Хромато-масс-спектрометрическое исследование примесного состава силана, обогащенного изотопом ^{30}Si

А. Ю. Созин, О. Ю. Чернова, Т. Г. Сорочкина, А. Д. Буланов

Впервые с использованием метода хромато-масс-спектрометрии проведено исследование примесного состава силана, обогащенного изотопом кремния ^{30}Si до 99,944 ± 0,010 %. Для разделения примесей использовали капиллярную адсорбционную колонку 25 м × 0,26 мм, d_f = 0,25 мкм с сорбентом политриметилсилилпропином. Показано, что ее применение позволяет достичь высокого разрешения при идентификации примесей. Распознование примесей осуществляли сравнением их масс-спектров с данными библиотеки NIST, а также с литературными данными. Идентифицировано 24 примесных вещества: углеводороды C_3 – C_9, алкилсиланы, гомологи силана, дисилоксан, фторсилоксаны. Установлено, что кремнийсодержащие примеси, как и основной компонент, являются изотопнообогащенными. Впервые получены масс-спектры примесей Si_2H_6, Si_3H_8, *n*-Si_4H_{10}, *i*-Si_4H_{10}, Si_2H_6O, Si_2H_5FO, $Si_2H_4F_2O$, $Si_3H_7FO_2$, SiH_3CH_3, $SiH_3C_2H_5$, $(SiH_3)_2CH_2$, $SiH_2(C_2H_5)_2$, обогащенных изотопом кремния ^{30}Si.

Ключевые слова: хромато-масс-спектрометрия, идентификация, изотопно-обогащенный силан, примеси, масс-спектры.

Введение

Высокочистый изотопно-обогащенный силан $^{30}SiH_4$ является исходным веществом для получения высокочистого изотопно-обогащенного кремния ^{30}Si. Такой кремний является новым перспективным материалом для создания и изготовления элементов спиновой наноэлектроники, квантовых компьютеров, радиационностойких детекторов ионизирующих излучений, новых полупроводниковых структур [1, 2]. Он должен обладать как высокой изотопной, так и химической чистотой. Наиболее вероятным источником примесей в кремнии является используемый для его получения силан. Поэтому исследование примесного состава изотопно-обогащенного силана является актуальной задачей. Для его анализа широко примененяют методы газовой хроматографии, хромато-масс-спектрометрии и ИК-Фурье спектроскопии [3 – 5]. Наиболее перспективным из них является хромато-масс-спектрометрия, обладающая возможностью быстрой идентификации примесей и высокой чувствительностью их определения. Этот метод применяли для анализа силана с природным и обогащенным изотопом ^{28}Si составом [4, 6 – 12]. С его помощью определены примеси постоянных газов, предельных, непредельных, ароматических и галогенсодержащих углеводородов, алкилсиланов, гомологов силана, силоксанов и их фторпроизводных. Данные по определению примесей в силане, обогащенном изотопом ^{30}Si, не обнаружены.

Цель работы — исследование примесного состава изотопно-обогащенного силана $^{30}SiH_4$ методом хромато-масс-спектрометрии.

Экспериментальная часть

В работе исследовали примесный состав изотопно-обогащенного силана $^{30}SiH_4$ (содержание изотопов Si: ^{28}Si — 0,014 ± 0,005 %, ^{29}Si — 0,042 ± 0,007 %, ^{30}Si — 99,944 ± 0,010 %). Он был получен восстановлением изотопно-обогащенного тетрафторида кремния гидридом кальция [13, 14]. Изотопное обогащение тетрафторида кремния проводили центрифужным методом.

Для анализа использовали силан, очищенный методом низкотемпературной ректификации, и его

фракции, представляющие собой концентраты выше- и нижекипящих относительно него примесей. Отбор проб выполняли из специально предназначенных для хранения силана баллонов.

Анализ силана проводили с использованием хромато-масс-спектрометра Agilent 6890/MSD 5973N с квадрупольным масс-анализатором. Ионизацию примесей осуществляли электронным ударом. Энергия электронов составляла 70 эВ, температура источника ионов — 150 °С, температура квадрупольного фильтра масс — 106 °С, температура интерфейса — 200 °С. Для разделения примесей использовали капиллярную адсорбционную колонку 25 м × 0,26 мм, d_f = 0,25 мкм с сорбентом политриметилсилилпропином [15]. В качестве газа-носителя применяли гелий марки 70 (ТУ 0271-001-45905715-02). Его линейная скорость в колонке составляла 30 см/с. Начальная температура колонки была 30 °С (8 мин), затем её повышали со скоростью 10 °С/мин до 130 °С и выдерживали при этой температуре до окончания анализа. Во время выхода из колонки основного компонента (силана) питание детектора отключали для исключения перегорания катода ионного источника. Время включения катода составляло 1,90 мин после начала анализа.

Дозирование силана в хроматографическую колонку осуществляли с помощью системы пробоотбора из нержавеющей стали, описанной в [6]. Вводимый объем пробы в колонку составлял 50 мкл при давлении до 1 атм. Примеси идентифицировали сравнением их экспериментальных масс-спектров с масс-спектрами веществ библиотеки NIST, путем компьютерной обработки данных и опубликованными в работах [8, 9], а также по указанным в них временам удерживания.

Результаты и их обсуждение

На рис. 1 приведена хроматограмма фракции $^{30}SiH_4$ со сконцентрированными примесями. Из нее следует, что практически все хроматографические пики примесей, за исключением пика 6 имеют высокое разрешение, не вызывающее перекрывания их масс-спектров и не осложняющее их определение. Пик 6 является составным и включает 2 примесных компонента. Разрешение их составляет 0,07. Масс-спектры этих веществ имеют существенное отличие, заключающееся в составе их ионов. С использованием взаимного вычитания масс-спектров становится возможным их выделение и проведение идентификации этих примесей.

Примеси, формирующие пики *2*, *3*, *8*, *9*, *11*, *14*, *16*, *17*, *19*, *21 – 23*, идентифицированы сравнением

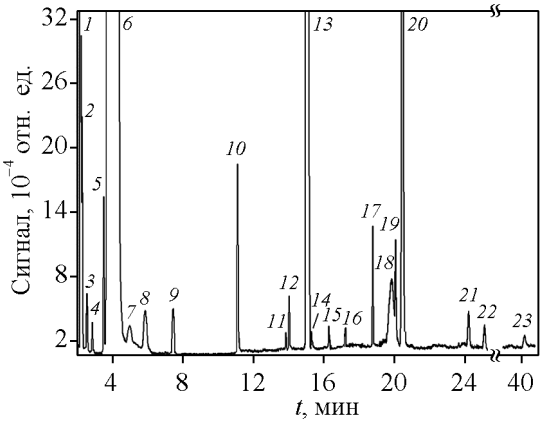

Рис. 1. Хроматограмма образца силана $^{30}SiH_4$: *1* — CH_3SiH_3, *2* — C_3H_6, *3* — C_3H_8, *4* — $Si_2OF_2H_4$, *5* — Si_2OFH_5, *6* — Si_2H_6, Si_2OH_6, *7* — $C_2H_5SiH_3$, *8* — *i*-C_4H_{10}, *9* — *n*-C_4H_{10}, *10* — $(SiH_3)_2CH_2$, *11* — *n*-C_5H_{12}, *12* — $Si_3O_2FH_7$, *13* — Si_3H_8, *14* — C_6H_6, *15* — $(C_2H_5)_2SiH_2$, *16* — *n*-C_6H_{14}, *17* — C_7H_8 толуол, *18* — *i*-Si_4H_{10}, *19* — *n*-C_7H_{16}, *20* — *n*-Si_4H_{10}, *21* — C_8H_{18} гептан-2-метил, *22* — *n*-C_8H_{18}, 23 — *n*-C_9H_{20}.

экспериментальных масс-спектров с данными базы NIST как C_3H_6, C_3H_8, *i*-C_4H_{10}, *n*-C_4H_{10}, *n*-C_5H_{12}, *n*-C_6H_{14}, *n*-C_7H_{16}, *n*-C_8H_{18}, C_8H_{18} (2-метилгептан), *n*-C_9H_{20}, C_6H_6 и C_7H_8 (толуол). Коэффициенты подобия их масс-спектров и библиотечных составили высокую величину 0,89 – 0,96.

Масс-спектры примесей, образующих хроматографические пики *1*, *4 – 7*, *10*, *12*, *13*, *15*, *18*, *20*, имели низкие коэффициенты подобия с библиотечными, не превышающие 0,41. Поэтому для их идентификации необходимо использовать другие подходы. Во всех масс-спектрах присутствуют пики с *m/z* 30 – 33, которые могут относиться к ионам $^{30}Si^+$, $^{30}SiH^+$, $^{30}SiH_2^+$ и $^{30}SiH_3^+$. Это указывает на возможную принадлежность их к кремнийсодержащим веществам. Идентификацию этих примесей осуществляли с использованием данных по временам удерживания кремнийсодержащих веществ [9], а также сравнением их экспериментальных масс-спектров с известными из работ [4, 6, 9]. Сравнение времен удерживания показало, что данными примесями могут быть алкилпроизводные силана, гомологи силана, дисилоксан и фторсилоксаны.

На рис. 2, 3 представлены экспериментальные масс-спектры рассматриваемых примесей. На рисунках указан состав ионов, характерных для каждой группы пиков этих масс-спектров. Подтверждение природы примесей проводили восстановлением их структуры по фрагментным ионам.

При сравнении экспериментальных масс-спектров с приведенными в базе данных NIST для веществ

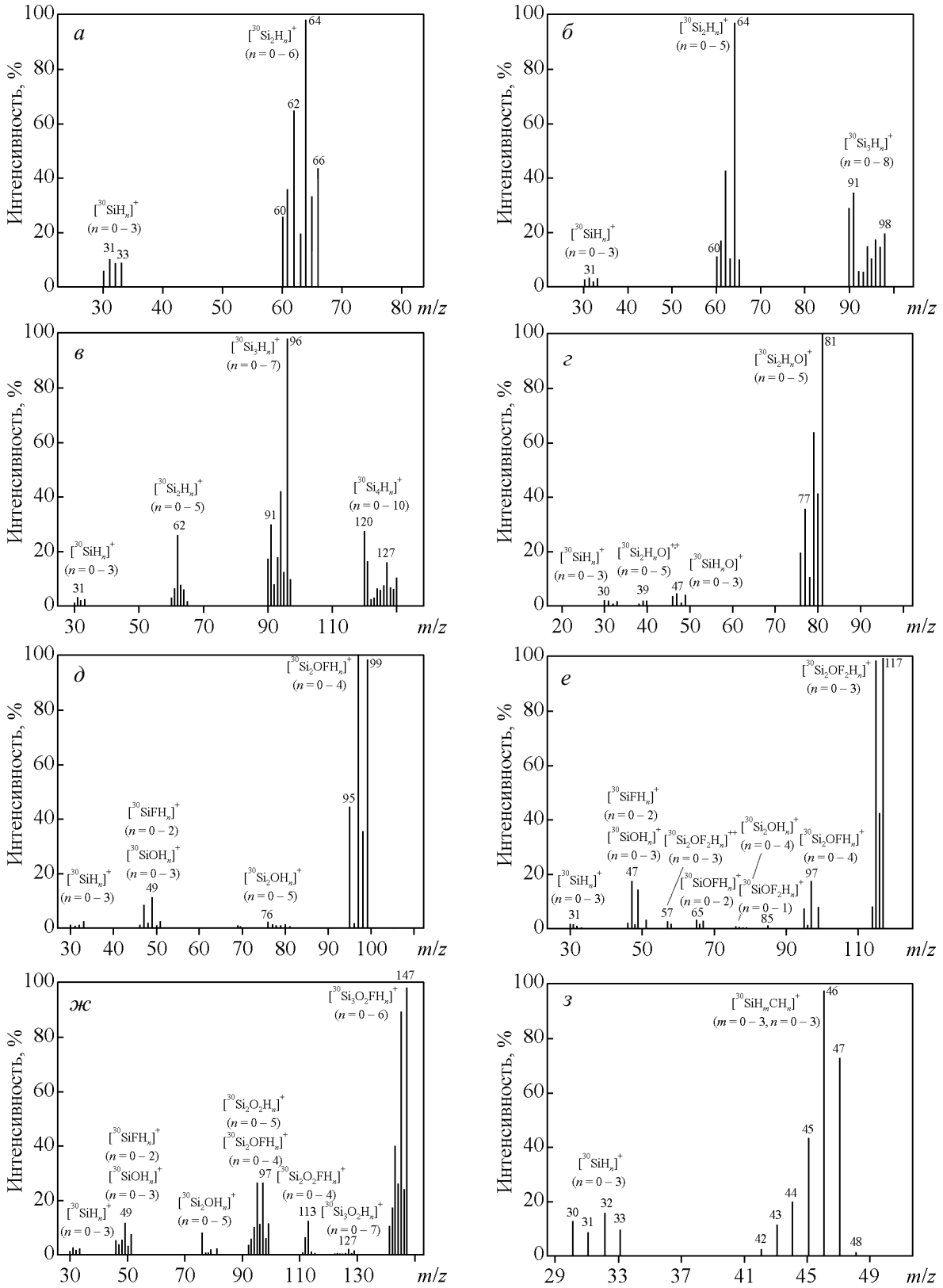

Рис. 2. Масс-спектры: *а* — $^{30}Si_2H_6$; *б* — $^{30}Si_3H_8$; *в* — *i*-$^{30}Si_4H_{10}$ и *n*-$^{30}Si_4H_{10}$; *г* — $^{30}Si_2H_6O$; *д* — $^{30}Si_2OFH_5$; *е* — $^{30}Si_2OF_2H_4$; *ж* — $^{30}Si_3H_7FO_2$; *з* — $^{30}SiH_3CH_3$

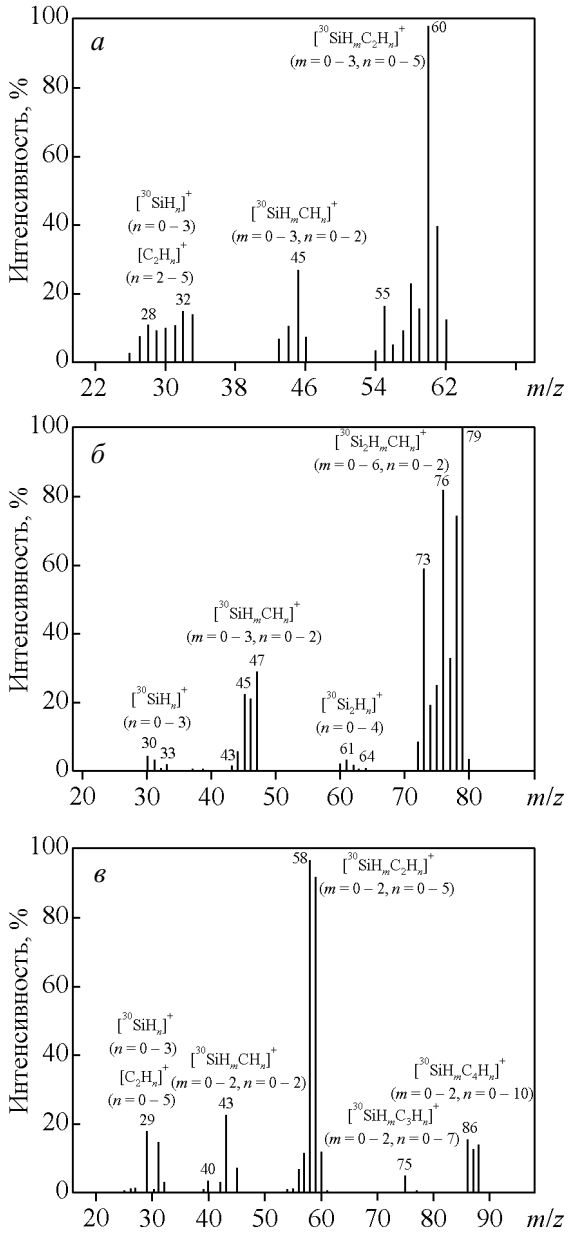

Рис. 3. Масс-спектры: *а* — $^{30}SiH_3C_2H_5$; *б* — $^{30}(SiH_3)_2CH_2$; *в* — $^{30}SiH_2(C_2H_5)_2$.

с природным изотопным составом (SiH_3CH_3, $SiH_3C_2H_5$, $(SiH_3)_2CH_2$, Si_3H_8 и $(C_2H_5)_2SiH_2$) и работах [4, 6, 9] (Si_2H_6, *n*-Si_4H_{10}, *i*-Si_4H_{10}, Si_2H_6O, Si_2H_5FO, $Si_2H_4F_2O$, $Si_3H_7FO_2$), отмечены группы пиков с одинаковыми отношениями интенсивностей. Однако массовые числа, соответствующим пикам ионов с атомами кремния, превышают аналогичные из литературных данных на 2 единицы, если фрагментный ион содержит 1 атом кремния, и на 4, 6 или 8 единиц при наличии 2, 3 или 4 атомов кремния в его составе, соответственно. Это возможно при замене изотопа ^{28}Si на изотоп ^{30}Si. Во всех сериях ионов не установлены пики, которые могут быть образованы легкими изотопами кремния ^{28}Si и ^{29}Si (например, с *m*/*z* 28 и 29, которые образуют ионы $^{28}Si^+$, $^{28}SiH^+$ и $^{29}Si^+$, с *m*/*z* 56 и 58, которые образуют ионы $^{28}Si_2^+$ и $^{29}Si_2^+$). Следовательно, примеси, содержащие атомы кремния в своем составе, являются изотопно-обогащенными.

Таким образом, в силане $^{30}SiH_4$ идентифицированы примеси 24 веществ: углеводороды C_1 – C_9, бензол, толуол, гомологи силана Si_2 – Si_4, дисилоксан, фторсилоксаны, алкилсиланы.

Присутствие примесей алкилсиланов в изотопно-обогащенном состоянии связано с тем, что они могут образовываться при синтезе силана. Источниками углеводородов для протекания таких реакций могут являться гидрид кальция и изотопно-обогащенный тетрафторид кремния [17]. Изотопно-обогащенные гомологи силана образуются в результате реакции конденсации продуктов разложения силана и дисилана [18]. Примеси дисилоксана и фторсодержащих силоксанов могут образовываться при взаимодействии силана и тетрафторида кремния с примесями воды [19].

Выводы

1. Впервые с использованием метода хромато-масс-спектрометрии проведено исследование примесного состава силана, обогащенного изотопом ^{30}Si.

2. С использованием масс-спектров базы данных NIST и сведений из литературных данных в $^{30}SiH_4$ идентифицировано 24 примесных вещества: углеводороды C_3 – C_9, бензол, толуол, гомологи силана Si_2 – Si_4, дисилоксан, фторсилоксаны, алкилсиланы.

3. Показано, что кремнийсодержащие примеси в $^{30}SiH_4$ как и основной компонент являются обогащенными изотопом ^{30}Si. Впервые получены масс-спектры примесей Si_2H_6, Si_3H_8, *n*-Si_4H_{10}, *i*-Si_4H_{10}, Si_2H_6O, $Si_2OF_2H_4$, Si_2OFH_5, $Si_3H_7FO_2$, SiH_3CH_3, $SiH_3C_2H_5$, $(SiH_3)_2CH_2$, $SiH_2(C_2H_5)_2$, обогащенных изотопом кремния ^{30}Si.

Работа выполнена в соответствии с Программой фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2015 – 2017 годы. № темы 0095-2014-0004.

Литература

1. Баранов П.Г., Бер Б.Я., Годисов О.Н., Ильин И.В., Ионов А.Н., Калитеевский А.К, Калитеевский М.А.,

Лазебник И.М., Сафронов А.Ю., Пол Х.-Дж., Риманн Х., Абросимов Н.В., Кофьев П.С., Буланов А.Д., Гусев А.В. Особенности нейтронного легирования фосфором кристаллов кремния, обогащенных изотопом ^{30}Si: исследования методом электронного парамагнитного резонанса. Физика и техника полупроводников, 2006, т. 40, вып. 8, с. 930 – 939.
2. Плотниченко В.Г., Назарьянц В.О., Крюкова Е.Б., Колташев В.В., Соколов В.О., Гусев А.В., Гавва В.А., Чурбанов М.Ф., Дианов Е.М. Показатель преломления монокристаллов моноизотопных ^{28}Si, ^{29}Si и ^{30}Si в ближнем и среднем ИК-диапазоне. Квантовая электроника, 2010, т. 40, № 9, с. 753 – 755.
3. Крылов В.А. Анализ высокочистых летучих веществ. Журнал аналитической. химии, 2002, т. 57, № 8, с. 790 – 802.
4. de Saint Etienne C., Mettes J. Gas phase impurities in silane determined by gas chromatography – mass spectrometry. Analyst, 1989, v. 114, p. 1649 – 1653.
5. Чупров Л.А., Сенников П.Г., Тохадзе К.Г., Игнатов С.К., Шремс О. Примеси в тетрафториде кремния и получаемом из него силане по данным ИК-Фурье-спектроскопии высокого разрешения. Неорганические материалы, 2006, т. 42, № 8, с. 1017 – 1024.
6. Крылов В.А., Чернова О.Ю., Созин А.Ю. Хроматомасс-спектрометрическая идентификация примесей в изотопно-обогащенном силане. Масс-спектрометрия, 2007, т. 4, № 2, с. 125 – 130.
7. Крылов В.А., Сенников П.Г., Чернова О.Ю., Сорочкина Т.Г., Созин А.Ю., Чупров Л.А., Адамчик С.А., Котков А.П. Молекулярный анализ изотопно-обогащенного $^{28}SiF_4$ и получаемого из него $^{28}SiH_4$. Неорганические материалы, 2008, т. 44, № 7, с. 871 – 877.
8. Крылов В.А., Созин А.Ю., Зорин В.А., Берёзкин В.Г., Крылов А.В. Хроматомасс-спектрометрическое определение примесей в изотопно-обогащённом силане высокой чистоты. Масс-спектрометрия, 2008, т. 6, № 4, с. 225 – 233.
9. Крылов В.А., Чернова О.Ю., Созин А.Ю. Хроматомасс-спектрометрическая идентификация примесей в силане природного изотопного состава и обогащенном ^{28}Si. Аналитика и контроль, 2011, т. 5, № 4, с. 421 – 428.
10. Klokner H.J., Eschwey M. Hochreines monosilan fur die elektronikindustrie-synthese, reinigung und charakterisierung. Chem. Ing. Tech., 1988, v. 60, no. 11, p. 815 – 826.
11. Morisaco I., Kato T., Ino Y., Schaefer K. Trace gas detection in high purity gases for semiconductor fabrication with a new GC/MS system. Int. J. Mass Spectrom. Ion Phys., 1983, v. 48, p. 19 – 22.
12. Cambria T., McManus J. Identification and removal of impurities in silane and dichlorsilane gas streams. Solid State Technology, 1990, v. 50, p. 95 – 98.
13. Девятых Г.Г. Дианов Е.М., Буланов А.Д., Трошин О.Ю., Балабанов В.В., Пряхин Д.А. Получение высокочистого моноизотопного силана: $^{28}SiH_4$, $^{29}SiH_4$, $^{30}SiH_4$. Доклады АН, 2003, т. 391, № 5, с. 638 – 639.
14. Буланов А.Д., Трошин О.Ю., Котков А.П., Гришнова Н.Д., Лашков А.Ю. Получение высокочистых моноизотопных силанов $^{29}SiH_4$ и $^{30}SiH_4$. Перспективные материалы, 2010, вып. 8, с. 341 – 344.
15. Берёзкин В.Г., Королёв А.А., Хотимский В.С. Политриметилсилилпропин как адсорбент в капиллярной газовой хроматографии. Доклады АН, 2000, т. 370, с. 200 – 204.
17. Крылов В.А., Сорочкина Т.Г. Газохроматографическое определение микропримесей углеводородов C_1 – C_4 в тетрафториде кремния высокой чистоты. Журнал аналитической химии, 2005, т. 60, № 12. с. 1262 – 1266.
18. Брауэр Г. Руководство по неорганическому синтезу. М.: Мир, 1985, т. 3, 392 с.
19. Белов Е.П., Лебедев Е.Н. Григораш Ю.П., Горбунов А.И., Литвиненко И.Н. Моносилан в технологии полупроводниковых материалов. М.: НИИТЭХИМ, 1989, 37 с.

References

1. Baranov P.G., Ber B. Ia., Godisov O.N., Il'in I.V., Ionov A.N, Kaliteevskii A.K., Kaliteevskii M.A., Lazebnik I.M., Safronov A.Iu., Pol Kh.-Dzh., Rimann Kh., Abrosimov N. V., Kof'ev P.S., Bulanov A.D., Gusev A.V. Osobennosti neitronnogo legirovaniia fosforom kristallov kremniia, obogashchennykh izotopom ^{30}Si: issledovaniia metodom elektronnogo paramagnitnogo rezonansa [Features of neutron doping with phosphorus silicon crystal enriched by isotope ^{30}Si: studies by electron paramagnetic resonance method]. *Fizika i tekhnika poluprovodnikov — Physics and technique of semiconductor,* 2006, vol. 40, pp. 930 – 939.
2. Plotnichenko V.G., Nazar'iants V.O., Kriukova E.B., Koltashev V.V., Sokolov V.O., Gusev A.V., Gavva V.A., Churbanov M.F., Dianov E.M. Pokazatel' prelomleniia monokristallov monoizotopnykh ^{28}Si, ^{29}Si и ^{30}Si v blizhnem i srednev IK-diapazone [The refractive index of single crystals monoisotopic ^{28}Si, ^{29}Si and ^{30}Si in the near and middle IR-range]. *Kvantovaia elektronika — Quantum electronics*, 2010, vol. 30, no. 9, pp. 753 – 755.
3. Krylov V.A. Analiz vysokochistykh letuchikh veshchestv [The analysis of high-purity volatile substances]. *Zhurnal analiticheskoi khimii — Journal of analytical chemistry*, 2002, vol. 57, no. 8, pp. 790 – 802.
4. de Saint Etienne C., Mettes J. Gas phase impurities in silane determined by gas chromatography – mass spectrometry. Analyst, 1989, vol. 114, pp. 1649 – 1653.
5. Chuprov L.A., Sennikov P.G., Tohadze K.G., Ignatov S.K., Shrems O. Primesi v tetraftoride kremniia i poluchaemom iz nego silane po dannym IK-Fur'e spektroskopii vysokogo razresheniia [Impurities in the silicon tetrafluoride and obtained from him the silane according to the IR- Fourier spectroscopy high resolution]. *Neorganicheskie materialy — Inorganic materials*, 2006, vol. 42, no.8, pp. 1017 – 1024.
6. Krylov V.A., Chernova O.Iu., Sozin A.Iu. Khromatomass-spektrometricheskaia identifikatsiia primesei v izotopno-obogashchennom silane [Gas chromatography-mass-spectrometric identification of impurities in isotopically enriched silane]. *Mass spektrometriia — Mass Spectrometry*, 2007, vol. 4, no. 2, pp. 125 – 130.

7. Krylov V.A., Sennikov P.G., Chernova O.Iu., Sorochkina T.G., Sozin A.Iu., Chuprov L.A., Adamchik S.A., Kotkov A.P. Molekuliarnyi analiz izotopno-obogashchennogo $^{28}SiF_4$ i poluchaemogo iz nego $^{28}SiH_4$ [Molecular analysis of isotope-enriched $^{28}SiF_4$ and obtained from him $^{28}SiH_4$]. *Neorganicheskie materialy — Inorganic materials*, 2008, vol. 44, no.7, pp. 871 – 877.
8. Krylov V.A., Sozin A.Iu., Zorin V.A., Berezkin V.G., Krylov A.V. Khromatomass-spektrometricheskoe opredelenie primesei v izotopno-obogashchennom silane vysokoi chistoty [Chromatography-mass spectrometric determination of impurities in isotopically enriched high-purity silane]. *Mass-spektrometriia — Mass Spectrometry*, 2008, vol. 6, no. 4, pp. 225 – 233.
9. Krylov V.A., Chernova O.Iu., Sozin A.Iu. Khromato-mass-spektrometricheskaia identifikatsiia primesei v silane prirodnogo izotopnogo sosnava I obogashchennom 28Si [Chromatography-mass spectrometric identification of impurities in silane natural isotopic composition and enriched 28Si]. *Analitika i kontrol' — Analytics and control*, 2011, vol. 5, no. 4, pp. 421 – 428.
10. Klokner H.J., Eschwey M. Hochreines monosilan fur die elektronikindustrie-synthese, reinigung und charakterisierung. Chem. Ing. Tech., 1988, vol. 60, no. 11, pp. 815 – 826.
11. Morisaco I., Kato T., Ino Y., Schaefer K. Trace gas detection in high purity gases for semiconductor fabrication with a new GC/MS system. Int. J. Mass Spectrom. Ion Phys., 1983, vol. 48, pp. 19 – 22.
12. Cambria T., McManus J. Identification and removal of impurities in silane and dichlorsilane gas streams. Solid State Technology, 1990, vol. 50, pp. 95 – 98.
13. Devyatykh G.G., Dianov E.M., Bulanov A.D., Troshin O.Iu., Balabanov V.V., Priahin D.A. Poluchenie vysokochistogo monoizotopnogo silana: $^{28}SiH_4$, $^{29}SiH_4$, $^{30}SiH_4$ [Obtaining high-purity monoisotope silane: $^{28}SiH_4$, $^{29}SiH_4$, $^{30}SiH_4$]. *Doklady akademii nauk — Reports of the academy of sciences,* 2003, vol. 391, no. 5, pp. 638 – 639.
14. Bulanov A.D., Troshin O.Iu., Kotkov A.P., Grishnova N.D., Lashkov A.Iu. Poluchenie vysokochistykh monoizotopnykh silanov $^{29}SiH_4$ i $^{30}SiH_4$ [Obtaining high-purity monoisotopic silanes $^{29}SiH_4$ and $^{30}SiH_4$]. *Perspektivnye materialy — Advanced Materials* (in Russ). 2010, no. 8, pp. 341 – 344.
15. Berezkin V.G., Korolev A.A., Khotimskii V.S. Politrimetilsililpropin kak adsorbent v kapilliarnoi gazovoi khromatografii [Politrimetilsililpropin as adsorbent in capillary gas chromatography]. *Doklady akademii nauk — Reports of the academy of sciences*, 2000, vol. 370, no. 2, pp. 200 – 204.
17. Krylov V.A., Sorochkina T.G. Gazokhromatograficheskoe opredelenie mikroprimesei uglevodorodov C_1 – C_4 v tetraftoride kremniia vysokoi chistoty [Gas chromatographic determination of trace hydrocarbons C_1 – C_4 in the silicon tetrafluoride high purity]. *Zhurnal analiticheskoi khimii — Journal of analytical chemistry*, 2005, vol. 60, no.12, pp. 1262 – 1266.
18. Brauer G. *Rukovodstvo po neorganicheskomu sintezu* [Guidelines for inorganic synthesis]. Moscow, Mir Publ., 1985, 392 p.
19. Belov E.P., Lebedev E.N., Grigorash Iu.P., Gorbunov A.I., Litvinenko I.N. *Monosilan v tekhnologii poluprovodnikovykh materialov* [The monosilane in the technology of semiconductor materials]. Moscow, NIITEKhIM Publ., 1989, 37 p.

Статья поступила в редакцию 23.05.2016 г.

Созин Андрей Юрьевич *— Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химии высокочистых веществ им. Г.Г. Девятых Российской академии наук (г. Нижний Новгород, 603950 ГСП-75, ул. Тропинина, 49), кандидат химических наук, старший научный сотрудник, специалист в области аналитической химии высокочистых летучих веществ. E-mail: Sozin@ihps.nnov.ru.*

Чернова Ольга Юрьевна *— Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химии высокочистых веществ им. Г.Г. Девятых Российской академии наук (г. Нижний Новгород), старший научный сотрудник, специалист в области аналитической химии высокочистых летучих веществ. E-mail: Chernova@ihps.nnov.ru.*

Сорочкина Татьяна Геннадьевна *— Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химии высокочистых веществ им. Г.Г. Девятых Российской академии наук (г. Нижний Новгород), старший научный сотрудник, специалист в области аналитической химии высокочистых летучих веществ. E-mail: Sorochkina@ihps.nnov.ru.*

Буланов Андрей Дмитриевич *— Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химии высокочистых веществ им. Г.Г. Девятых Российской академии наук (г. Нижний Новгород), Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского, химический факультет (г. Нижний Новгород, пр. Гагарина, 23), доктор химических наук, заведующий лабораторией Веществ особой чистоты, специалист в области химии и технологии высокочистых веществ и материалов. E-mail: Bulanov@ihps.nnov.ru.*

Gas chromatographic-mass spectrometric investigation of the impurity composition of the silane, enriched isotope of ^{30}Si

A. Yu. Sozin, O. Yu. Chernova, T. G. Sorochkina, A. D. Bulanov

For the first time using the method of gas chromatography-mass spectrometry studied the impurity composition of silane, isotopically enriched ^{30}Si silicon to 99,944 ± 0,010 %. For the separation of impurities using a capillary adsorption column 25 m × 0,26 mm, d_f = 0,25 μm with sorbent polytrimethylsilylpropyne. It is shown that the use of it achieves high resolution impurities. Identification of impurities was performed by comparison of their mass spectra with a NIST library data, as well known in the literature. 24 identified impurity substance. They are hydrocarbons C_3 – C_9, alkylsilanes, homologs of silane, siloxane, ftorsiloksanes. It was found, that the silicon-containing impurities as a core component, are isotopically enriched. For the first time obtained mass spectra of impurities Si_2H_6, Si_3H_8, *n*-Si_4H_{10}, *i*-Si_4H_{10}, Si_2H_6O, Si_2H_5FO, $Si_2H_4F_2O$, $Si_3H_7FO_2$, SiH_3CH_3, $SiH_3C_2H_5$, $(SiH_3)_2CH_2$, $SiH_2(C_2H_5)_2$, enriched silicon isotope ^{30}Si.

Keywords*:* chromatography-mass spectrometry, identification, isotopically enriched silane, impurities, mass spectra.

Sozin Andrei *— G.G. Devyatykh Institute of Chemistry of High-Purity Substances of the Russian Academy of Sciences (Russia, Nizhny Novgorod, 603950, Tropinina Str., 49), Ph.D. (Chem.), senior researcher, specialist in the field of analytical chemistry of high-purity volatile substances. E-mail: Sozin@ihps.nnov.ru.*

Chernova Ol'ga *— G.G. Devyatykh Institute of Chemistry of High-Purity Substances of the Russian Academy of Sciences(Nizhny Novgorod), senior researcher, specialist in the field of analytical chemistry of high-purity volatile substances. E-mail: Chernova@ihps.nnov.ru.*

Sorochkina Tat'iana *— G.G. Devyatykh Institute of Chemistry of High-Purity Substances of the Russian Academy of Sciences (Nizhny Novgorod), Ph.D. (Chem.), senior researcher, specialist in the field of analytical chemistry of high-purity volatile substances. E-mail: Sorochkina@ihps.nnov.ru.*

Bulanov Andrei *— G.G. Devyatykh Institute of Chemistry of High-Purity Substances of the Russian Academy of Sciences (Nizhny Novgorod), N.I. Lobachevsky Nizhny Novgorod State University, chemical faculty (Russia, Nizhny Novgorod, Gagarin pr., 23), Dr.Sci. (Chem.), head of laboratory of special purity Substances, a specialist in the field of chemistry and technology of high-purity substances and materials. E-mail: Bulanov@ihps.nnov.ru.*