

ИССЛЕДОВАНИЕ СТАБИЛЬНОСТИ РЯДА МОЛЕКУЛЯРНЫХ ПРИМЕСЕЙ В МОНОСИЛАНЕ

© А. Ю. Созин¹, В. А. Крылов², О. Ю. Чернова¹, Т. Г. Сорочкина¹,
А. Д. Буланов^{1,2}, О. Ю. Трошин^{1,2}, А. П. Котков^{1,3}, Н. Д. Гришнова^{1,3},
А. И. Скосырев^{1,3}, М. Н. Матвеева²

¹ Институт химии высокочистых веществ им. Г. Г. Девярых РАН, Нижний Новгород

² Нижегородский государственный университет им. Н. И. Лобачевского

³ ОА НПП Салют, Нижний Новгород

E-mail: sozin@ihps.nnov.ru

Поступила в Редакцию 25 сентября 2018 г.

После доработки 30 января 2019 г.

Принята к публикации 4 февраля 2019 г.

Методом хроматомасс-спектрометрии проведено исследование стабильности примесей углеводородов C₁–C₇, фтор-, хлорпроизводных углеводородов, алкилпроизводных силана, гомологов моносилана, силоксанов в моносилане при его хранении в ампулах из молибденового стекла и баллонах из нержавеющей стали. Установлено, что при хранении в стеклянных ампулах происходит уменьшение концентрации примесей этилена и тетрафторэтилена и увеличение концентрации этилсилана и дисилана. При хранении моносилана в баллоне из нержавеющей стали установлено изменение концентрации присутствующей в нем примеси ацетилен.

Ключевые слова: моносилан; примеси; концентрация; хроматомасс-спектрометрия

DOI: 10.1134/S0044461819040029

Моносилан является исходным веществом для получения высокочистого изотопно-обогащенного кремния, который является перспективным материалом для создания физически обоснованного эталона единицы массы и уточнения значения числа Авогадро [1–3], создания квантового компьютера, элементов интегральных схем, спиновой наноэлектроники, новых полупроводниковых структур, радиационно стойких детекторов ионизирующих излучений [4–6]. Для получения кремния, в том числе изотопно-обогащенного, используется моносилан, который должен обладать высокой химической чистотой. Поэтому при разработке методик его глубокой очистки важной является информация о присутствующих в нем примесях. Также представляют интерес сведения о

химической устойчивости примесей на разных стадиях получения высокочистого моносилана, в том числе и при его хранении. Изменение примесного состава моносилана может существенно влиять на результаты его аттестации и на качество получаемых из него материалов.

Согласно литературным данным, в образцах изотопно-обогащенного ²⁸SiH₄, полученного по реакции ²⁸SiF₄ с CaH₂, обнаружены примеси предельных и непредельных углеводородов C₁–C₉, некоторых их фтор- и хлорпроизводных, алкилсиланов, силоксанов, гомологов моносилана Si₂H₆–Si₅H₁₂, моногермана [7–9]. Их концентрации находятся на уровне $n \cdot 10^{-1}$ – $n \cdot 10^{-6}$ мол%. Следует отметить возможность взаимодействия ряда примесных соединений с моно-

силаном, что приводит к изменению качественного и количественного состава примесей [10–16]. По данным [10] моносилан способен вступать в реакции с предельными углеводородами с заметной скоростью при температуре 600°C с образованием алкилсиланов. В работах [11–13] изучено взаимодействие моносилана с непредельными углеводородами, главным образом — этилена. Эта примесь является одной из наиболее трудноудаляемых при ректификационной очистке моносилана [2], поэтому изучение ее поведения является актуальным. Конверсия этилена в другие формы примесей позволяет повысить эффективность глубокой очистки моносилана. При его взаимодействии с этиленом при 460–510°C и давлении 760 мм рт. ст. основными продуктами реакции являются моно- и диалкилсиланы [11]. При повышенном давлении указанная реакция протекает при 100°C. В обычных условиях взаимодействие SiH₄ с C₂H₄ возможно при облучении ультрафиолетовым светом, основным продуктом фотохимической реакции является винилсилан [12]. Этилен также взаимодействует с моносиланом в присутствии оксидов некоторых металлов (ZrO₂, MgO, Al₂O₃) при температуре 500–600°C [13], а также при пропускании через молекулярные сита 4A [14]. Продуктами данных реакций являются этилсилан и диэтилсилан. По данным [10] при температуре 200–800°C в присутствии MgO образуется этинилсилан и этинилдивинилсилан. Из работ [15, 16] известно, что в результате неполного термического разложения силана происходит образование из него дисилана, трисилана и водорода.

Изменение качественного и количественного состава примесей моносилана может оказаться весьма существенным при повышенной температуре, высоком давлении, длительном времени контакта реагентов. Следует отметить, что ряд указанных факторов реализуется при хранении моносилана в сжатом состоянии. Исследований качественного и количественного примесного состава моносилана в условиях его хранения при комнатной температуре нами в литературе не найдено.

Целью работы являлось исследование стабильности молекулярных форм присутствующих в моносилане примесей при его хранении в металлических баллонах и стеклянных ампулах при комнатной температуре.

Экспериментальная часть

В работе исследовали поведение примесей в изотопно-обогащенном моносилане ²⁸SiH₄, полученном по реакции взаимодействия изотопно-обогащенного

Примесный состав ²⁸SiH₄

Примесь	Концентрация, мол%	
	после синтеза	очищенный образец
N ₂	$(9.8 \pm 0.9) \cdot 10^{-4}$	$(4.0 \pm 0.5) \cdot 10^{-5}$
Ar	$(1.0 \pm 0.1) \cdot 10^{-4}$	$(9 \pm 2) \cdot 10^{-7}$
CO	$(6 \pm 1) \cdot 10^{-5}$	$< 3 \cdot 10^{-5}$
CH ₄	$(3.2 \pm 0.3) \cdot 10^{-3}$	$< 5 \cdot 10^{-6}$
C ₂ H ₂	$(9 \pm 2) \cdot 10^{-6}$	$< 2 \cdot 10^{-6}$
C ₂ H ₄	$(1.7 \pm 0.2) \cdot 10^{-4}$	$< 2 \cdot 10^{-6}$
C ₂ H ₆	$(5.6 \pm 0.6) \cdot 10^{-5}$	$< 2 \cdot 10^{-6}$
C ₃ H ₆	$(2.1 \pm 0.2) \cdot 10^{-5}$	$< 2 \cdot 10^{-6}$
C ₃ H ₈	$(9.3 \pm 0.9) \cdot 10^{-6}$	$< 1 \cdot 10^{-6}$
<i>i</i> -C ₄ H ₁₀	$(1.4 \pm 0.2) \cdot 10^{-5}$	$< 2 \cdot 10^{-6}$
<i>n</i> -C ₄ H ₁₀	$(6 \pm 1) \cdot 10^{-6}$	$< 2 \cdot 10^{-6}$
C ₄ H ₈ 1-пропен-2-метил	$(7 \pm 2) \cdot 10^{-6}$	$< 2 \cdot 10^{-6}$
C ₄ H ₈ 1-бутен	$(4 \pm 1) \cdot 10^{-6}$	$< 2 \cdot 10^{-6}$
C ₄ H ₈ 2-бутен	$(3 \pm 1) \cdot 10^{-6}$	$< 2 \cdot 10^{-6}$
<i>n</i> -C ₅ H ₁₂	$(3 \pm 1) \cdot 10^{-6}$	$< 2 \cdot 10^{-6}$
<i>n</i> -C ₇ H ₁₆	$(4 \pm 2) \cdot 10^{-6}$	$< 2 \cdot 10^{-6}$
C ₆ H ₆	$(4.8 \pm 0.5) \cdot 10^{-4}$	$< 2 \cdot 10^{-7}$
GeH ₄	$(1.2 \pm 0.1) \cdot 10^{-5}$	$< 3 \cdot 10^{-6}$
C ₂ F ₄	$(4.0 \pm 0.5) \cdot 10^{-3}$	$< 3 \cdot 10^{-7}$
1,1-C ₂ H ₂ F ₂	$(1.1 \pm 0.3) \cdot 10^{-6}$	$< 3 \cdot 10^{-7}$
C ₂ HF ₃	$(4 \pm 1) \cdot 10^{-4}$	$< 3 \cdot 10^{-7}$
CHF ₃	$(4 \pm 1) \cdot 10^{-5}$	$< 5 \cdot 10^{-6}$
<i>транс</i> -1,2-C ₂ H ₂ F ₂	$(4 \pm 1) \cdot 10^{-4}$	$< 5 \cdot 10^{-7}$
<i>цис</i> -1,2-C ₂ H ₂ F ₂	$(4 \pm 1) \cdot 10^{-5}$	$< 4 \cdot 10^{-7}$
CH ₃ Cl	$(7 \pm 2) \cdot 10^{-6}$	$< 5 \cdot 10^{-7}$
CF ₃ Cl	$(3 \pm 1) \cdot 10^{-4}$	$< 5 \cdot 10^{-7}$
Si ₂ H ₆ O	$(6 \pm 2) \cdot 10^{-1}$	$(7 \pm 2) \cdot 10^{-6}$
Si ₃ H ₈ O ₂	$(6 \pm 2) \cdot 10^{-2}$	$(1.4 \pm 0.5) \cdot 10^{-6}$
<i>i</i> -Si ₄ O ₃ H ₁₀	$(1.1 \pm 0.3) \cdot 10^{-2}$	$(1.3 \pm 0.3) \cdot 10^{-6}$
<i>n</i> -Si ₄ O ₃ H ₁₀	$(2.0 \pm 0.7) \cdot 10^{-3}$	$< 2 \cdot 10^{-7}$
Si ₂ OH ₄ F ₂	$(6 \pm 2) \cdot 10^{-6}$	$< 7 \cdot 10^{-7}$
Si ₂ OH ₅ F	$(7 \pm 2) \cdot 10^{-5}$	$< 6 \cdot 10^{-7}$
Si ₃ O ₂ H ₆ F ₂	$(2.0 \pm 0.7) \cdot 10^{-6}$	$< 3 \cdot 10^{-7}$
Si ₃ O ₂ H ₇ F	$(4 \pm 1) \cdot 10^{-5}$	$< 4 \cdot 10^{-7}$
Si ₂ H ₆	$(1.2 \pm 0.3) \cdot 10^{-1}$	$(4 \pm 1) \cdot 10^{-5}$
Si ₃ H ₈	$(1.9 \pm 0.6) \cdot 10^{-2}$	$(8 \pm 1) \cdot 10^{-7}$
<i>i</i> -Si ₄ H ₁₀	$(3 \pm 1) \cdot 10^{-3}$	$(6 \pm 2) \cdot 10^{-7}$

Продолжение таблицы

Примесь	Концентрация, мол%	
	после синтеза	очищенный образец
<i>n</i> -Si ₄ H ₁₀	$(1.4 \pm 0.4) \cdot 10^{-3}$	$(3 \pm 1) \cdot 10^{-7}$
<i>i</i> -Si ₅ H ₁₂	$(6 \pm 2) \cdot 10^{-4}$	$<3 \cdot 10^{-6}$
<i>n</i> -Si ₃ H ₁₂	$(8 \pm 2) \cdot 10^{-5}$	$<3 \cdot 10^{-6}$
CH ₃ SiH ₃	$(2.7 \pm 0.9) \cdot 10^{-3}$	$<1 \cdot 10^{-6}$
C ₂ H ₅ SiH ₃	$(3 \pm 1) \cdot 10^{-5}$	$<1 \cdot 10^{-6}$
(SiH ₃) ₂ CH ₂	$(4 \pm 1) \cdot 10^{-4}$	$<3 \cdot 10^{-7}$
(CH ₃) ₂ SiH ₂	$(1.2 \pm 0.3) \cdot 10^{-5}$	$<4 \cdot 10^{-7}$
Si ₂ H ₅ CH ₃	$(8 \pm 2) \cdot 10^{-5}$	$<1 \cdot 10^{-6}$
SiC ₃ H ₁₀	$(4 \pm 1) \cdot 10^{-6}$	$<8 \cdot 10^{-7}$
SO ₂ F ₂	$(3 \pm 1) \cdot 10^{-6}$	$<9 \cdot 10^{-7}$

тетрафторида кремния ²⁸SiF₄ с гидридом кальция [17, 18]. В таблице приведен примесный состав исследуемых образцов моносилана: после синтеза и очистки методом низкотемпературной ректификации. Определение концентрации примесей проводили по методикам, приведенным в работах [7–9].

Изучали поведение примесей в моносилане при хранении его в ампулах из молибденового стекла, не защищенных от света, и в металлическом баллоне для работы с особо чистыми веществами класса 6N, изготовленном из нержавеющей стали марки 12X18H10T. Начальное давление моносилана в них составляло 3 абс. атм.

При хранении моносилана в ампулах контролировали поведение следующих примесных веществ: этилена, дисилана, об изменении концентрации которых в нем сообщается в литературных источниках, а также тетрафторэтилена, являющегося, как и этилен, непредельным соединением. Для этого готовили смесь указанных веществ и очищенного моносилана (см. таблицу), в котором концентрации этих веществ и вероятных продуктов реакции были ниже пределов обнаружения. Для ее приготовления использовали C₂H₄ (ГОСТ 25070–87) и C₂F₄ (СТП 044-39-200). Концентрация этих веществ в смеси составляла $(1.6 \pm 0.2) \cdot 10^{-3}$ и $(4.0 \pm 0.5) \cdot 10^{-3}$ мол% соответственно. Дисилан в смесь не вводили, так как он уже присутствовал в моносилане на уровне $(4 \pm 1) \cdot 10^{-5}$ мол%.

Исследуемые образцы моносилана хранили при комнатной температуре 18–25°C в течение 370 дней. Анализ образцов проводили с использованием хроматомасс-спектрометра Agilent 6890/MSD 5973N. Дозирование проб в хроматографическую

колонку осуществляли с помощью системы пробоотбора, выполненной из металлических трубок (нержавеющая сталь 12X18H10). Ввод пробы осуществляли автоматическим краном-дозатором Valco EN2C6WEZPH-CER5, функционировавшим в защитной атмосфере гелия марки Б (ТУ 51-940–80). Объем пробы составлял 50 мкл при давлении 0.1–1.0 атм. Подробное описание применяемой системы пробоотбора приводится в работе [7]. Для хроматографического разделения примесей, имеющих невысокие относительно силана температуры кипения, использовали капиллярную адсорбционную колонку GS-GasPro 60 м × 0.32 мм (Agilent Technologies), содержащую в качестве сорбента модифицированный силикагель. Для определения примесей с более высокими температурами кипения использовали капиллярную адсорбционную колонку с сорбентом политриметилсилилпропином 25 м × 0.26 мм [19]. При использовании колонки GS-GasPro начальная температура анализа составляла 30°C. Затем через 8 мин ее повышали до 100°C со скоростью 10 град·мин⁻¹. Выдерживали при этой температуре 5 мин и далее повышали до 130°C со скоростью 10 град·мин⁻¹. При использовании колонки с политриметилсилилпропином начальная температура анализа составляла 30°C. Через 8 мин ее повышали со скоростью 10 град·мин⁻¹ до 130°C и выдерживали при этой температуре до окончания анализа. В качестве газа-носителя применяли гелий марки 70 (ТУ 0271-001-45905715-02). Его средняя линейная скорость в колонках составляла 30 см·с⁻¹. Во время выхода из колонки максимальной концентрации основного компонента отключали напряжение на ионном источнике для исключения перегорания катода. При использовании колонки GS-GasPro время отключения составляло 4.2–5.3 мин, а для колонки с политриметилсилилпропином напряжение включали через 1.9 мин после начала анализа.

Масс-спектры примесей регистрировали в режиме ионизации электронами (энергия ионизирующих электронов 70 эВ) в интервале сканирования масс 12–350 а. е. м. Напряжение на электронном умножителе, выставленное при автоматической настройке электронной оптики, составляло 1435 В. Температура источника ионов была 150°C, квадрупольного фильтра масс — 106°C, интерфейса — 200°C.

Идентификацию примесей проводили сравнением их экспериментальных масс-спектров с библиотечными из базы данных NIST 2005, входящей в состав программного обеспечения хроматомасс-спектрометра. Для большинства веществ коэффициенты подобия их масс-спектров с библиотечными составляли высокие значения — 0.85–0.95, что свидетель-

ствовало о высокой надежности их идентификации. Примеси германа, силоксанов, фторсилоксанов, гомологов силана отсутствуют в этой библиотеке. Их идентифицировали с использованием масс-спектров, приведенных в работах [8, 20].

Количественное определение примесей проводили методом абсолютной градуировки по площадям хроматографических пиков и с использованием зависимости чувствительности детектирования от величин их полных сечений ионизации [8, 21] согласно методикам [7–9].

Обсуждение результатов

На рис. 1 приведена кинетическая кривая, описывающая изменение концентрации примеси этилена в моносилане при его хранении в стеклянной ампуле.

Из полученных результатов видно, что в течение 225 дней наблюдений произошло изменение концентрации этилена с $(1.6 \pm 0.2) \cdot 10^{-3}$ до $(2.0 \pm 0.2) \times 10^{-5}$ мол%. Часть кривой, отображающей изменение его концентрации с 225-го по 309-й день, отмечена штриховой линией. Данный участок представляет собой аппроксимацию зависимости изменения концентрации этой примеси. Концентрация этилена на 309-й день наблюдений была ниже предела обнаружения, составляющего $2 \cdot 10^{-6}$ мол%. Согласно аппроксимации его концентрация при сохранении наблюдаемой динамики изменений может уменьшиться до $8 \cdot 10^{-7}$ мол% в течение указанного времени хранения.

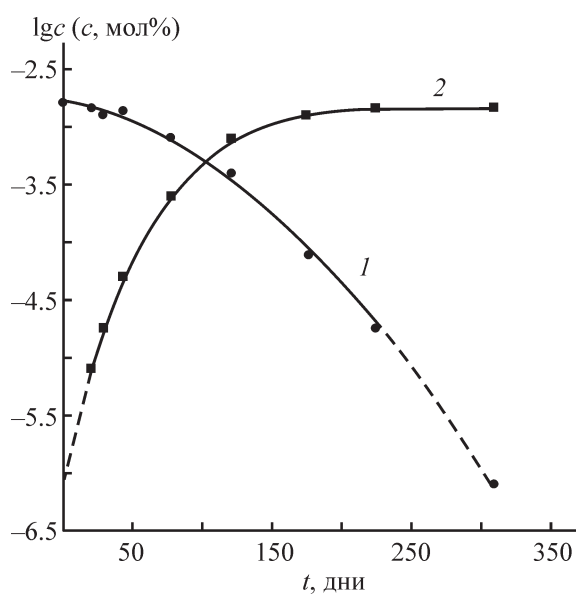


Рис. 1. Изменение концентрации C_2H_4 (1) и $Si_2H_5CH_3$ (2) в моносилане во времени при хранении его в стеклянной ампуле.

В ходе наблюдений отмечено образование продукта реакции этилена с моносиланом — этилсилана. В начале исследований концентрация этой примеси находилась ниже предела обнаружения, составляющего $1 \cdot 10^{-6}$ мол%. Часть кривой, относящейся к изменению его концентрации на графике с 0-го по 21-й день, обозначена штриховой линией, так как начальная концентрация этилсилана неизвестна. По мере протекания реакции, как видно из графика, концентрация этилсилана к 309-му дню наблюдений достигла $(1.6 \pm 0.5) \cdot 10^{-3}$ мол%, что коррелирует с начальной концентрацией этилена.

На рис. 2 приведены результаты исследования изменения концентрации тетрафторэтилена в силане при хранении в стеклянной ампуле. Видно, что изменения его концентрации произошли в меньшей степени. Так, за время 309 дней его концентрация уменьшилась с $(4.0 \pm 0.5) \cdot 10^{-3}$ до $(1.0 \pm 0.2) \cdot 10^{-3}$ мол%.

Возможные продукты реакции тетрафторэтилена с силаном (фторалкилпроизводные силана) установлены не были. Вероятной причиной этого может быть специфическое взаимодействие этих веществ с сорбентами в хроматографических колонках, в результате которых не происходит их элюирования. В работах, посвященных исследованию примесного состава силана, получаемого из тетрафторида кремния [7–9], также, несмотря на присутствие в силане большого разнообразия фторсодержащих углеводородов, не было отмечено присутствие в нем примесей фторированных алкилпроизводных силана.

Возможными причинами различной реакционной способности примесей C_2H_4 и C_2F_4 в SiH_4 является

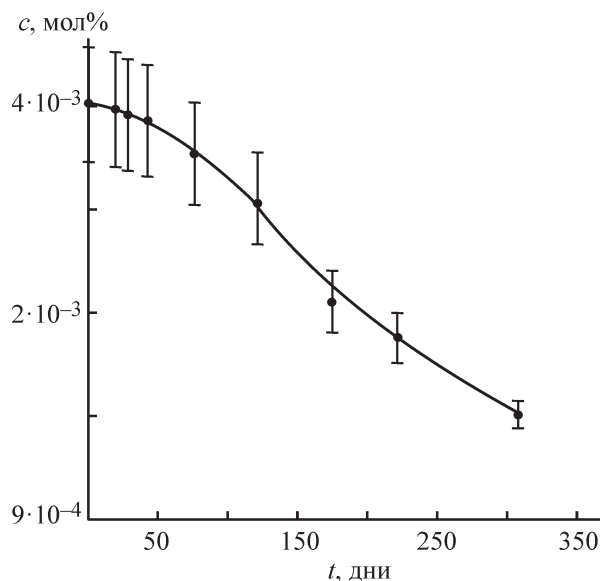


Рис. 2. Изменение концентрации C_2F_4 в моносилане во времени при хранении его в стеклянной ампуле.

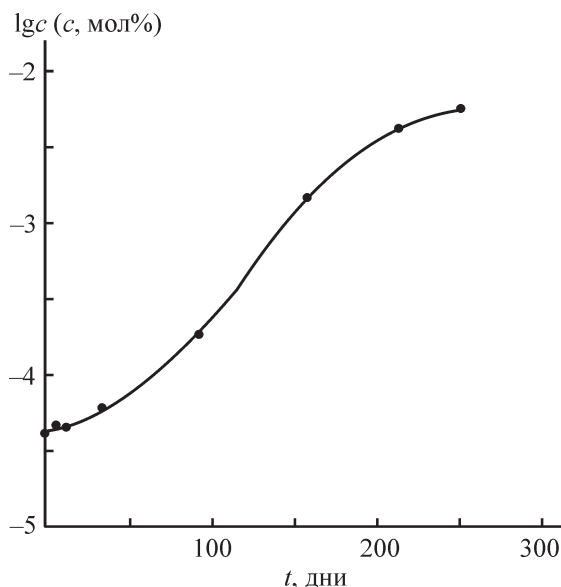


Рис. 3. Изменение концентрации Si₂H₆ во времени при хранении моносилана в ампуле.

сложность образования промежуточного соединения тетрафторэтилена с силаном из-за пониженной электронной плотности на атомах углерода по причине отрицательного индукционного эффекта, оказываемого атомами фтора, а также из-за экранирования ими атомов углерода [22].

Результаты изучения стабильности примеси дисилана при хранении моносилана в ампуле показывают, что за 250 дней произошло изменение концентрации дисилана с $(4 \pm 1) \cdot 10^{-5}$ до $(6 \pm 2) \cdot 10^{-3}$ мол% (рис. 3).

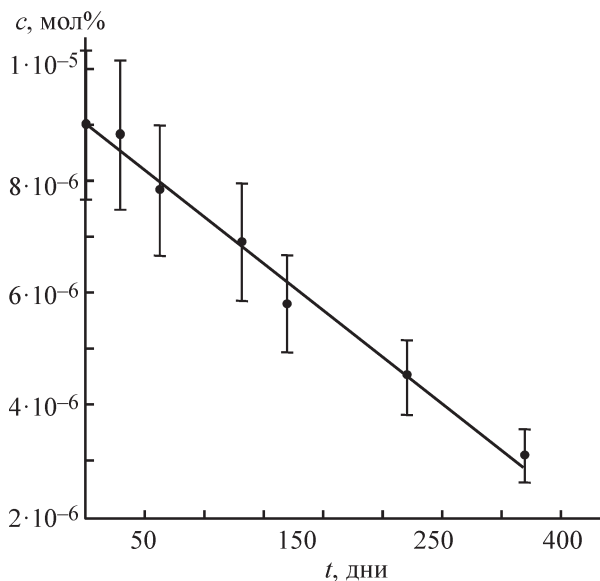


Рис. 4. Изменение концентрации примеси C₂H₂ во времени при хранении моносилана в баллоне.

При исследовании поведения примесей в моносилане после синтеза при хранении в баллоне наблюдение за изменением их концентраций проводили в течение 370 дней. Из всех присутствующих примесей, включая этилен, дисилан, тетрафторэтилен, было отмечено изменение только концентрации ацетилен (рис. 4). Из полученных данных видно, что за время хранения его концентрация уменьшилась с $(9 \pm 2) \cdot 10^{-6}$ до $(3 \pm 1) \cdot 10^{-6}$ мол%. Возможные продукты реакции [10] — винилсилан и этинилдивинилсилан обнаружены не были. Во многом это может быть связано с низкой исходной концентрацией примеси ацетилен и образующихся продуктов. Изменения концентраций остальных примесей в течение данного времени носят случайный характер и не превышают 20% от их первоначального значения.

Таким образом, установлено, что при хранении силана в ампуле из молибденового стекла происходит уменьшение концентрации присутствующих в нем примесей этилена и тетрафторэтилена, а концентрация дисилана увеличивается. Возможной причиной этого является протекание фотохимических реакций C₂H₄ и C₂F₄ с основным компонентом, а увеличение концентрации дисилана связано с разложением моносилана. О подобной возможности взаимодействия примесей под действием ультрафиолетового света сообщается в работе [12]. Протекание таких реакций под действием света также подтверждается тем, что при хранении в металлическом баллоне изменения концентраций этих веществ отмечено не было.

Выводы

1. Для исследования стабильности примесей в моносилане проведено сопоставление данных по концентрации ряда молекулярных примесей в моносилане. Установлено, что в моносилане при хранении в течение 309 сут содержание этилена снижается с $(1.6 \pm 0.2) \cdot 10^{-3}$ до уровня менее $2 \cdot 10^{-6}$ мол%, содержание этилсилана увеличивается с уровня менее $1 \cdot 10^{-6}$ до $(1.6 \pm 0.5) \cdot 10^{-3}$ мол%. Изменение концентрации этилсилана коррелирует с изменением содержания этилена в моносилане и свидетельствует о взаимодействии моносилана с этиленом.

2. Установлено снижение концентрации тетрафторэтилена в моносилане с $(4.0 \pm 0.5) \cdot 10^{-3}$ до $(1.0 \pm 0.2) \cdot 10^{-3}$ мол% и увеличение концентрации дисилана с $(4 \pm 1) \cdot 10^{-5}$ до $(6 \pm 2) \cdot 10^{-3}$ мол% при хранении в стеклянной ампуле в течение 309 сут.

3. При хранении моносилана в металлическом баллоне для работы с особо чистыми веществами класса 6N из нержавеющей стали 12X18H10T уста-

новлено уменьшение концентрации ацетиленов (9 ± 2) · 10⁻⁶ до (3 ± 1) · 10⁻⁶ мол%. Изменение концентрации других веществ, в том числе этилена и этилсилана, в пределах погрешности не наблюдается.

Финансирование работы

Работа выполнена в соответствии с Программой фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2019–2021 годы, № темы 0095-2019-0001 и 0095-2019-0008.

Конфликт интересов

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

Информация об авторах

Созин Андрей Юрьевич, к.х.н., ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-0237-6998>

Крылов Валентин Алексеевич, д.х.н., ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-0115-9086>

Чернова Ольга Юрьевна, ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-1028-4946>

Сорочкина Татьяна Геннадьевна, к.х.н., ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-9918-2964>

Буланов Андрей Дмитриевич, д.х.н., ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-5717-6527>

Трошин Олег Юрьевич, к.х.н., ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-6996-1561>

Котков Анатолий Павлович, к.х.н., ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-7476-5936>

Гришинова Наталья Дмитриевна, к.х.н., ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-6513-4346>

Скосырев Алексей Игоревич, ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-3372-0904>

Матвеева Марина Николаевна, ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-7660-6960>

Список литературы

- [1] Becker P., Schiel D., Pohl H.-J., Kaliteevski A. K., Godisov O. N., Churbanov M. F., Dianov E. M. // Meas. Sci. Technol. 2006. V. 17. P. 1854–1860.
- [2] Becker P., Bettin H., De Bievre Holm C., Kutgens U., Spieweck F., Stumpel J., Valkiers S., Zulehner W. // IEEE Transactions on instrumentation and measurement. 1995. V. 45. P. 522–525.
- [3] Девятых Г. Г., Буланов А. Д., Гусев А. В., Ковалев И. Д., Крылов В. А., Потанов А. М., Сенников П. Г., Адамчик С. А., Гавва В. А., Котков А. П., Чурбанов М. Ф., Дианов Е. М., Калитеевский А. К., Годисов О. Н., Поль Х.-Й., Беккер П., Римап Х., Абросимов Н. В. // ДАН. 2008. Т. 421. № 1. С. 61–64 [Devyatykh G. G., Bulanov A. D., Gusev A. V., Kovaliev I. D., Krylov V. A., Potapov A. M., Sennikov P. G., Adamchik S. A., Gavva V. A., Kotkov A. P., Churbanov M. F., Dianov E. M., Kaliteevskii A. K., Godisov O. N., Pohl H.-J., Becker P., Riemann H., Abrosimov N. V. // Russ. Reports Acad. Sci. 2008. V. 421. N 1. P. 61–64].
- [4] Чурбанов М. Ф., Гусев А. В., Буланов А. Д., Потанов А. М. // Изв. АН. Сер. хим. 2013. № 2. С. 275–280 [Churbanov M. F., Gusev A. V., Bulanov A. D., Potapov A. M. // Russ. Chem. Bull. 2013. N 2. P. 275–280].
- [5] Takyu K., Itoh K. M., Oka K., Saito N., Ozhigin V. I. // Jpn. J. Appl. Phys. 1999. V. 38. P. 1493–1495.
- [6] Инюшкин А. В. // Неорган. материалы. 2002. Т. 38. № 5. С. 527–534 [Inyushkin A. V. // Inorg. Mater. 2002. V. 38. N 5. P. 527–534].
- [7] Крылов В. А., Чернова О. Ю., Созин А. Ю. // Масс-спектрометрия. 2007. Т. 4. № 2. С. 125–130.
- [8] Крылов В. А., Созин А. Ю., Зорин В. А., Березкин В. Г., Крылов А. В. // Масс-спектрометрия. 2008. Т. 6. № 4. С. 225–233.
- [9] Крылов В. А., Чернова О. Ю., Созин А. Ю. // Аналитика и контроль. 2011. Т. 5. № 4. С. 421–428.
- [10] White G., Rochow E. G. // J. Am. Chem. Soc. 1954. V. 76. P. 3897–3902.
- [11] Pat. US 2537763 (publ. 1951). Preparation of organosilanes.
- [12] Pat. US 2786862 (publ. 1957). Preparation of dialkylsilanes.
- [13] Itoh M., Iwata K., Mitsuzuka M. // Appl. Catal. A: General. 2001. V. 217. P. 185–189.
- [14] Pat. US 4554141 (publ. 1992). Removal of ethylene from silane using a distillation step after separation using a zeolite molecular sieve.
- [15] Вотинцев В. Н., Михеев В. С., Смирнов В. Н. // Высокочистые вещества. 1988. № 12. С. 17–28.
- [16] Neudorfi P., Jodhan A., Strausz O. P. // J. Phys. Chem. 1980. V. 84. N 3. P. 338–339.
- [17] Скорынин Г. М., Пульников И. И., Шарин Г. А., Зырянов С. М. // Изв. Том. политех. ун-та. 2004. Т. 307. № 7. С. 88–90.
- [18] Девятых Г. Г., Дианов Е. М., Буланов А. Д., Трошин О. Ю., Балабанов В. В., Пряхин Д. А. // ДАН. 2003. Т. 391. № 5. С. 638–639 [Devyatykh G. G., Dianov E. M., Bulanov A. D., Troshin O. Yu., Balabanov V. V., Priakhin D. A. // Russ. Reports Acad. Sci. 2003. V. 391. N 5. P. 638–639].
- [19] Березкин В. Г., Королев А. А., Хотимский В. С. // ДАН. 2000. Т. 370. № 2. С. 200–204 [Berezkin V. G., Korolev A. A., Khotimsky V. S. // Russ. Reports Acad. Sci. 2000. V. 370. N 2. P. 200–204].
- [20] Агафонов И. Л., Девятых Г. Г. Масс-спектрометрический анализ газов и паров особой чистоты. М.: Наука, 1980. 336 с.
- [21] Fitch W. L. // Anal. Chem. 1983. V. 55. N 6. P. 832–835.
- [22] Матъе Ж., Панико Р. Курс теоретических основ органической химии. М.: Мир, 1975. 556 с.