полному переходу в раствор иттрия и церия (см. рис. 1, б). Для дальнейших экспериментов было принято решение исследовать влияние смеси кислот HNO₃/HCl на степень перехода основных элементов в раствор. Для выбора последовательности и шага в исследовании проведено факторное планирование эксперимента. Установлено, что полное количественное переведение образцов феррогранатов (массой 0,1 г) в раствор происходит при использовании смеси 2 мл азотной и 5 мл соляной кислоты.

Помимо соотношения кислот, на процесс микроволнового разложения влияют температура и время выдержки. Поэтому провели серию экспериментов по изучению влияния данных параметров на степень перехода элементов в раствор. Время выдержки варьировали в пределах от 10 до 60 мин (шаг интервала — 10 мин), температура выдержки составляла 170 °C. Эксперименты показали, что при уменьшении времени выдержки ниже 60 мин степень извлечения уменьшалась на 8 – 12 % (при времени выдержки 40 мин) и на 75 – 80 % (10 мин). Для сокращения времени растворения образцов провели эксперимент по выбору температуры выдержки, которую варьировали в пределах от 150 до 250 °C; время выдержки составило 30 мин. Полного извлечения элементов удавалось достичь при времени

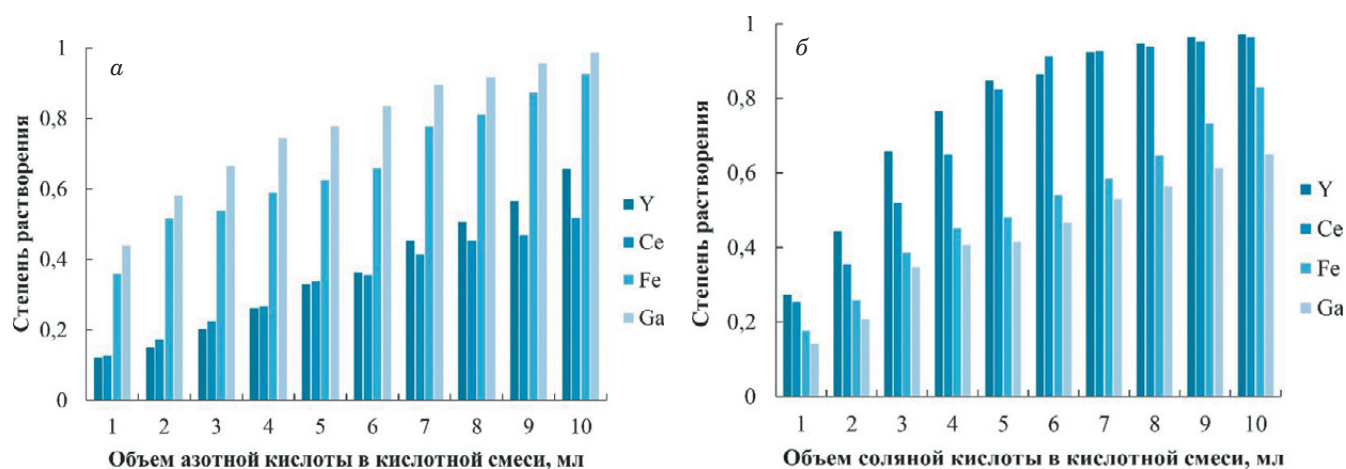


Рис. 1. Зависимость степени перехода в раствор Y, Ce, Fe, Ga от объема азотной (а) и соляной (б) кислот для растворения церий-замещенных феррогранатов иттрия

Fig. 1. Dependence of the recovery of Y, Ce, Fe, Ga in the solution on the volume of nitric (a) and hydrochloric (b) acid for the dissolution of the yttrium iron garnet doped with cerium

выдержки 30 мин и температуре выдержки 220 °С (табл. 1).

Выбор условий анализа феррогранатов иттрия, легированного церием $Y_{2,5}Ce_{0,5}Fe_{2,5}Ga_{2,5}O_{12}$, методом АЭС-ИСП. АЭС-ИСП, как и любой другой инструментальный метод, имеет ряд ограничений, наиболее важными из которых являются спектральные помехи различного типа и матричный эффект [12 – 16].

Феррогранаты иттрия, легированные церием, характеризуются сложным эмиссионным спектром, что затрудняет выбор аналитических линий элементов. Основной проблемой являются спектральные наложения линий макрокомпонентов Y, Ga, Ce и Fe и линий определяемых элементов. Аналитические линии выбирали с учетом их интенсивности и отсутствия значимых спектральных наложений, а также с учетом возможности их разрешения с помощью программного обеспечения спектрометра. Данный эксперимент проводили с использованием водных растворов, содержащих 1 мг/л Na, Mg, Al, Si, P, K, Ca, Sc, Cr, Mn, Co, Ni, Cu, Zn, Se, Cd, Sn, Te, La, Pr, Nd, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb, Lu, Pb, а также матричные элементы в концентрации 1000 мг/л (366 мг/л Y, 115 мг/л Ce, 288 мг/л Ga и 230 мг/л Fe). Концентрации Y, Ce, Ga и Fe выбирали исходя из содержаний этих элементов в образцах, синтезированных феррогранатов иттрия, использованных в настоящем исследовании (% масс.): Y — 27,83, Ce — 8,75, Fe — 17,50, Ga — 21,90.

Отмечены незначительные спектральные наложения при определении некоторых элементов в образцах феррограната иттрия. Например, высокие содержания железа влияют на аналитические линии (нм) Mg I 285,213 (Fe I 285,180),

Cu I 324,754 (Fe II 324,739), Sm II 359,260 (Fe I 359,289), Ho II 381,073 (Fe I 381,076), Tm II 324,508 (Fe II 342,558); галлия — на линии Te I 225,902 (Ga II 225,922) и Cr I 425,435 (Ga II 425,404); иттрия — на Gd II 336,223 (Y II 336,200); церия — на Sc II 361,381 (Ce II 361,370). В случае содержания железа, иттрия, церия или галлия в пробе выше 500 – 1000 мг/л требуется вводить дополнительную поправку при определении указанных примесных элементов.

Выбранные аналитические линии и пределы определения (ПО) представлены в табл. 2. Пределы обнаружения (ПО) рассчитывали для рас-

Таблица 1. Степень перехода в раствор основных элементов в зависимости от температуры выдержки

Table 1. The dependence of the recovery of the matrix elements in solution on the hold temperature

Температура выдержки, °С	Степень перехода элементов в раствор			
	Y	Ce	Fe	Ga
150	0,37	0,14	0,25	0,10
160	0,44	0,36	0,32	0,34
170	0,51	0,47	0,53	0,48
180	0,62	0,58	0,64	0,66
190	0,69	0,74	0,84	0,75
200	0,77	0,85	0,93	0,91
210	0,91	0,92	0,97	0,96
220	0,99	0,98	0,99	1
230	0,98	0,99	1	0,99
240	0,99	1	0,99	0,99
250	0,98	0,99	1	1

Примечание. Время выдержки во всех экспериментах составило 30 мин.

Таблица 2. Выбранные аналитические линии при анализе феррограната иттрия, легированного церием**Table 2.** Selected analytical wavelengths of the yttrium iron garnet doped with cerium

Элемент	Аналитическая линия, нм	Тип линии*	ПО, % масс.	Элемент	Аналитическая линия, нм	Тип линии*	ПО, % масс.
Na	588,995	I	$5,0 \cdot 10^{-5}$	Cd	228,802	I	$5,0 \cdot 10^{-5}$
	818,326	I	$2,5 \cdot 10^{-4}$		226,502	II	$5,0 \cdot 10^{-5}$
Mg	279,553	II	$5,0 \cdot 10^{-5}$	Sn	189,989	II	$1,0 \cdot 10^{-4}$
	280,270	II	$3,5 \cdot 10^{-4}$		175,790	II	$5,0 \cdot 10^{-4}$
	285,213	I	$5,0 \cdot 10^{-4}$	Te	214,281	I	$5,0 \cdot 10^{-4}$
Al	396,152	I	$3,0 \cdot 10^{-5}$		225,902	I	$1,0 \cdot 10^{-3}$
Si	251,611	I	$5,0 \cdot 10^{-5}$	La	408,672	II	$5,0 \cdot 10^{-5}$
	221,667	I	$3,0 \cdot 10^{-4}$		333,749	II	$5,0 \cdot 10^{-5}$
P	177,495	I	$5,0 \cdot 10^{-4}$	Ce	413,765	II	ОСНОВА
	213,618	I	$1,5 \cdot 10^{-4}$		413,380	II	
K	766,490	I	$3,0 \cdot 10^{-5}$	Pr	422,535	II	$5,0 \cdot 10^{-5}$
Ca	393,366	II	$5,0 \cdot 10^{-5}$		511,076	II	$1,0 \cdot 10^{-4}$
	396,847	II	$5,0 \cdot 10^{-5}$	Nd	430,358	II	$1,0 \cdot 10^{-4}$
Sc	361,384	II	$1,0 \cdot 10^{-4}$		529,317	II	$1,5 \cdot 10^{-4}$
	363,075	II	$5,0 \cdot 10^{-5}$	Sm	359,260	II	$5,0 \cdot 10^{-5}$
Cr	267,716	II	$5,0 \cdot 10^{-5}$		363,429	II	$1,0 \cdot 10^{-4}$
	283,563	II	$1,0 \cdot 10^{-4}$	Eu	412,970	II	$1,0 \cdot 10^{-4}$
	425,435	I	$3,0 \cdot 10^{-4}$		281,394	II	$5,0 \cdot 10^{-5}$
Mn	257,610	II	$5,0 \cdot 10^{-5}$	Gd	336,223	II	$1,0 \cdot 10^{-4}$
	259,373	II	$1,0 \cdot 10^{-4}$		364,619	II	$5,0 \cdot 10^{-5}$
Fe	238,204	II	ОСНОВА	Tb	350,917	II	$1,0 \cdot 10^{-4}$
	239,562	II			332,440	II	$1,0 \cdot 10^{-4}$
Co	228,616	II	$1,5 \cdot 10^{-4}$	Dy	353,170	II	$3,0 \cdot 10^{-5}$
	238,892	II	$5,0 \cdot 10^{-5}$		Ho	345,600	II
Ni	221,647	II	$1,0 \cdot 10^{-4}$	381,073		II	$5,0 \cdot 10^{-4}$
	231,604	II	$5,0 \cdot 10^{-5}$	Er	337,271	II	$5,0 \cdot 10^{-5}$
Cu	324,754	I	$1,0 \cdot 10^{-4}$		323,058	II	$5,0 \cdot 10^{-5}$
	327,396	I	$5,0 \cdot 10^{-5}$	Tm	346,220	II	$5,0 \cdot 10^{-5}$
Zn	206,200	II	$5,0 \cdot 10^{-5}$		342,508	II	$5,0 \cdot 10^{-5}$
	213,856	I	$5,0 \cdot 10^{-5}$	Yb	289,138	II	$3,0 \cdot 10^{-5}$
Ga	294,364	I	ОСНОВА		328,937	II	$5,0 \cdot 10^{-5}$
	417,206	I		Lu	261,542	II	$5,0 \cdot 10^{-5}$
Se	196,090	I	$5,0 \cdot 10^{-4}$	Pb	220,353	II	$2,0 \cdot 10^{-4}$
	203,985	I	$6,0 \cdot 10^{-4}$		216,999	I	$5,0 \cdot 10^{-4}$
Y	371,030	II	ОСНОВА				
	324,228	II					

творов, содержащих 1000 мг/л Fe, Ce, Y, Ga в 2 %-ной смеси HCl/HNO₃ с использованием 3S-критерия для десяти параллельных определений при выбранных рабочих параметрах спектрометра (их исследование обсуждается далее).

Как известно, присутствие матричных элементов в растворе может вызывать либо усиление, либо уменьшение интенсивности аналитических линий [14 – 16], поэтому важно выбрать степень разбавления анализируемого раствора,

обеспечивающую низкий матричный эффект. Исследования зависимости сигналов Na, Mg, Al, Si, P, K, Ca, Sc, Cr, Mn, Co, Ni, Cu, Zn, Se, Cd, Sn, Te, La, Pr, Nd, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb, Lu, Pb от концентрации матричных элементов (Y, Ce, Fe, Ga) проводили при стандартных условиях работы спектрометра: скорость распылительного потока — 0,6 л/мин, мощность высокочастотного генератора — 1150 Вт. Исследования проводили в двух режимах наблюдения плазмы:

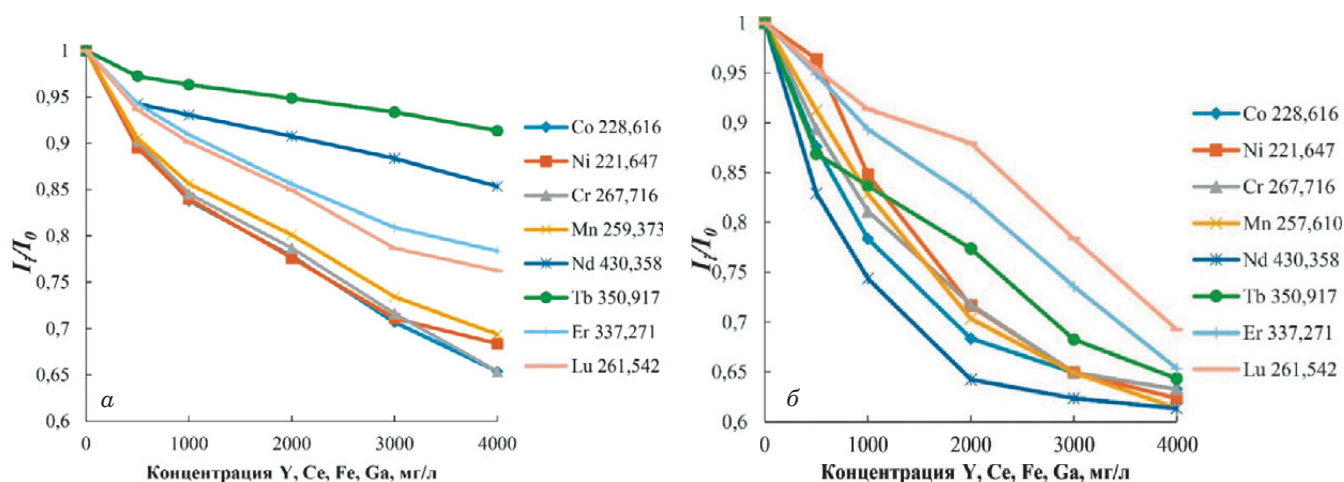


Рис. 2. Зависимость аналитического сигнала (I_i/I_0) от концентрации матричного элемента в растворе (Y, Ce, Fe, Ga): а — радиальный режим обзора плазмы; б — аксиальный режим обзора плазмы

Fig. 2. Dependence of the analytical signal ratio (I_i/I_0) on the concentration of matrix element (Y, Ce, Fe, Ga) in the solution: а — axial view; б — radial view

аксиальном и радиальном. В качестве примера на рис. 2 представлена зависимость интенсивности аналитических линий Cr, Fe, Cu, Gd, Lu, La, Mg и Ni от концентрации матрицы для радиального и аксиального режимов наблюдения, где I_i — интенсивность аналитических сигналов элементов в растворе, содержащем матричные элементы; I_0 — интенсивность аналитических сигналов элементов в растворе без матричных элементов.

Как видно из рис. 2, для двух режимов наблюдения плазмы увеличение концентрации матричных элементов привело к уменьшению сигналов аналитов. Это связано с тем, что присутствие матричных элементов в растворе изменяет состояние, в котором аналит поступает в плазму, тепловые характеристики плазмы и эффективность возбуждения аналита, а также пространственное распределение излучающих частиц [13].

Значимое подавление сигналов большинства элементов наблюдалось для растворов с суммарной концентрацией матричных элементов Y, Ce, Fe, Ga выше 1000 мг/л. При этом более чувствительным к матричному эффекту является аксиальный режим наблюдения, что хорошо согласуется с литературными данными [13, 17, 18]. Так, в присутствии в растворе 1000 мг/л Y, Ce, Fe, Ga снижение интенсивности сигнала некоторых элементов составляет 16 % для радиального режима и 39 % — для аксиального, а в присутствии 3000 мг/л матрицы — 29 и 47 % соответственно.

Как известно, величина матричного эффекта коррелирует со значениями потенциала возбуждения для атомных линий и потенциала ионизации для ионных линий [13 – 17]. Так, например, интенсивность спектральных линий с высокими значениями потенциала возбуждения, например,

кадмия и селена (Cd I 228,802 нм, $E_{exc} = 5,41$ эВ; Se I 196,090 нм, $E_{exc} = 6,32$ эВ), сильнее снижается с увеличением концентрации матричных элементов, чем интенсивность линий с более низкими значениями потенциала возбуждения, например, хрома и алюминия (Cr I 425,435 нм, $E_{exc} = 2,91$ эВ; Al I 396,152 нм, $E_{exc} = 3,14$ эВ). В аксиальном режиме для концентрации матрицы (Y, Ce, Fe, Ga) 1000 мг/л интенсивность атомной линии Cd I 228,802 нм снизилась на 27 %, тогда как интенсивность линии Al I 396,152 нм уменьшилась на 12 % (в радиальном режиме уменьшение составило 18 и 8 % соответственно).

Проведенные эксперименты показали, что ионные линии более чувствительны к матричному эффекту. Так, при концентрации матричных элементов в растворе 1000 мг/л аналитический сигнал кадмия на линии Cd I 228,802 нм уменьшился на 18 %, тогда как его же аналитической сигнал на ионной линии Cd II 226,502 нм снизился на 23 %, сигнал свинца на атомной линии Pb I 216,999 нм снизился на 5 %, а на ионной линии Pb II 220,353 — на 14 %, аналитический сигнал цинка на атомной линии Zn I 213,856 нм уменьшился на 9 %, а на ионной линии Zn II 206,200 нм — на 17 % (для радиального режима обзора плазмы). Поэтому данные элементы целесообразно определять по атомным аналитическим линиям Cd I 228,802 нм, Pb I 216,999 нм, Zn I 213,856 нм.

Для уменьшения матричного эффекта в данной работе проведены исследования по оптимизации параметров ввода анализируемого раствора в плазму — мощности высокочастотного генератора и скорости распылительного потока аргона (рис. 3).

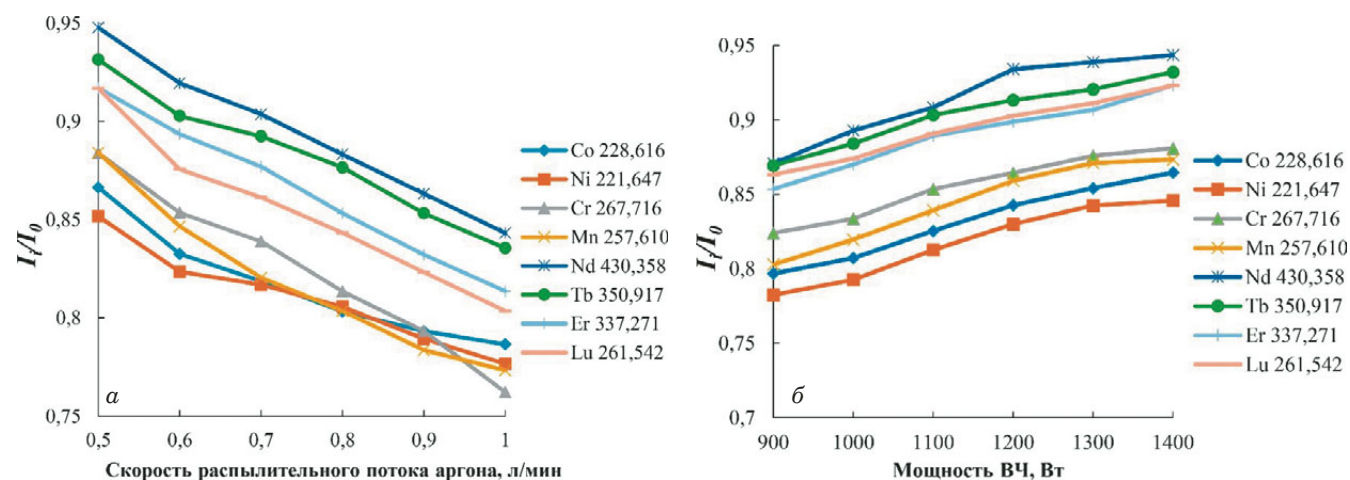


Рис. 3. Зависимость величины матричного эффекта (I_i/I_0) в растворе, содержащем 1000 мг/л матричных элементов (Y, Ce, Fe, Ga), от скорости распылительного потока (а) и мощности ВЧ-генератора (б), аксиальный режим обзора плазмы

Fig. 3. Dependence of the analytical signal ratio (I_i/I_0) in the solution containing 1000 mg/liter (Y, Ce, Fe, Ga) on the nebulizer flow rate (a) and RF power (b) (axial view)

Как видно из рис. 3, а, снижение скорости распылительного потока приводит к снижению матричного эффекта для большинства элементов. Минимальный матричный эффект и максимальные аналитические сигналы для большинства элементов в обоих режимах наблюдения плазмы были получены при скорости распылительного потока 0,5 л/мин. Такой эффект, вероятно, связан со снижением нагрузки на плазму, а также увеличением времени пребывания аэрозоля в плазме, что повышает эффективность процессов возбуждения и ионизации [13 – 17]. Лишь для линий Cu I 324,754 нм, K I 766,490 нм, Pb I 216,999 нм, Se I 196,090 нм, Te I 225,902 нм, Ca II 393,366 нм отмечены наилучшие результаты в отношении матричного эффекта при скорости распылительного потока 0,7 л/мин. Следует отметить, что в этих условиях преимущество в уменьшении подавления сигнала указанных элементов в присутствии матрицы по сравнению с результатами, полученными при скорости 0,5 – 0,6 л/мин, составляет 2 – 5 %, однако с увеличением скорости распылительного потока отмечалось существенное падение сигналов аналитов при анализе раствора без матрицы (до 45 %). Поэтому дальнейшие эксперименты проводили при скорости распылительного потока 0,5 л/мин.

Установлено, что с увеличением мощности плазмы также наблюдалось снижение матричного эффекта для большинства аналитов как для радиального, так и для аксиального обзора плазмы (см. рис. 3, б). В обоих режимах обзора плазмы отношения I_i/I_0 были близки к 1 при мощности высокочастотного генератора 1400 Вт.

Правильность АЭС-ИСП анализа феррограната иттрия подтверждена с помощью метода «введено – найдено» (табл. 3) и анализом образца

с аттестованными значениями содержаний элементов (табл. 4). Для метода «введено – найдено» использовали растворы, содержащие 0,1, 1,0 и 10,0 мг/л целевых примесных элементов (Na, Mg, Al, Si, P, K, Ca, Sc, Cr, Mn, Co, Ni, Cu, Zn, Se, Cd, Sn, Te, La, Pr, Nd, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb, Lu, Pb) и 100,0, 250,0 и 500 мг/л основных элементов (Y, Ce, Fe, Ga). Относительное стандартное отклонение для целевых аналитов составило 1 – 5 % при определении примесных элементов в режиме радиального обзора плазмы и 1 – 3 % при аксиальном режиме (см. табл. 3). Определение основных элементов проводили только в режиме радиального обзора плазмы, Sr находилось в диапазоне 1,7 – 2,1 % (см. табл. 3).

Заключение

Таким образом, разработана методика АЭС-ИСП анализа феррогранатов иттрия $Y_{3-x}Ce_xFe_{5-y}Ga_yO_{12}$ с предварительным растворением образцов в микроволновой системе. Разложение проводили в смеси 2 мл азотной и 5 мл соляной кислоты. Выбраны параметры микроволнового разложения (время выдержки — 30 мин, температура выдержки — 220 °С), при которых удается полностью перевести образцы в раствор. Исследовано влияние матричных элементов (Y, Ce, Fe, Ga) на интенсивность аналитических сигналов элементов-примесей Na, Mg, Al, Si, P, K, Ca, Sc, Cr, Mn, Co, Ni, Cu, Zn, Se, Cd, Sn, Te, La, Pr, Nd, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb, Lu, Pb, выбраны аналитические линии для прямого определения макро- и микрокомпонентов в феррогранатах иттрия методом АЭС-ИСП. Исследовано влияние рабочих параметров спектрометра (скорость распылительного потока аргона и мощность ВЧ-генератора) на матричный

Таблица 3. Результаты анализа феррогранатов иттрия методом «введено – найдено» ($n = 3$; $P = 0,95$)
Table 3. Results of analysis of yttrium iron garnets by recovery test ($n = 3$; $P = 0,95$)

Элемент	Введено, мг/л	Найдено, мг/л			Введено, мг/л			Найдено, мг/л		
		Радиальный обзор	$S_r, \%$	Аксиальный обзор	$S_r, \%$	Введено, мг/л	Радиальный обзор	$S_r, \%$	Аксиальный обзор	Введено, мг/л
Na	0,100 ± 0,002	0,108 ± 0,007	6,5	0,099 ± 0,002	2,0	1 ± 0,025	1,06 ± 0,04	3,8	1,05 ± 0,03	2,9
Mg	0,100 ± 0,002	0,104 ± 0,003	2,9	0,099 ± 0,001	1,0	1 ± 0,025	1,05 ± 0,02	1,9	0,99 ± 0,02	2,0
Al	0,100 ± 0,002	0,106 ± 0,004	3,8	0,101 ± 0,002	2,0	1 ± 0,025	1,04 ± 0,03	2,9	1,04 ± 0,02	1,9
Si	0,100 ± 0,002	0,095 ± 0,006	6,3	0,102 ± 0,003	2,9	1 ± 0,025	1,03 ± 0,04	3,8	0,98 ± 0,02	1,9
P	0,100 ± 0,002	0,097 ± 0,005	5,1	0,099 ± 0,002	2,0	1 ± 0,025	0,98 ± 0,01	1,0	1,01 ± 0,02	2,0
K	0,100 ± 0,002	0,101 ± 0,004	3,9	0,098 ± 0,002	2,0	1 ± 0,025	1,02 ± 0,03	2,9	0,98 ± 0,03	2,9
Ca	0,100 ± 0,002	0,106 ± 0,004	3,8	0,100 ± 0,001	1,0	1 ± 0,025	0,99 ± 0,03	2,9	0,97 ± 0,03	2,9
Sc	0,100 ± 0,002	0,102 ± 0,002	2,0	0,102 ± 0,002	2,0	1 ± 0,025	1,03 ± 0,02	1,9	1,03 ± 0,02	1,9
Cr	0,100 ± 0,002	0,103 ± 0,001	1,0	0,098 ± 0,001	1,0	1 ± 0,025	1,02 ± 0,03	2,9	1,04 ± 0,03	2,9
Mn	0,100 ± 0,002	0,099 ± 0,002	2,0	0,097 ± 0,002	2,1	1 ± 0,025	1,05 ± 0,03	2,9	1,02 ± 0,03	2,9
Fe	100,0 ± 2,0	101,5 ± 2,1	2,1	—	—	250,0 ± 4,5	255,2 ± 3,5	1,4	—	—
Co	0,100 ± 0,002	0,096 ± 0,004	4,2	0,104 ± 0,002	1,9	1 ± 0,025	1,05 ± 0,04	3,8	0,97 ± 0,01	1,0
Ni	0,100 ± 0,002	0,097 ± 0,003	3,1	0,103 ± 0,003	2,9	1 ± 0,025	1,02 ± 0,01	1,0	0,99 ± 0,02	2,0
Zn	0,100 ± 0,002	0,097 ± 0,004	4,1	0,099 ± 0,002	2,0	1 ± 0,025	1,03 ± 0,02	1,9	0,98 ± 0,01	1,0
Cu	0,100 ± 0,002	0,101 ± 0,003	3,0	0,097 ± 0,002	2,1	1 ± 0,025	0,98 ± 0,01	1,0	1,02 ± 0,01	1,0
Ga	100,0 ± 2,0	101,7 ± 1,9	1,9	—	—	250,0 ± 4,5	254,3 ± 3,7	1,5	—	—
Se	0,100 ± 0,002	0,095 ± 0,005	5,2	0,099 ± 0,003	3,0	1 ± 0,025	1,06 ± 0,04	3,8	1,01 ± 0,02	2,0
Y	100,0 ± 2,0	99,6 ± 1,8	1,8	—	—	250,0 ± 4,5	248,9 ± 2,8	1,1	—	—
Cd	0,100 ± 0,002	0,097 ± 0,004	4,1	0,103 ± 0,003	2,9	1 ± 0,025	0,98 ± 0,04	4,1	1,04 ± 0,02	1,9
Sn	0,100 ± 0,002	0,103 ± 0,004	3,9	0,098 ± 0,003	3,1	1 ± 0,025	0,97 ± 0,04	4,1	1,02 ± 0,03	2,9
Te	0,100 ± 0,002	0,105 ± 0,006	5,7	0,097 ± 0,003	3,1	1 ± 0,025	0,98 ± 0,03	3,1	0,97 ± 0,03	3,1
La	0,100 ± 0,002	0,100 ± 0,002	2,0	0,099 ± 0,002	2,0	1 ± 0,025	1,04 ± 0,03	2,9	0,96 ± 0,03	3,1
Ce	100,0 ± 2,0	100,8 ± 1,7	1,7	—	—	250,0 ± 4,5	253,7 ± 3,6	1,4	—	—
Pr	0,100 ± 0,002	0,103 ± 0,002	1,9	0,101 ± 0,002	2,0	1 ± 0,025	1,02 ± 0,01	1,0	1,03 ± 0,02	1,9
Nd	0,100 ± 0,002	0,104 ± 0,003	2,9	0,102 ± 0,002	2,0	1 ± 0,025	1,05 ± 0,02	1,9	0,98 ± 0,02	2,0
Sm	0,100 ± 0,002	0,101 ± 0,002	2,0	0,104 ± 0,002	1,9	1 ± 0,025	1,05 ± 0,04	3,8	1,01 ± 0,02	2,0
Eu	0,100 ± 0,002	0,106 ± 0,005	4,7	0,102 ± 0,001	1,0	1 ± 0,025	1,03 ± 0,01	1,0	0,98 ± 0,03	3,1
Gd	0,100 ± 0,002	0,104 ± 0,003	2,9	0,103 ± 0,002	1,9	1 ± 0,025	1,03 ± 0,02	1,9	0,97 ± 0,03	3,1
Tb	0,100 ± 0,002	0,103 ± 0,004	3,9	0,100 ± 0,002	2,0	1 ± 0,025	0,98 ± 0,04	3,9	1,02 ± 0,03	2,9
Dy	0,100 ± 0,002	0,101 ± 0,001	1,0	0,099 ± 0,002	2,0	1 ± 0,025	1,03 ± 0,02	1,9	0,98 ± 0,02	2,0
Ho	0,100 ± 0,002	0,108 ± 0,006	5,6	0,103 ± 0,001	1,0	1 ± 0,025	0,98 ± 0,04	3,9	0,97 ± 0,03	3,1
Er	0,100 ± 0,002	0,097 ± 0,004	4,1	0,104 ± 0,002	1,9	1 ± 0,025	1,02 ± 0,03	2,9	1,04 ± 0,03	2,9
Tm	0,100 ± 0,002	0,098 ± 0,002	2,0	0,099 ± 0,002	2,0	1 ± 0,025	0,99 ± 0,02	2,0	1,03 ± 0,03	2,9
Yb	0,100 ± 0,002	0,097 ± 0,003	3,1	0,098 ± 0,002	2,0	1 ± 0,025	1,03 ± 0,02	1,9	0,98 ± 0,02	2,0
Lu	0,100 ± 0,002	0,101 ± 0,003	3,0	0,097 ± 0,002	2,1	1 ± 0,025	1,02 ± 0,02	2,0	0,99 ± 0,01	1,0
Pb	0,100 ± 0,002	0,105 ± 0,004	3,8	0,105 ± 0,003	2,9	1 ± 0,025	1,04 ± 0,03	2,9	0,98 ± 0,01	1,0

Найдено, мг/л

Введено, мг/л

Радиальный обзор

$S_r, \%$

Аксиальный обзор

$S_r, \%$

Радиальный обзор

$S_r, \%$

Найдено, мг/л

Таблица 4. Результаты анализа образца феррограната иттрия, легированного церием, с аттестованными значениями содержаний элементов ($n = 3$; $P = 0,95$)**Table 4.** Results of analysis of reference samples of yttrium iron garnet doped with cerium ($n = 3$; $P = 0.95$)

Элемент	Найдено, % масс. $\pm \Delta$	Аттестованное значение, % масс. $\pm \Delta$	Элемент	Найдено, % масс. $\pm \Delta$	Аттестованное значение, % масс. $\pm \Delta$
Na	$(6,9 \pm 0,2) \cdot 10^{-4}$	$(7,0 \pm 0,2) \cdot 10^{-4}$	Cd	$<5,0 \cdot 10^{-5}$	$<5,0 \cdot 10^{-5}$
Mg	$<2,0 \cdot 10^{-5}$	$<1,0 \cdot 10^{-4}$	Sn	$<1,0 \cdot 10^{-4}$	$<1,0 \cdot 10^{-4}$
Al	$<3,0 \cdot 10^{-5}$	$<1,0 \cdot 10^{-4}$	Te	$<5,0 \cdot 10^{-4}$	$<5,0 \cdot 10^{-4}$
Si	$<5,0 \cdot 10^{-5}$	$<5,0 \cdot 10^{-4}$	La	$(9,3 \pm 0,1) \cdot 10^{-5}$	$(9,2 \pm 0,1) \cdot 10^{-5}$
P	$(4,96 \pm 0,06) \cdot 10^{-4}$	$(5,05 \pm 0,05) \cdot 10^{-4}$	Ce	$8,63 \pm 0,12$	$8,75 \pm 0,10$
K	$<3,0 \cdot 10^{-5}$	$<1,0 \cdot 10^{-4}$	Pr	$(5,8 \pm 0,2) \cdot 10^{-5}$	$(6,0 \pm 0,1) \cdot 10^{-5}$
Ca	$(1,23 \pm 0,03) \cdot 10^{-3}$	$(1,20 \pm 0,04) \cdot 10^{-3}$	Nd	$(1,12 \pm 0,05) \cdot 10^{-4}$	$(1,20 \pm 0,06) \cdot 10^{-4}$
Sc	$(8,5 \pm 0,1) \cdot 10^{-5}$	$(8,4 \pm 0,2) \cdot 10^{-5}$	Sm	$<5,0 \cdot 10^{-5}$	$<1,0 \cdot 10^{-4}$
Cr	$(5,61 \pm 0,02) \cdot 10^{-4}$	$(5,60 \pm 0,03) \cdot 10^{-4}$	Eu	$<5,0 \cdot 10^{-5}$	$<1,0 \cdot 10^{-4}$
Mn	$<5,0 \cdot 10^{-5}$	$<5,0 \cdot 10^{-4}$	Gd	$<5,0 \cdot 10^{-5}$	$<1,0 \cdot 10^{-4}$
Fe	$17,45 \pm 0,24$	$17,50 \pm 0,20$	Tb	$<1,0 \cdot 10^{-4}$	$<1,0 \cdot 10^{-4}$
Co	$<5,0 \cdot 10^{-5}$	$<5,0 \cdot 10^{-4}$	Dy	$<3,0 \cdot 10^{-5}$	$<1,0 \cdot 10^{-4}$
Ni	$<5,0 \cdot 10^{-5}$	$<1,0 \cdot 10^{-4}$	Ho	$<3,0 \cdot 10^{-5}$	$<1,0 \cdot 10^{-4}$
Cu	$(6,50 \pm 0,02) \cdot 10^{-4}$	$(6,48 \pm 0,02) \cdot 10^{-4}$	Er	$<5,0 \cdot 10^{-5}$	$<1,0 \cdot 10^{-4}$
Zn	$<5,0 \cdot 10^{-5}$	$<5,0 \cdot 10^{-5}$	Tm	$<5,0 \cdot 10^{-5}$	$<1,0 \cdot 10^{-4}$
Ga	$21,83 \pm 0,18$	$21,90 \pm 0,23$	Yb	$<3,0 \cdot 10^{-5}$	$<1,0 \cdot 10^{-4}$
Se	$<5,0 \cdot 10^{-4}$	$<5,0 \cdot 10^{-4}$	Lu	$<5,0 \cdot 10^{-5}$	$<1,0 \cdot 10^{-4}$
Y	$27,90 \pm 0,28$	$27,83 \pm 0,30$	Pb	$(4,34 \pm 0,04) \cdot 10^{-4}$	$(4,30 \pm 0,06) \cdot 10^{-4}$

эффект. Найдены условия анализа феррогранатов иттрия: расход распылительного потока аргона — 0,5 – 0,6 л/мин и мощность ВЧ-генератора — 1400 Вт.

Правильность анализа подтверждена методом «введено – найдено» и анализом образцов с аттестованными значениями содержаний элементов. Пределы обнаружения находятся в диапазоне $n \cdot 10^{-5} - n \cdot 10^{-4}$ % масс. Таким образом, разработанный метод позволяет определять макро- и микрокомпоненты в феррогранатах иттрия в широком диапазоне концентраций с высокой точностью.

Финансирование

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда (проект № 20-13-00180-П) с использованием оборудования ЦКП ФМИ ИОНХ РАН.

ЛИТЕРАТУРА

1. Smirnova M. N., Glazkova I. S., Nikiforova G. E., et al. Synthesis of Ce: YIG nanopowder by gel combustion / *Nanosyst. Phys. Chem. Math.* 2021. Vol. 12. N 2. P. 210 – 217. DOI: 10.17586/2220-8054-2021-12-2-210-217
2. Тетерин Ю. А., Смирнова М. Н., Маслаков К. И. и др. Ионный и фазовый составы порошкообразного феррограната $Y_{2,5}Ce_{0,5}Fe_{2,5}Ga_{2,5}O_{12}$, полученного методом сжигания геля / Докл. РАН. Химия, науки о материалах. 2022. Т. 503. С. 44 – 48. DOI: 10.31857/S268695352202008X
3. Balaram V. Rare earth elements: A review of applications, occurrence, exploration, analysis, recycling, and environmental impact / *Geosci. Front.* 2019. Vol. 10. P. 1286 – 1303. DOI: 10.1016/j.gsf.2018.12.005
4. Xu Y., Li M., Wang C., et al. Impurities in large scale produced Nd-doped phosphate laser glasses. I. Cu ions / *Opt. Mater. X.* 2019. Vol. 4. P. 1 – 7. DOI: 10.1016/j.omx.2019.100033
5. Patil A. B., Tarik M., Schuler A. J., et al. Insights about inductively coupled plasma optical emission spectroscopy interferences of major rare earth elements in complex e-waste feeds / *Spectrochim. Acta, Part B.* 2022. Vol. 191. 106399. DOI: 10.1016/j.sab.2022.106399
6. Lorenz T., Bertau M. Recycling of rare earth elements from FeNdB-Magnets via solid-state chlorination / *J. Cleaner Prod.* 2019. Vol. 215. P. 131 – 143. DOI: 10.1016/j.jclepro.2019.01.051
7. Spivakov A., Chun-Rong L., Chang-Yen T., Ying-Zhen C. Size-Dependent Magnetic and Magneto-Optical Properties of Bi-Doped Yttrium Iron Garnet Nanopowders / *Nanoscale Res. Lett.* 2022. Vol. 17. 70. DOI: 10.1186/s11671-022-03709-0
8. Bonin M., Fontaine F. G., Larivière D. Comparative Studies of Digestion Techniques for the Dissolution of Neodymium-Based Magnets / *Metals.* 2021. Vol. 11. 1149. DOI: 10.3390/met11081149
9. Balaram V., Subramanyam K. S. V. Sample preparation for geochemical analysis: Strategies and significance / *Adv. Sample Prep.* 2022. Vol. 1. 100010. DOI: 10.1016/j.sampre.2022.100010
10. Korotkova N. A., Baranovskaya V. B., Petrova K. V. Microwave Digestion and ICP-MS Determination of Major and Trace Elements in Waste Sm-Co Magnets / *Metals.* 2022. Vol. 12. 1308. DOI: 10.3390/met12081308
11. Смирнова М. Н., Гоева Л. В., Симоненко Н. П. и др. Особенности образования гелей при синтезе $Mg(Fe_{0,8}Ga_{0,2})_2O_4$ глициннитратным методом / Журн. неорг. химии. 2016. Т. 61. № 10. С. 1354 – 1359. DOI: 10.7868/S0044457X1508019X
12. Todoli J. L., Mermet J. M. Acid interferences in atomic spectrometry: analyte signal effects and subsequent reduction /

- Spectrochim. Acta, Part B. 1999. Vol. 54. P. 895 – 929. DOI: 10.1016/S0584-8547(99)00041-5
13. **Todoli J. L., Mermet J. M.** Matrix Effects. In the book: Liquid Sample Introduction in ICP Spectrometry. A Practical Guide. 2008. P. 147 – 190. DOI: 10.1016/b978-0-444-53142-1.00006-6
 14. **Todoli J. L., Gras L., Hernandis V., Mora J.** Elemental matrix effects in ICP-AES / J. Anal. At. Spectrom. 2002. Vol. 17. P. 142 – 169. DOI: 10.1039/B009570M
 15. **Пупышев А. А.** Спектральные помехи и их коррекция в атомно-эмиссионном спектральном анализе / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2019. Т. 85. № 1. Ч. II. С. 15 – 32. DOI: 10.26896/1028-6861-2019-85-1-II-15-32
 16. **Lagalante A. F.** Atomic Emission Spectroscopy: A Tutorial Review / Appl. Spectrosc. Rev. 2004. Vol. 34. N 3. P. 191 – 207. DOI: 10.1081/ASR-100100845
 17. **Petrova K. V., Baranovskaya V. B., Korotkova N. A.** Direct inductively coupled plasma optical emission spectrometry for analysis of waste samarium-cobalt magnets / Arabian J. Chem. 2022. Vol. 15. 103501. DOI: 10.1016/j.arabjc.2021.103501
 18. **Almeida G., Filipini da Silveira J. R., Nunis da Silva A. L., et al.** Additivity of optical emissions applied to neodymium and praseodymium quantification in metallic didymium and (Nd, Pr)-Fe-B alloy samples by low-resolution atomic emission spectrometry: An evaluation of the mathematical approach used to solve spectral interferences / Anal. Chim. Acta. 2019. Vol. 1085. P. 21 – 28. DOI: 10.1016/j.aca.2019.07.049
 6. **Lorenz T., Bertau M.** Recycling of rare earth elements from FeNdB-Magnets via solid-state chlorination / J. Cleaner Prod. 2019. Vol. 215. P. 131 – 143. DOI: 10.1016/j.jclepro.2019.01.051
 7. **Spivakov A., Chun-Rong L., Chang-Yen T., Ying-Zhen C.** Size-Dependent Magnetic and Magneto-Optical Properties of Bi-Doped Yttrium Iron Garnet Nanopowders / Nanoscale Res. Lett. 2022. Vol. 17. 70. DOI: 10.1186/s11671-022-03709-0
 8. **Bonin M., Fontaine F. G., Larivière D.** Comparative Studies of Digestion Techniques for the Dissolution of Neodymium-Based Magnets / Metals. 2021. Vol. 11. 1149. DOI: 10.3390/met11081149
 9. **Balaram V., Subramanyam K. S. V.** Sample preparation for geochemical analysis: Strategies and significance / Adv. Sample Prep. 2022. Vol. 1. 100010. DOI: 10.1016/j.sampre.2022.100010
 10. **Korotkova N. A., Baranovskaya V. B., Petrova K. V.** Microwave Digestion and ICP-MS Determination of Major and Trace Elements in Waste Sm-Co Magnets / Metals. 2022. Vol. 12. 1308. DOI: 10.3390/met12081308
 11. **Smirnova M. N., Goeva L. V., Simonenko N. P., et al.** Gel formation specifics in the synthesis of $\text{Mg}(\text{Fe}_{0.8}\text{Ga}_{0.2})_2\text{O}_4$ by the glycine-nitrate method / Russ. J. Inorg. Chem. 2016. Vol. 61. N 10. P. 1354 – 1359. DOI: 10.7868/S0044457X1508019X
 12. **Todoli J. L., Mermet J. M.** Acid interferences in atomic spectrometry: analyte signal effects and subsequent reduction / Spectrochim. Acta, Part B. 1999. Vol. 54. P. 895 – 929. DOI: 10.1016/S0584-8547(99)00041-5
 13. **Todoli J. L., Mermet J. M.** Matrix Effects. In the book: Liquid Sample Introduction in ICP Spectrometry. A Practical Guide. 2008. P. 147 – 190. DOI: 10.1016/b978-0-444-53142-1.00006-6
 14. **Todoli J. L., Gras L., Hernandis V., Mora J.** Elemental matrix effects in ICP-AES / J. Anal. At. Spectrom. 2002. Vol. 17. P. 142 – 169. DOI: 10.1039/B009570M
 15. **Pupyshev A. A.** Spectral interferences and their correction in atomic emission spectral analysis / Ind. Lab. Mater. Diagn. 2019. Vol. 85. N 1. Part II. P. 15 – 32 [in Russian]. DOI: 10.26896/1028-6861-2019-85-1-II-15-32
 16. **Lagalante A. F.** Atomic Emission Spectroscopy: A Tutorial Review / Appl. Spectrosc. Rev. 2004. Vol. 34. N 3. P. 191 – 207. DOI: 10.1081/ASR-100100845
 17. **Petrova K. V., Baranovskaya V. B., Korotkova N. A.** Direct inductively coupled plasma optical emission spectrometry for analysis of waste samarium-cobalt magnets / Arabian J. Chem. 2022. Vol. 15. 103501. DOI: 10.1016/j.arabjc.2021.103501
 18. **Almeida G., Filipini da Silveira J. R., Nunis da Silva A. L., et al.** Additivity of optical emissions applied to neodymium and praseodymium quantification in metallic didymium and (Nd, Pr)-Fe-B alloy samples by low-resolution atomic emission spectrometry: An evaluation of the mathematical approach used to solve spectral interferences / Anal. Chim. Acta. 2019. Vol. 1085. P. 21 – 28. DOI: 10.1016/j.aca.2019.07.049
 1. **Smirnova M. N., Glazkova I. S., Nikiforova G. E., et al.** Synthesis of Ce: YIG nanopowder by gel combustion / Nanosyst. Phys. Chem. Math. 2021. Vol. 12. N 2. P. 210 – 217. DOI: 10.17586/2220-8054-2021-12-2-210-217
 2. **Teterin Yu. A., Smirnova M. N., Maslakov K. I., et al.** Ionic and phase compositions of $\text{Y}_{2.5}\text{Ce}_{0.5}\text{Fe}_{2.5}\text{Ga}_{2.5}\text{O}_{12}$ ferrogarnet powder produced by gel combustion / Dokl. Phys. Chem. 2022. Vol. 503. P. 45 – 49. DOI: 10.1134/s0012501622040029
 3. **Balaram V.** Rare earth elements: A review of applications, occurrence, exploration, analysis, recycling, and environmental impact / Geosci. Front. 2019. Vol. 10. P. 1286 – 1303. DOI: 10.1016/j.gsf.2018.12.005
 4. **Xu Y., Li M., Wang C., et al.** Impurities in large scale produced Nd-doped phosphate laser glasses. I. Cu ions / Opt. Mater.: X. 2019. Vol. 4. P. 1 – 7. DOI: 10.1016/j.omx.2019.100033
 5. **Patil A. B., Tarik M., Schuler A. J., et al.** Insights about inductively coupled plasma optical emission spectroscopy interferences of major rare earth elements in complex e-waste feeds / Spectrochim. Acta, Part B. 2022. Vol. 191. 106399. DOI: 10.1016/j.sab.2022.106399

REFERENCES