НЕОРГАНИЧЕСКИЕ МАТЕРИАЛЫ, 2021, том 57, № 8, с. 886–894

УДК 546.22-121:546.06:54.058

СОДЕРЖАНИЕ УГЛЕРОДА В СЕРЕ, ЛЕТУЧЕЙ И НЕЛЕТУЧЕЙ ФРАКЦИЯХ ЕЕ ДИСТИЛЛЯЦИИ

© 2021 г. М. В. Суханов[1, *], Р. Д. Благин[1], А. П. Вельмужов[1]

[1]*Институт химии высокочистых веществ им. Г.Г. Девятых Российской академии наук, ул. Тропинина, 49, Нижний Новгород, 603950 Россия*

**e-mail: sukhanov@ihps-nnov.ru*

Поступила в редакцию 10.12.2020 г.
После доработки 07.04.2021 г.
Принята к публикации 08.04.2021 г.

Разработана и испытана методика определения общего углерода в малых навесках серы (0.1–1.5 г) и ее летучих и нелетучих примесях. Методика заключается в ИК-спектрометрическом определении углекислого газа, образующегося при окислении оксидом меди(II) пробы серы, нелетучего остатка или газовой фракции примесей. Предел обнаружения углерода составил 0.3–1.5 мкг, погрешность определения – 20%. Определено содержание углерода в образцах серы различного происхождения и в ее летучих и нелетучих примесях.

Ключевые слова: сера, примесь углерода, окисление пробы, ИК-спектроскопическое определение CO_2

DOI: 10.31857/S0002337X21080297

ВВЕДЕНИЕ

Актуальной задачей при получении халькогенидных оптических материалов является контроль содержания и поведения примеси углерода на всех этапах их производства. Эта примесь в форме CS_2, CSe_2, COS, CO_2, углеводородов и углистых частиц вызывает избыточное селективное поглощение и рассеяние излучения в халькогенидных стеклах [1–3]. Примеси углеводородов в халькогенах являются источниками водорода, дающего полосы селективного поглощения S–H и Se–H в области прозрачности халькогенидных стекол. Основным источником углерод- и водородсодержащих примесей в стеклах на основе сульфидов мышьяка и германия является сера [1, 4]. Содержание углерода в коммерческой сере разных марок достигает величин 10^{-2}–10^{-3} мас. % [5]. В стеклах, предназначенных для изготовления волоконных световодов с оптическими потерями в среднем ИК-диапазоне на уровне собственных, содержание углерода в сере не должно превышать 10^{-6} мас. % [1, 6].

В литературе описаны методы определения отдельных форм углерода в сере по их селективному поглощению в ИК-спектрах расплава либо с помощью газохроматографического анализа газовой фракции, полученной при вакуумной экстракции, и некоторые другие [7–9]. Известные методы определения общего углерода в сере основаны на переводе всех углеродсодержащих примесей в удобные для анализа вещества. Эти методы включают окисление углеродсодержащих примесей кислородом, серой или оксидом меди(II) до CO_2 и CS_2 и их непосредственное газохроматографическое определение или титрование раствора гидроксида бария, поглотившего CO_2 [5, 9–13]. Предел обнаружения большинства методик составляет (0.1–1) × 10^{-4} мас. %. Их недостатками являются относительно сложная система напуска пробы, использование аппаратуры с кранами из политетрафторэтилена и вспомогательных газов, являющихся потенциальными источниками углерода.

Различное происхождение серы, используемой для получения высокочистых халькогенидных стекол, обуславливает различный состав ее углеродсодержащих примесей и их отличающееся поведение в процессах очистки. Для обоснованного выбора эффективного способа очистки серы от примесей, содержащих углерод, или его модификаций, необходимо иметь представление об общем содержании углерода в исходной и очищенной сере, его поведении и распределении в летучих и нелетучих фракциях очистки. Сведений о содержании углерода в разных фракциях очистки серы в литературе не обнаружено. Таким образом, актуальной остается разработка методики определения углерода в сере с широким диапазоном его содержания, а также в разных фракциях ее дистилляционной очистки.

Целью работы было создание методики определения примеси углерода в навесках серы мас-

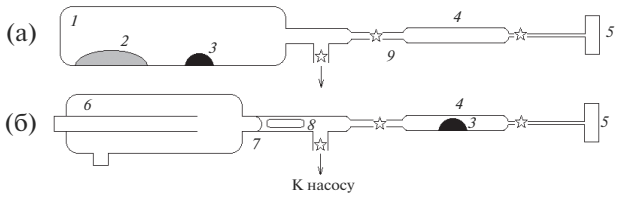

Рис. 1. Схема кварцевого реактора для определения общего углерода в сере (а), ее нелетучих (а) и летучих примесях (б): *1* – ампула; *2* – навеска серы или нелетучий остаток, или градуировочная смесь; *3* – CuO; *4* – ампула для промежуточного концентрирования продуктов окисления; *5* – микрокювета; *6* – ампула с летучими примесями; *7* – тонкостенная стеклянная перегородка; *8* – магнитный боек в запаянной кварцевой трубке; *9* – места отпаивания.

сой 1–2 г и фракциях ее дистилляции в диапазоне концентраций (1–300) × 10^{-4} мас. %, исследование распределения углерода при однократной дистилляции серы и характеризация образцов серы различных производителей по этим параметрам.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

В работе исследованы образцы газовой серы (С.-Пб., Россия), серы ОСЧ 15-3 (Ленинград, СССР), 6N (All-Chemie Ltd.) и ОСЧ 16-5 (Норильск, Россия). Соответствующие обозначения образцов С1, С2, С3, С4.

Предлагаемая в работе методика основана на высокотемпературном окислении углеродсодержащих примесей в навеске серы, нелетучем остатке и газовой фракции, образующихся при ее отгонке, и последующем ИК-спектрометрическом определении углекислого газа. В качестве окислителя использовали оксид меди(II), обладающий окислительными свойствами и являющийся источником свободного кислорода при нагревании до 800°С [14]. Упрощенно схема окисления углеродсодержащих примесей может быть описана следующими уравнениями реакций:

$$3S + 2CuO \rightarrow 2CuS + SO_2,\ SO_2 + C \rightarrow CO_2 + S,$$

$$C + 2CuO \rightarrow CO_2 + 2Cu,$$

$$C_xH_y + (2x + y/2)CuO \rightarrow xCO_2 + y/2H_2O + (2x + y/2)Cu,$$

$$C_xH_y + (x + y/4)SO_2 \rightarrow xCO_2 + y/2\,H_2O + (x + y/4)S.$$

Для окисления серы, выделения и окисления ее летучих и нелетучих фракций примесей применяли цельнопаяные кварцевые реакторы, предварительно обработанные смесью HCl и HNO_3, промытые и прокаленные при 800°С в течение 1 ч для удаления поверхностных углеродсодержащих загрязнений. Оксид меди(II) квалификации “х. ч.” также подвергали прокаливанию при 800°С перед окислением проб.

Система вакуумирования представляла собой турбомолекулярный безмасляный насос Pfeiffer Vacuum HiCube 80 eco и соединенную с ним кварцевую ловушку, помещенную в жидкий азот. Прокаленный реактор с окислителем, кюветой и пробой припаивали к ловушке, и после вакуумирования и отпаивания никакие его внутренние части и содержимое на этапах окисления пробы, концентрирования углекислого газа и ИК-спектроскопических измерений не контактировали с внешней средой.

Регистрацию ИК-спектров образцов проводили в кварцевой микрокювете объемом 0.24 мл на ИК-Фурье-спектрометре Tensor 27 (Bruker, Германия) при спектральном разрешении 4 $см^{-1}$. Окна микрокюветы изготавливали из тонкого кварцевого стекла с содержанием водорода в форме ОН-групп менее 10^{-4} мас. % для обеспечения ее максимальной прозрачности в спектральных областях поглощения углекислого газа: 3500–3800 и 2200–2450 $см^{-1}$. При содержании углерода в анализируемой пробе меньше 30 мкг в качестве аналитических линий использовали полосы поглощения CO_2 в области 2200–2450 $см^{-1}$, при большем содержании углерода – полосы поглощения в области 3500–3800 $см^{-1}$.

Построение градуировочных функций. Для построения градуировочных функций были приготовлены механические смеси фуллерена C_{60} (99.0 мас. % основного вещества) с порошком прокаленного кварцевого стекла. Точные навески этих смесей, содержащие от 0 до 515 мкг C_{60} (6 значений), совместно с 0.25 г свежепрокаленного CuO вакуумировали в кварцевых ампулах (рис. 1а), после чего реактор отпаивали и прогревали ампулу *1* в пламени кислородно-пропановой горелки для окисления C_{60}. Выделяющийся CO_2 последовательно концентрировали в промежуточной ампуле, затем в кювете путем охлаждения жидким азотом. После этого кювету отпаивали. Полноту сбора продуктов окисления контролировали по отсутствию нового конденсата на внутренних стенках ампулы или отводного капилляра кюветы при их дополнительном погружении в жидкий азот. Воспроизводимые значения аналитического сигнала со стандартным отклонением менее 0.1 при многократном определении углерода в градуировочных смесях (n = 3–5) были получены при времени конденсации продуктов окисления 15 мин.

Для регистрации фонового спектра кюветы углекислый газ, сконцентрированный при окислении пробы, намораживали жидким азотом в отводной капилляр. Для этого использовали самодельный кварцевый микрососуд Дьюара. Не меняя положение кюветы в спектрометре, размо-

раживали продукты окисления и записывали их ИК-спектр. Измерения повторяли 3–5 раз.

Определение общего углерода в сере. Для определения общего углерода в сере навеску 0.1–1.5 г вместе с 0.025 г свежепрокаленного CuO помещали в прокаленную кварцевую ампулу *1* (рис. 1а). Ампулу вакуумировали и подвергали термообработке при 800°C в течение 4 ч. Продукты окисления последовательно собирали в промежуточную ампулу *4*, охлаждаемую жидким азотом, затем – в кювету. После ее отпаивания проводили ИК-спектрометрическое определение углекислого газа.

Наличие SO_2 в продуктах окисления пробы значительно осложняет определение малых количеств углерода. Это обусловлено тем, что полосы поглощения CO_2 в области 2200–2450 см$^{-1}$ недоступны для измерения с достаточной точностью из-за наложения полос поглощения SO_2. Для снижения влияния SO_2 на предел обнаружения углекислого газа при анализе серы с содержанием углерода менее 2×10^{-4} мас. % углеродсодержащие примеси в пробе предварительно переводили в CS_2 и COS ее нагреванием в вакуумированной ампуле *1* (рис. 1а) при 800°C в течение 4 ч без использования CuO. Согласно [9, 10], степень превращения углеродсодержащих примесей в этих условиях достигает 97%. Образующиеся CS_2 и COS собирали и окисляли в отдельной ампуле *4* (рис. 1б), как и при определении углерода в летучих примесях

$$CS_2 + 3O_2 = CO_2 + 2SO_2,$$

$$COS + 3/2\,O_2 = CO_2 + SO_2.$$

Количество образующегося SO_2 в этом случае было меньше, чем при окислении пробы серы CuO, и не мешало ИК-спектрометрическому определению CO_2.

Определение углерода в нелетучей и летучей фракциях примесей серы. Для выделения нелетучих и летучих примесей из серы использовали установку из кварцевого стекла, показанную на рис. 2. Навеску серы 1–1.5 г испаряли при 150°C и непрерывном вакуумировании системы. После полной отгонки серы отпаивали испаритель *1* с нелетучим остатком и приемник *3* с замороженными летучими примесями и проводили определение углерода в них с использованием кварцевых реакторов, схема которых приведена на рис. 1.

При анализе легколетучих примесей 0.025 г окислителя помещали в промежуточную ампулу *4* (рис. 1б). После вакуумирования реактора и отпаивания от вакуумного поста разбивали тонкостенную перегородку магнитным бойком, перемораживали легколетучие примеси в промежуточную ампулу *4* и отпаивали. При анализе нелетучих примесей количество окислителя составляло 0.25 г. Окисление нелетучих и летучих примесей проводили нагреванием ампул *1* или *4* соответственно в

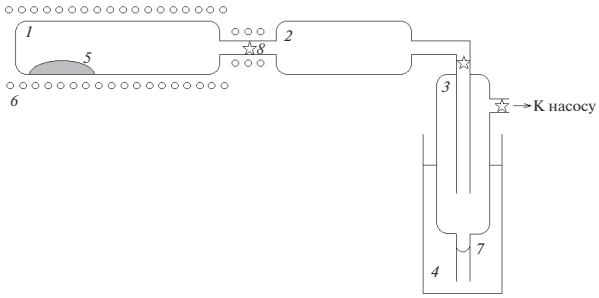

Рис. 2. Схема кварцевого реактора для выделения из серы нелетучих и летучих примесей: *1* – испаритель, *2* – приемник, *3* – ампула для сбора летучих примесей, *4* – сосуд Дьюара с жидким азотом, *5* – навеска серы, *6* – печь сопротивления, *7* – стеклянная перегородка, *8* – места отпаивания.

пламени кислородно-пропановой горелки. Определение CO_2 в кювете осуществляли по вышеописанной методике.

Фазовый состав нелетучего остатка после перегонки серы определяли на рентгеновском дифрактометре XRD-6000 фирмы Shimadzu в CuK_α-излучении в диапазоне значений $2\theta = 10°–60°$, с шагом 0.02°. Для идентификации фаз использовали базу данных ICSD PDF2.

РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТА

Градуировочные функции. На рис. 3 приведены ИК-спектры пропускания продуктов окисления некоторых градуировочных смесей фуллерена с кварцевым стеклом с различным содержанием углерода. Зависимости интегральной интенсивности полос поглощения CO_2 в областях 2200–2450 и 3500–3800 см$^{-1}$ от содержания углерода в смеси описываются уравнениями прямых вида $C = kS$, где C – содержание углерода в пробе, мкг; k – коэффициент, обратный коэффициенту чувствительности, мкг/см$^{-2}$; S – интегральная интенсивность соответствующих полос поглощения, см$^{-2}$ (рис. 4):

$$C_{2200-2450} = (1.07 \pm 0.06)\,S_{2200-2450}, \quad (1)$$

$$C_{3500-3800} = (5.74 \pm 0.03)\,S_{3500-3800}. \quad (2)$$

Выражение (1) получено для интервала содержания углерода в пробе от 0 до 14.9 мкг, (2) – для интервала от 4.8 до 514 мкг. Доверительный интервал коэффициента пропорциональности приведен для погрешности 95%. Значение холостого опыта – без градуировочной смеси с навеской окислителя – составило 0.1 мкг углерода.

Из-за возможного многократного отражения луча в кювете малых геометрических размеров зависимости (1) и (2) справедливы лишь для кон-

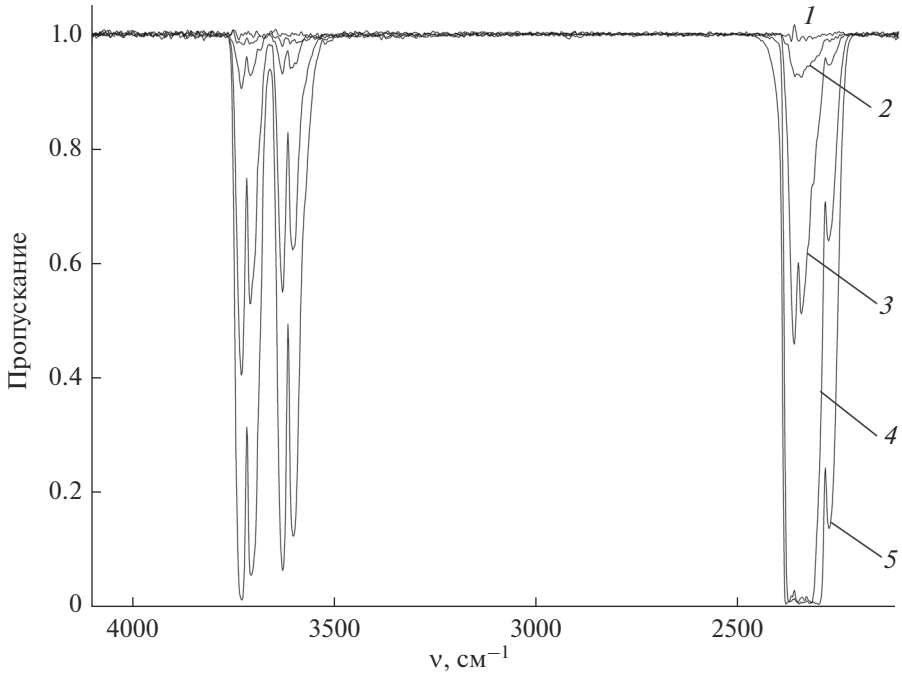

Рис. 3. ИК-спектры пропускания продуктов окисления градуировочных смесей с содержанием фуллерена 0 (холостой опыт) (*1*), 0.45 (*2*), 14.9 (*3*), 117.8 (*4*), 514 мкг (*5*).

кретной использованной кюветы и конкретного спектрального разрешения.

Общее содержание углерода в сере. ИК-спектры продуктов окисления серы и углеродсодержащих примесей приведены на рис. 5. Они содержат полосы поглощения SO_2 и CO_2, частично перекрывающиеся в области 2200–2450 см$^{-1}$. Полосы поглощения COS отсутствуют. Расчет содержания углерода в пробе проводили по интегральной интенсивности полос CO_2 в области 3500–3800 см$^{-1}$. Результаты определения углерода в образцах серы приведены в табл. 1.

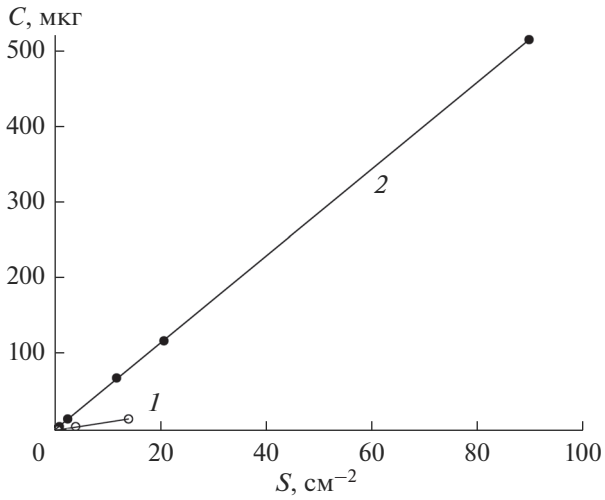

Рис. 4. Градуировочные зависимости содержания углерода в навеске от интегральной интенсивности полос поглощения CO_2 в области 2200–2450 (*1*) и 3500–3800 см$^{-1}$ (*2*).

Как было отмечено, присутствие SO_2 в продуктах окисления пробы делает невозможным определение малых количеств CO_2 в спектральном диапазоне 2200–2450 см$^{-1}$. Для определения менее 5 мкг углерода (нижний предел построения градуировочной зависимости (2)) по полосам поглощения CO_2 в области 3500–3800 см$^{-1}$, в которой отсутствует поглощение SO_2, необходимо использовать пробу массой более 2 г и реакционные ампулы большего объема во избежание превышения избыточного давления при термообработке 2 атм. Для снижения минимального определяемого по градуировочной зависимости (2) содержания углерода и для проверки правильности методики осуществлено определение общего углерода в навесках серы разной массы (0.1–1.6 г). Содержание углерода в разных навесках серы С2–С4, рассчитанное по (2), одинаково в пределах погрешности определения 20% (табл. 2). Это свидетельствует о правильности методики и возможности использования зависимости (2) в расширенном интервале содержания углерода – от 1.5 до 500 мкг.

Предел обнаружения общего углерода в сере составил 1.5 мкг. Предварительная термообработка серы с целью перевода углеродсодержащих

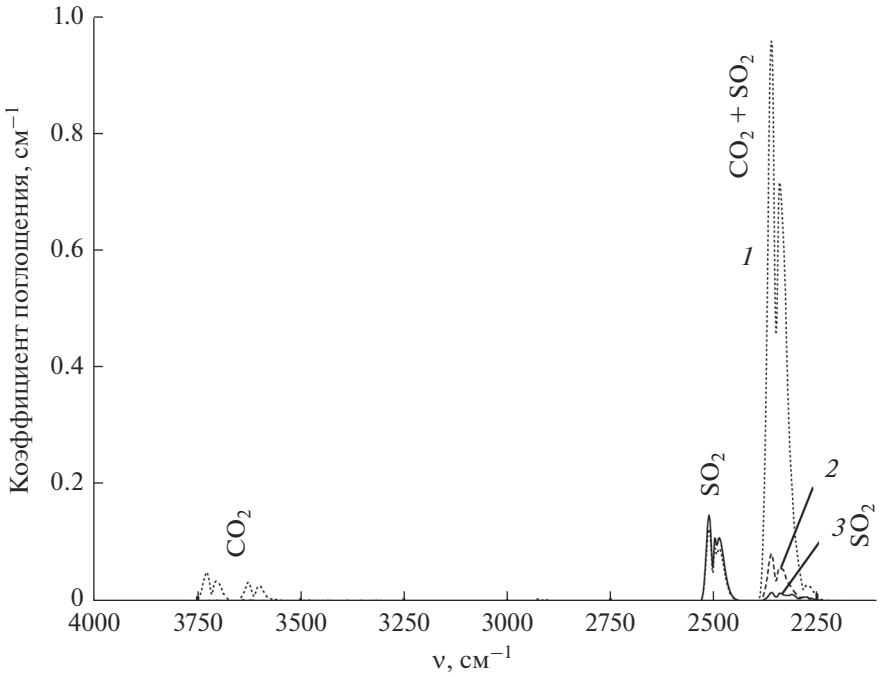

Рис. 5. ИК-спектры поглощения продуктов окисления серы С1 (*1*), С4 (*2*) и С5 (*3*) при определении общего углерода.

примесей в CS_2 и COS и минимизации мешающего влияния SO_2 в спектральном диапазоне 2200–2450 см$^{-1}$ позволила снизить предел обнаружения углерода до 0.4 мкг в сере С5, подвергнутой дополнительной очистке.

Определение углерода в нелетучем остатке. ИК-спектры поглощения и содержание углерода в нелетучем остатке образцов С1–С4 в пересчете на навеску серы приведены на рис. 6 и в табл. 1. Четырехкратное определение углерода в образце С1 позволило рассчитать относительное стандартное отклонение – 14% и доверительный интервал при 95%-ной доверительной вероятности – 22%. Достаточно высокое значение погрешности, по-видимому, связано с неоднородным распределением примесей в исследуемой сере. Предел обнаружения углерода в нелетучем остатке, рассчитанный по утроенному значению холостого эксперимента, составил 0.3 мкг.

Рентгенограммы нелетучего остатка серы С1 и С4 свидетельствуют о его одинаковом качественном составе: кварц, ангидрит и пирит (рис. 7). Содержание этих примесей в образце С1 составило 66, 28 и 7 мас. % соответственно, в образце С4 – 21, 46 и 33 мас. %. На рентгенограммах присутствуют малоинтенсивные рефлексы в области 22.0° и 27°–28°, идентифицировать которые затруднительно. Карбонаты, склонные к выделению углекислого газа при прокаливании, в нелетучем остатке отсутствуют. Предположительно, углерод в нелетучем остатке серы содержится в форме рентгеноаморф-

Таблица 1. Содержание углерода в нелетучем остатке, легколетучих примесях и общее содержание углерода в сере разных марок

Сера	Содержание углерода в пересчете на серу $\times 10^4$, мас. %		
	нелетучий остаток	легколетучие примеси	общее содержание
С1	198 ± 44*	2.3 ± 0.5	224 ± 45
С2	0.5 ± 0.1	0.3 ± 0.1	11 ± 2
С3	0.4 ± 0.1	0.3 ± 0.1	13 ± 2
С4	0.13 ± 0.03	0.4 ± 0.1	20 ± 4
С5**	–	–	0.4 ± 0.2

* Среднее четырех определений, для остальных – по одному определению.
** Сера С4, дополнительно очищенная по методике, аналогичной [15], включающей каталитическое окисление на CeO_2.

Таблица 2. Содержание углерода в разных навесках серы

Сера	Навеска, г	Найдено углерода	
		мкг	$\times 10^4$, мас. %
C2	0.129	1.6	12 ± 2
	1.590	17.5	11 ± 2
C3	0.131	1.4	11 ± 2
	1.601	20.8	13 ± 2
C4	0.117	2.7	23 ± 4
	1.428	28.6	20 ± 4

ных фаз – сажи и углеводородов с малым числом атомов водорода.

Содержание углерода в летучей фракции серы. На рис. 8 приведен ИК-спектр поглощения легколетучих примесей серы C1 и продуктов их окисления. Эти примеси представлены CO и COS. Результаты определения углерода в летучих примесях серы C1–C4 приведены в табл. 1. Диоксид серы, образующийся при окислении COS, не проявляется в ИК-спектрах и не мешает определению углерода в форме CO_2. Предел обнаружения углерода в летучей фракции составил 0.3 мкг.

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Разработана методика, позволяющая определять содержание примеси углерода в сере и ее летучей и нелетучей фракциях в широком диапазоне концентраций. Ограничением методики по максимальному содержанию углерода в пробе является возрастающее давление CO_2 в кювете. При определении более 500 мкг углерода избыточное давление в ней достигает 3 атм. Для определения больших количеств углерода необходимо уменьшать массу анализируемого образца или использовать кювету большого объема. Предел обнаружения углерода зависит от чувствительности ИК-спектрометрического определения CO_2, мешающего влияния SO_2, образующегося при окислении серы, мешающего влияния CO_2 атмосферы, значения холостого эксперимента. Надежные ИК-спектрометрические измерения содержания CO_2 в кювете возможны при многократном превышении его давления над парциальным давлением атмосферного CO_2. Для снижения минимальной определяемой массовой доли углерода в сере необходимо увеличивать массу анализируемой навески.

Сравнивая доступность, пределы обнаружения, точность газохроматографического и ИК-спектроскопического методов определения CO_2 в продуктах окисления навески серы, можно заключить, что они сопоставимы по этим характеристикам (табл. 3). Преимущество ИК-спектроскопического анализа продуктов окисления с герметичным цельнопаяным реактором заключается в удобстве отбора пробы серы или газовой фазы в процессе ее очистки с соблюдением ее изолированности от внешней среды.

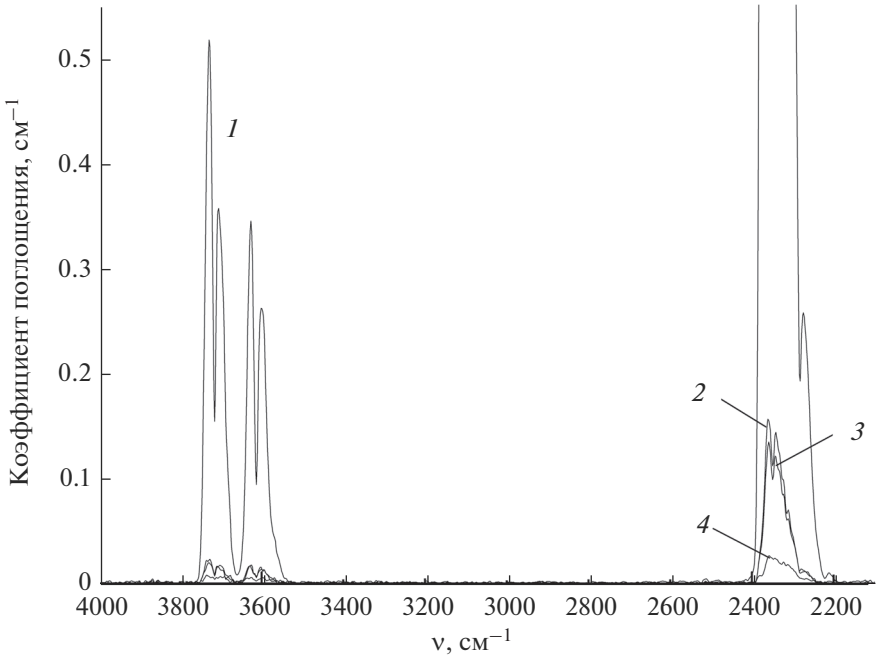

Рис. 6. ИК-спектры поглощения продуктов окисления нелетучего остатка после перегонки 1.8–2.1 г серы: C1 (*1*), C2 (*2*), C3 (*3*), C4 (*4*).

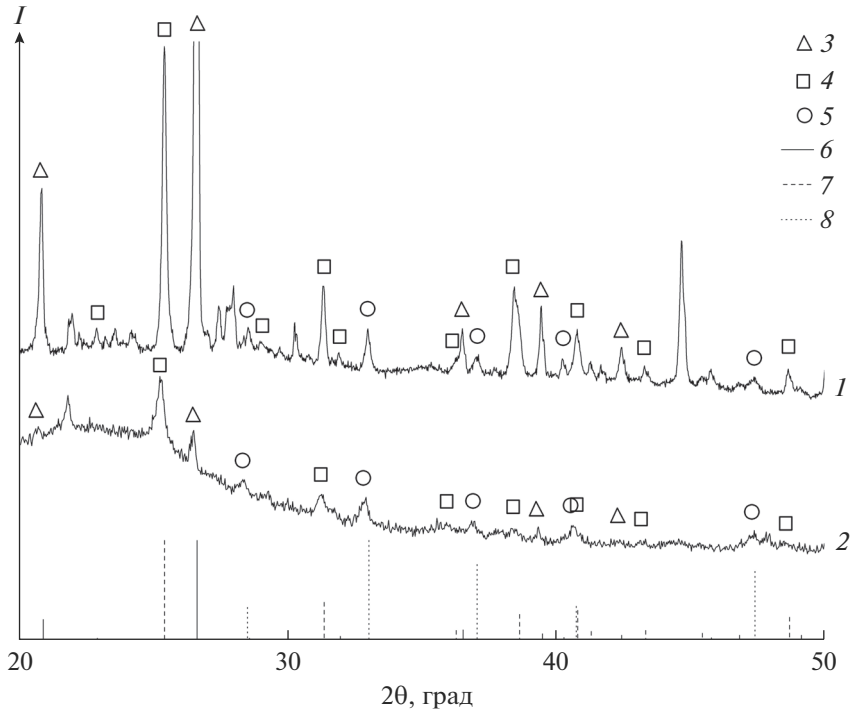

Рис. 7. Рентгенограммы нелетучего остатка после дистилляции серы С1 (*1*) и С4 (*2*); символами на рентгенограммах обозначены рефлексы отражения SiO_2 (*3*), $CaSO_4$ (*4*), FeS_2 (*5*); штрих-рентгенограммы SiO_2 (*6*), $CaSO_4$ (*7*), FeS_2 (*8*) построены по данным ICSD PDF2.

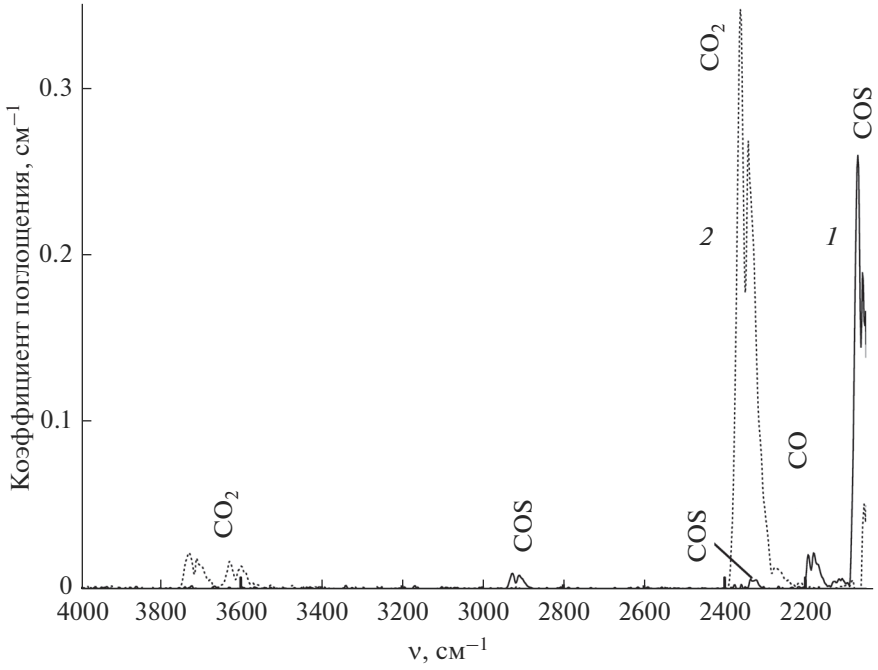

Рис. 8. ИК-спектры поглощения летучих примесей, выделенных при перегонке серы С1 (*1*), и продуктов их окисления (*2*).

Полученные в работе результаты свидетельствуют о существенных различиях в поведении углеродсодержащих примесей в сере разных марок в процессе ее однократной дистилляции. По количеству углерода, извлеченного в нелетучий остаток и отнесенного к общему его содержанию,

Таблица 3. Сравнение методик определения углеродсодержащих примесей в сере

Примесь	Окислитель	Метод	Определяемое вещество	Предел обнаружения C, 10^{-5} мас. %	Источник
Σ	Избыток S, O_2	ГХ	CO_2, COS	0.6	[5]
Углеводороды	–	ИКС	$-CH_2-$	2	[7]
Растворенные газы	–	ГХ	C_1-C_4, бензол, толуол, CS_2, COS, CO_2	0.001–0.1	[9]
Σ	CuO	ГХ	CO_2	1	[10]
Σ	O_2	Титрование	$BaCO_3$	500	[11]
Σ	O_2	ГХ	CO_2	150	[12]
Σ	S	ГХ	CS_2, COS, CO_2	1	[13]
Σ				4–15	Настоящая работа
Летучие примеси	CuO	ИКС	CO_2	3	
Нелетучие примеси				3	

Примечание. Σ – общее содержание углерода, ГХ – газовая хроматография, ИКС – ИК-спектрометрия.

исследованные образцы серы можно разделить на две группы: со степенью извлечения более 88% (C1) и степенью извлечения менее 3% (C2, C3, C4). Это свидетельствует об отличающемся качественном составе углеродсодержащих примесей. Содержание углерода в образце C1 является типичным (1.0×10^{-2} мас. %) для серы, извлекаемой из природного газа [5]. После одной, двух и трех дистилляций этой серы в нелетучем остатке было найдено 198×10^{-4}, 25×10^{-4} и 12×10^{-4} мас. % углерода соответственно, что составляет 84, 10 и 5% от общего содержания углерода. Таким образом, трехкратная дистилляция газовой серы позволяет на 2 порядка снизить содержание в ней примеси углерода. Низкое содержание примеси углерода в летучих и нелетучих фракциях серы по сравнению с его общим количеством в образцах C2, C3 и C4 свидетельствует о малой эффективности однократной перегонки для очистки серы этих марок. Для эффективного удаления углеродсодержащих примесей в этом случае необходимо применять комбинированные способы очистки, включающие химико-термическую обработку либо высокотемпературное каталитическое окисление. Это позволяет снизить содержание углерода в 50 раз (образцы C4 и C5, табл. 1). Полученные закономерности необходимо учитывать при разработке методик глубокой очистки серы от примеси углерода.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Разработана методика определения общего углерода в навесках серы 0.1–1.5 г и в летучих и нелетучих фракциях ее дистилляции для интервала содержаний 0.3–500 мкг. Предел обнаружения методики составил 0.3–1.5 мкг углерода, погрешность определения – 20%.

Новизной работы является реализация ИК-спектроскопического определения продуктов окисления пробы. Методика является экспрессной, универсальной, позволяет минимизировать воздействие мешающих анализу источников углерода и может быть частично или полностью применена при определении углерода в других халькогенах или при исследовании его распределения в процессе их очистки. Важность разработки такой методики обусловлена необходимостью получения серы с возможно более низким содержанием примеси углерода для сульфидных материалов ИК-оптики. Определено содержание углерода в сере различных марок и ее фракциях. Распределение примеси углерода между летучими и нелетучими фракциями, образующимися при дистилляции серы, существенно зависит от происхождения серы.

БЛАГОДАРНОСТЬ

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда (проект № 18-73-10083).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Девятых Г.Г., Чурбанов М.Ф.* Высокочистые халькогены. Нижний Новгород: Изд-во Нижегородского ун-та, 1997. 243 с.
2. *Shiryaev V.S., Churbanov M.F.* Preparation of High-Purity Chalcogenide Glasses // Chalcogenide Glasses Preparation, Properties and Applications / Ed. Adam J.L., Zhong X. Woodhead Publishing Limited, 2014. P. 3–35.

3. *Snopatin G.E., Shiryaev V.S., Plotnichenko V.G., Dianov E.M., Churbanov M.F.* High-Purity Chalcogenide Glasses for Fiber Optics // Inorg. Mater. 2009. V. 45. № 13. P. 1439–1460.

4. *Velmuzhov A.P., Sukhanov M.V., Churbanov M.F., Zernova N.S., Ketkova L.A., Sozin A. Yu., Shiryaev V.S., Skripachev I.V., Evdokimov I.I.* Sulfur as the Source of Hydrogen Impurity and Heterogeneous Inclusions in the Ge–Ga–S Glasses // Non-Cryst. Solids. 2020. V. 545. P. 120237(1–9).

5. *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. 770–774.

6. *Девятых Г.Г., Дианов Е.М., Плотниченко В.Г. и др.* Волоконные световоды на основе высокочистых халькогенидных стекол // Высокочистые вещества. 1991. № 1. С. 7–36.

7. *Адамчик С.А., Сенников П.Г., Буланов А.Д.* Очистка серы от примесей углеводородов термохимическим методом // Неорган. материалы. 2000. Т. 36. № 6. С. 725–729.

8. *Ежелева А.Е., Малыгина Л.С., Чурбанов М.Ф.* Газохроматографическое определение растворенных газов и других летучих веществ в халькогенах и халькогенидах // Журн. аналит. химии. 1982. Т. 37. № 8. С. 1502–1504.

9. *Крылов В.А.* Определение углерода, кислорода, водорода и азота в халькогенах и мышьяке высокой чистоты // Высокочистые вещества. 1994. № 5. С. 116–120.

10. *Зимаков И.Е., Караванов Н.А., Ильина Т.С.* Определение примесного углерода в сере, селене, сульфидах и селенидах кадмия и цинка // Изв. вузов. Химия и хим. технология. 1992. Т. 35. Вып. 10. С.45–49.

11. ГОСТ 30355.1-96. Сера техническая. Определение общего содержания углерода. Титриметрический метод. М.: Изд-во стандартов. 1999. 8 с.

12. *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. 129–137.

13. *Чурбанов М.Ф., Чугунова С.Г., Девятых Г.Г.* Газохроматографическое определение углерода в сере // Журн. аналит. химии. 1973. Т. 28. № 2. С. 385–387.

14. *Zhu Y., Mimura K., Isshiki M.* Oxidation Mechanism of Cu_2O to CuO at 600–1050°C // Oxid. Met. 2004. V. 62. № 3/4. P. 207–222.

15. *Суханов М.В., Сторожева Т.И., Евдокимов И.И., Пименов В.Г., Созин А.Ю., Котерева Т.В.* Глубокая очистка моноизотопной серы ^{32}S и ^{34}S // Неорган. материалы. 2017. Т. 53. № 2. С. 126–131.