

УДК 546.23:543.544:543.423.1

МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ ПРИМЕСНОГО СОСТАВА ВЫСОКОЧИСТОЙ СЕРЫ

© 2024 г. М. Ф. Чурбанов^a, И. В. Скрипачев^a, А. Ю. Созин^{a,*}, И. И. Евдокимов^a

^aИнститут химии высокочистых веществ им. Г.Г. Девярых Российской академии наук,
ул. Тропинина, 49, Нижний Новгород, ГСП-75, 603950, Россия

*E-mail: Sozin@ihps-nnov.ru

Поступила в редакцию 25.10.2023 г.

После доработки 15.11.2023 г.

Принята к публикации 22.11.2023 г.

Обзор посвящен рассмотрению научных достижений в области определения в высокочистой сере примесей элементов, молекулярных соединений и гетерофазных включений. Охарактеризованы известные к настоящему времени способы их определения методами атомно-эмиссионной спектроскопии, масс-спектрометрии, колориметрии, гравиметрии, титриметрии, турбидиметрии, кондуктометрии, газовой хроматографии, ИК-спектроскопии, хромато-масс-спектрометрии, лазерной ультрамикроскопии.

Ключевые слова: высокочистая сера, примеси, предел обнаружения, методы анализа.

DOI: 10.31857/S0044450224080029, EDN: tkapgs

Высокочистая сера востребована в различных областях науки и техники. Ее используют для получения халькогенидных стекол, имеющих высокую прозрачность в среднем ИК-диапазоне [1–3], в микроэлектронике для получения сульфидов металлов, необходимых для изготовления детекторов излучений оптического и рентгеновского диапазонов, люминесцентных экранов [2, 4]. Получаемый на основе высокочистой серы сульфид цинка является одним из основных материалов для изготовления проходных элементов лазеров, работающих в ближнем и среднем ИК-диапазонах, линз, зеркал, защитных окон и элементов для авиационных и космических аппаратов, устройств самонаведения [5]. Высокочистая сера используется для синтеза сульфидов кадмия и галлия, применяемых для изготовления оптических приборов и люминофоров [6]. Перспективным научным направлением в области оптоэлектроники является использование полупроводниковых кристаллов ZnS на основе изотопно обогащенной серы [7, 8].

Существенное влияние на функциональные свойства материалов, получаемых из высокочистой серы, оказывают присутствующие в ней примеси. Они могут поступать в конечные изделия и ухудшать их качества. Такими примесями являются сульфиды, сульфаты, оксиды, карбо-

наты различных элементов и другие соединения, а также вещества в молекулярной форме и гетерофазные включения [1, 2, 9–11].

Содержание многих примесей нормируется и определяется областью применения высокочистой серы. Например, концентрации меди и никеля в цинк-сульфидных люминофорах не должны превышать 10^{-6} – 10^{-5} мас. % [12]. Примеси водорода, кислорода, углерода, поступающие из серы, ухудшают прозрачность халькогенидных стекол в среднем ИК-диапазоне, начиная с 10^{-8} – 10^{-7} мас. % [2, 13–15]. Примеси в форме гетерофазных включений субмикронного размера существенно влияют на энергетический порог объемного разрушения халькогенидных стекол под действием импульсного лазерного излучения [16].

Развитие волоконной, силовой оптики, физики полупроводников требует повышения степени чистоты серы. В настоящее время наибольшие требования к содержанию в ней примесей предъявляет волоконная инфракрасная оптика на основе сульфидно-мышьяковых стекол системы As–S [17]. Многомодовые волоконные световоды из этих стекол имеют наименьшие оптические потери в среднем ИК-диапазоне на уровне 12–14 дБ/км [18]. Для их достижения в особо чистой сере, используемой для синтеза данных стекол, должно быть пони-

жено интегральное содержание примесей металлов и кремния до уровня, не превышающего 10^{-5} мас. %. [19].

Концентрации отдельных примесей в полученных к настоящему времени наиболее чистых образцах серы составляют 10^{-8} – 10^{-4} ат. %, а суммарное их содержание находится на уровне $(1-3) \times 10^{-4}$ ат. % [20]. Такая степень чистоты не всегда достаточна для удовлетворения требований передовых и перспективных научных разработок. Кроме того, в последнее время значительное место в технологии получения высокочистой серы стали занимать надежная идентификация примесей и их определение на низком уровне концентрации. Это связано с возрастающей тенденцией использования для ее получения нетрадиционных и вторичных источников [1]. Примесный состав такой серы может существенно отличаться от характерного для полученной по устоявшимся технологиям и нуждается в изучении. В связи с этим актуальным научным направлением является развитие методов анализа серы, позволяющих расширить информацию о примесях в ней и определять их с более низкими пределами обнаружения.

Описаны [1, 2, 10, 21] методы и возможности определения с их помощью в сере примесей элементов, молекулярных соединений и гетерофазных включений. Наибольшее применение для этой цели нашли атомно-эмиссионная спектроскопия, масс-спектрометрия, колориметрия, гравиметрия, титриметрия, турбидиметрия, кондуктометрия, газовая хроматография, ИК-спектроскопия, хромато-масс-спектрометрия, лазерная ультрамикроскопия. Рассмотрение их возможностей и совместное использование для исследования примесей в сере способствует наиболее полной ее характеристике, необходимой для оптимизации технологий ее глубокой очистки.

В данном обзоре рассматриваются известные в настоящее время возможности методов определения в сере примесей элементов, молекулярных соединений и гетерофазных включений.

ХАРАКТЕРИСТИКА ПРИМЕСНОГО СОСТАВА СЕРЫ

Примесный состав серы зависит от состава исходного серосодержащего сырья и методов его переработки. Ее получение является многостадийным процессом [22–25]. На каждом технологическом этапе в серу могут попадать компоненты исходного сырья, вещества, используемые в качестве реагентов для ее выделения, и продукты их взаимодействия с материалом аппаратуры и окружающей средой. Совокупность этих факторов определяет примесный состав серы [2].

В промышленности элементарную серу получают из самородных и сульфидных руд, из природных и промышленных газов, содержащих диоксид серы, сероводород и другие ее соединения [9, 22–25]. Из руд серу выделяют методом подземной выплавки. Основными примесями в ней являются сопутствующие элементы-аналоги, мышьяк с концентрацией 10^{-3} – 0.1 мас. %, углерод, кислород, водород в виде соединений с концентрациями до 0.01 – 0.1 мас. %, элементы, входящие в состав пород на месте залегания серы – Ca, Si, Al, Mg, Fe с концентрациями до 10^{-4} – 10^{-2} мас. %. При наземной переработке руд серу извлекают выплавкой в печах или экстракцией, часто после предварительного флотационного обогащения. В качестве экстрагентов обычно используются водные растворы сульфидов, углеводороды и их производные. В качестве флотореагентов применяют керосин, высшие спирты, масла [22, 23]. При обжиге сульфидных руд серу переводят преимущественно в диоксид, окисульфид углерода, сероуглерод. Из этих соединений ее регенерируют до элементарной серы.

В качестве катализаторов процессов выделения серы используют боксит, силикагель, оксиды и сульфиты некоторых металлов [22, 23, 25]. Характерной особенностью такой серы является присутствие в ней значительного количества исходных и конечных продуктов реакций (оксидов серы и углерода, дисульфида и окисульфида углерода, воды, частиц катализатора).

В настоящее время в нашей стране производители особо чистой серы регламентируют в ней содержание примесей согласно ТУ 6-09-2546-77 [21] (табл. 1).

Физико-химические показатели серы различных марок нормируются действующими стандартами [26–28]. Из табл. 1 видно, что в сере нормируется относительно небольшое число примесей. Нет информации о конкретных присутствующих органических веществах, а современные возможности элементного анализа позволяют осуществлять контроль большего числа примесей с концентрациями на 2–3 порядка ниже по сравнению с представленными. В паспортных данных серы также не приводится информация о примесях в ней гетерогенных включений. Данные сведения важны для развития физико-химических основ и технологии получения высокочистой серы.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРИМЕСЕЙ ЭЛЕМЕНТОВ

Для элементного анализа серы могут быть использованы многочисленные методы анализа – химические, физические и физико-химические [2, 20, 21, 29–31]. Наиболее часто применяют атомно-эмиссионную спектрометрию с атомизацией в дуговом разряде, фотометрию

Таблица 1. Содержание примесей в особо чистой сере согласно ТУ 6-09-2546-77 [21]

Примеси	Норма (не более), мас. %		
	ос. ч. 16-5	ос. ч. 14-4	ос. ч. 15-3
Se	2×10^{-4}	Не норм.	5×10^{-4}
P	1×10^{-5}	5×10^{-5}	1×10^{-3}
Cl, Br, I (в пересчете на Cl)	2×10^{-5}	5×10^{-5}	1×10^{-4}
Битумы	2×10^{-3}	2×10^{-3}	2×10^{-3}
Al	4×10^{-5}	1×10^{-4}	1×10^{-4}
Fe	2×10^{-5}	3×10^{-5}	1×10^{-4}
Cd, Mo	1×10^{-6}	Не норм.	Не норм.
Co	2×10^{-6}	3×10^{-6}	1×10^{-5}
Ga, In	1×10^{-6}	1×10^{-6}	5×10^{-5}
Mn	1×10^{-6}	5×10^{-6}	1×10^{-4}
Cu, Ag	1×10^{-6}	5×10^{-6}	5×10^{-5}
As	2×10^{-5}	3×10^{-5}	5×10^{-4}
Ni, Pb	2×10^{-6}	1×10^{-5}	1×10^{-4}
Sn	1×10^{-6}	1×10^{-5}	1×10^{-4}
Te	5×10^{-6}	Не норм.	Не норм.

растворов, обычно с экстракционным извлечением аналита, атомно-абсорбционный анализ, реже – рентгенофлуоресцентный анализ, электрохимические и ядерно-физические методы. Известные методики анализа серы характеризуются различной чувствительностью и по-разному адаптированы к анализируемым образцам, отличающимся степенью чистоты. При анализе чистой серы, как правило, используют комбинированные методики, предусматривающие предварительное концентрирование примесей [29, 32]. При химико-аналитическом контроле образцов промышленной серы (сера техническая, сера особой чистоты) задачи элементного анализа состоят, как правило, в определении примесей металлов (Al, Fe, Cd, Co, Ga, Mn, Cu, As, Ni, Sn, Pb, Ag, Te, In, Mo), а также Se, Te, As и P [21, 30].

Суммарное содержание примесей металлов в образцах промышленной серы может варьироваться в широком диапазоне (10^{-5} – 10^{-2} мас. %) в зависимости от марки. Удобным, широкодоступным и надежным методом их определения, а также ряда примесей неметаллов в сере на уровне 10^{-6} мас. % и выше является атомно-эмиссионная спектроскопия с дуговым разрядом (АЭС-ДР). Для анализа технической и особо чистой серы разработаны методики прямого

определения примесей с их предварительным концентрированием. При анализе особо чистой серы концентрирование примесей широкого круга металлов (например, Al, Ga, Fe, Co, Mn, Cu, As, Ni, Cd, Sn, Pb) достигается удалением основы путем ее испарения либо окисления (сжигания), поскольку сера и ее оксиды более летучи, чем оксиды, сульфиды, сульфаты и карбонаты многих металлов. При определении примесей Te, In и Mo матрицу переводят в серную кислоту действием концентрированной азотной кислоты, а серную кислоту впоследствии упаривают [21]. В качестве коллекторов примесей используют смесь SiO_2 и NaCl, а также спектрально-чистый угольный порошок [21, 33, 34]. Остаток после сжигания серы может быть переведен в раствор для последующего спектрального определения примесей [35]. Способ удаления матрицы выбирают, исходя из требований к коэффициенту извлечения конкретных примесей в концентрат. Несомненное достоинство атомно-эмиссионного спектрального анализа – это определение широкого круга примесей из одной аналитической навески при относительно высокой чувствительности. Методики, предусматривающие концентрирование примесей удалением матрицы, могут быть сопряжены с последующим их определением в растворе концентрата широко распространенными в настоящее время атомно-эмиссионным или масс-спектрометрическими методами с индуктивно связанной плазмой (АЭС-ИСП, МС-ИСП). Так, АЭС-ИСП применена совместно с АЭС-ДР при определении примесей Al, As, Se, Cr, Cu, Fe, Mg, Mn, Ni, Se, Si, Te, Ti, Zn в образцах серы различной степени чистоты [7]. Концентрирование примесей осуществляли испарением матрицы с дальнейшим переводом концентрата в раствор, после чего их определяли методами АЭС-ДР и АЭС-ИСП. Дополнительно проводили АЭС-ИСП-определение примесей в растворах, полученных автоклавным растворением серы в 68%-ной азотной кислоте. Совместное применение АЭС-ДР и АЭС-ИСП позволило дополнительно проконтролировать правильность результатов определений. Автоклавное растворение серы легко протекает в азотной кислоте азеотропного состава (68–69 мас. %), которую можно получить в высокочистом виде дистилляцией без кипения, в отличие от концентрированной азотной кислоты, применяемой для окисления серы в открытых сосудах.

В работе [36] описано МС-ИСП-определение Li, V, Cr, Co, Ga, Rb, Sr, Cd, Cs, Ba, Pb, U, La, Ce, Pr, Nd, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb, Lu, Y с пределами обнаружения 9×10^{-10} – 2×10^{-7} мас. %. Этот перечень не включает примеси наиболее распространенных элементов (Al, Ca, Mg, Si, Fe, Na, K, Zn и др.).

При определении примесей As, Se и Te широко используются спектрофотометрические методики. Анализируемую пробу серы переводят в раствор (обычно действием азотной кислоты), определяемые примеси переводят в окрашенные соединения с органическим реагентом, которые затем экстрагируют и определяют методом спектрофотометрии. Достигнутые пределы обнаружения примесей мышьяка и селена лежат в интервале 10^{-6} – 10^{-5} мас. % [32].

В работе [37] приведена методика химико-атомно-абсорбционного определения примесей As, Sb и Se в высокочистой сере. Их извлекали из серы экстракцией и далее определяли в водном растворе или толуоле. Предел обнаружения элементов составил 1×10^{-7} , 2×10^{-7} и 3×10^{-7} мас. % соответственно.

Мышьяк и селен с пределом обнаружения 1×10^{-6} мас.% определяли рентгенофлуоресцентным методом с предварительным концентрированием примесей [38]. Анализируемую серу растворяли в азотной кислоте, раствор упаривали досуха. Образовавшийся осадок, содержащий оксиды мышьяка и селена, наносили на фильтровальную бумагу, которую подвергли анализу.

В ряде работ [29, 31, 32] описано полярографическое определение до 1×10^{-3} мас. % селена, основанное на легком электровосстановлении анионов селенистой кислоты на ртутном капельном электроде.

Фосфор с пределом обнаружения 1×10^{-5} мас. % может быть определен турбидиметрическим методом [21]. Галогены в сере определяли методом светорассеяния [21]. Для этого в колбу с серой последовательно добавляли этиловый спирт и воду. Содержимое доводили до кипения, затем полученный раствор отделяли от нерастворившегося осадка, добавляли в него азотную кислоту и снова кипятили, после чего добавляли нитрат серебра. Концентрацию галогенов определяли по светорассеянию полученного раствора. Применение описанного подхода позволяет контролировать до 2×10^{-5} мас. % галогенов в сере.

Высокочувствительным методом определения примесей в сере высокой чистоты является радиоактивационный анализ, не связанный с предварительным обогащением пробы, что приводит к отсутствию поправки на холостой опыт. Описана [32] методика определения 14 элементов в сере высокой чистоты с пределами обнаружения Mn, Cu, As $(2-5) \times 10^{-8}$ мас. %, Ga, Te, Sb, In, Co $(1-6) \times 10^{-7}$ мас. %, Ag, Hg, Cr $(2-5) \times 10^{-6}$ мас. %, Zn, Ni и Se 5×10^{-6} – 2×10^{-5} мас. %. К сожалению, в настоящее время данный метод практически не используется в виду труднодоступности аналитического оборудования.

Для получения высокочистой серы применяются химические, дистилляционные и кристаллизационные методы, а также их комбинации. Основным материалом аппаратуры для получения высокочистой серы является высокочистое кварцевое стекло. Все образцы серы, очищаемые высокотемпературными методами, отличаются повышенным содержанием кремния из-за образования кремнесульфидов под действием расплава серы на стенки аппаратуры [11]. К сожалению, кремний обычно не входит в круг определяемых примесей большинства известных методик анализа серы, как правило из-за сравнительно высокого уровня загрязнения в процессе пробоподготовки. Тем не менее в работе [39] показано, что при автоклавном растворении образцов серы в сосудах из высокочистого фторопласта с применением дистиллированной без кипения азотной кислоты возможно определять кремний с пределом определения 2×10^{-5} мас.%, а также примеси Ag, Al, As, Au, B, Ba, Be, Bi, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Ga, Ge, In, K, La, Li, Mg, Mn, Na, Nb, Ni, P, As, Rb, Sb, Sc, Se, Sn, Sr, Ta, Te, Ti, Tl, V, W, Y, Zn, Zr методом АЭС-ИСП с пределами обнаружения в диапазоне 5×10^{-8} – 7×10^{-5} мас. %.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МОЛЕКУЛЯРНЫХ ПРИМЕСЕЙ

Молекулярные примеси в сере являются значительным источником загрязнений, снижающих качество серосодержащих материалов. Например, наиболее интенсивно поглощающие свет примеси в световодах на основе стекла As_2S_3 представляют собой соединения углерода, кислорода, водорода. Их допустимые концентрации в таком стекле с минимальными оптическими потерями на уровне собственных не должны превышать 1×10^{-7} – 1×10^{-6} ат. % [18]. Сера, как один из компонентов сульфидно-мышьяковых стекол, является главным источником данных веществ. Анализ образцов коммерческой особо чистой серы показывает, что основной химической формой присутствия углерод- и водородсодержащих примесей в сере являются углеводороды с различной длиной цепи, а также сероводород, сероуглерод и диоксид серы [40].

Молекулярный примесный состав серы является сложным и многообразным [41]. Примеси в ней условно можно разделить на несколько групп: с низкой молекулярной массой, с массой около 400, смолы с молекулярной массой около 1000, асфальтены с молекулярной массой порядка нескольких тысяч а. е. м. [22, 41]. Эти соединения относятся к классу углеводородов, их тио- и азотпроизводным, а также могут являться продуктами крекинга и сульфирования данных

веществ. Особенностью их определения является сложность идентификации компонентов, образующих данные группы соединений. Сведения о точном составе и структуре таких соединений в сере нами не найдены.

Ввиду сложного примесного состава серы широкое применение для ее анализа нашли подходы, связанные с определением общего содержания углеродсодержащих соединений, которое не зависит от формы их нахождения.

В работе [42] для определения углеродсодержащих примесей серу кипятили в стеклянной пробирке в течение 2–3 мин. При охлаждении и затвердевании на ее поверхности происходило выделение темных пятен, площадь которых использовали для оценки общей концентрации примесей углеродсодержащих веществ. Методика позволяет контролировать общее содержание органических веществ в сере на уровне до 4×10^{-2} мас. %.

В работе [43] предложено растворять серу в олеуме при температуре до 100°C . При этом происходит сульфирование органических веществ с образованием соединений различной интенсивности окрашивания в зависимости от их концентрации. Примеси определяли фотометрическим методом. Содержание органических веществ оценивали по установленной концентрации углерода. Методика позволяет определять концентрацию углеродсодержащих веществ на уровне до 10^{-3} мас. %.

В работе [21] для определения битумов серу сжигали в фарфоровой чашке. После удаления серы битумы в виде темного пятна оставались на дне чашки, их затем растворяли в серной кислоте. По интенсивности окрашивания полученного раствора определяли суммарную концентрацию данных соединений. Методика позволяет оценивать концентрацию битумов на уровне до 2×10^{-3} мас. %.

В работе [44] для определения битумов навеску серы массой 2–5 г плавил и полностью отгоняли. Нелетучий остаток растворяли в азотной кислоте, упаривали досуха и растворяли в серной кислоте. После этого полученный раствор окрашивался в желто-коричневый цвет. По интенсивности окрашивания методом колориметрии определяли интегральную концентрацию битумов. Методика позволяет при массе пробы 25 г достичь предела обнаружения битумов 4×10^{-5} мас. %.

Более широкое применение для определения углеродсодержащих примесей нашли методы, связанные с переводом их в диоксид углерода с последующим его определением и оценкой общей концентрации окисленных веществ.

Так, в работе [45] предложено определять углеродсодержащие примеси путем сжигания пробы серы с дальнейшим поглощением об-

разовавшегося углекислого газа натровой известью и его гравиметрическим определением. Другим вариантом определения диоксида углерода является абсорбция его раствором аммиака и установление количества по величине помутнения образующегося раствора. В работе [46] для определения общего углерода серу сжигали при нагревании в токе кислорода. Образующиеся оксиды серы поглощали растворами хромовой и серной кислот. Диоксид углерода поглощали раствором гидроксида бария с последующим его определением методом титриметрии. Предел обнаружения углеродсодержащих веществ составил 5×10^{-3} мас. %. В работах [47, 48] углеродсодержащие соединения переводили в диоксид углерода окислением серы в потоке кислорода. Диоксид серы отделяли, пропуская через охлажденный до -50°C раствор серной кислоты и пероксида водорода. Диоксид углерода определяли кондуктометрически по изменению электропроводности водного раствора гидроксида натрия. Предел обнаружения углерода при массе пробы серы 1 г составил 2.4×10^{-4} мас. %.

В работе [49] серу массой 10 г помещали в ампулы объемом 20–30 мл. При нагревании до 80°C удаляли поверхностные загрязнения. Далее серу нагревали до 800°C в течение 1 ч в среде кислорода. Примеси определяли методом газовой хроматографии. Для разделения N_2 и Ar использовали колонку 25 см $\times$ 4 мм из нержавеющей стали, охлаждаемую жидким азотом. Для разделения диоксида углерода, сероводорода, диоксида серы и сероокиси углерода использовали колонку 4.25 м $\times$ 3 мм с сорбентом Полисорб 1. Для определения концентрации углерода в сере использовали данные по установленным концентрациям диоксида углерода и сероокиси углерода. Предел обнаружения углерода в сере составил 6×10^{-6} мас. %.

В работе [50] серу сжигали в кварцевом реакторе при 800°C . Соединения серы удаляли из газовой пробы пропусканием через охлаждаемую до -10°C ловушку. Определение CO_2 проводили на газовом хроматографе с детектором по теплопроводности. Для разделения компонентов смеси O_2 , SO_2 и CO_2 использовали колонку 1.8 м $\times$ 2 мм с сорбентом Chromosorb 108. Предел обнаружения углеродсодержащих веществ составил 1.5×10^{-3} мас. %.

В работе [51] серу массой 0.1–0.5 г помещали в масс-спектрометрическую ампулу из кварцевого стекла, вакуумировали и затем нагревали до 750°C в течении 3 ч. При этом примесные углеводороды, взаимодействуя с серой, превращались в CS_2 и H_2S . Присутствие в сере молекулярного кислорода, SO_2 и H_2O наряду с углеродсодержащими веществами приводило к образованию диоксида углерода. образо-

вавшиеся газы из пробы извлекали вакуумной экстракцией и определяли их методом газовой хроматографии. Для разделения этих веществ использовали колонку длиной 2 м с сорбентом Силохром С-80. Концентрации образовавшихся CS_2 и CO_2 использовали для расчета содержания в сере углерода. Предел обнаружения углеродсодержащих веществ для пробы массой 1 г составил 1×10^{-5} мас. %.

В работе [52] для определения общего углерода в сере навеску 0.1–1.5 г вместе с 0.025 г свежепрокаленного CuO помещали в прокаленную кварцевую ампулу. Ее вакуумировали и подвергали термообработке при 800°C в течение 4 ч. Продукты окисления отбирали в промежуточную ампулу, охлаждаемую жидким азотом, а затем в кювету для ИК-спектрометрического определения углекислого газа. Предел обнаружения общего углерода в сере составил 3×10^{-5} мас. %.

На развитие методов глубокой очистки серы большое влияние оказывает информация о конкретных присутствующих в ней примесях. В связи с этим определение в сере индивидуальных веществ является актуальной задачей.

Так, в работе [53] для идентификации примесей использовали метод ИК-спектроскопии. При этом получали расплав серы при температуре 125°C . Установили примеси CS_2 , H_2S , алифатические углеводороды. Предел обнаружения углеводородов составил 2×10^{-5} мас. %. В работе [54] навеску серы массой 0.39 г спрессовывали в таблетки и определяли в ней примеси методом ИК-спектроскопии с преобразованием Фурье. Установили примеси H_2S , CS_2 , углеводородов. Пределы обнаружения примесей составили 1×10^{-4} мас. %.

В работе [55] определяли содержания водорода, входящего в состав примесей органических веществ. Для этого навеску серы массой 1 г помещали в ампулу, которую затем запаивали и выдерживали при 500°C в течение 6 ч. Образовавшийся при пиролизе углеводородов сероводород реагировал с раствором йода. Избыток йода титровали и оценивали концентрацию водорода в сере. Методика позволяет определять водород на уровне до 10^{-2} мас. %.

В работе [56] для определения примесей использовали метод газовой хроматографии. Серу помещали в ампулу из кварцевого стекла и нагревали до 150°C . Выделяющиеся из расплава примеси концентрировали на сорбенте с молекулярными ситами 3А при температуре жидкого азота. По окончании экстракции примеси из сорбента переводили в ампулу, разбавляли гелием и анализировали. Для регистрации постоянных газов и диоксида углерода использовали пироэлектрический катарометр, для серосодержащих веществ — пламенно-фотоме-

трический детектор, углеводороды определяли с помощью пламенно-ионизационного детектора. В сере ос. ч. 16-5 найдены примеси азота, кислорода, оксида углерода, сероводорода, сероуглерода, диоксида серы. Пределы их обнаружения для пробы массой 1 г составили 1×10^{-7} , 1×10^{-7} , 4×10^{-8} , 8×10^{-9} , 3×10^{-9} , 9×10^{-8} мас. % соответственно.

В работе [57] в сере установили примеси бензотиофенов. Для этого растворяли серу в сульфиде натрия с дальнейшим жидкофазным экстракционным концентрированием примесей. Разделение проводили в колонке DB-5ms 30m $\times$ 0.32 мм $\times$ 0.25 мкм. Регистрацию осуществляли с помощью пламенно-фотометрического детектора. Для идентификации использовали метод хромато-масс-спектрометрии. Установили примеси бензотиофена, дибензотиофена, 4,6-диметилдибензотиофена. Пределы их обнаружения составили $(2-8) \times 10^{-5}$ мас. %.

Методом хромато-масс-спектрометрии определяли примеси в сере, полученной из углеводородных газов окислением присутствующего в них сероводорода на бокситных катализаторах [40], и в сере ос. ч. 16-5 [58, 59]. Пробоподготовка заключалась в извлечении примесных веществ из расплава серы при ее полной вакуумной перегонке. Выделенные примеси конденсировали в ампуле из молибденового стекла, охлаждаемой жидким азотом. Для хроматографического разделения примесей использовали капиллярную колонку GS-GasPro 60 м $\times$ 0.32 мм с модифицированным силикагелем в качестве сорбента и колонку с сорбентом политриметилсилилпропином 25 м $\times$ 0.26 мм, $df = 0.25$ мкм. Установлено присутствие в сере 51 примесного вещества. Среди них постоянные газы, тиофены, кислород-, азотсодержащие вещества, предельные, непредельные и ароматические углеводороды C_2-C_8 . В работе [58] найдены концентрации примесей большинства этих веществ; они составили $10^{-3}-10^{-8}$ мас. %.

В работе [7] исследовали примесный состав изотопно обогащенной серы ^{32}S и ^{34}S , полученной плазмохимическим восстановлением $^{32}\text{SF}_6$ и $^{34}\text{SF}_6$ [60]. Пробоподготовку также осуществляли извлечением примесных веществ из расплава серы при ее перегонке. Методом хромато-масс-спектрометрии установлены примеси атмосферных газов, углеводородов C_3-C_6 , серосодержащих газов. Их концентрации составили $10^{-7}-10^{-5}$ мас. %.

Использование метода хромато-масс-спектрометрии для анализа серы позволило существенно расширить информацию о природе присутствующих в ней примесях (табл. 2). Из таблицы видно, что в сере найдено более 50 примесных веществ, относящихся к различным классам соединений.

Таблица 2. Примеси, установленные в сере [7, 40, 58, 59]

Группа соединений	Примеси
Постоянные газы	N ₂ , Ar, O ₂ , CO ₂ , N ₂ O
Углеводороды	C ₂ H ₂ , C ₂ H ₄ , C ₂ H ₆ , C ₃ H ₆ , C ₃ H ₈ , C ₄ H ₈ 1-бутен, C ₄ H ₈ 2-бутен, C ₄ H ₈ 1-пропен-2-метил, <i>n</i> -C ₄ H ₁₀ , <i>изо</i> -C ₄ H ₁₀ , C ₅ H ₁₀ 1-пентен, C ₅ H ₁₀ 1-бутен-2-метил, C ₅ H ₁₀ 2-пентен, C ₅ H ₁₀ 2-бутен-2-метил, <i>n</i> -C ₅ H ₁₂ , C ₆ H ₆ , C ₆ H ₁₂ циклогексен, <i>n</i> -C ₆ H ₁₄ , C ₆ H ₁₂ 1-гексен, C ₇ H ₈ толуол, C ₇ H ₁₄ 1-гептен, <i>n</i> -C ₇ H ₁₆ , C ₈ H ₁₆ 2-октен, C ₈ H ₁₆ 3-октен, C ₈ H ₁₆ 4-октен, <i>n</i> -C ₈ H ₁₈
Кислородсодержащие углеводороды	C ₂ H ₄ O ₂ метилформиат, C ₂ H ₆ O ацетальдегид, C ₂ H ₆ O диметиловый эфир, C ₃ H ₆ O пропаналь, C ₃ O ₂ H ₆ метилацетат, C ₄ OH ₈ пропаналь-2-метил, C ₄ H ₄ O фуран, C ₄ H ₈ O 2-бутанон, C ₄ H ₈ O ₂ метилпропионат, C ₄ H ₈ O ₂ метилметакрилат C ₅ H ₁₀ O 3-метил-бутаналь, C ₅ H ₁₀ O 2-метил-бутаналь, C ₅ H ₁₀ O ₂ метил-2-метилпропионат
Азотсодержащие углеводороды	C ₃ H ₅ N пропаннитрил, C ₂ H ₃ SN изотиоцианатометан, C ₂ H ₃ N ацетонитрил
Серосодержащие вещества	COS, H ₂ S, CS ₂ , SO ₂ , C ₄ H ₄ S тиюфен, C ₅ H ₆ S 2-метилтиюфен, C ₃ H ₆ S 3-метилтиюфен

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ГЕТЕРОФАЗНЫХ ПРИМЕСНЫХ ВКЛЮЧЕНИЙ

* * *

Сведения о примесных включениях в сере многочисленны, что связано с трудностью определения их содержания и размеров. Установлено, что в основном гетерогенные частицы состоят из углерода и соединений серы с металлами [61]. Большое влияние на прозрачность серосодержащих стекол оказывает диоксид кремния в виде гетерогенных включений. Данные включения должны контролироваться и их концентрации в высокочистой сере не должны превышать 10^{-7} мас. % [19].

В работе [62] для определения гетерофазных включений использовали метод лазерной ультрамикроскопии. Для этого серу, находящуюся в стеклянной ампуле поперечного квадратного сечения, переводили в расплав при 120–125°C. Эффективный диаметр определяемых частиц лежал в интервале 0.08–0.3 мкм. Диапазон определяемых концентраций составил 2×10^3 – 5×10^7 частиц/см³. Охарактеризован примесный состав серы ос. ч. 16-5. Установлено, что содержание частиц в ней находится на уровне $n \times 10^6$ в см³. Их средний диаметр составляет 0.09 мкм, а максимальный — 0.15 мкм.

В работе [61] в основе определения частиц лежал метод лазерной ультрамикроскопии. Сери помещали в ячейку из молибденового стекла с плоскопараллельными стенками и плавил при 150°C. Предел обнаружения частиц составил 0.04 мкм. Диапазон определяемых концентраций составил от 10^3 до 10^8 см⁻³. Проанализирована сера ос. ч. 16-5 и установлено, что численная концентрация частиц размером более 0.04 мкм превышает 10^8 см⁻³.

Рассмотрены литературные данные по методам и методикам контроля в сере примесей элементов, молекулярных веществ и гетерофазных включений. Описаны методики регистрации примесей с использованием различных методов, их аналитические характеристики и особенности применения. В настоящее время в высокочистой сере определяют более 40 примесей элементов и более 50 веществ молекулярного строения. Контроль элементов проводят на уровне до 10^{-10} – 10^{-5} мас. %, молекулярных соединений — до 10^{-9} – 10^{-5} мас. %, гетерофазных включений диаметром до 0.04 мкм — в диапазоне концентраций 10^3 – 10^8 см⁻³. Повышение предельных возможностей методов высокочувствительного анализа серы связано с развитием аналитического оборудования, применением новых подходов к регистрации примесей, повышением разрешающей способности и селективности их детектирования, развитием методов концентрирования определяемых веществ [1, 63].

ФИНАНСИРОВАНИЕ РАБОТЫ

Исследование выполнено при поддержке гранта Российского научного фонда РНФ № 22-13-00226, <https://rscf.ru/project/22-13-00226/>

КОНФЛИКТ ИНТЕРЕСОВ

Авторы данной работы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Чурбанов М. Ф. Высокочистые сера, селен, теллур / Высокочистые вещества / Под ред. Чурбанова М. Ф., Карпова Ю.А., Зломанова П.В., Федорова В.А. М.: Научный мир, 2018. 994 с.
2. Девярых Г.Г., Чурбанов М.Ф. Высокочистые халькогены. Нижний Новгород: Издательство Нижегородского государственного университета им. Н. И. Лобачевского, 1997. 244 с.
3. Adam J.-L., Zhang X. Chalcogenide Glasses. Preparation, Properties and Applications. Oxford, Cambridge, Philadelphia, New Delhy: Woodhead publishing limited, 2014. 704 p.
4. Чурбанов М.Ф. Актуальные задачи химии высокочистых веществ // Неорганические материалы. 2009. Т. 45. № 9. С. 1029. (Churbanov M.F. Relevant problems of chemistry of high-purity substances // Inorg. Mater. 2009. V. 45. № 9. P. 955.)
5. Гавришук Е.М., Караксина Э.В. Сравнительный анализ свойств поликристаллического сульфида цинка как материала ИК-оптики // Журн. неорг. химии. 2003. Т. 39. № 7. С. 786.
6. Сергеева Н.М., Богданов С.П., Омаров Ш.О. Синтез и изучение люминофоров на основе твердого раствора сульфидов кадмия и цинка // Известия Санкт-Петербургского государственного технологического института (технического университета). 2018. Т. 72. № 46. С. 56.
7. Суханов М.В., Сторожева Т.В., Евдокимов И.И., Пименов В.Г., Созин А.Ю., Котерева Т.В. Глубокая очистка моноизотопной серы ^{32}S и ^{34}S // Неорганические материалы. 2017. Т. 53. № 2. С. 126. (Sukhanov M.V., Storozheva T.I., Evdokimov I.I., Pimenov V.G., Sozin A.Y., Kotereva T.V. Fine purification of monoisotopic ^{32}S and ^{34}S // Inorg. Mater. 2017. V. 53. № 2. P. 142.)
8. Tveryanovich Y.S., Pankin D.V., Sukhanov M.V., Churbanov M.F. Isotope effect in Raman scattering spectra of $^{32}\text{S}_8$ – $^{34}\text{S}_8$ solid mixtures // Optik. 2021. Т. 240. Article 166861.
9. Юшкин Н.П. Минералогия и парагенезис самородной серы в экзогенных месторождениях. Л.: Наука. Ленингр. отд., 1968. 187 с.
10. Девярых Г.Г., Чурбанов М.Ф. Определение микропримесей в халькогенах // Высокочистые вещества. 1990. № 1. С. 32.
11. Чурбанов М.Ф., Скрипачев И.В. Получение высокочистой серы // Высокочистые вещества. 1988. № 3. С. 92.
12. Бахмен К. Актуальные проблемы материаловедения. М.: Мир, 1982. С. 7.
13. Девярых Г.Г., Дианов Е.М., Плотниченко В.Г., Скрипачев И.В., Чурбанов М.Ф. Волоконные световоды на основе высокочистых халькогенидных стекол // Высокочистые вещества. 1991. № 1. С. 7.
14. Ширяев В.С., Сметанин С.В., Овчинников Д.К., Чурбанов М.Ф., Крюкова Е.Б., Плотниченко В.Г. Влияние примесей кислорода и углерода на оптическую прозрачность стекла As_2S_3 // Неорганические материалы. 2005. Т. 41. № 3. С. 369. (Shiryaev V.S., Smetanin S.V., Ovchinnikov D.K., Churbanov M.F., Kryukova E.B., Plotnichenko V.G. Effects of oxygen and carbon impurities on the optical transmission of As_2S_3 glass // Inorg. Mater. 2005. V. 41. № 3. P. 308.)
15. Снопатин Г.Е., Матвеева М.Ю., Буцын Г.Г., Чурбанов М.Ф., Крюкова Е.Б., Плотниченко В.Г. Влияние примеси диоксида серы на оптическую прозрачность стекла As_2S_3 // Неорганические материалы. 2006. Т. 42. № 12. С. 1516. (Snopatin G.E., Matveeva M.Yu., Butsyn G.G., Churbanov M.F., Kryukova E.B., Plotnichenko V.G. Effect of SO_2 impurity on the optical transmission of As_2S_3 glass // Inorg. Mater. 2006. V. 42. № 12. P. 1388.)
16. Churbanov M.F. High-purity chalcogenide glasses as materials for fiber optics // J. Non-Cryst. Solids. 1995. V. 184. P. 25.
17. Devyatykh G.G., Churbanov M.F., Skripachev I.V., Snopatin G.E., Dianov E.M., Plotnichenko V.G. Recent developments in As-S glass fibres // J. Non-Cryst. Solids. 1999. V. 256–257. P. 318.
18. Snopatin G.E., Churbanov M.F., Pushkin A.A., Gerasimenko V.V., Dianov E.M., Plotnichenko V.G. High purity arsenic-sulfide glasses and fibers with minimum attenuation of 12 dB/km // J. Optoelectron. Adv. Mater. 2009. V. 3. № 7. P. 669.
19. Churbanov M.F., Skripachev I.V., Snopatin G.E., Ketkova L.A., Plotnichenko V.G. The problems of optical loss reduction in arsenic sulfide glass IR fibers // Opt. Mater. 2020. V. 102. Article 109812.
20. Девярых Г.Г., Карпов Ю.А., Осипова Л.И. Выставка-коллекция веществ особой чистоты. М.: Наука, 2003. 236 с.
21. ТУ 6-09-2546-77. Сера элементарная. Марки “ос. ч.” 16-5, “ос. ч.” 14-4, “ос. ч.” 15-3. Технические условия.
22. Менковский М.А., Яворский В.Т. Технология серы. М.: Химия, 1985. 327 с.
23. Менковский М.А., Аренс В.Ж., Жаворонок В.И., Зыков В.А., Иванников Т.А., Костырко А.С., Мельник В.П., Певзнер М.Е. Природная сера. М.: Химия, 1972. 240 с.
24. Егоров А.П., Шерешевский А.А., Шманков И.В. Общая химическая технология неорганических веществ. М.: Химия, 1964. 688 с.
25. Грунвальд В.Л. Технология газовой серы. М.: Химия, 1992. 272 с.
26. ГОСТ 127.1-93. Сера техническая. Технические условия. Минск: Издательство стандартов, 1996. 9 с.
27. ГОСТ 127.4-93. Сера молотая для резиновых изделий и каучуков. Минск: Издательство стандартов, 1996. 10 с.
28. ГОСТ 56249-2014. Сера газовая техническая. М.: Стандартинформ, 2019. 23 с.

29. Бусев А.И., Симонова Л.Н. Аналитическая химия серы. Аналитическая химия элементов. М.: Наука, 1975. 272 с.
30. ГОСТ 127.2-93. Сера техническая. Методы испытаний. Минск: ИПК Издательство стандартов, 1996. 48 с.
31. Методы анализа веществ высокой чистоты / Под ред. Алимарина И.П. М.: Наука, 1965. 528 с.
32. Алексеева А.Н. Современное состояние методов определения примесей в сере / Методы анализа веществ высокой чистоты. М.: Наука, 1965. С. 422.
33. Рудневский Н.К., Малкова О.П. Спектральный метод анализа серы / Труды по химии и химической технологии. Горький: ГГУ, 1960. С. 367.
34. Фраткин З.Г., Андреева И.Ю. Определение в сере примесей металлов // Заводск. лаборатория. 1960. Т. 26. С. 1370.
35. Рудневский Н.К., Малкова О.П. Спектральный метод определения примесей металлов в сере высокой чистоты / Труды по химии и химической технологии. Горький: ГГУ, 1962. С. 336.
36. Xuebo Yin, Xiaoyuan Wang, Shuai Chen, Yao Ma, Guo Kun, Zhigang Zeng. Trace element determination in sulfur samples using a novel digestion bomb prior to ICM-MS analysis // *At. Spectrosc.* 2018. V. 39. № 4. P. 137.
37. Малышев А.Ю., Пименов В.Г., Зайцева Е.А. Определение примесей мышьяка, сурьмы и селена в высокочистой сере // *Аналитика и контроль.* 2000. Т. 4. № 4. С. 329.
38. Гайворонский П.Е., Рябинин И.Б., Ларин Н.В., Агафонов И.Л. Рентгенофлуоресцентное определение мышьяка, селена и теллура с предварительным концентрированием примесей / Получение и анализ чистых веществ. Горький: ГГУ, 1982. С. 85.
39. Пименов В.Г., Фадеева Д.А., Евдокимов И.И., Лебедева Р.В. АЭС-ИСП-анализ высокочистых мышьяка, серы и селена — прекурсоров оптических халькогенидных стекол / Высокочистые вещества и материалы. Получение, анализ, применение. Тезисы докладов XV конференции. Н. Новгород, 26–29 мая 2015 г. / Под ред. Чурбанова М.Ф. Нижний Новгород: Печатная мастерская РАДОНЕЖ, 2015. 216 с.
40. Созин А.Ю., Чурбанов М.Ф., Чернова О.Ю., Сорочкина Т.Г., Скрипачев И.В., Снопатин Г.Е. Идентификация примесей в высокочистой сере с использованием метода хромато-масс-спектрометрии // *Аналитика и контроль.* 2017. Т. 21. № 3. С. 225.
41. Крылов В.А. Определение углерода, кислорода, водорода и азота в халькогенах и мышьяке высокой чистоты // *Высокочистые вещества.* 1994. № 5. С. 116.
42. Bacon R., Fanelli R. Purification of sulfur // *Ind. Eng. Chem.* 1942. V. 34. № 9. P. 1043.
43. Рыжкова А.А., Зайцев П.М., Варшавская Л.М., Марков А.Д. Способ определения органических примесей в сере. Патент РФ № 1807354. Заявка 4851821 от 16.07.1990, опублик. 7.04.1993.
44. Алексеева А.Н., Шушканова И.М. Определение содержания примеси битумов в элементарной сере высокой степени чистоты // *Заводск. лаборатория.* 1961. Т. 27. № 7. С. 811.
45. Murphy T.J., Clabaugh W.S. *Raleigh Gilchrist.* Preparation of sulfur of high purity // *J. Res. Natl. Bureau Stand. — A. Phys. Chem.* V. 64A. № 4. 1960. P. 355.
46. ГОСТ 30355.1-96. Сера техническая. Определение общего содержания углерода. Титриметрический метод. М.: Изд-во стандартов. 1999. 8 с.
47. Feher F., Lutz H.D., Obst K. Die Darstellung non hoehreinem Schwefel durch Zonenschmelzen // *Z. Anal. Chem.* 1967. V. 224. S. 407.
48. Feher F., Eckhard S., Sauer K.H. Die analytische Charakteristik des kauflichen und des gereinigten Schwefels // *Z. Anal. Chem.* 1959. V. 168. P. 88.
49. Малышев А.Ю., Крылов В.А., Буланов А.Д., Адамчик С.А. Газохроматографическое определение углеродсодержащих примесей в высокочистой сере // *Журн. аналит. химии.* 2000. Т. 55. № 7. С. 770. (Malyshev A. Yu., Krylov V.A., Bulanov A.D., Adamchik S.A. Gas-Chromatographic determination of carbon-containing impurities in high-purity sulfur // *J. Anal. Chem.* 2000. V. 55. № 7. P. 691.)
50. Dowling N.I., Bernard F., Leung J., Lesage K.L. Analytical procedure for the determination of trace carbon impurity in elemental sulfur // *J. Sulfur Chem.* 2008. V. 29. № 2. P. 129.
51. Чурбанов М.Ф., Чугунова С.Г., Девятых Г.Г. Газохроматографическое определение углерода в сере // *Журн. аналит. химии.* 1973. Т. 28. № 2. С. 385.
52. Суханов М.В., Благин Р.Д., Вельмузов А.П. Содержание углерода в сере, летучей и нелетучей фракциях ее дистилляции // *Неорганические материалы.* 2021. Т. 57. № 8. С. 886. (Sukhanov M.V., Blagin R.D., Velmuzhov A.P. Carbon content of sulfur and nonvolatile sulfur distillation fractions // *Inorg. Mater.* 2021. V. 87. № 8. P. 843.)
53. Адамчик С.А., Сенников П.Г., Буланов А.Д. Очистка серы от примесей углеводородов термохимическим методом // *Неорганические материалы.* 2000. Т. 36. № 6. С. 725. (Adamchik S.A., Sennikov P.G., Bulanov A.D. Thermochemical purification of sulfur from hydrocarbons // *Inorg. Mater.* 2000. V. 36. № 6. P. 599.)
54. Susman S., Roelabd S.S., Volin K.J. The purification of elemental sulfur // *J. Mater. Res.* 1992. V. 7. № 6. P. 1526.
55. Бонь М.Д., Лукаш И.К., Пяртли В.М. Количественное определение водорода в органических соединениях, содержащихся в сере // *Заводск. лаборатория.* 1966. № 4. С. 411.
56. Ежелева А.Е., Малыгина Л.С., Чурбанов М.Ф. Газохроматографическое определение растворенных газов и других летучих веществ в халько-

- генах и халькогенидах // Журн. аналит. химии. 1982. Т. 37. № 8. С. 1502.
57. Крылов В.А., Чурбанов М.Ф., Чернова О.Ю., Созин А.Ю. Газохроматографическое определение бензотиофенов в сере высокой чистоты // Журн. аналит. химии. 2017. Т. 72. № 6. С. 552. (Krylov V.A., Churbanov M.F., Chernova O.Y., Sozin A.Y. Gas chromatographic determination of benzothiofenes in high-purity sulfur // J. Anal. Chem. 2017. V. 72. № 6. P. 639.)
 58. Чурбанов М.Ф., Снопатин Г.Е., Созин А.Ю., Скрипачев И.В. Молекулярный состав примесей органических веществ в особо чистой сере // Неорганические материалы. 2017. Т. 53. № 9. С. 989. (Churbanov M.F., Snopatin G.E., Sozin A.Y., Skripachev I.V. Molecular composition of organic impurities in extrapure sulfur // Inorg. Mater. 2017. V. 53. № 9. P. 969.)
 59. Velmuzhov A.P., Sukhanov M.V., Churbanov M.F., Zernova N.S., Ketkova L.A., Sozin A.Yu., et al. Sulfur as the source of hydrogen impurity and heterogeneous inclusions in the Ge-Ga-S glasses // J. Non-Cryst. Solids. 2020. V. 545. P. Article 120237.
 60. Mochalov L.A., Kornev R.A., Churbanov M.F., Sennikov P.G. Investigation of the process of hydrogen reduction of ^{32}S from $^{32}\text{SF}_6$ via RF capacitive plasma discharge // J. Fluorine Chem. 2014. V. 160. № 4. P. 48.
 61. Крылов В.А., Лазукина О.П., Кеткова Л.А., Буланов А.Д., Адамчик С.А., Кобыща Д.Г. Определение взвешенных частиц субмикронного размера в высокочистой сере методом лазерной ультрамикроскопии // Журн. аналит. химии. 2000. Т. 55. № 3. С. 326. (Krylov V.A., Lazukina O.P., Ketkova L.A., Bulanov A.D., Adamchik S.A., Kobyshecha D.G. Determination of suspended particles of submicron size in high-purity sulfur using laser ultramicroscopy // J. Anal. Chem. 2000. V. 55. № 3. P. 291.)
 62. Девятых Г.Г., Чурбанов М.Ф., Ширяев В.С., Снопатин Г.Е., Герасименко В.В. Гетерофазные примесные включения в особо чистых халькогенах и мышьяке // Неорганические материалы. 1998. Т. 34. № 9. С. 1081. (Devyatykh G.G., Churbanov M.F., Shiryayev V.S., Snopatin G.E., Gerasimenko V.V. Impurity inclusions in extra-pure arsenic and chalcogens // Inorg. Mater. 1998. V. 34. № 9. P. 902.)
 63. Созин А.Ю., Крылов В.А., Чернова О.Ю., Сорочкина Т.Г., Буланов А.Д., Котков А.П. Некоторые перспективы развития методов анализа высокочистых летучих веществ // Журн. аналит. химии. 2023. Т. 78. № 5. С. 387. (Sozin A.Yu., Krylov V.A., Chernova O.Yu., Sorochkina T.G., Bulanov A.D., Kotkov A.P. Prospects for the development of methods for the analysis of high-purity volatile substances // J. Anal. Chem. 2023. V. 78. № 5. P. 535.)

REVIEWS

METHODS FOR INVESTIGATING THE IMPURITY COMPOSITION OF HIGH-PURITY SULFUR

M. F. Churbanov^a, I. V. Skripachev^a, A. Yu. Sozin^{a,*}, I. I. Evdokimov^a

^aG. G. Devyatykh Institute of Chemistry of High-Purity Substances of the Russian Academy of Sciences,
603950 Nizhny Novgorod, Russia

*E-mail: Sozin@ihps-nnov.ru

Address. The review is devoted to examining scientific achievements in the determination of impurities, molecular compounds, and heterophase inclusions in high-purity sulfur. The known methods for determining these impurities using atomic emission spectroscopy, mass spectrometry, colorimetry, gravimetry, titrimetry, turbidimetry, conductometry, gas chromatography, IR spectroscopy, chromatography-mass spectrometry, and laser ultramicroscopy are characterized.

Keywords: high-purity sulfur, impurities, detection limit, analysis methods.