

Исследование примесного состава тетрафторида германия методом хромато-масс-спектрометрии

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

Впервые методом хромато-масс-спектрометрии с использованием адсорбционных капиллярных колонок исследован примесные составы GeF_4 с естественным содержанием изотопов и изотопно обогащенным. Для идентификации и определения примесных веществ предложено их предварительное криогенное концентрирование. Расширены сведения о примесном составе тетрафторида германия различного изотопного состава. Установлено присутствие постоянных газов, предельных и непредельных углеводородов C_3 – C_9 , фреонов, алкилфторсиланов, фторхлоргерманов, тетрафторида кремния, тетрахлорида германия. Всего идентифицировано 32 примесных вещества, 29 из которых обнаружены впервые.

Ключевые слова: тетрафторид германия, концентрирование примесей, хромато-масс-спектрометрия, капиллярные колонки.

DOI: 10.30791/1028-978X-2023-8-78-84

Введение

Высокочистый тетрафторид германия (GeF_4) находит применение в процессах получения тонких аморфных поликристаллических пленок $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$, являющихся перспективными материалами для создания оптоэлектронных приборов, в производстве жидкокристаллических дисплеев, при изготовлении высокотемпературных приемников ИК-излучения [1]. GeF_4 используется как исходное соединение для разделения изотопов германия и получения в конечном итоге изотопно и химически чистого германия, перспективного для создания новых функциональных устройств и материалов. Экспериментально подтверждено, что образцы германия ^{70}Ge с обогащением 99,99 % обладают более высокой теплопроводностью, чем германий с естественным изотопным составом [2]. Германий с увеличенным содержанием изотопа ^{74}Ge находит применение в технологии нейтронного легирования [3]. Высокочистый германий, обогащенный по изотопу ^{76}Ge , используют в германиевых детекторах для изучения двойного бета распада ядер [4, 5].

Такое применение тетрафторида германия может быть ограничено присутствием в нем при-

месей различных веществ, содержание которых в моноизотопном германии не должно превышать 10^{-5} – 10^{-6} ат. %. Поэтому информация о составе примесей в тетрафториде германия является актуальной.

Известно небольшое число публикаций, посвященных исследованию примесного состава тетрафторида германия. В работе [6] масс-спектрометрическим методом были проанализированы образцы с природным изотопным составом и обогащенные по изотопу ^{74}Ge . Установлены примеси N_2 , CO_2 , SiF_4 . В [7] методом ИК-фурье-спектроскопии определен примесный состав тетрафторида германия естественного изотопного состава и обогащенного по изотопу ^{74}Ge до 84,9 и 85,12 ат. %. Установлено содержание следующих примесей: CO , CO_2 , CH_4 , N_2O , NO , SiF_4 , HF с концентрациями 10^{-3} – 10^{-4} мол. %.

В работе [8] проведено газохроматографическое исследование содержания примесей GeF_4 различного изотопного состава. Были установлены примеси углеводородов C_1 – C_4 на уровне $(2 - 6) \cdot 10^{-6}$ об. % и SF_6 на уровне $8 \cdot 10^{-8}$ об. %.

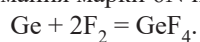
По литературным данным число примесей, обнаруженных в тетрафториде германия с при-

менением рассмотренных методов, невелико. Во многом это связано с высокой реакционной способностью и, как следствие, сложностью анализа этого вещества высокочувствительными методами. Для расширения информации о примесном составе тетрафторида германия перспективным является выделение и концентрирование из него примесей с последующим их определением методом хромато-масс-спектрометрии (ХМС). Особенностью применения метода ХМС являются надежность идентификации и определения с высокой чувствительностью различных групп примесей в одной пробе [9]. Литературные данные по его применению для анализа тетрафторида германия нами не найдены.

Цель данной работы — исследование примесного состава GeF_4 природного изотопного состава и обогащенного по изотопу ^{72}Ge с использованием метода хромато-масс-спектрометрии.

Экспериментальная часть

Исследовали примесный состав тетрафторида германия с природным и изотопно обогащенным составом — $^{72}\text{GeF}_4$ с обогащением 52 ат. %. Образцы предоставлены АО ПО “Электрохимический завод” г. Зеленогорск. Тетрафторид германия был получен прямым фторированием металлического германия марки 6N по реакции [10]:



Изотопное обогащение проводили центробежным методом.

Тетрафторид германия обладает высокой реакционной активностью к различным веществам и материалам. Особенно это проявляется по отношению к воде [11, 12]. Прямой ХМС анализ тетрафторида германия может привести к быстрой деградации аналитического оборудования. Для предотвращения попадания GeF_4 в хромато-масс-спектрометр, проводили его удаление из анализируемой пробы. Применение такого подхода позволяло выделять из образца примеси и концентрировать их. Для этого использовали установку, приведенную на рис. 1.

Газовые линии установки выполнены цельнопаянными из молибденового стекла и нержавеющей стали. В ней использовали краны, изготовленные из стекла и фторопласта [13]. Пробу с давлением 300 мм рт.ст. из баллона 15 напускали в дозирующую систему 7, объемом $3,8 \text{ см}^3$. Далее, потоком газа-носителя гелия 6.0 (ТУ 0271–001–45905715–2016), дополнительно очищенным до остаточного содержания воды не более $(1 - 5) \cdot 10^{-5}$ об.% и угле-

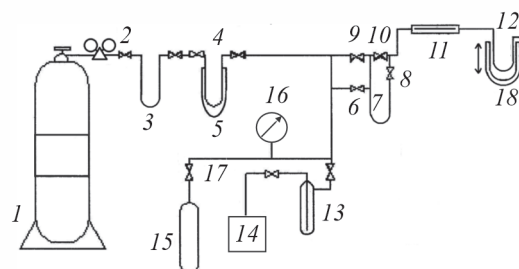
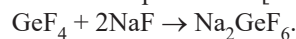


Рис. 1. Схема установки для концентрирования примесей из GeF_4 : 1 — баллон с гелием; 2 — редуктор; 3 — система очистки газа-носителя от углеводородов; 4 — система осушки газа-носителя; 7 — дозирующий объем вакуумной системы ввода проб; 11 — поглотительная колонка; 12 — криогенная ловушка для концентрирования примесей; 13 — ловушка из молибденового стекла, заполненная активированным углем БАУ или СКТ; 14 — форвакуумный насос; 15 — баллон с тетрафторидом германия; 16 — вакууметр; 17 — кран дозирования тетрафторида германия в вакуумную систему; 5, 18 — сосуды Дьюара с жидким азотом; 6, 8, 9, 10 — бесшмазочные краны из стекла и фторопласта.

Fig. 1. Installation for concentrating impurities from GeF_4 : 1 — helium cylinder; 2 — reducer; 3 — carrier gas purification system from hydrocarbons; 4 — carrier gas drying system; 7 — metering volume of a vacuum sample input system; 11 — absorption column; 12 — cryogenic trap for concentrating impurities; 13 — molybdenum glass trap filled with activated carbon BAU or SKT; 14 — pre-vacuum pump; 15 — cylinder with germanium tetrafluoride; 16 — vacuum tube; 17 — valve for dosing germanium tetrafluoride into vacuum system; 5, 18 — Dewar vessels with liquid nitrogen; 6, 8, 9, 10 — oil-free glass and fluoroplast cranes.

водородов $\text{C}_1\text{--C}_4$ не более $1 \cdot 10^{-8}$ об.% [14], пробу тетрафторида германия направляли в поглотительную колонку 11. Она была заполнена хемосорбентом на основе NaF марки ОСЧ 6-4, позволяющем необратимо связывать тетрафторид, но не взаимодействовать с примесями [15]:



Оставшиеся в пробе примесные вещества в токе газа-носителя попадали в охлаждаемую жидким азотом ловушку 12, где происходило их концентрирование. В качестве такой ловушки использовали ампулу, изготовленную из молибденового стекла и снабженную бесшмазочными фторопластовыми кранами. Ловушка была заполнена кварцевыми гранулами диаметром 2–3 мм для увеличения поверхности адсорбции и предварительно прогрета в токе газа-носителя при температуре $350 \text{ }^\circ\text{C}$ в тече-

Таблица 1
Примеси, идентифицированные в образцах тетрафторида германия

Table 1
Impurities identified in germanium tetrafluoride samples

Примесь	Образцы	
	GeF ₄	⁷² GeF ₄
N ₂ *	+	+
O ₂ *	+	+
Ar*	+	+
CO ₂ *	+	+
C ₃ H ₆	+	–
i-C ₄ H ₁₀	+	–
C ₄ H ₈	+	–
SiF ₄ *	–	+
Si(CH ₃) ₂ F ₂ *	+	+
Si(CH ₃) ₃ F*	+	–
GeFCl ₃ *	–	+
GeCl ₄ *	–	+
2-C ₃ H ₇ F*	+	–
C ₄ H ₉ F* 2-фтор-2-метилпропан	+	–
C ₅ H ₁₂ * 2-метилбутан	+	–
C ₅ H ₁₀ * 2-метил-2-бутен	+	–
C ₅ H ₁₂ * 2,2-диметилбутан	+	–
C ₆ H ₁₂ * 2-метилпентан	+	–
C ₆ H ₁₂ * 3-метилпентан	+	–
C ₆ H ₁₂ * 2-гексен	+	–
C ₇ H ₁₆ * 2,2,3-триметилбутан	+	–
C ₆ H ₁₀ * 3-метилциклопентен	+	–
C ₇ H ₁₄ * 3-гептен	+	–
C ₇ H ₁₄ * 3-метил-2-гексен	+	–
C ₇ H ₁₄ * 5-метил-2-гексен	+	–
n-C ₇ H ₁₄ *	+	–
C ₇ H ₁₂ *метиленициклогексан	+	–
C ₈ H ₁₆ * 3-этил-3-гексен	+	–
C ₈ H ₁₆ * 3-метил-3-гептен	+	–
C ₈ H ₁₆ * 2-октен	+	–
C ₈ H ₁₆ * 1,2,3-триметилциклопентан	+	–
C ₉ H ₁₈ * 1-нонен	+	–

* — идентифицирована впервые, “+” — примесь идентифицирована

сравнении с библиотечными базы NIST составили 0,85 – 0,98. Установленные примеси приведены в табл. 1.

Из полученных данных видно, что использование метода хромато-масс-спектрометрии позволило идентифицировать в образцах GeF₄ и ⁷²GeF₄ примеси постоянных газов, предельных и непредельных углеводородов C₃–C₉, фреонов, ал-

килфторсиланов, галогенпроизводных германия. Идентифицировано 32 примесных вещества, 29 из них обнаружены впервые.

В образце ⁷²GeF₄ присутствует значительно меньшее количество примесных веществ по сравнению с образцом тетрафторида германия естественного изотопного состава. Это может быть связано с тем, что в результате его центробежного обогащения происходит очистка от примесных веществ [23, 24]. Степень такой очистки улучшается с увеличением разности молекулярных масс основного вещества и примесей [24]. Из полученных данных видно, что такая разница составляет более 22 а.е.м. (M_r (⁷²GeF₄) = 148 а.е.м., M_r (C₃H₆–C₉H₁₈) = 42,08 – 126,24 [9, 25]). В изотопно обогащенном тетрафториде германия присутствие кремний- и германийсодержащих примесей может быть связано с особенностями центрифужного разделения и концентрирования веществ, а также фоновыми примесями газовых коммуникаций. В тетрафториде германия природного изотопного состава обнаружено присутствие большого набора углеводородов C₃–C₉. Их появление, вероятно связано с поступлением при синтезе GeF₄. Алкилфторсиланы могут образовываться при синтезе GeF₄ с участием присутствующих примесей в исходных веществах. Причиной появления примесей постоянных газов и диоксида углерода во всех образцах может являться их переход из исходных веществ при синтезе тетрафториде кремния, а также поступление в качестве фоновых из технологического оборудования, применяемого при синтезе, перегрузке и обогащении образцов.

Выводы

1. Проведение пробоподготовки образцов с удалением основы реакционно активного тетрафторида германия позволило исключить попадание его в хромато-масс-спектрометр и провести концентрирование примесей.

2. Методом хромато-масс-спектрометрии впервые исследован примесный состав тетрафторида германия с естественным изотопным составом и обогащенным изотопом ⁷²Ge. Установлены примеси постоянных газов, предельных и непредельных углеводородов C₃–C₉, фреонов, алкилфторсиланов. Большинство из них обнаружено впервые.

Работа выполнена в соответствии с Программой фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2022–2024 годы, № темы FFSR-2022-0006.

Литература/References

1. Kolodzey J., Slobodin D., Aljishi S., Quinlan S., Schwarz R., Shen D.S., Fauchet P.M., Wagner S. Transport properties of a-Si, Ge:H alloys prepared from SiF₄, GeF₄ and H₂ in R.F or D.C. glow discharges. *J. Non-Cryst. Solids.*, 1985, v. 77 – 78, no. 2, pp. 897 – 900.
2. Кварацхели Ю.К., Свидерский М.Ф. О развитии работ по солнечной энергетике в Минатоме России. *Конверсия в машиностроении*, 1999, № 3 – 4, с. 44 – 47.
- Kvarackheli Yu.K., Sviderskiy M.F. O razvitiy rabot po solnechnoy energetike v Minatome Rossii [About the development of works on solar energy in the Ministry of Atomic Energy of Russia]. *Konversiya v mashinostroyeni* [Conversion in Mechanical Engineering], 1999, no. 3 – 4, pp. 44 – 47. (In Russ.).
3. Harada Isao, Aritsuka Makoto, Mitsumoto Atsuhisa, Hashimoto Takashi. Production of germanium tetrafluoride. Patent no. 6234523, Japan, 1994.
4. Корноухов В.Н. Международный эксперимент GERDA по поиску безнейтринного двойного бета-распада Ge-76. Третье Нижегородское Совещание “Высокочистый моноизотопный кремний. Получение, анализ, свойства и применение”. Н. Новгород, 2006, 30 с.
- Kornouhov V.N. Mezhdunarodnyj eksperiment GERDA po poisku beznejtrinnogo dvojnogo beta-raspada Ge-76 [GERDA international experiment to search for neutrinoless double beta decay of Ge-76]. *Vysokochistyj monoizotopnyj kremnij. Poluchenie, analiz, svoystva i primenenie* [High-purity monoisotope silicon. Obtaining, analysis, properties and application]. Nizhny Novgorod, 2006, p. 30. (In Russ.).
5. Kohara Sadaichi, Yasutake Takeshi, Harada Isao. Purifying method of germanium tetrafluoride. Patent no. 2000072438, Japan, 2000.
6. Сенников П.Г., Буланов А.Д., Крылов В.А., Сорочкина Т.Г. Определение примесей в тетрафториде германия методами ИК-спектроскопии и газовой хроматографии. *Неорганические материалы*. 2010, т. 46, № 10, с. 1 – 4.
- Sennikov P.G., Bulanov A.D., Krylov V.A., Sorochkina T.G. Opredelenie primesej v tetraftoride germaniya metodami IK-spektroskopii i gazovoj hromatografii [Determination of impurities in germanium tetrafluoride by IR spectroscopy and gas chromatography]. *Neorganicheskie materialy. [Inorganic materials]*], 2010, v. 46, no. 10, pp. 1 – 4. (In Russ.).
7. Сенников П.Г., Чупров Л.А., Игнатов С.К., Садов А.Е., Разуваев А.Г. Теоретическое и экспериментальное исследование ИК спектральных и электрооптических параметров GeF₄ и продуктов его частичного гидролиза. XIII конференция “Высокочистые вещества и материалы”. Н. Новгород, 2007, 114 с.
- Sennikov P.G., Chuprov L.A., Ignatov S.K., Sadov A.E., Razuvaev A.G. Teoreticheskoe i eksperimental’noe issledovanie IK spektral’nyh i elektroopticheskikh parametrov GeF₄ i produktov ego chastichnogo gidroliza [Theoretical and experimental investigation of IR spectral and electro-optical parameters of GeF₄ and its partial hydrolysis products]. XIII konferenciya Vysokochistye veshchestva i materialy [XIII conference High-purity substances and materials]. N. Novgorod, 2007, p. 114. (In Russ.).
8. Крылов В.А., Сорочкина Т.Г. Определение углеводородов C₁-C₄ и SF₆ в GeF₄ высокой чистоты естественного и изотопно-обогащенного состава методом газовой хроматографии. *Заводская лаборатория. Диагностика материалов*, 2008, т. 74, № 11, с. 22 – 26.
- Krylov V.A., Sorochkina T.G. Opredelenie uglevororodov S1-S4 i SF6 v GeF4 vysokoj chistoty estestvennogo i izotopno-obogashchennogo sostava metodom gazovoj hromatografii [Determination of C1-C4 and SF6 hydrocarbons in GeF4 of high purity of natural and isotope-enriched composition by gas chromatography]. *Zavodskaya laboratoriya. Diagnostika materialov* [Industrial laboratory. Diagnostics of materials], 2008, v. 74, no. 11, pp. 22 – 26. (In Russ.).
9. Лебедев А.Т. Масс-спектрометрия в органической химии. М.: Бином. Лаборатория знаний, 2003. 493 с.
- Lebedev A.T. Mass-spektrometriya v organicheskoj himii [Mass spectrometry in organic chemistry], Moscow, Binom, Laboratory of Knowledge, 2003, 493 p. (In Russ.).
10. Bhagat Sudhir S., Meshri Dayal T., Meshri Sanjay D., Petty Michale S. Method of manufacturing high purity germanium tetrafluoride. Patent no. 2004131370, Japan, 2004.
11. Рысс И.Г. Химия фтора и его неорганических соединений. М.: Госхимиздат, 1956, 297с.
- Ryss I.G. Himiya ftora i ego neorganicheskikh soedinenij [Chemistry of fluorine and its inorganic compounds], Moscow, Goskhimizdat, 1956, 297 p. (In Russ.).
12. Назаренко В.А. Аналитическая химия германия. М.: Наука, 1973, 24 с.
- Nazarenko V.A. Analiticheskaya himiya germaniya [Analytical Chemistry of Germanium], Moscow, Nauka Publ., 1973, 24 p. (In Russ.).
13. Девятых Г.Г., Зорин А.Д. Летучие неорганические гидриды особой чистоты. М.: Наука, 1974, 206 с.
- Devyatyh G.G., Zorin A.D. Letuchie neorganicheskie gidridy osoboj chistoty [Volatile inorganic hydrides of high purity], Moscow, Nauka Publ., 1974, 206 p. (In Russ.).
14. Крылов В.А., Погудалов Д.И., Саркисов А.В. Высокочувствительное газохроматографическое определение метана в гелии, неоне, водороде, кислороде и азоте. *Высокочистые вещества*, 1990, № 3, с. 172 – 178.
- Krylov V.A., Pogudalov D.I., Sarkisov A.V. Vysokochuvstvitel’noe gazohromatograficheskoe

- opredelenie metana v gellii, neone, vodorode, kislorode i azote [Highly sensitive gas chromatographic determination of methane in helium, neon, hydrogen, oxygen and nitrogen]. *Vysokochistye veshchestva* [High-purity substances], 1990, no. 3, pp. 172 – 178. (In Russ.).
15. Clifford A.F., Beachell H.C., Jack W.M. The hydrogen fluoride solvent system—I A qualitative survey of acids. *J. of Inorganic and Nucl. Chemistry*, 1957, v. 5, pp. 57 – 60, 61 – 70.
 16. Созин А.Ю. Хромато-масс-спектрометрический анализ изотопно-обогащенного силана высокой чистоты. Перспективные материалы, 2008, Специальный выпуск 5, с. 226 – 231.
 - Sozin A.Yu. Hromato-mass-spektrometricheskij analiz izotopno-obogashchennogo silana vysokoj chistoty [Chromatography-mass spectrometric analysis of isotope-enriched silane of high purity]. *Perspektivnye materialy* [Advanced Materials], 2008, Special issue 5, pp. 226 – 231. (In Russ.).
 17. Берёзкин В.Г., Королёв А.А., Хотимский В.С. Политриметилсилпропин как адсорбент в капиллярной газовой хроматографии. Доклады АН, 2000, т. 370, с. 200 – 204.
 - Beryozkin V.G., Korolyov A.A., Hotimskij V.S. Politrimetilsililpropin kak adsorbent v kapillyarnoj gazovoj hromatografii [Polytrimethylsilylpropine as an adsorbent in capillary gas chromatography]. *Doklady AN* [Reports of the Academy of Sciences], 2000, v. 370, pp. 200 – 204. (In Russ.).
 18. Крылов В.А., Чернова О.Ю., Созин А.Ю., Зорин А.Д. Хромато-масс-спектрометрический анализ германа высокой чистоты. Аналитика и контроль, 2015, т. 19, № 1, с. 45 – 51.
 - Krylov V.A., Chernova O.Yu., Sozin A.Yu., Zorin A.D. Hromato-mass-spektrometricheskij analiz germana vysokoj chistoty [Chromatography-mass spectrometric analysis of high purity Hermann]. *Analitika i kontrol* [Analytics and Control], 2015, v. 19, no. 1, pp. 45 – 51. (In Russ.).
 19. Созин А.Ю., Чернова О.Ю., Сорочкина Т.Г., Буланов А.Д., Адамчик С.А., Нуштаева Л.Б. Примесный состава моноизотопного германа $^{73}\text{GeH}_4$ высокой чистоты. Перспективные материалы, 2017, № 4, с. 65 – 77.
 - Sozin A.Yu., Chernova O.Yu., Sorochkina T.G., Bulanov A.D., Adamchik S.A., Nushtaeva L.B. Primesnyj sostava monoizotopnogo germana $^{73}\text{GeH}_4$ vysokoj chistoty [Impurity composition of monoisotope germane $^{73}\text{GeH}_4$ of high purity]. *Perspektivnye materialy* [Advanced Materials], 2017, no. 4, pp. 65 – 77 (In Russ.).
 20. Крылов В.А., Созин А.Ю., Зорин В.А., Березкин В.Г., Крылов А.В. Хроматомасс-спектрометрическое определение примесей в изотопно-обогащенном силане высокой чистоты. Масс-спектрометрия, 2008, т. 5, № 4, с. 225 – 233.
 - Krylov V.A., Sozin A.Yu., Zorin V.A., Berezkin V.G., Krylov A.V. Hromatomass-spektrometricheskoe opredelenie primesej v izotopno-obogashchennom silane vysokoj chistoty [Chromato-mass spectrometric determination of impurities in isotope-enriched silane of high purity]. *Mass-spektrometriya* [Mass Spectrometry], 2008, v. 5, no. 4, pp. 225 – 233. (In Russ.).
 21. Fitch W.L. Calculation of relative electron impact total ionization cross sections for organic molecules. *Anal. Chem.*, 1983, v. 55, p. 832 – 835.
 22. Золотов Ю.А. Основы аналитической химии. М.: Высшая школа, 2000, т. 1, 351 с.
 - Zolotov Yu.A. Osnovy analiticheskoy himii. [Fundamentals of analytical chemistry]. Moscow, Higher School, 2000, v.1, 351 p. (In Russ.).
 23. Зайков А.А., Зырянов С.М., Пульников И.И., Скорынин Г.М., Власов В.А. Определение содержания газообразных примесей в высокочистом арсине при его очистке на газовых центрифугах. Известия Томского политехнического университета, 2006, т. 309, № 3, с. 81 – 85.
 - Zajkov A.A., Zyryanov S.M., Pul'nikov I.I., Skorynin G.M., Vlasov V.A. Opredelenie sodержaniya gazoobraznykh primesej v vysokochistom arsine pri ego oчитке na gazovykh centrifugah [Determination of the content of gaseous impurities in high-purity arsin during its purification on gas centrifuges]. *Izvestiya Tomskogo politekhnicheskogo universiteta* [Proceedings of Tomsk Polytechnic University], 2006, v. 309, no. 3, pp. 81 – 85. (In Russ.).
 24. Чурбанов М.Ф., Карпов Ю.А., Зломанов П.В., Федоров В.А. Высокочистые вещества. М.: Научный мир, 2018, 994 с.
 - Churbanov M.F., Karpov Yu.A., Zlomanov P.V., Fedorov V.A. Vysokochistye veshchestva [High-purity substances], Moscow, Scientific world, 2018, 994 p. (In Russ.).
 25. Никольский Б.П. Справочник химика. М.: Госхимиздат, 1964, т. 2. 1168 с.
 - Nikol'skiy B.P. Spravochnik khimika. [Chemist's Handbook], Moscow, Goskhimizdat, 1964, vol. 2. 1168 p. (In Russ.).

*Статья поступила в редакцию — 15.11.2022 г.
после доработки — 29.11.2022 г.
принята к публикации — 30.11.2022 г.*

Сорочкина Татьяна Геннадьевна — Институт химии высокочистых веществ им. Г.Г. Десятых Российской академии наук (603951 Нижний Новгород, ул. Тropicина, 49), кандидат химических наук, старший научный сотрудник, специалист в области аналитической химии высокочистых летучих веществ.
E-mail: sorochkina@ihps-nnov.ru.

Буланов Андрей Дмитриевич — Институт химии высокочистых веществ им. Г.Г. Десятых Российской академии наук (603951 Нижний Новгород, ул. Тропинина, 49); Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского, химический факультет (603022 Нижний Новгород, пр. Гагарина, 23), доктор химических наук, член-корреспондент РАН, директор, специалист в области химии и технологии высокочистых веществ и материалов. E-mail: bulanov@ihps-nnov.ru.

Созин Андрей Юрьевич — Институт химии высокочистых веществ им. Г.Г. Десятых Российской академии наук (603951 Нижний Новгород, ул. Тропинина, 49), доктор химических наук, заведующий лабораторией, специалист в области аналитической химии высокочистых летучих веществ. E-mail: sozin@ihps-nnov.ru.

Чернова Ольга Юрьевна — Институт химии высокочистых веществ им. Г.Г. Десятых Российской академии наук (603951 Нижний Новгород, ул. Тропинина, 49), ведущий инженер, специалист в области аналитической химии высокочистых летучих веществ. E-mail: chernova@ihps-nnov.ru.

Study of the impurity composition of germanium tetrafluoride using chromato-mass spectrometry

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

For the first time, the impurity composition of GeF₄ with a natural content of isotopes and isotopically enriched was studied by chromato-mass spectrometry using adsorption capillary columns. For the identification and determination of impurity substances, their preliminary cryogenic concentration is proposed. Information on the impurity composition of germanium tetrafluoride of various isotopic composition has been expanded. The presence of permanent gases, limiting and unsaturated C₃–C₉ hydrocarbons, freons, alkylfluorosilanes, fluorochlorogermanes, silicon tetrafluoride, germanium tetrachloride. A total of 32 impurity substances were identified, 29 of which were discovered for the first time.

Keywords: germanium tetrafluoride, impurity concentration, gas chromatography-mass spectrometry, capillary columns.

Sorochkina Tatiana — Institute of Chemistry of High-Purity Substances named after G.G. Devyatykh of the Russian academy of sciences (603951 Nizhny Novgorod, ul. Tropinina, 49), PhD (Chem), senior researcher, specialist in the field of analytical chemistry of high-purity volatile substances. E-mail: sorochkina@ihps-nnov.ru.

Bulanov Andrey — Institute of Chemistry of High-Purity Substances named after G.G. Devyatykh of the Russian academy of sciences (603951 Nizhny Novgorod, ul. Tropinina, 49); Lobachevsky Nizhny Novgorod State University, Faculty of Chemistry (603022 Nizhny Novgorod, Gagarin Ave., 23), Dr Sci (Chem), corresponding member of the RAS, Director, specialist in chemistry and technology of high-purity substances and materials. E-mail: bulanov@ihps-nnov.ru.

Sozin Andrey — Institute of Chemistry of High-Purity Substances named after G.G. Devyatykh of the Russian academy of sciences (603951 Nizhny Novgorod, ul. Tropinina, 49), Dr Sci (Chem), head of laboratory, specialist in the field of analytical chemistry of high-purity volatile substances. E-mail: sozin@ihps-nnov.ru.

Chernova Olga — Institute of Chemistry of High-Purity Substances named after G.G. Devyatykh of the Russian academy of sciences (603951 Nizhny Novgorod, ul. Tropinina, 49), leading engineer, specialist in the field of analytical chemistry of high-purity volatile substances. E-mail: chernova@ihps-nnov.ru.