

Określenie przy pomocy wykrywacza helowego granicznych wartości nieszczelności w obudowach do układów scalonych

WSTĘP

Hermetyzacja podzespołów elektronicznych ma na celu zabezpieczenie ich przed niekorzystnym wpływem środowiska, w którym pracują.

W praktyce realizuje się to w ten sposób, że element czynny podzespołu umieszcza się w odpowiedniej obudowie, którą następnie zamyka się w celu uzyskania hermetyczności. Parametrem charakteryzującym hermetyczność obudowy jest graniczne /maksymalne/ natężenie nieszczelności najczęściej powietrza, poniżej którego element może spełniać zadowalająco swoją funkcję. Zwykle graniczne natężenie nieszczelności /naciek/ dla hermetyzowanych podzespołów elektronicznych wynosi 10^{-8} - 10^{-6} Trl/s.

Z technicznie dostępnych metod wykrywania nieszczelności tak małe wartości nacieków są wykrywane i mierzone przede wszystkim za pomocą spektrometrycznych wykrywaczy nieszczelności [1] z zastosowaniem helu jako gazu próbnego.

W procesie wytwarzania podzespołu wykonuje się dwukrotnie kontrolę szczelności:
- po wykonaniu samej obudowy /u producenta obudów/;
- po hermetyzacji podzespołu /wykonuje producent gotowych podzespołów/.

Mimo że każde z tych badań jest wykonywane za pomocą helowego wykrywacza nieszczelności, to jednak technika wykrywania jest różna.

W pierwszym przypadku obudowa jest podłączona do wykrywacza w ten sposób, że z jednej strony panuje wysokie /zwykle atmosferyczne/ ciśnienie helu, druga natomiast strona znajduje się w kontakcie z układem próżniowym wykrywacza. Hel przepływa przez ewentualne nieszczelności, dając określoną wartość sygnału wprost proporcjonalną do natężenia nieszczelności. Pomimo że praktyczna realizacja tej metody, szczególnie w warunkach przemysłowych, może nasuwać pewne trudności [2], to zawsze wielkość sygnału daje jednoznaczną odpowiedź o szczelności badanej obudowy.

Dla kontroli podzespołu po jego hermetyzacji stosuje się natomiast technikę jego nasycania helem. Po nasyceniu bada się, czy nie wydziela się hel. Interpretacja uzyskanych w tym przypadku wyników pomiarów nie jest już jednoznaczna bez znajomości pewnych parametrów całego procesu kontroli. Niniejszy artykuł poświęcony jest rozważaniom nad wpływem parametrów nasycenia i kontroli na granice wykrywania nieszczelności, za pomocą helowego wykrywacza, hermetycznych obudów podzespołów elektronicznych.

PRZEBIEG KONTROLI SZCZELNOŚCI ELEMENTÓW HERMETYCZNYCH

Przebieg kontroli szczelności składa się z trzech operacji:

- nasycenie helem /napływ helu do ewentualnie nieszczelnych elementów/,
- leżakowanie /aeryzacja/ - w czasie tej operacji następuje desorpcja z powierzchni badanych elementów, ale także wypływ helu z ewentualnie nieszczelnych obudów,
- umieszczanie elementów w próżniowej komorze wykrywacza helowego i właściwa kontrola szczelności.

Dla danego elementu i wykrywacza nieszczelności rozróżnia się dwie granice wyznaczające możliwości skutecznej kontroli. Pierwsza - to najmniejsza wartość wykrywanego nacieku. Druga - to największa wartość wykrywanego nacieku. Granica najmniejszego wykrywanego nacieku określona jest przez:

- minimalne natężenie nieszczelności oznaczone przez wykrywacz helowy,
- poziom tła helowego, który pochodzi z desorpcji helu z zewnętrznej powierzchni elementu badanego.

W praktyce minimalna wykrywalność spektrometrycznego wykrywacza jest rzędu 10^{-11} Trl/s, podczas gdy tło helowe może symulować naciek o kilka rzędów wyższy.

Druga granica - największego wykrywanego nacieku - zależy od szybkości ubytku helu z uprzednio nasyczonego, nieszczelnego elementu, tzn. od wielkości nacieku i czasu upływającego pomiędzy wyjęciem elementu z komory a wykrywaniem /jest to tzw. czas aeryzacji/.

Może więc zaistnieć taki przypadek, że dla określonej wielkości sygnału wykrywacza istnieje alternatywa: element jest szczelny, lub naciek jest tak duży, że w okresie aeryzacji nastąpił całkowity wypływ helu do atmosfery.

Z tego powodu kontrola szczelności za pomocą wykrywacza helowego elementów zamkniętych jest operacją konieczną, ale nie wystarczającą. Dla wykrycia bowiem dużych nacieków trzeba stosować drugi stopień kontroli tzw. metodami pęcherzykowymi. Jest to jednak poza ramami niniejszych rozważań.

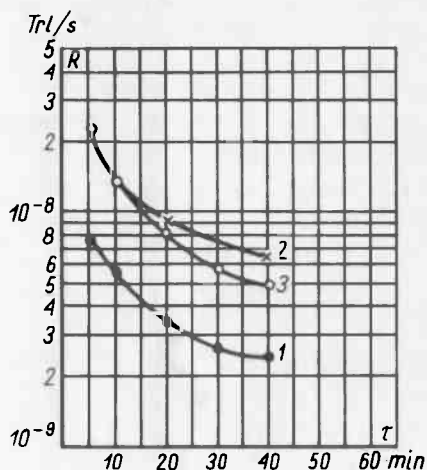
TŁO HELOWE OBUDÓW

Sorpcja helu przez materiał obudowy w czasie procesu nasycania stanowi istotny czynnik ograniczający najmniejszy wykrywalny naciek. Sorpcja ta jest wywołana adsorpcją i absorpcją. Hel zaadsorbowany jest na ogół łatwy do usunięcia. Znacznie groźniejsza jest absorpcja helu wynikająca z rozpuszczania w niektórych materiałach. Wydzielanie zaabsorbowanego helu jest procesem stosunkowo powolnym, wywołane zaś tą desorpcją tło helowe ogranicza wykrywalność nacieków. Spośród materiałów stosowanych na obudowy hermetycznych elementów elektronicznych najgroźniejsze są szkła o dużej zawartości SiO_2 , czyli na ogół szkła twarde [3, 4]. W szklach tych hel rozpuszcza się i przenika je w sposób nieporównywalny z metalami.

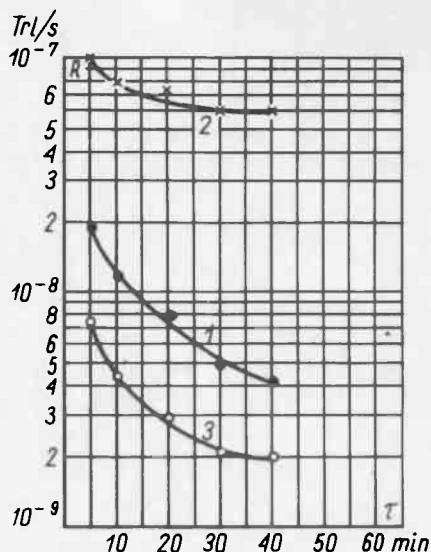
Dla wyznaczenia więc tła helowego konieczna jest znajomość przebiegu desorpcji helu z uprzednio nasycanych materiałów.

Na rys. 1 i 2 przedstawiono przykłady desorpcji helu z różnych obudów elementów elektronicznych. Elementy te przepływały w atmosferze helu pod ciśnieniem 10^{-3} mm Hg przez czas średnio 4 godz. Po wyjęciu z atmosfery helu obudowy przebywały w powietrzu i co pewien czas mierzono tło.

Do tego celu stosowano wykrywacz nieszczelności ASM4-A /Alcatel/ z wyposażeniem do badań szczelności obudów. Wykrywacz ten posiada 5 zakresów pomiarowych /oraz 5 podzakresów/ i odczyt wielkości sygnału helu dokonuje się w $\text{Atm} \cdot \text{cm}^3/\text{s}$. Wskazania wykrywacza były systematycznie kontrolowane za pomocą nacieku wzorcowego.



Rys. 1. Desorpcja helu z obudów, 1 - Obudowa TO 5, 2 - Obudowa TO 116 pl, 3 - Obudowa TO 116 f



Rys. 2. Desorpcja helu z obudów. 1 - obudowa miniaturowego rezonatora kwarcowego, 2 - zestyk hermetyczny - szkło twarde, 3 - obudowa szklana foto-transystora

Obudowy mierzono pojedynczo lub po kilka sztuk. Sygnał tła helowego jest proporcjonalny do ilości jednocześnie badanych obudów. Wykresy na rys. 1 i 2 podają wartości dla pojedynczych obudów.

Przyjęta metoda określania tła helowego ma przebieg podobny do okresu aeryzacji elementów w toku zwykłej kontroli szczelności.

Z rysunku 1 można określić minimalny czas aeryzacji elementu dla założonej granicy nacieku. Jeżeli założymy największy dopuszczalny sygnał helu na poziomie $1 \cdot 10^{-8} \text{ Trl/s}$, co jest wartością mniejszą niż przewiduje to dla elementów półprzewodnikowych norma MIL [5], to czas aeryzacji dla obudowy ceramicznej TO 116 pl wyniesie około 20 min, dla obudowy TO 116 F zaś około 15 min. Dla obudowy TO 5 sygnał helu już po 5 min. jest niższy od założonej granicy.

Jeśli założy się podobną granicę np. dla zestyku hermetycznego wykonanego ze szkła twardego, to konieczny czas aeryzacji wyniesie ponad 24 godziny /!/

Określenie czasu aeryzacji z krzywych desorpcji jest zabiegiem koniecznym, ale niewystarczającym dla ustalenia możliwej najniższej granicy dopuszczalnego nacieku. Istnieją bowiem jeszcze dwa czynniki mające wpływ na ustalenie czasu aeryzacji. Jeden wynika z nieuniknionego wpływu helu z nieszczelnej obudowy w czasie aeryzacji, drugi z wydajności urządzeń kontrolnych. Oba te czynniki zostaną kolejno rozważone.

ROZWAŻANIA TEORETYCZNE NAD WYZNACZENIEM GRANIC WYKRYWANIA NIESZCZELNOŚCI

Założmy, że nasycono obudowę przez pozostawienie jej w atmosferze helu pod zwiększonym ciśnieniem. Jeśli obudowa jest nieszczelna, nastąpi napływ helu do jej wnętrza, a w zależności od wielkości nieszczelności i czasu ciśnienie helu wewnątrz obudowy może osiągnąć wartość ciśnienia nasycania. Po wyjęciu obudowy z komory nasycania następuje wypływ helu na zewnątrz. Wypływ ten może mieć w zależności od wielkości nacieku i jego geometrii różny charakter. Dlatego opis teoretyczny zjawiska może być tylko przybliżony. Opis taki podali Howl i Mann [6]. Dla wypływu helu w warunkach przepływu molekularnego podali oni równanie

$$R = \frac{LP}{P_0} \left(\frac{MA}{M} \right)^{1/2} \left\{ 1 - \exp \left[- \frac{LT}{VP_0} \left(\frac{MA}{M} \right)^{1/2} \right] \right\} \exp \left[- \frac{LT}{VP_0} \left(\frac{MA}{M} \right)^{1/2} \right] \quad /1/$$

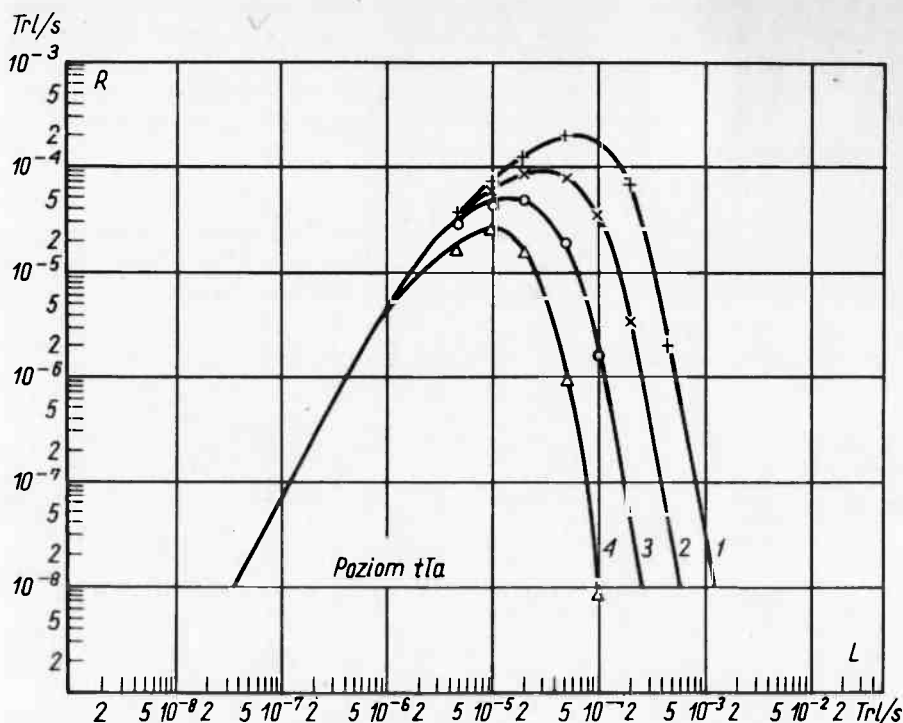
- gdzie: R - wielkość sygnału helowego wykrywacza /Trl/s/,
 L - wielkość nacieku dla powietrza /Trl/s/,
 P - ciśnienie helu w czasie nasycania /Tr/,
 T - czas nasycania /s/,
 τ - czas aeryzacji /s/,
 V - objętość obudowy / μ /,
 P_0 - ciśnienie atmosferyczne /Tr/,
 M - ciężar molekularny helu,
 M_A - ciężar molekularny powietrza /przyjęto wartość 30/.

Na rys. 3 przedstawiono krzywą obliczoną za pomocą równania /1/ dla obudowy TO 116 przy założeniu warunków nasycania: $T=7,2 \cdot 10^3$ s /2 godziny/, $P=2280$ Tr /3 atm/ dla różnych czasów aeryzacji $\tau = 300$ s., 600 s., 1200 s., 2400 s. Jak widać z równania 1 i z rys. 3, przy danym nacieku L czas aeryzacji wpływa na położenie granicy największego wykrywalnego nacieku /prawa gałąź krzywej/, natomiast na przesuwanie się lewej gałęzi krzywej wpływają warunki nasycania - PT. Dla nacieków mniejszych od 10^{-5} Trl/s można równanie /1/ uprościć. Otrzyma się wówczas

$$R = \frac{L^2 PT}{VP_0^2} \frac{MA}{M} \quad /2/$$

Jeśli przez R_m oznaczymy minimalną wartość sygnału powyżej tła helowego, przez L_m zaś najmniejszy wykrywalny naciek, to równanie /2/ można przekształcić do postaci:

$$L_m^2 = \frac{\bar{r}_m VP_0^2}{PT} \frac{M}{MA} \quad /3/$$



Rys. 3. Zależność pomiędzy wielkością sygnału helowego R wykrywacza a wielkością nacieku L dla obudowy TO 116. Warunki nasycenia $PT=6$ atm.godz. 1 - $\tau = 300$ s, 2 - $\tau = 600$ s, 3 - $\tau = 1200$ s, 4 - $\tau = 2400$ s.

Na rys. 4 przedstawiono zależność L_m od PT opisaną równaniem /3/ dla wartości $R_m = 1 \cdot 10^{-8}$ Trl/s.

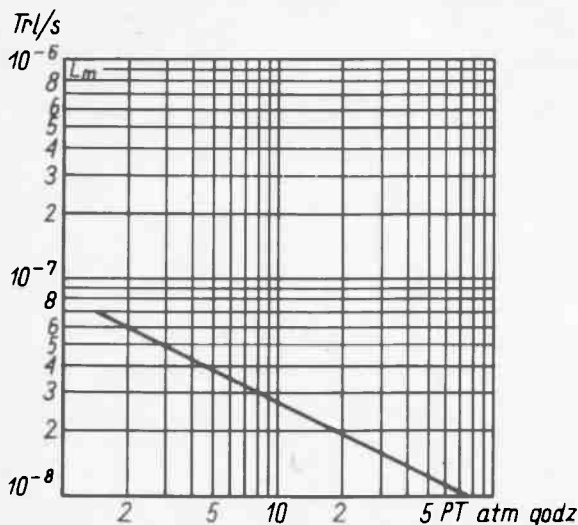
Jeżeli założymy więc, że czas aeracji wynosi 20 min, co jest niezbędne dla uzyskania $R_m = 1 \cdot 10^{-8}$ Trl/s /rys. 1/, to sygnałowi temu odpowiada naciek $L = 3 \cdot 10^{-8}$ Trl/s /rys. 3/. Aby ten naciek mógł być wykryty, konieczna jest wartość iloczynu $PT=8$ atm.godz. /rys. 4/.

Jednocześnie czas 20-minutowej aeracji prowadzi w konsekwencji do ustalenia granicy największego wykrywalnego nacieku na poziomie $2 \cdot 10^{-4}$ Trl/s.

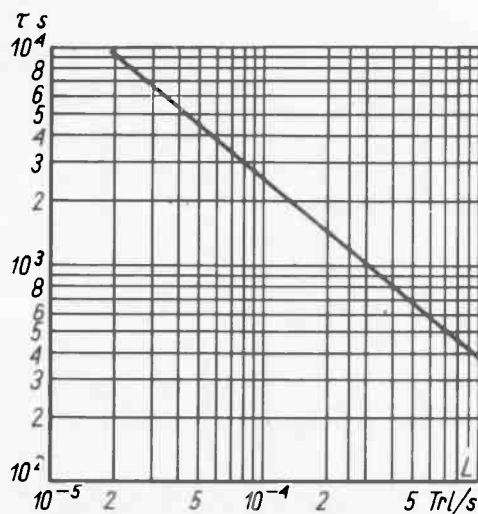
Na rys. 5 przedstawiono wykres pozwalający odczytać maksymalny czas aeracji przy danym nacieku, zakładając, że minimalny sygnał powyżej tLa helowego wynosi $1 \cdot 10^{-8}$ Trl/s.

Gdyby należało obniżyć granicę najmniejszego wykrywalnego nacieku do wartości $1 \cdot 10^{-8}$ Trl/s, konieczne byłoby wydłużenie czasu nasycenia względnie podniesienie ciśnienia helu tak, aby... Wówczas jednak poziom tLa musiałby być obniżony do... pociągnęłoby to za sobą przesunięcie granicy wykrywalności największego nacieku do wartości rzędu 10^{-5} Trl/s. Tak wytworzona sytuacja byłaby niekorzystna z dwóch powodów. Pierwszy - to trudności przemysłowego wykrywania nieszczel-

ności na tak niskim poziomie tła, ujawniające się przede wszystkim spadkiem wydajności wykrywaczy. Drugi powód to fakt, że granica łatwego wykrywania nieszczelności za pomocą pęcherzyków wynosi $1 \cdot 10^{-4}$ Trl/s. W opisywanym przykładzie zakres wykrywania helowego wykrywacza nieszczelności zaledwie stykałby się z zakresem wykrywania za pomocą testu pęcherzykowego. Tymczasem należy dążyć, aby zakresy obu kolejno stosowanych metod zachodziły na siebie.



Rys. 4. Zależność najmniejszego wykrywalnego nacieku L_m od warunków nasycenia $/PT/$ dla $R_m = 1 \cdot 10^{-8}$ Trl/s. Obudowa TO 116



Rys. 5. Zależność pomiędzy wielkością nacieku L a maksymalnym czasem oeryzacji przy założeniu, że najmniejszy sygnał R_m powyżej tła helowego wynosi $1 \cdot 10^{-8}$ Trl/s. Obudowa TO 116

Przedstawiona wyżej teoria i za jej pomocą wykonane obliczenia mogą liczbowo odbiegać od przebiegów rzeczywistych ze względu na upraszczające założenia, które przyjęto przy wprowadzaniu wzorów. Jednak kierunki przebiegów teoria odzwierciedla prawidłowo i stąd stanowi wygodne narzędzie przy doborze warunków kontroli szczelności obudów zamkniętych.

PRAKTYKA PRZEMYSŁOWEGO WYKRYWANIA NIESZCZELNOŚCI OBUDÓW

Znając kierunki przebiegów i wzajemne zależności parametrów kontroli szczelności obudów spróbujmy powiązać je z praktyką wykrywania nieszczelności.

Wykrywanie nieszczelności obudów tzw. hermetycznych przestało być zabiegiem laboratoryjnym, a stało się operacją przemysłową. Kontrolę wykonuje się za pomocą wykrywaczy, najczęściej helowych. Wykrywacze te są półautomatami względnie pełnymi automatami.

W pierwszych bada się uprzednio nasycone obudowy w partiach po kilkanaście sztuk umieszczonych w osobnych pojemnikach. Pojemników, które kolejno łączy się

Po wyjęciu z komory nasycania umieszczono obudowy co pewien czas w pojemnikach wykrywacza nieszczelności ASM4-A /Alcatel/ i mierzono sygnał helu. W okresach pomiędzy pomiarami, obudowy leżały na powietrzu.

Przykładowe wyniki przedstawiono na rys. 6 i 7. Krzywe na rys. 6 sugerować mogą, że obudowy są szczelne /sygnał po 20 min. poniżej $1 \cdot 10^{-5}$ Trl/s/, lub mają bardzo duże nacieki. W istocie mamy do czynienia z tym drugim przypadkiem, co stwierdzono w badaniu na pęcherzyki. Na rys. 6 pokazano też linię przerywaną przebieg desorpcji helu z obudowy.

Wyniki przedstawione na rys. 6 są przykładem przekroczenia maksymalnego czasu aeryzacji, który w tym przypadku jest bardzo krótki. Dla takich więc nacieków nawet szybki wykrywacz automatyczny da wynik dwuznaczny. Ale dla takich nacieków badanie na pęcherzyki daje odpowiedź jednoznaczną.

Na rys. 7 zgrupowano inne przykłady krzywych. Nacieki leżą przypuszczalnie w zakresie nieco powyżej 10^{-5} Trl/s /patrz rys. 5/ i są łatwo wykrywalne za pomocą wykrywacza helowego. Jednocześnie widać, że dla czasu aeryzacji równego 40 min. sygnał w żadnym z pokazanych przypadków nie jest niższy niż 10^{-5} Trl/s.

Jest oczywistym, że mogą ponadto istnieć takie wartości nieszczelności, dla których czas osiągnięcia sygnału $1 \cdot 10^{-8}$ Trl/s będzie krótszy niż założone uprzednio 40 min. Przykładów takich w naszych badaniach nie spotkano, ale są one zupełnie możliwe. Ponieważ będą one jednak leżały w zakresie 10^{-4} Trl/s, będą łatwo wykrywalne metodą pęcherzykową.

Wyżej podane przykłady świadczą, że dobrane w sposób wyżej omówiony parametry procesu kontroli powinny zapewnić prawidłowe sprawdzenie szczelności dla nacieków leżących w zakresie 10^{-8} - 10^{-4} Trl/s. Jeżeli jednak naciek jest większy niż 10^{-4} Trl/s, to istnieje duża możliwość popełnienia błędu w selekcji obudów. W tym przypadku test pęcherzykowy staje się niezbędny.

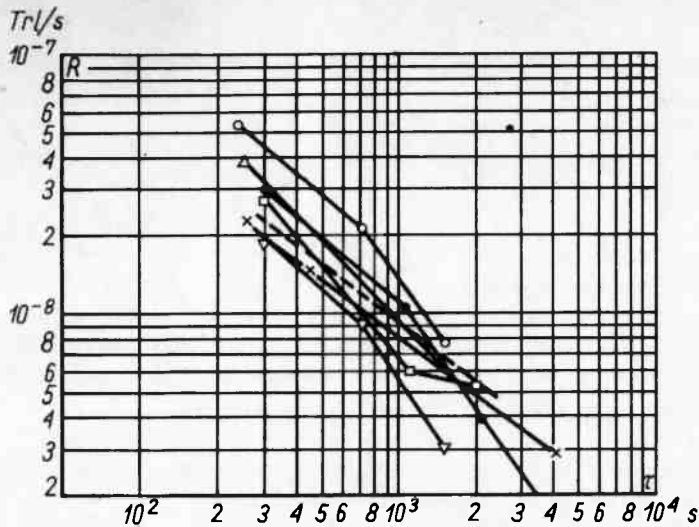
ZAKOŃCZENIE

Na przykładzie hermetycznej obudowy TO 116 pokazano, jaki wpływ na przebieg badania szczelności za pomocą helowego wykrywacza mają parametry nasycania PT i aeryzacji τ . Dobór granicy dopuszczalnego nacieku dla obudowy musi być kompromisem pomiędzy wymaganiami niezbędnymi dla prawidłowej pracy elementu elektronicznego a możliwościami niezawodnej kontroli tej granicy.

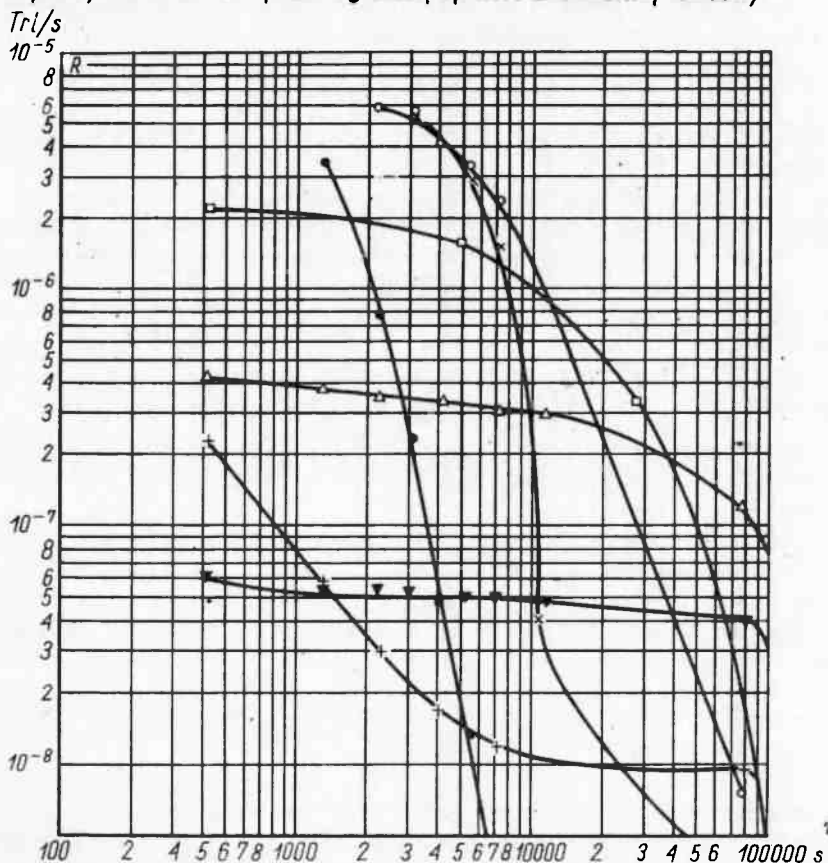
Możliwości kontroli są określone przez warunki nasycania, a przede wszystkim przez szybkość desorpcji helu z materiału obudowy oraz wydajność urządzeń wykrywających. Dobór zbyt nisko położonej granicy dopuszczalnego nacieku obudowy zwiększa gwałtownie trudności kontroli i przez ograniczenie wydajności procesu sprawdzania zwiększa jej koszty.

Na podstawie obliczeń i przykładów praktycznych wydaje się, że dla ceramicznej obudowy TO 116 naciek $5 \cdot 10^{-8}$ Trl/s stanowi granicę, powyżej której ryzyko popełnienia błędów w wykrywaniu nieszczelności metodami przemysłowymi jest niewielkie, a sam proces kontroli może być prowadzony racjonalnie.

Panu doc. drowi J. Marksowi z Ośrodka Badawczo-Rozwojowego Elektroniki Próżniowej dziękuję za cenne uwagi i dyskusję w czasie wykonywania niniejszej pracy.



Rys. 6. Zmiany sygnału helowego nasyconych obudów TO 116 w funkcji czasu aeryzacji. Linia przerywana oznacza przebieg desorpcji helu z szczelnej obudowy



Rys. 7. Zmiany sygnału helowego nasyconych nieuszczelnionych obudów TO 116 w funkcji czasu aeryzacji

Po wyjęciu z komory nasycania umieszczono obudowy co pewien czas w pojemnikach wykrywacza nieszczelności ASM4-A /Alcatel/ i mierzono sygnał helu. W okresach pomiędzy pomiarami, obudowy leżały na powietrzu.

Przykładowe wyniki przedstawiono na rys. 6 i 7. Krzywe na rys. 6 sugerować mogą, że obudowy są szczelne /sygnał po 20 min. poniżej $1 \cdot 10^{-8}$ Trl/s/, lub mają bardzo duże nacieki. W istocie mamy do czynienia z tym drugim przypadkiem, co stwierdzono w badaniu na pęcherzyki. Na rys. 6 pokazano też linię przerywaną przebieg desorpcji helu z obudowy.

Wyniki przedstawione na rys. 6 są przykładem przekroczenia maksymalnego czasu aeryzacji, który w tym przypadku jest bardzo krótki. Dla takich więc nacieków nawet szybki wykrywacz automatyczny da wynik dwuznaczny. Ale dla takich nacieków badanie na pęcherzyki daje odpowiedź jednoznaczną.

Na rys. 7 zgrupowano inne przykłady krzywych. Nacieki leżą przypuszczalnie w zakresie nieco powyżej 10^{-5} Trl/s /patrz rys. 5/ i są łatwo wykrywalne za pomocą wykrywacza helowego. Jednocześnie widać, że dla czasu aeryzacji równego 40 min. sygnał w żadnym z pokazanych przypadków nie jest niższy niż 10^{-8} Trl/s.

Jest oczywistym, że mogą ponadto istnieć takie wartości nieszczelności, dla których czas osiągnięcia sygnału $1 \cdot 10^{-8}$ Trl/s będzie krótszy niż założone uprzednio 40 min. Przykładów takich w naszych badaniach nie spotkano, ale są one zupełnie możliwe. Ponieważ będą one jednak leżały w zakresie 10^{-4} Trl/s, będą łatwo wykrywalne metodą pęcherzykową.

Wyżej podane przykłady świadczą, że dobrane w sposób wyżej omówiony parametry procesu kontroli powinny zapewnić prawidłowe sprawdzenie szczelności dla nacieków leżących w zakresie 10^{-8} - 10^{-4} Trl/s. Jeżeli jednak naciek jest większy niż 10^{-4} Trl/s, to istnieje duża możliwość popełnienia błędu w selekcji obudów. W tym przypadku test pęcherzykowy staje się niezbędny.

ZAKOŃCZENIE

Na przykładzie hermetycznej obudowy TO 116 pokazano, jaki wpływ na przebieg badania szczelności za pomocą helowego wykrywacza mają parametry nasycania PT i aeryzacji τ . Dobór granicy dopuszczalnego nacieku dla obudowy musi być kompromisem pomiędzy wymaganiami niezbędnymi dla prawidłowej pracy elementu elektronicznego a możliwościami niezawodnej kontroli tej granicy.

Możliwości kontroli są określone przez warunki nasycania, a przede wszystkim przez szybkość desorpcji helu z materiału obudowy oraz wydajność urządzeń wykrywających. Dobór zbyt nisko położonej granicy dopuszczalnego nacieku obudowy zwiększa gwałtownie trudności kontroli i przez ograniczenie wydajności procesu sprawdzania zwiększa jej koszty.

Na podstawie obliczeń i przykładów praktycznych wydaje się, że dla ceramicznej obudowy TO 116 naciek $5 \cdot 10^{-8}$ Trl/s stanowi granicę, powyżej której ryzyko popełnienia błędów w wykrywaniu nieszczelności metodami przemysłowymi jest niewielkie, a sam proces kontroli może być prowadzony racjonalnie.

Panu doc. drowi J. Marksowi z Ośrodka Badawczo-Rozwojowego Elektroniki Próżniowej dziękuję za cenne uwagi i dyskusje w czasie wykonywania niniejszej pracy.

Literatura

1. Duval P.: La synthese du contrôle d'étanchéité des transistors et composants scellés, EMI, 173/15-5-1973.
2. Taczanowski A.: Problemy przemysłowej kontroli szczelności obudów elementów półprzewodnikowych za pomocą wykrywacza helowego, Materiały Elektroniczne 3, 31, 1973.
3. Groszkowski J.: Technika Wysokiej Próżni, WNT, Warszawa 1972.
4. Redhead P.A., Hobson J.P., Kornelsen E.V.: The Physical Basis of Ultrahigh Vacuum, Chapman-Hall, London 1968.
5. MIL Standort 883, Method 1014 - Seal 1968.
6. Howl D.A., Mann C.A.: The Back-Pressuring technique of Leak Testing, Vacuum 15, 347, 1965.
7. Tallon J.: Contrôle a grande cadence de l'étanchéité des semiconducteurs, Le Vide - AVISEM, 1971.

Wanda SOKOŁOWSKA
ONPMP

Spektrograficzna metoda oznaczania zanieczyszczeń metalicznych w tellurze o wysokiej czystości

Tellur jest często stosowany w technice półprzewodnikowej jako składnik wielu stopów o własnościach termoelektrycznych.

W literaturze jest niewiele opracowań dotyczących analizy telluru. Poljakowa i Fedorowa [1] oznaczają w nim: Cu, Bi, Sb, Pb, Ag, Au, As w zakresie stężeń 10^{-2} - $10^{-4}\%$. Metal miesza się z proszkiem grafitowym w stosunku 5:1. Jako źródło wzbudzenia stosuje się łuk prądu zmiennego o natężeniu 3,5 A. Błąd oznaczenia 10 - 20%. Podobnie analizują tellur Judelewicz i Kowalewa [2].

W pracy [4] oznaczano miedź i srebro w zakresie stężeń $4 \cdot 10^{-2}$ - $7 \cdot 10^{-4}\%$ po przeprowadzeniu próbki do roztworu. Błąd oznaczenia 10 - 13%.

Ustimow i Czalkow [3] analizują tellur bezpośrednio i po wstępnym chemicznym wzbogacaniu stosując w obydwu przypadkach wzorce na podłożu dwutlenku telluru. W koncentracji zanieczyszczeń otrzymanym po oddzieleniu telluru oznaczają szereg pierwiastków z wykrywalnością 10^{-4} - $10^{-6}\%$, /w metodzie bezpośredniej wykrywalności - $10^{-4}\%$ / przy błędzie oznaczenia 15 - 30%. Odwożka 2 g.

W pracy niniejszej podano spektrograficzną metodę równoczesnego oznaczania 13 pierwiastków /Cu, Fe, Al, Mg, Pb, Ag, Sb, Bi, Ni, Mn, Cr, Sn, Ti/ w tellurze wysokiej czystości z wykrywalnością 1 - $3 \cdot 10^{-5}\%$ bez wstępnego zagęszczania zanieczyszczeń śladowych.