

Анализ вещества

Substances analysis

DOI: <https://doi.org/10.26896/1028-6861-2024-90-5-5-11>**ОСАЖДЕНИЕ ЖЕЛЕЗА, ВОЛЬФРАМА, МОЛИБДЕНА, ХРОМА ПРИ ОПРЕДЕЛЕНИИ СЕЛЕНА И ТЕЛЛУРА В ЛЕГИРОВАННЫХ СТАЛЯХ МЕТОДОМ АТОМНО-ЭМИССИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ С ИНДУКТИВНО-СВЯЗАННОЙ ПЛАЗМОЙ**© Анастасия Анатольевна Белозерова^{1,2*}, Анна Владимировна Майорова^{1,2}, Мария Николаевна Бардина^{1,2}¹ Институт металлургии Уральского отделения Российской академии наук, Россия, 620016, г. Екатеринбург, ул. Амундсена, д. 101; *e-mail: aa_belozerova@mail.ru² Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина, Россия, 620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, д. 19.

*Статья поступила 12 января 2024 г. Поступила после доработки 5 февраля 2024 г.
Принята к публикации 22 февраля 2024 г.*

Прямое определение примесей селена и теллура в металлургических материалах методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой (ИСП-АЭС) затруднительно вследствие спектральных и неспектральных помех от основных компонентов. Исследовано разделение микро- (Se, Te) и макрокомпонентов (Fe, W, Mo, Cr, Cu, Ni, Co) предварительным осаждением. Установлено, что использование в качестве осадителей ацетата бария и фторида натрия позволяет эффективно отделить селен и теллур от железа, вольфрама, молибдена и хрома (содержание в анализируемом растворе менее 0,1 % масс. от исходного) и частично отделить от меди, никеля и кобальта (содержание в анализируемом растворе от 25 до 55 % масс. от исходного). Установлены оптимальные условия осаждения макрокомпонентов (железа, вольфрама, молибдена, хрома) для последующего определения примесей методом ИСП-АЭС: значение pH осаждения макрокомпонентов — 1, масса осадителей ацетата бария и фторида натрия — 10 и 3 г соответственно. Для ингибирования соосаждения селена и теллура на осадках макрокомпонентов предложено использовать фтороводородную кислоту: оптимальные значения объема фтороводородной и хлороводородной кислот составили 3 и 6 см³ соответственно. Разработанная процедура разделения микро- и макрокомпонентов была апробирована при анализе стандартных образцов легированных сталей: результаты определения Se и Te методом ИСП-АЭС характеризуются удовлетворительными правильностью и воспроизводимостью, предел определения аналитов после отделения макрокомпонентов составляет 10⁻³ % масс.

Ключевые слова: селен; теллур; железо; вольфрам; молибден; хром; атомно-эмиссионная спектроскопия с индуктивно-связанной плазмой; легированная сталь.

A TECHNIQUE FOR DEPOSITING IRON, TUNGSTEN, MOLYBDENUM, AND CHROME IN THE DETERMINATION OF SELENIUM AND TELLURIUM IN ALLOY STEEL BY ICP-AES METHOD© Anastasia A. Belozerova^{1,2*} Anna V. Mayorova^{1,2} Maria N. Bardina^{1,2}¹ Institute of Metallurgy of the Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, 101, Amundsena ul., Yekaterinburg, 620016, Russia; *e-mail: aa_belozerova@mail.ru² The first President of Russia B. N. Yeltsin Ural Federal University, 19, Mira ul., Yekaterinburg, 620002, Russia.

Received January 12, 2024. Revised February 5, 2024. Accepted February 22, 2024.

Direct determination of the content of selenium and tellurium impurities in metallurgical materials by the method of inductively coupled plasma atomic emission spectroscopy (ICP-AES) is difficult due to spectral and non-spectral interference from macrocomponents present in the materials under study. The separation of micro- (Se, Te) and macro-components (Fe, W, Mo, Cr, Cu, Ni, Co) through preliminary precipitation is the goal of the study. The use of barium acetate and sodium fluoride as precipitants are shown to provide an effective separation of Se and Te from Fe, W, Mo, and Cr (the content in the analyzed solution is less

than 0.1 wt.% of the original) and partial separation from Cu, Ni, and Co (the content in the analyzed solution from 25 to 55 wt.% of the original). Optimal conditions for the deposition of macrocomponents (Fe, W, Mo, Cr) and inhibition of the process of coprecipitation of selenium and tellurium on sediments of macrocomponents for their subsequent ICP-AES determination were determined. The optimal pH for the precipitation of macrocomponents equals 1. The optimal mass of precipitants (barium acetate and sodium fluoride) is 10 and 3 g, respectively. To inhibit the process of coprecipitation of selenium and tellurium on sediments of macrocomponents, it is proposed to use hydrofluoric acid. The optimal volume of hydrofluoric and hydrochloric acids for inhibiting the process of coprecipitation of analytes on sediments of macrocomponents was determined (3 and 6 cm³, respectively). The developed procedure for separating micro-Se, Te from macro-components was tested on standard samples of alloyed steels using the "spike" method. The technique is characterized by satisfactory accuracy and reproducibility, the limit of determination of analytes after separation of macrocomponents is 10⁻³ wt.%.

Keywords: selenium; tellurium; iron; tungsten; molybdenum; chromium; inductively coupled plasma atomic emission spectrometry; alloy steel.

Введение

Селен и теллур применяют в качестве легирующих добавок при производстве стали [1]. Для их определения в различных металлургических объектах широко используют метод атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой (ИСП-АЭС) [2 – 4], однако прямое определение селена и теллура в металлургических материалах затруднительно вследствие спектральных и неспектральных помех от присутствующих в составе анализируемых материалов макрокомпонентов, например, железа, хрома, меди, никеля, кобальта, вольфрама, молибдена [5]. На практике, как правило, селен и теллур предварительно отделяют от матрицы [3, 6 – 10].

В работе [3] нами установлено, что использование в качестве осадителей оксалата и фторида натрия приводит к практически полному удалению из анализируемых растворов металлургических материалов четырех макрокомпонентов — кобальта, никеля, меди, железа, после чего можно определять селен и теллур методом ИСП-АЭС. Однако в анализируемых растворах после кислотного разложения проб легированных сталей в больших количествах могут присутствовать такие элементы, как вольфрам, молибден и хром. Для определения селена и теллура в легированных сталях на уровне сотых и тысячных долей процента необходимо достичь полного отделения макрокомпонентов. Вследствие этого необходимо подобрать реагент-осадитель для отделения макроколичеств вольфрама, молибдена, хрома от селена и теллура.

В литературе описано осаждение вольфрамат-ионов с помощью ацетата бария ($\text{Ba}(\text{CH}_3\text{COO})_2$) [11], однако поведение других макрокомпонентов, присутствующих после разложения легированных сталей (молибдена, железа, хрома, меди, никеля, кобальта), при таком осаждении ранее не изучали. Использование в качестве осадителя фторида натрия позволяет практически полностью осадить железо и частично — вольфрам и молибден [3].

Цель работы — разработать процедуру осаждения и отделения макрокомпонентов с использованием в качестве осадителей ацетата бария и фторида натрия, позволяющую одновременно определять селен и теллур в легированных сталях методом ИСП-АЭС.

Экспериментальная часть

Приготовление растворов. Для оптимизации условий осаждения готовили модельные растворы, содержащие изучаемые макрокомпоненты в концентрации 600 мг/дм³ путем соответствующего разбавления дистиллированной водой растворов ионов Fe (III), W (VI), Mo (VI), Cr (III), Ni (II), Cu (II), Co (II) с концентрацией 10 г/дм³. Для создания среды, имитирующей растворенный в кислотах материал легированной стали, в модельные растворы добавляли концентрированные хлороводородную (2 см³, 38 % масс.), фтороводородную (3 см³, 40 % масс.) и азотную кислоты (2 см³, 95 % масс.).

Полученный раствор доводили до pH = 1 (при оптимизации условий осаждения значение pH варьировали от 0 до 4,5) с помощью раствора NaOH (15 % масс.) и нагревали на электроплитке до начала кипения ($T = 75^\circ\text{C}$). Для осаждения макрокомпонентов к полученному раствору порциями при постоянном перемешивании добавляли 3 г NaF и выдерживали при температуре кипения 10 мин, затем — от 2 до 18 г $\text{Ba}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ (предварительно растворенного в 40 см³ воды) и выдерживали еще 10 мин при температуре кипения. Выпавший осадок отфильтровывали через фильтр «белая лента» и промывали дистиллированной водой.

Полученные таким образом осадки отбрасывали. Фильтрат переносили в мерную колбу из полипропилена объемом 250 см³, разбавляли дистиллированной водой до метки и перемешивали. Полученные растворы анализировали на содержание микрокомпонентов методом ИСП-АЭС.

Одновременно с пробами готовили контрольные растворы, содержащие макрокомпоненты в тех же концентрациях.

Подготовка проб легированных сталей к анализу. Навески легированной стали (для пяти параллельных определений) массой 0,2 г помещали во фторопластовые стаканы вместимостью 250 см³, последовательно добавляли концентрированные кислоты: 3 см³ HF (40 % масс.), 6 см³ HCl (38 % масс.), 5 см³ HNO₃ (95 % масс.). Полученный раствор доводили до pH = 1 и нагревали на электроплитке до начала кипения ($T = 75^\circ\text{C}$). Осаждение макрокомпонентов проводили, как описано выше, добавляя 3 г фторида натрия и 10 г ацетата бария, отфильтрованный осадок промывали разбавленной уксусной кислотой и отбрасывали. Фильтрат (250 см³) анализировали на содержание компонентов методом ИСП-АЭС.

Погрешность анализа рассчитывали по уравнению:

$$t_{(0,95;4)} = s/\sqrt{n}, \quad (1)$$

где t — коэффициент Стьюдента (для двухстороннего распределения), равный 2,78 при количестве измерений $n = 5$ и доверительной вероятности $P = 0,95$, s — стандартное отклонение.

Условия атомно-эмиссионного определения Se, Te, Fe, W, Mo, Cr, Ni, Cu, Co. Использовали ИСП-АЭС-спектрометр Optima 2100 DV (Perkin Elmer) с кварцевой горелкой. Операционные параметры спектрометра были предварительно оптимизированы. Для этого высокочастотную мощность варьировали в диапазоне 1000 – 1500 Вт с шагом 100 Вт (верхний используемый предел высокочастотной мощности данного спектрометра равен 1500 Вт), пробоподающий поток аргона — в диапазоне 0,6 – 1,05 дм³/мин с шагом 0,05 дм³/мин, скорость подачи раствора — в диапазоне 0,6 – 1,8 см³/мин с шагом 0,10 см³/мин. Проводили три серии экспериментов, в каждой из которых значения двух операционных параметров фиксировали, а третий варьировали. Эмиссию измеряли для всех возможных сочетаний операционных параметров. Остальные операционные параметры спектрометра фиксировали: вспомогательный поток аргона — 0,2 дм³/мин; плазмообразующий поток аргона — 15,0 дм³/мин; способ наблюдения плазмы — радиальный; высота горелки — 15 мм; время распыления образца — 40 с; число измерений интенсивности линий Se и Te — 5. Стабильность плазмы контролировали по колебаниям (относительному стандартному отклонению, S_r) интенсивности линии Ag I 420,069 нм. Плазму считали стабильной при значениях $S_r < 2\%$.

Значения операционных параметров АЭС-ИСП-спектрометра, обеспечивающие максималь-

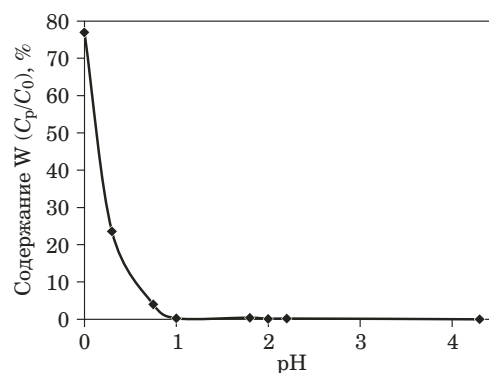


Рис. 1. Зависимость содержания вольфрама в жидкой фазе относительно его начального значения от pH после отделения осадка (условия осаждения: m NaF — 3 г, m Ba(CH₃COO)₂ — 5 г, V (HF, 40 % масс.) — 2 см³, V (HCl, 38 % масс.) — 2 см³, время выдерживания осадка при $T = 75^\circ\text{C}$ — 10 мин)

Fig. 1. Dependence of the relative content of tungsten in the liquid phase (relative to the initial content, %) after separation of the precipitate on pH value of the solution during precipitation (deposition conditions: mass NaF — 3 g, mass Ba(CH₃COO)₂ — 5 g, V (HF, 40 wt.%) — 2 см³, V (HCl, 38 wt.%) — 2 см³, sediment holding time at $T = 75^\circ\text{C}$ — 10 min)

ные интенсивности аналитических линий Se I 196,026 нм и Te I 214,281 нм, составили: высокочастотная мощность — 1500 Вт, пробоподающий поток аргона — 0,75 дм³/мин, вспомогательный поток аргона — 0,2 дм³/мин, скорость подачи раствора — 0,9 см³/мин. Применяли распылительную систему, устойчивую к агрессивному воздействию фтороводородной кислоты. Для определения макрокомпонентов использовали следующие аналитические линии (нм): Fe I 302,107, W II 207,912, Mo II 202,031, Cr II 206,158, Ni II 231,604, Co II 228,616 и Cu I 327,393.

Градуировка спектрометра. Растворы для градуировки спектрометра готовили разбавлением государственных стандартных образцов состава растворов ионов Se (IV), Te (VI), Fe (III), W (VI), Mo (VI), Cr (III), Ni (II), Cu (II), Co (II) с концентрацией 1,0 мг/см³. При этом в них добавляли аликвоты контрольного раствора так, чтобы концентрации кислот в контрольном и анализируемом растворах были одинаковыми.

Обсуждение результатов

На рис. 1 приведена зависимость относительного содержания вольфрама в жидкой фазе после его осаждения с использованием Ba(CH₃COO)₂ и NaF при варьировании значений pH от 0 до 4,5. Установлено, что при pH = 1 содержание вольфрама составляет менее 1 % масс. от исходного. Данное значение pH выбрано для дальнейших исследований совместного осаждения макрокомпонентов (W, Mo, Fe, Cr, Cu, Ni, Co).

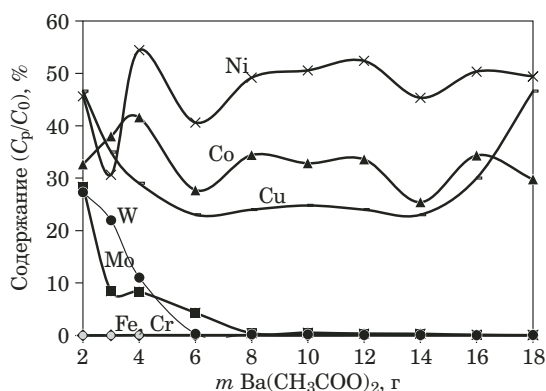


Рис. 2. Зависимости относительного содержания макрокомпонентов в жидкой фазе от массы осадителя $\text{Ba(CH}_3\text{COO)}_2$

Fig. 2. Dependences of the relative content of macro-components in the liquid phase (relative to the initial content, %) on the mass of the precipitator $\text{Ba(CH}_3\text{COO)}_2$

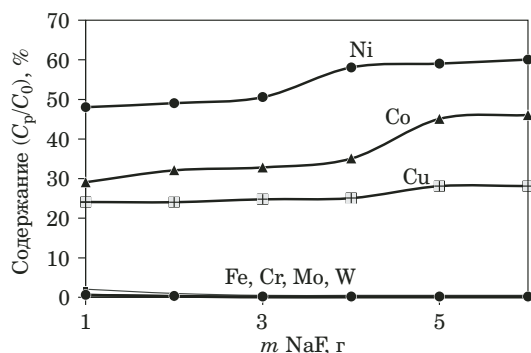


Рис. 3. Зависимости относительного содержания макрокомпонентов в жидкой фазе от массы осадителя NaF

Fig. 3. Dependences of the relative content of macro-components in the liquid phase (relative to the initial content, %) on the mass of the precipitator NaF

На рис. 2 приведена зависимость относительного содержания макрокомпонентов (Fe, W, Mo, Cr, Ni, Co, Cu) в жидкой фазе после их индивидуального осаждения с использованием различной массы $\text{Ba(CH}_3\text{COO)}_2$. Для полного осаждения вольфрама и молибдена (менее 0,1 % масс. от исходного) необходимо добавление 8 г и более $\text{Ba(CH}_3\text{COO)}_2$, при этом железо и хром полностью осаждаются.

Зависимость относительного содержания макрокомпонентов в жидкой фазе от массы используемого осадителя — NaF показано на рис. 3. При добавлении 3 г NaF и более содержание хрома и железа в растворе составляет менее 0,1 % масс. от исходного, предположительно в связи с образованием труднорастворимых фторсодержащих осадков состава Na_3CrF_6 , Na_3FeF_6 . Содержание меди, никеля и кобальта после осаждения матрицы с использованием 10 г $\text{Ba(CH}_3\text{COO)}_2$ и 3 г NaF находится в интервале от

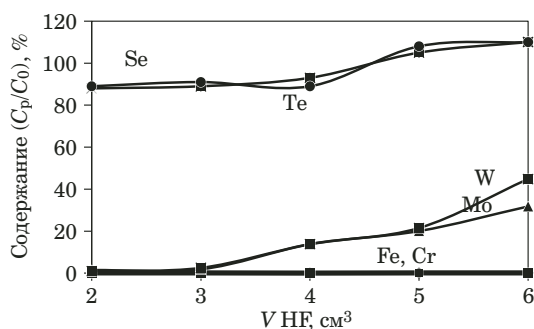


Рис. 4. Зависимости относительного содержания элементов в жидкой фазе от объема HF (40 % масс.) после отделения осадка реагентами $\text{Ba(CH}_3\text{COO)}_2$ и NaF (условия осаждения: $m \text{ NaF}$ — 3 г, $m \text{ Ba(CH}_3\text{COO)}_2$ — 10 г, $V \text{ (HCl, 38 % масс.)}$ — 3 см³, pH = 1, время выдерживания осадка при $T = 75^\circ\text{C}$ 10 мин)

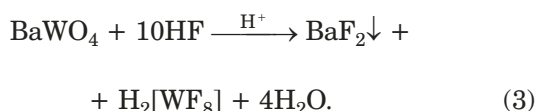
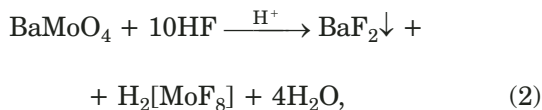
Fig. 4. Dependences of the relative content of elements in the liquid phase (relative to the initial content, %) on the volume of HF (40 wt.%) after separation of the precipitate with the reagents $\text{Ba(CH}_3\text{COO)}_2$ and NaF (deposition conditions: $m \text{ NaF}$ — 3 g, $m \text{ Ba(CH}_3\text{COO)}_2$ — 10 g, $V \text{ (HCl, 38 wt.%)}$ — 3 cm³, pH = 1, sediment holding time at $T = 75^\circ\text{C}$ — 10 min)

25 до 55 % масс. от исходного, что связано, как мы полагаем, с образованием водорастворимых фторсодержащих осадков состава Na_2CuF_4 , Na_2NiF_4 и Na_2CoF_4 . Таким образом, применение $\text{Ba(CH}_3\text{COO)}_2$ и NaF в качестве осадителей позволяет эффективно отделить селен и теллур от железа, вольфрама, молибдена и хрома и частично — от меди, никеля и кобальта.

Влияние фтороводородной кислоты на соосаждение Se, Te при отделении матричных элементов Fe, W, Mo, Cr. Ранее установлено [3, 12], что для ингибирования соосаждения малых количеств Se, Te, As и Sb на осадках макрокомпонентов необходимо предотвратить перенасыщение раствора и уменьшить количество образовавшихся во время формирования осадка зародышей кристаллов, тем самым укрупнив осадок и уменьшив количество микропор и удельную поверхность. Эффективным способом понижения концентрации осаждаемого иона в растворе является связывание иона в комплексное соединение средней устойчивости. В нашем случае комплексообразующим агентом может выступать фтороводородная кислота, успешно используемая в работах [3, 12] для ингибирования процесса соосаждения аналитов. На рис. 4 приведена зависимость содержания в анализируемом растворе макрокомпонентов (Fe, W, Mo, Cr) и аналитов (Se, Te) от объема добавленной HF после разделения.

Из рис. 4 видно, что при увеличении объема HF в процессе осаждения макрокомпонентов от 2 до 6 см³ содержание молибдена и вольфрама в жидкой фазе растет, что, по-видимому, связано

с частичным растворением осадков BaMoO_4 , BaWO_4 и образованием их комплексных соединений по реакциям:



Поскольку в жидкую фазу переходят вольфрам и молибден (при увеличении объема HF более 3 см^3), прямое определение селена и теллура методом ИСП-АЭС невозможно из-за спектрального наложения линий макрокомпонентов и аналитов. Конечная концентрация селена и теллура в жидкой фазе после осаждения (см. рис. 4) превышает введенную из-за увеличения интенсивности аналитических линий вследствие спектральных наложений.

Влияние хлороводородной кислоты на соосаждение Se, Te при отделении матричных элементов Fe, W, Mo, Cr. На рис. 5 приведена зависимость содержания в анализируемом растворе макрокомпонентов (Fe, W, Mo, Cr) и аналитов (Se, Te) после их разделения от объема добавленной при осаждении хлороводородной кислоты. При увеличении объема HCl (более 9 см^3) содержание вольфрама и молибдена в жидкой фазе возрастает: по-видимому, это связано с частичным растворением осадков BaMoO_4 и BaWO_4 , как и в случае с фтороводородной кислотой. При этом концентрация селена и теллура в жидкой фазе после осаждения превышает введенную из-за спек-

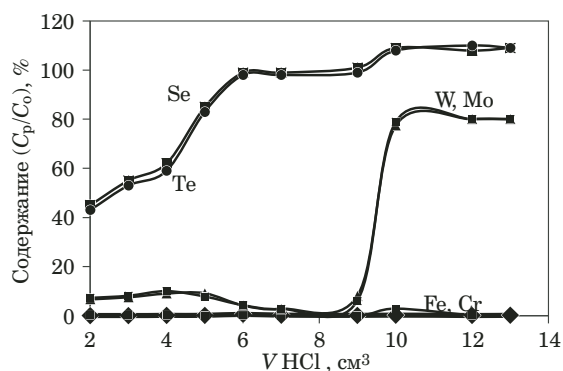


Рис. 5. Зависимости относительного содержания элементов в жидкой фазе от объема HCl (38 % масс.) после отделения осадка реагентами $\text{Ba}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ и NaF

Fig. 5. Dependences of the relative content of elements in the liquid phase (relative to the initial content, %) on the volume of HCl (38 wt.%) after separation of the precipitate with the reagents $\text{Ba}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ and NaF

тральных наложений линий вольфрама и молибдена на аналитические линии селена и теллура.

На рис. 6 в качестве примера приведены участки спектра вблизи аналитических линий Se и Te до и после отделения макрокомпонентов (Fe, Cr, Mo, W) с использованием $\text{Ba}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ и NaF . Разработанная процедура осаждения больших количеств Fe, Cr, Mo и W с помощью $\text{Ba}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ и NaF в присутствии фтороводородной кислоты позволяет ингибировать соосаждение аналитов и в максимальной степени нивелировать спектральные помехи.

Одновременное определение Se и Te в легированных сталях методом АЭС-ИСП. Для экспериментальной проверки эффективности применения найденных условий для ингибирования

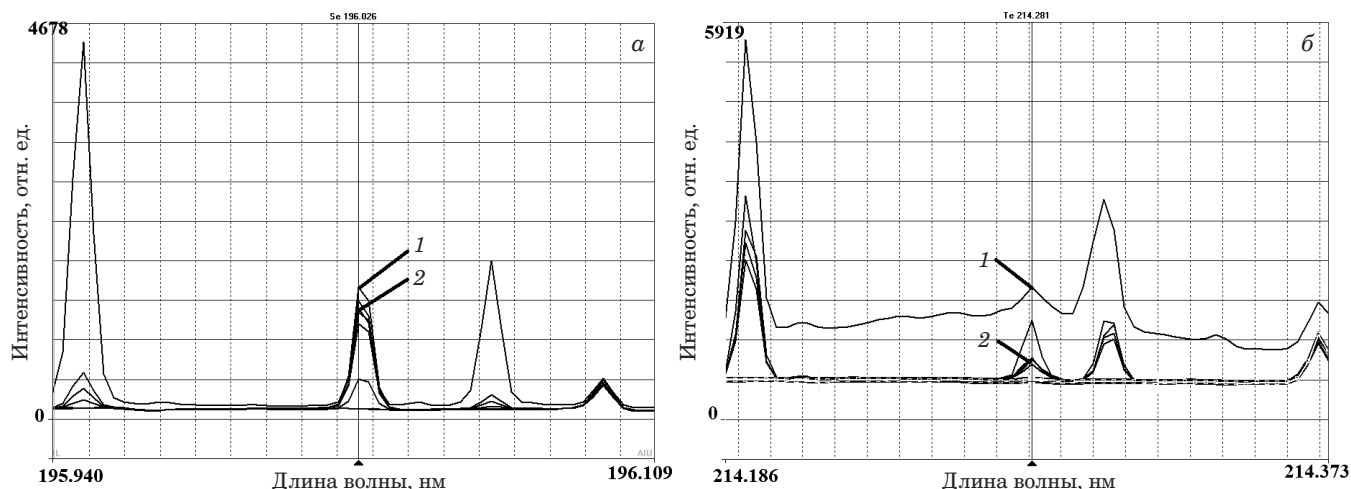


Рис. 6. Участки эмиссионного спектра вблизи аналитических линий Se I 196,026 нм (а) и Te I 214,281 нм (б): 1 — спектр водного раствора без отделения макрокомпонентов; 2 — спектры водных растворов после отделения макрокомпонентов

Fig. 6. Fragments of emission spectra near the analytical lines of Se I 196.026 nm (a) and Te I 214.281 nm (b): 1 — spectrum of an aqueous solution without separation of macro-components; 2 — spectra of aqueous solutions after separation of macro-components

Результаты анализа стандартных образцов легированных сталей по разработанной методике ($n = 5$; $P = 0,95$)

Results of Se and Te content determination in standard reference materials of alloy steels by ICP AES ($n = 5$; $P = 0.95$)

Стандартный образец	Se		Te	
	Аттестованное содержание, % масс.	Найдено, % масс.	Аттестованное содержание, % масс.	Найдено, % масс.
ГСО 1639-93П С24д	0,0050	0,0056 ± 0,0002	0,0050	0,0049 ± 0,0003
ГСО 1587-93П С26д	0,010	0,0098 ± 0,0003	0,010	0,012 ± 0,0003
ГСО 1495-89П С27г	0,050	0,056 ± 0,002	0,050	0,053 ± 0,001
ГСО 1052-91П С28д	0,100	0,099 ± 0,003	0,100	0,102 ± 0,003
ГСО 1607-88П С32г	0,200	0,201 ± 0,01	0,200	0,200 ± 0,007

процесса соосаждения Se и Te при отделении от Fe, Cr, Mo и W анализировали государственные стандартные образцы состава легированных сталей (таблица). Предел определения аналитов при отделении от макроколичеств Fe, Cr, Mo и W составил 10^{-3} % масс. Полученные результаты анализа характеризуются удовлетворительными правильностью и воспроизводимостью. Точная оценка метрологических характеристик методики будет осуществлена при ее аттестации после набора необходимого количества статистических данных.

Заключение

Предложена процедура отделения макрокомпонентов (железа, вольфрама, молибдена, хрома) с использованием в качестве осадителей ацетата бария и фторида натрия для последующего ИСП-АЭС определения селена и теллура в легированных сталях. Установлены оптимальные условия осаждения основных компонентов и ингибирования процесса соосаждения селена и теллура: масса ацетата бария и фторида натрия составила 10 и 3 г соответственно, оптимальный объем фтороводородной и хлороводородной кислот — 3 и 6 см³ соответственно. Правильность разработанной методики контролировали путем анализа стандартных образцов легированных сталей. Предел ИСП-АЭС определения селена и теллура в легированных сталях при отделении макроколичеств Fe, Cr, Mo и W составил 10^{-3} % масс.

Конфликт интересов

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов, требующего раскрытия в данной статье.

Финансирование

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (проект № 23-23-00138) с использованием оборудования ЦКП «Урал-М».

ЛИТЕРАТУРА

1. Naumov A. V. Selenium and tellurium: state of the markets, the crisis, and its consequences / Metallurgist. Vol. 54. N 3 – 4. P. 197 – 200. DOI: 10.1007/s11015-010-9280-7
2. Thangavel S., Dash K., Dhavile S. M., Sahayam A. C. Determination of traces of As, B, Bi, Ga, Ge, P, Pb, Sb, Se, Si and Te in high-purity nickel using inductively coupled plasma-optical emission spectrometry (ICP-OES) / Talanta. 2015. Vol. 131. P. 505 – 509. DOI: 10.1016/j.talanta.2014.08.026
3. Майорова А. В., Белозерова А. А., Бардина М. Н. Процедура осаждения макрокомпонентов при определении селена и теллура в металлургических материалах методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой / Журн. аналит. химии. 2021. Т. 76. № 8. С. 691 – 700. DOI: 10.31857/S0044450221080107
4. Атакулова Н. А., Сайфиев М. Н. У., Ахмаджонов У. Г. У., Зияев Д. А. Метрологические характеристики определения селена и теллура в цинковом электролите с применением атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой / Universum: химия и биология. 2022. № 4 – 1(94). С. 48 – 54.
5. Белозерова А. А., Майорова А. В., Бардина М. Н. Изучение матричных помех при ИСП-АЭС определении селена и теллура в металлургических материалах / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2023. Т. 89. № 5. С. 19 – 27. DOI: 10.26896/1028-6861-2023-89-5-19-27
6. Wiltse H., Brenner I. B., Prattes K., Knapp G. Characterization of a multimode sample introduction system (MSIS) for multielement analysis of trace elements in high alloy steels and nickel alloys using axially viewed hydride generation ICP-AES / J. Anal. At. Spectrom. 2008. Vol. 23. P. 1253 – 1262. DOI: 10.1039/B803943G
7. Welna M., Szymczycha-Madeja A., Pohl P. Critical evaluation of strategies for single and simultaneous determinations of As, Bi, Sb and Se by hydride generation inductively coupled plasma optical emission spectrometry / Talanta. 2017. Vol. 167. P. 217 – 226. DOI: 10.1016/j.talanta.2017.01.029
8. Filella M., Rodushkin I. A concise guide for the determination of less-studied technology-critical elements (Nb, Ta, Ga, In, Ge, Te) by inductively coupled plasma mass spectrometry in environmental samples / Spectrochim. Acta, Part B. 2018. Vol. 141. P. 80 – 84. DOI: 10.1016/j.sab.2018.01.004
9. Wiltse H., Brenner I. B., Knapp G., Prattes K. Simultaneous determination of As, Bi, Se, Sn and Te in high alloy steels — re-evaluation of hydride generation inductively coupled plasma atomic emission spectrometry / J. Anal. At. Spectrom. 2007. Vol. 22. P. 1083 – 1088. DOI: 10.1039/B618536N
10. Liu Y., He M., Chen B., Hu B. Simultaneous speciation of inorganic arsenic, selenium and tellurium in environmental water samples by dispersive liquid liquid microextraction combined with electrothermal vaporization inductively coupled plasma mass spectrometry / Talanta. 2015. Vol. 142. P. 213 – 220. DOI: 10.1016/j.talanta.2015.04.050
11. Бусев А. И., Иванов В. М., Соколова Т. А. Аналитическая химия вольфрама. — М.: Наука, 1976. — 240 с.

12. **Майорова А. В., Белозерова А. А., Мельчаков С. Ю. и др.** Определение содержания мышьяка и сурьмы в ферровольфраме методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой / Журн. аналит. химии. 2019. Т. 74. № 7S. С. S24 – S33. DOI: 10.1134/S004445021907017X

REFERENCES

1. **Naumov A. V.** Selenium and tellurium: state of the markets, the crisis, and its consequences / *Metallurgist*. Vol. 54. N 3 – 4. P 197 – 200. DOI: 10.1007/s11015-010-9280-7
2. **Thangavel S., Dash K., Dhavile S. M., Sahayam A. C.** Determination of traces of As, B, Bi, Ga, Ge, P, Pb, Sb, Se, Si and Te in high-purity nickel using inductively coupled plasma-optical emission spectrometry (ICP-OES) / *Talanta*. 2015. Vol. 131. P 505 – 509. DOI: 10.1016/j.talanta.2014.08.026
3. **Maierova A. V., Belozeroва A. A., Bardina M. N.** A procedure for the deposition of macrocomponents in the determination of selenium and tellurium in metallurgical materials by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry / *J. Anal. Chem.* 2021. Vol. 76. N 8. P 930 – 938. DOI: 10.1134/S1061934821080104
4. **Atakulova N. A., Saifiev M. N. U., Akhmadjonov U. G. U., Ziyaev D. A.** Metrological characteristics of the determination of selenium and tellurium in zinc electrolyte using inductively coupled plasma atomic emission spectroscopy / *Universum: chemistry and biology*. 2022. N 4 – 1(94). P 48 – 54 [in Russian].
5. **Belozeroва A. A., Mayorova A. V., Bardina M. N.** Study of matrix interference in the determination of selenium and tellurium in ICP-AES in metallurgical materials / *Industr. Lab. Mater. Diagn.* 2023. Vol. 89. N 5. P 19 – 27 [in Russian]. DOI: 10.26896/1028-6861-2023-89-5-19-27
6. **Wiltse H., Brenner I. B., Prattes K., Knapp G.** Characterization of a multimode sample introduction system (MSIS) for multielement analysis of trace elements in high alloy steels and nickel alloys using axially viewed hydride generation ICP-AES / *J. Anal. At. Spectrom.* 2008. Vol. 23. P 1253 – 1262. DOI: 10.1039/B803943G
7. **Welna M., Szymczycha-Madeja A., Pohl P.** Critical evaluation of strategies for single and simultaneous determinations of As, Bi, Sb and Se by hydride generation inductively coupled plasma optical emission spectrometry / *Talanta*. 2017. Vol. 167. P 217 – 226. DOI: 10.1016/j.talanta.2017.01.029
8. **Filella M., Rodushkin I.** A concise guide for the determination of less-studied technology-critical elements (Nb, Ta, Ga, In, Ge, Te) by inductively coupled plasma mass spectrometry in environmental samples / *Spectrochim. Acta, Part B*. 2018. Vol. 141. P 80 – 84. DOI: 10.1016/j.sab.2018.01.004
9. **Wiltse H., Brenner I. B., Knapp G., Prattes K.** Simultaneous determination of As, Bi, Se, Sn and Te in high alloy steels — re-evaluation of hydride generation inductively coupled plasma atomic emission spectrometry / *J. Anal. At. Spectrom.* 2007. Vol. 22. P 1083 – 1088. DOI: 10.1039/B618536N
10. **Liu Y., He M., Chen B., Hu B.** Simultaneous speciation of inorganic arsenic, selenium and tellurium in environmental water samples by dispersive liquid liquid microextraction combined with electrothermal vaporization inductively coupled plasma mass spectrometry / *Talanta*. 2015. Vol. 142. P 213 – 220. DOI: 10.1016/j.talanta.2015.04.050
11. **Busev A. I., Ivanov V. M., Sokolova T. A.** Analytical chemistry of tungsten. — Moscow: Nauka, 1976. — 240 p. [in Russian].
12. **Maierova A. V., Belozeroва A. A., Mel'chakov, S. Yu., et al.** Determination of Arsenic and Antimony in Ferrotungsten by Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry / *J. Anal. Chem.* 2019. Vol. 74 (Suppl 1). P 18 – 26. DOI: 10.1134/S1061934819070141