

МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЕ И ТЕХНОЛОГИЯ. ПОЛУПРОВОДНИКИ

MATERIALS SCIENCE AND TECHNOLOGY. SEMICONDUCTORS

Известия высших учебных заведений. Материалы электронной техники. 2016. Т. 19, № 4. С. 235–240.
ISSN 1609–3577. DOI: 10.17073/1609-3577-2016-4-235-240

УДК 621.315.592

ГЛУБОКАЯ ОЧИСТКА ТЕЛЛУРА ДЛЯ ПРОИЗВОДСТВА МАТЕРИАЛОВ ЭЛЕКТРОНИКИ И ФОТониКИ

© 2016 г. М. Б. Гришечкин¹, Е. Н. Можевитина¹, А. В. Хомяков¹,
М. П. Зыкова¹, Р. И. Аветисов², И. Х. Аветисов¹

¹Российский химико-технологический университет им. Д. И. Менделеева,
Миусская пл., д. 9, Москва, 125047, Россия

²ООО «АРМОЛЕД»,
Миусская пл., д. 9, стр. 5, Москва, 125047, Россия

Для проведения процесса получения высокочистого теллура методом вакуумной дистилляции предложена конструкция реактора из высокочистых кварцевого стекла и графита. В ходе процесса расплав теллура испаряется, пар переносится из горячей части системы в более холодную и конденсируется в виде твердой фазы (дистиллята) без образования жидкости. Изучены закономерности перераспределения примесей между дистиллятом и кубовым остатком, а также пространственное распределение примесей в дистилляте при проведении очистки металлического теллура. Установлено, что часть примесей, например щелочные металлы, Zn, Ni, V, редкоземельные металлы распределены равномерно по длине дистиллята (20 см). В то же время концентрация Se в дальней (от перегонного куба) части дистиллята превышает концентрацию в ближней части на порядок.

Ключевые слова: высокочистые материалы, теллур, вакуумная дистилляция, масс-спектрометрия с индуктивной связанной плазмой.

Введение

В настоящее время высокочистый теллур (6N или лучше) широко используют в полупроводниковой промышленности и ИК-оптике [1–5]. В работах [6–8] описано получение высокочистого теллура так называемыми мокрыми способами, включающими стадии перевода исходного теллура в раствор в окисленной форме с последующим селективным восстановлением соединениями серы (IV) или электрическим током. Однако такие методы имеют низкую производительность, сопряжены с большими трудозатратами, расходом высокочистых кислот и реактивов, а также с образованием значительных количеств жидких отходов, требующих утилизации. Наиболее распространенными методами получения высокочисто-

го теллура являются вакуумная дистилляция и зонная плавка [9, 10]. Теория этих процессов хорошо описана в работе [11]. Проблема производства значительных количеств теллура с чистотой выше 6N остается актуальной задачей. Одной из основных примесей в коммерчески доступном техническом теллуре является селен [11, 12]. Известно, что паровая фаза над сплавами системы Se–Te имеет сложный состав при температурах ~800 К, при которых обычно проводят вакуумную дистилляцию теллура [11, 13]. При небольших концентрациях Se в расплаве теллура пар состоит преимущественно из молекул Te₂, Se_(2–8) и TeSe_(1–6) [14, 15]. С повышением температуры доля сложных молекул снижается. Основными компонентами пара становятся молекулы Te₂, Se₂, Se₄ и сложные молекулы Se_(1–4)Te.

Гришечкин Михаил Борисович¹ — ведущий инженер, grimb@mail.ru; Можевитина Елена Николаевна¹ — канд. хим. наук, старший научный сотрудник, spring_storm@mail.ru; Хомяков Андрей Владимирович¹ — ведущий инженер, homa-ifh@rambler.ru; Зыкова Марина Павловна¹ — ведущий инженер, zykova_mr@inbox.ru; Аветисов Роман Игоревич² — канд. хим. наук, генеральный директор, armoled@mail.ru; Аветисов Игорь Христофорович¹ — доктор хим. наук, профессор, заведующий кафедрой, aich@rctu.ru

Более высокое парциальное давление молекул, содержащих селен, обуславливает принципиальную возможность очистки теллура от селена с помощью вакуумной дистилляции.

При разработке технологии получения высокочистого теллура основное внимание уделяют уменьшению числа операций и увеличению выхода очищенного теллура [16, 17]. Цель работы — исследование процесса вакуумной дистилляции теллура, который представлял собой испарение теллура из расплава, перенос пара в более холодную часть системы и конденсацию пара в виде твердой фазы (дистиллят), минуя жидкую. Весь процесс проводили при динамическом вакууме, который обеспечивал эффективный массоперенос паровой фазы.

Методика проведения эксперимента

Примесный анализ. Концентрацию примесей в исходном теллуре, кубовом остатке и дистилляте определяли методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой. Измерения проводили на масс-спектрометре NexION 300D (Perkin Elmer, США) в коллизионном режиме (KED) [18]. Условия измерений приведены ниже.

Тип распылителя	Концентрический (Майнхарда), PFA
Распылительная камера	Двухпроходная камера Скотта, PFA
Потоки аргона, л/мин:	
– через распылитель	0,96
– плазмообразующий	15
– вспомогательный	1,2
Мощность генератора, Вт	1450
Поток коллизионного газа (He), л/мин	4,6
Число циклов сканирования	10

Определение концентрации примесей в Те проводили методом PerkinElmer Total Quant [19]. Этот метод позволяет определять концентрации 68 химических элементов в ходе одного измерения и пригоден для полуколичественного сравнительного анализа образцов. При использовании Total Quant относительная погрешность определения концентраций примесных элементов составляла 25 % (отн.) и возрастала до 100 % (отн.) при концентрациях, близких к пределу определения [19].

Для растворения образцов Те (~200 мг) использовали азотную кислоту (HNO_3) с чистотой 99,9999 % (мас.) (по 68 элементам) в количестве 5 мл, полученную методом поверхностной дистилляции (BSB–929–IR, Berghof, Германия) соответствующей кислоты марки ОСЧ ГОСТ 11125–84. Полученный раствор разбавляли в 10 раз деионизованной водой. Электрическое сопротивление используемой деионизованной воды (H_2O , Aqua–MAX–Ultra 370 Series, Young Lin Instruments, South Korea) составляло 18,2 МОм·см,

а чистота по 68 элементам — 99,99999 % (мас.). В качестве внутреннего стандарта при анализе использовали индий.

Методика проведения дистилляции. Дистилляцию проводили в реакторе при динамическом вакууме не ниже 10^{-5} мм рт. ст. (рис. 1, а). Внутренний диаметр реактора составлял 40 мм при общей длине 700 мм. В реактор помещали перегонный куб с исходным материалом и приемник для дистиллята. При этом использовали три типа реактора. Реактор I и все внутренние элементы были изготовлены из плавящего кварцевого стекла марки КГ1ДА (по ГОСТ 15130–86). Все части реактора протравливали поочередно концентрированной азотной и 10%-ной плавиковой кислотами и многократно промывали деионизованной водой.

Реактор II был также изготовлен из кварцевого стекла марки КГ1ДА, но, в отличие от реактора (I), на все его внутренние части было нанесено пироуглеродное покрытие, полученное посредством пиролиза ацетона ОСЧ ТУ 6–09–3513–86 (5N по неорганическим примесям). После проведения пиролиза детали реактора многократно промывали ацетоном ОСЧ.

Корпус реактора III был изготовлен из кварцевого стекла марки КГ1ДА (см. рис. 1, б). Внутренние части включали перегонный куб, приемник и диффузор. Диффузор предназначен для регулирования потока пара из перегонного куба в приемник. Все внутренние части были изготовлены из особо чистого графита (МГ–1, ООО ПКП ВИАЛ, Российская Федерация).

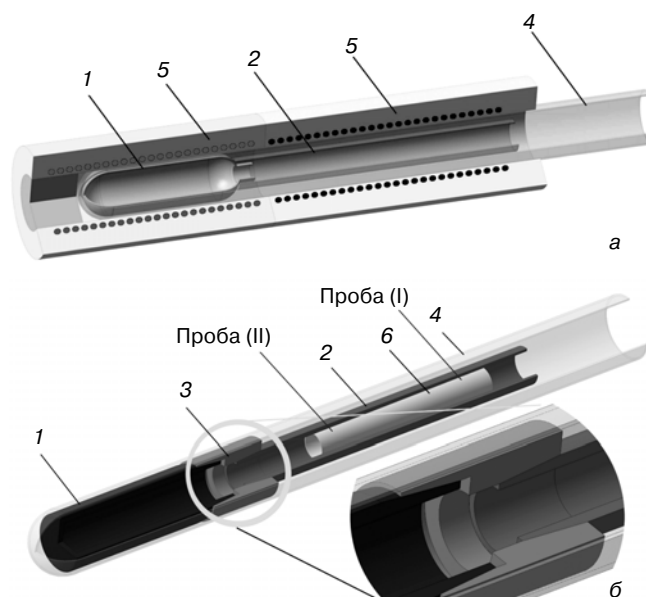


Рис. 1. Схема установки для очистки теллура вакуумной дистилляцией с использованием кварцевого реактора (а) и кварцевого реактора с графитовыми частями (б): 1 — перегонный куб; 2 — приемник; 3 — диффузор; 4 — корпус реактора из кварцевого стекла; 5 — двухзонная резистивная печь; 6 — дистиллят теллура

Fig. 1. Schematic of vacuum tellurium distillation plant with (a) quartz reactor and (b) quartz reactor with graphite parts: (1) still, (2) receiver tank, (3) diffuser, (4) quartz glass reactor body, (5) two-zone resistance oven and (6) tellurium distillate

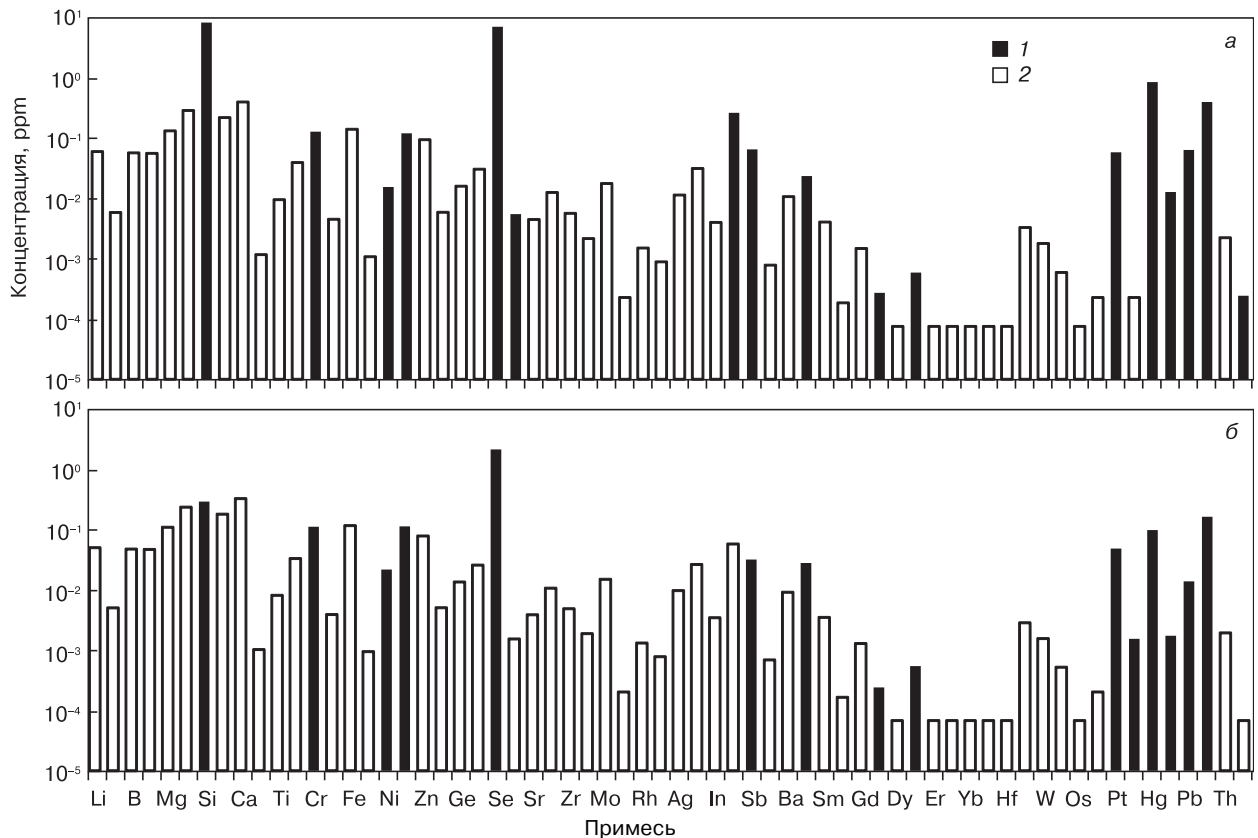


Рис. 2. Распределение концентрации примесей в теллуре после дистилляции в кварцевом реакторе (а) и в реакторе с пироуглеродным покрытием (б).

Здесь и далее: 1 — измеренные концентрации примесей; 2 — пределы обнаружения примесных элементов

Fig. 2. Impurity concentration distribution in tellurium after distillation in (a) quartz reactor and (b) quartz reactor with zinc-carbon coating. Hereinafter: (1) experimental concentration profiles and (2) impurity detection thresholds

Перед проведением процесса очистки теллура реакторы всех типов отжигали при температуре $T = 1200 \text{ K}$ в течение 6 ч при динамическом вакууме 10^{-5} мм рт. ст.

Загруженный реактор помещали в двузонную резистивную печь, вакуумировали до 10^{-5} мм рт. ст. и в условиях динамического вакуума нагревали до заданной температуры, точность поддержания которой составляла $\pm 1 \text{ K}$. После окончания процесса дистилляции, реактор охлаждали до комнатной температуры, дистиллят извлекали и отбирали пробы из разных его частей.

Результаты и их обсуждение

Исходным материалом для очистки служил 3N8 теллур марки ТА-1 (производство ПАО «Горно-металлургическая компания «Норильский никель»). При проведении дистилляции в реакторе I из кварцевого стекла имело место прилипание дистиллята к стенкам приемника. При этом возникали трудности с извлечением дистиллята и, как следствие, дополнительное загрязнение продукта, чистота которого составляла 4N8 (рис. 2, а, таблица). Попытка уменьшить адгезию теллура к кварцевым стенкам посредством нанесения на них пироуглеродного покрытия [20] (реактор II) не привела к значимому улучшению чистоты

дистиллята, которая составила 5N5 (см. рис. 2, б). Детальный анализ показал, что пироуглеродное покрытие имело микропроколы, которые формировались из-за дефектов кварцевого стекла.

Содержание основного вещества в пробах теллура, полученных в различных условиях с учетом и без учета предела обнаружения (ПО), % (мас.)

[Main component content in tellurium samples taken under different conditions with and without detection threshold (wt.%)]

Описание пробы / процесса	Содержание вещества, % (мас.)	
	С учетом ПО	Без учета ПО
Исходный ТА-1	99,988	99,989
Дистилляция в реакторе из кварцевого стекла	99,9982	99,9984
Дистилляция в реакторе с пироуглеродным покрытием	99,9995	99,9997
Дистилляция в реакторе с оснасткой из графита:		
Кубовой остаток	99,9910	99,9913
Дистиллят	99,99931	99,99952
Проба (I)*	99,99936	99,99958
Проба (II)*	99,99967	99,99992

* Место отбора проб показано на рис. 1, б.

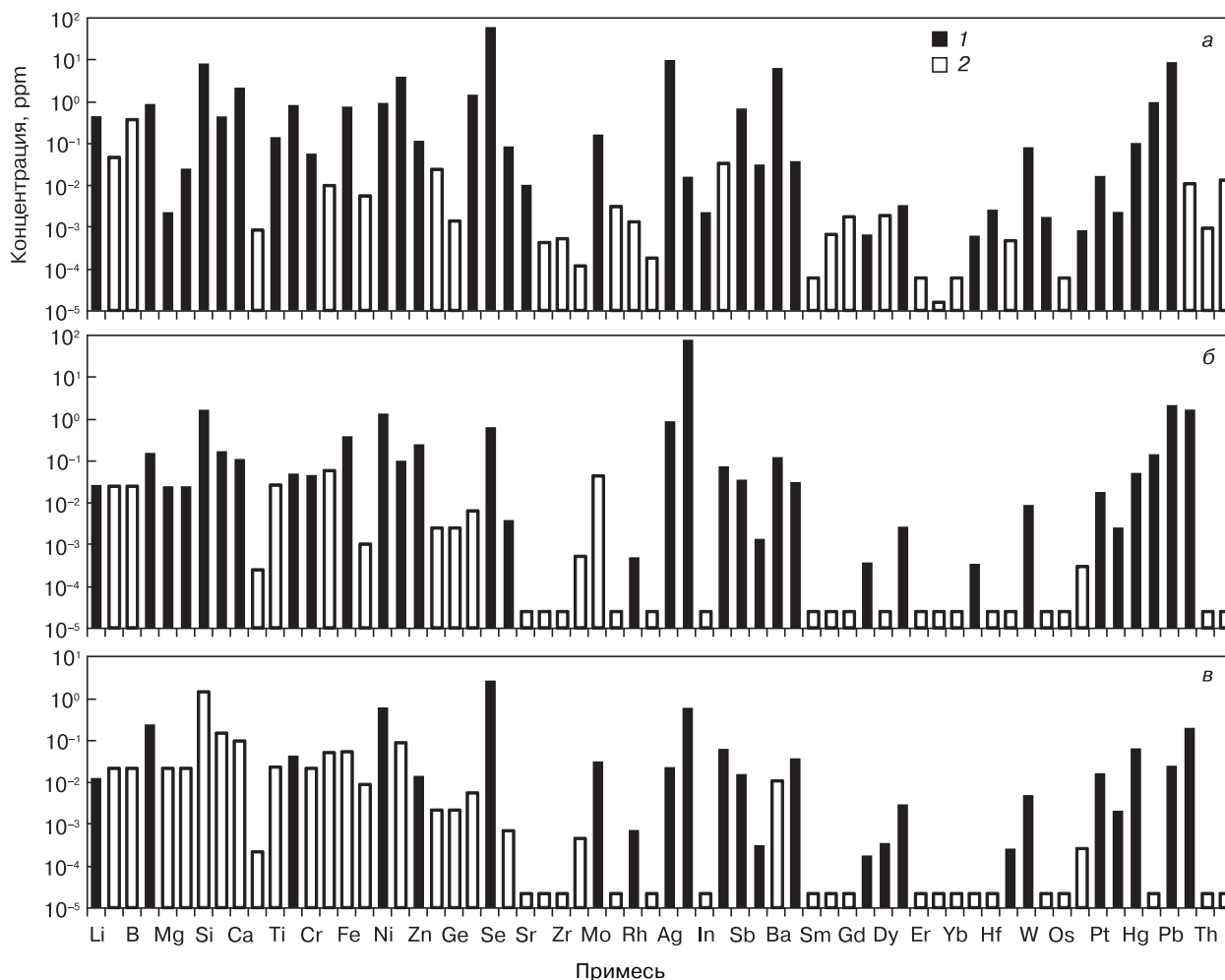


Рис. 3. Распределение концентрации примесей в образцах теллура до (а) и после (б, в) процесса дистилляции в реакторе с оснасткой из высокочистого графита:

а — исходный материал; б — кубовой остаток; в — дистиллят

Fig. 3. Impurity concentration distribution in tellurium specimens (a) before and (б) after distillation in quartz reactor with high-purity graphite fittings:

(a) source material, (б) distillation residue and (в) distillate

В следующей конструкции все внутренние элементы реактора были изготовлены из высокочистого графита вместо кварцевого стекла. Адгезия теллура к объемному графиту значительно ниже, чем к тонкому пироуглеродному покрытию. Поэтому использование объемного графита дало возможность преодолеть проблему прилипания дистиллята и снизить загрязнения, связанные с выгрузкой продукта, что, в свою очередь, позволило получить препарат с примесной чистотой 5N5 (рис. 3).

Были изучены закономерности распределения примесей между дистиллятом и кубовым остатком, а также распределение примесей по длине дистиллята (20 см). Согласно работе [13], при температуре проведения процесса дистилляции давление пара селена превышает давление пара теллура примерно на два порядка по величине. Теоретически процесс дистилляции является перспективным для количественного удаления примеси селена из теллура. Однако на практике однократная дистилляция приво-

дит к снижению концентрации селена всего на один порядок (см. рис. 3).

Кроме того, было установлено, что некоторые примеси, такие как щелочные металлы, Zn, Ni, V, редкоземельные металлы, распределены равномерно по длине дистиллята. Селен, напротив, демонстрирует ярко выраженное распределение: в дальней (от перегонного куба) части дистиллята (рис. 4, а) концентрация Se превышает на порядок концентрацию Se в ближней части (см. рис. 4, б). Это можно объяснить пространственным разделением в паровой фазе молекул $Se_{(1-8)}$, $TeSe_{(1-7)}$, и Te_2 при температуре дистилляции ~ 800 K вследствие различия в парциальных давлениях [14]. Среди перечисленных молекул наименьшее парциальное давление будет иметь Te_2 . Поэтому образцы теллура, конденсирующегося в дальней от перегонного куба части приемника, содержали большее количество селена по сравнению с образцами, взятыми ближе к кубу. Конечный выход продукта с чистотой не хуже 99,9999 % (мас.) составил 20 %.

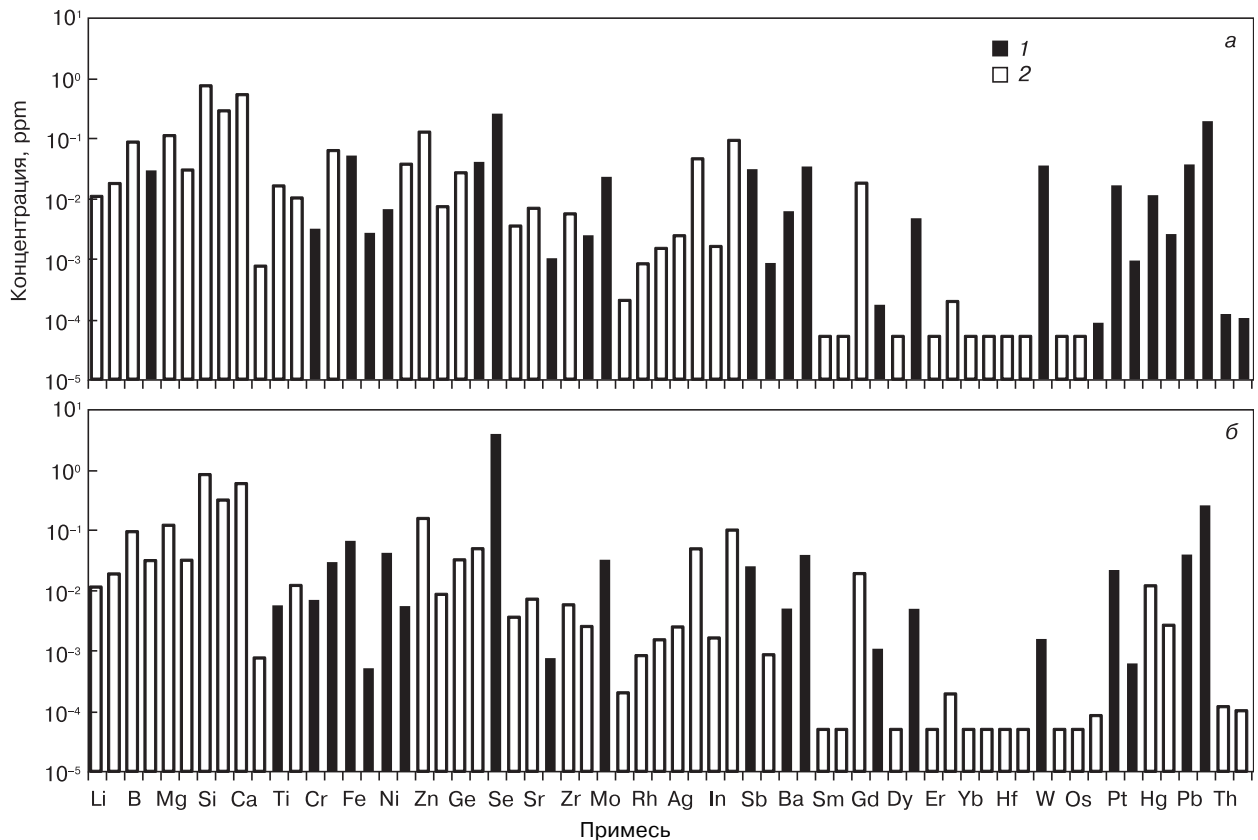


Рис. 4. Распределение концентрации примесей в дистилляте теллура по длине графитового приемника: а — проба II; б — проба I

Fig. 4. Impurity concentration distribution in tellurium distillate along the graphite receiver tank: (a) sample II and (b) sample I

Заключение

Разработанная методика вакуумной дистилляции позволяет снизить концентрацию большинства примесей до уровня 10^{-5} — 10^{-6} % (мас.). Однако средняя остаточная концентрация Se в дистилляте остается на уровне единиц ppm. Между тем часть дистиллята, расположенного ближе к перегонному кубу, имеет чистоту 99,99992 % (мас.) при концентрации селена 0,27 ppm с выходом ~20 %.

Библиографический список

1. CdTe and Related Compounds; Physics, Defects, Hetero- and Nano-structures. Pt II: Crystal growth, Surface and Application / Ed. by R. Triboulet, P. Shiffert. — Oxford: Elsevier, 2010. — 296 p. DOI: 10.1016/B978-0-08-096513-0.00001-7
2. **Xu, H.** Preparation of low-loss $\text{Ge}_{15}\text{Ga}_{10}\text{Te}_{75}$ chalcogenide glass for far-IR optics applications / H. Xu, Y. Xe, X. Wang, Q. Nie, P. Zhang, T. Xu, Sh. Dai, X. Zhang, G. Tao // *Infrared Phys. Technol.* — 2014. — V. 65. — P. 77—82. DOI: 10.1016/j.infrared.2014.03.008
3. **Xu, Y.** Research into the electrical property variation of undoped CdTe and ZnTe crystals grown under Te-rich conditions / Y. Xu, H. Liu, Y. He, R. Yang, L. Luo, W. Jie // *J. Alloys Compd.* — 2014. — V. 612. — P. 392—397. DOI: 10.1016/j.jallcom.2014.05.167
4. **Nokhwal, R.** Study of dislocations in HgCdTe epilayers at (111)B and (110) surfaces using modified defect etchant / R. Nokhwal, R. S. Saxena, B. L. Sharma, A. Kumar, S. A. Hashmi, R. K. Sharma // *Infrared Phys. Technol.* — 2015. — V. 71. — P. 378—383. DOI: 10.1016/j.infrared.2015.05.016
5. **Avetissov, I.** Universal approach for nonstoichiometry determination in binary chemical compounds / I. Avetissov, E. Mozhevitina, A. Khomyakov, T. Khanh // *Cryst. Res. Technol.* — 2014. — V. 50. — P. 93—100. DOI: 10.1002/crat.201400201

6. Пат. CN101892496 A (КНР). Method for preparing high-purity 5N tellurium from 3N crude tellurium, 2010.
7. Пат. CN102153054 A (КНР). Preparation method of high purity tellurium, 2011.
8. Пат. CN104233362 A (КНР). Preparation method for high-purity tellurium, 2014.
9. Пат. CN103183322 A (КНР). Preparation method of high purity tellurium, 2013.
10. Пат. UA98751 C2 (Украина). Пристрій для очищення телуру методом вакуумної дистиляції / Б. Б. Нетак, Ю. О. Канібор, С. Ю. Єрмаков, Д. В. Черненко, В. М. Біляков, О. С. Єрмаков, 2012.
11. **Zaiour, A.** Purification of tellurium to nearly 7N purity / A. Zaiour, K. Zahraman, M. Roumie, J. Charara, A. Fawaz, F. Lmai, M. Hage-Ali // *Mater. Sci. Eng.: B.* — 2006. — V. 131, N 1-3. — P. 54—61. DOI: 10.1016/j.mseb.2006.03.029
12. **Sun, Zh.-M.** Preparation of high purity tellurium containing Cu and Se by chemical method / Zh.-M. Sun, Y.-J. Zheng // *Trans. Nonferrous Met. Soc. China.* — 2011. — V. 21, N 3. — P. 665—672. DOI: 10.1016/S1003-6326(11)60763-2
13. **Hageman, A. M.** Purification of tellurium to 6N using a multistage vacuum distillation method / A. M. Hageman, M. J. Harrison, N. Fritz, T. N. Krehbiel, R. White, J. Patenaude, D. S. McGregor // *Proc. SPIE.* — 2007. — V. 6707: Penetrating radiation systems and applications VIII, 67070Z. — P. 1—7. DOI: 10.1117/12.740525
14. **Куликов, И. С.** Термодинамика оксидов / И. С. Куликов. — М.: Металлургия, 1986. — 344 с.
15. **Герасимов, Л. И.** Химическая термодинамика в цветной металлургии, часть VI / Л. И. Герасимов, А. И. Крестовников, С. И. Горбов. — М.: Металлургия, 1974. — С. 283—286.
16. **Munirathnam, N. R.** Preparation of high purity tellurium by zone refining / N. R. Munirathnam, D. S. Prasad, Ch. Sudheer, A. J. Singh, T. L. Prakash // *Bull. Mater. Sci.* — 2002. — V. 25, N 2. — P. 79—83. DOI: 10.1007/BF02706225
17. **Hoffmann, J. E.** Recovering selenium and tellurium from copper refinery slimes / J. E. Hoffmann // *JOM.* — 1989. — V. 41, N 7. — P. 33—38. DOI: 10.1007/BF03220269

18. Wilbut, S. M. Optimizing performance for a collision/reaction cell ICP–MS system operating in helium collision mode / S. M. Wilbut, N. Sugiyama, E. McCurdy // *Spectroscopy* – 2010. – Special Iss. – P. 20. URL: <http://www.spectroscopyonline.com/optimizing-performance-collisionreaction-cell-icp-ms-system-operating-helium-collision-mode> (дата обращения: 10.06.2017)

19. Dehelean, A. Determination of lead and strontium isotope ratios in wines by inductively coupled plasma mass spectrom-

etry / A. Dehelean, C. Voica // *Rom. Journ. Phys.* – 2012. – V. 57, N 7–8. – P. 1194–1203. URL: http://www.nipne.ro/rjp/2012_57_7-8/1194_1203.pdf

20. Пат. 2374358 (РФ). Способ получения углеродсодержащих покрытий / П. А. Аверичкин, В. А. Кальнов, Е. А. Кожухова, Б. Н. Левонovich, Ю. П. Маишев, Ю. Н. Пархоменко, С. Л. Шевчук, А. А. Шлэнский, 2009.

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации, Соглашение 14.577.21.0218, уникальный идентификатор RFMEFI57716X0218.

ISSN 1609–3577 *Izvestiya vuzov. Materialy elektronnoi tekhniki* = *Materials of Electronics Engineering*. 2016, vol. 19, no. 4, pp. 235–240.

Deep tellurium purification for electronic and photonic materials

M. B. Grishechkin¹, E. N. Mozhevitina¹, A. V. Khomyakov¹, M. P. Zykova¹, R. I. Avetisov², I. Ch. Avetissov¹

¹*Dmitry Mendeleev University of Chemical Technology of Russia, 9 Miusskaya Sq. Moscow 125047, Russia*

²*Armoled Ltd., 9/5 Miusskaya Sq., Moscow 125047, Russia*

Abstract. The regularities of impurity distribution between the distillate and the still as well as the spatial distribution of impurities along the distillate length have been studied. We conclude that some impurities such as s–metals, Zn, Ni, V and rare metals distribute uniformly along the distillate length (20 cm). Contrarily, Se tends to concentrate in the distant (from the still) region of distillate with more than one order of magnitude higher concentration compared to the nearest region.

Keywords: high pure materials, tellurium, vacuum distillation, inductively coupled plasma mass–spectrometry

References

1. Triboulet R., Shiffert P. *CdTe and Related Compounds; Physics, Defects, Hetero- and Nano-structures*. Part II: Crystal growth, Surface and Application. Oxford: Elsevier, 2010. 296 p. DOI: 10.1016/B978-0-08-096513-0.00001-7
2. Xu H., Xe Y., Wang X., Nie Q., Zhang P., Xu T., Dai Sh., Zhang X., Tao G. Preparation of low-loss Ge₁₅Ga₁₀Te₇₅ chalcogenide glass for far-IR optics applications. *Infrared Phys. Technol.*, 2014, vol. 65, pp. 77–82. DOI: 10.1016/j.infrared.2014.03.008
3. Xu Y., Liu H., He Y., Yang R., Luo L., Jie W. Research into the electrical property variation of undoped CdTe and ZnTe crystals grown under Te-rich conditions. *J. Alloys Compd.*, 2014, vol. 612, pp. 392–397. DOI: /10.1016/j.jallcom.2014.05.167
4. Nokhwal R., Saxena R. S., Sharma B. L., Kumar A., Hashmi S. A., Sharma R. K. Study of dislocations in HgCdTe epilayers at (111)B and (110) surfaces using modified defect etchant. *Infrared Phys. Technol.*, 2015, vol. 71, pp. 378–383. DOI: 10.1016/j.infrared.2015.05.016
5. Avetissov I., Mozhevitina E., Khomyakov A., Khanh T. Universal approach for nonstoichiometry determination in binary chemical compounds. *Cryst. Res. Technol.*, 2014, vol. 50, pp. 93–100. DOI: 10.1002/crat.201400201
6. Patent CN101892496 A (China). Method for preparing high-purity 5N tellurium from 3N crude tellurium, 2010.
7. Patent CN102153054 A (China). Preparation method of high purity tellurium, 2011.
8. Patent CN104233362 A (China). Preparation method for high-purity tellurium, 2014.
9. Patent CN103183322 A (China). Preparation method of high purity tellurium, 2013.

Information about authors:

Mikhail B. Grishechkin¹ — Leading Engineer (grimb@mail.ru); **Elena N. Mozhevitina**¹ — Cand. Sci. (Chem.), Senior Researcher (spring_storm@mail.ru); **Andrew V. Khomyakov**¹ — Leading Engineer (homa-ifh@rambler.ru); **Marina P. Zykova**¹ — Leading Engineer (zykova_mp@inbox.ru); **Roman I. Avetisov**² — Cand. Sci. (Chem.), General Director (armoled@mail.ru); **Igor Ch. Avetissov**¹ — Dr. Sci. (Chem.), Professor, Head of the Department (aich@rctu.ru)

10. Patent UA98751 C2 (Ukraine). Prystrij dlja ochyshhennja teluru metodom vakuumnoi' dystyljacii' [Device for the purification of tellurium by the method of vacuum distillation]. B. B. Netak, Ju. O. Kanibor, S. Ju. Jermakov, D. V. Chernenkov, V. M. Biljakov, O. S. Jermakov, 2012. (In Ukr.)

11. Zaiour A., Zahraman K., Roumie M., Charara J., Fawaz A., Lmai F., Hage–Ali M. Purification of tellurium to nearly 7N purity. *Mater. Sci. Eng.: B*, 2006, vol. 131, no. 1–3, pp. 54–61. DOI: 10.1016/j.mseb.2006.03.029

12. Sun, Zh.–M., Zheng, Y.–J., Preparation of high purity tellurium containing Cu and Se by chemical method. *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*, 2011, vol. 21, no. 3, pp. 665–672 DOI: 10.1016/S1003-6326(11)60763-2

13. Hageman A. M., Harrison M. J., Fritz N., Krehbiel T. N., White R., Patenaude J., McGregor D. S. Purification of tellurium to 6N using a multistage vacuum distillation method. *Proc. SPIE*, 2007, vol. 6707, pp. 1–7. DOI: 10.1117/12.740525

14. Munirathnam N. R., Prasad D. S., Sudheer Ch., Singh A. J., Prakash T. L. Preparation of high purity tellurium by zone refining. *Bull. Mater. Sci.*, 2002, vol. 25, no. 2, pp. 79–83 DOI: 10.1007/BF02706225

15. Kulikov I. S. *Termodinamika oksidov* [Thermodynamics of oxides]. Moscow: Metallurgiya, 1986. 344 p. (In Russ.)

16. Gerasimov L. I., Krestovnikov A. I., Gorbov S. I. *Khimicheskaya termodinamika v tsvetnoi metallurgii. Chast' VI* [Chemical thermodynamics in non-ferrous metallurgy. Part VI]. Moscow: Metallurgiya, 1974. Pp. 283–286. (In Russ.)

17. Hoffmann J. E., Recovering selenium and tellurium from copper refinery slimes. *JOM*, 1989, vol. 41, no. 7, pp. 33–38. DOI: 10.1007/BF03220269

18. Wilbut S. M., Sugiyama N., McCurdy E. Optimizing performance for a collision/reaction cell ICP–MS system operating in helium collision mode. *Spectroscopy*, 2010, p. 20. URL: <http://www.spectroscopyonline.com/optimizing-performance-collisionreaction-cell-icp-ms-system-operating-helium-collision-mode> (accessed: 10.06.2017)

19. Dehelean A., Voica C. Determination of lead and strontium isotope ratios in wines by inductively coupled plasma mass spectrometry. *Rom. Journ. Phys.*, 2012, vol. 57, no. 7–8, pp. 1194–1203. URL: http://www.nipne.ro/rjp/2012_57_7-8/1194_1203.pdf

20. Patent 2374358 (RF). Sposob polucheniya uglerodsoderzhashchikh pokrytii [Method for the preparation of carbon-containing coatings]. P. A. Averichkin, V. A. Kal'nov, E. A. Kozhukhova, B. N. Levonovich, Yu. P. Maishev, Yu. N. Parkhomenko, S. L. Shevchuk, A. A. Shlenskii, 2009. (In Russ.)

Acknowledgements. The work was performed with financial support of the Ministry of Education and Science of the Russian Federation, Agreement # 14.577.21.0218, unique ID RFMEFI57716X0218.