

УДК 547.245.04:543.544(043):546.281.027*29

ИССЛЕДОВАНИЕ ПРИМЕСНОГО СОСТАВА СИЛАНА, ОБОГАЩЕННОГО ИЗОТОПОМ ^{29}Si , МЕТОДОМ ХРОМАТО-МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ

© А. Ю. Созин¹, О. Ю. Чернова¹, А. Д. Буланов^{1,2}

Статья поступила 26 января 2016 г.

Методом хромато-масс-спектрометрии исследован примесный состав силана, обогащенного изотопом кремния ^{29}Si до 99,9 % ат. Идентифицированы 32 примесных вещества: углеводороды $\text{C}_3 - \text{C}_9$, алкилсиланы, гомологи силана, силоксаны, фтортрисилоксан. Впервые получены масс-спектры примесей Si_2H_6 , Si_3H_8 , $n\text{-Si}_4\text{H}_{10}$, изо- Si_4H_{10} , $\text{Si}_2\text{H}_6\text{O}$, $\text{Si}_3\text{H}_8\text{O}_2$, $n\text{-Si}_4\text{H}_{10}\text{O}_3$, изо- $\text{Si}_4\text{H}_{10}\text{O}_3$, $\text{Si}_3\text{H}_7\text{FO}_2$, SiH_3CH_3 , $\text{SiH}_3\text{C}_2\text{H}_5$, $(\text{SiH}_3)_2\text{CH}_2$, $\text{Si}_2\text{H}_5\text{CH}_3$, $\text{SiC}_3\text{H}_{10}$, обогащенных изотопом кремния ^{29}Si .

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

Силан высокой чистоты является исходным веществом для получения высокочистого кремния, который

находит широкое применение в высокоточных технологиях. В последнее время возрастает научный

¹ Институт химии высокочистых веществ им. Г. Г. Девярых РАН, г. Нижний Новгород, Россия; e-mail: sozin@ihps.nnov.ru

² Нижегородский государственный университет им. Н. И. Лобачевского, г. Нижний Новгород, Россия.

интерес к исследованиям свойств изотопно-обогащенного кремния, а также созданию новых материалов и функциональных устройств на его основе. Он является перспективным для создания квантового компьютера, повышения теплопроводности элементов интегральных схем, уточнения числа Авогадро и других целей [1].

Получение высокочистого изотопно-обогащенного кремния основано на термическом разложении его гидроксида [2]. Наиболее вероятный путь поступления примесей в кремний — их переход из исходного силана, поэтому исследование примесного состава изотопно-обогащенного силана является актуальной задачей. Широкое применение для определения примесей в силане нашли методы газовой хроматографии, хромато-масс-спектрометрии и ИК-Фурье спектроскопии [3 – 5]. Наиболее перспективным из них, обладающим возможностью быстрой идентификации примесей и высокой чувствительностью их определения, является хромато-масс-спектрометрия. Этот метод применен для анализа силана природного изотопного состава и обогащенного изотопом ^{28}Si [4, 6 – 12]. В этих работах в силане были определены примеси постоянных газов, предельных, непредельных, ароматических и галоген-содержащих углеводородов, алкилсиланов, гомологов силана, силоксанов и их фторпроизводных. Данных по определению примесного состава силана, обогащенного изотопом ^{29}Si , не обнаружено.

Целью настоящей работы являлось исследование примесного состава изотопно-обогащенного силана $^{29}\text{SiH}_4$ методом хромато-масс-спектрометрии.

Изотопно-обогащенный силан $^{29}\text{SiH}_4$ содержал следующие изотопы кремния: ^{28}Si — $0,041 \pm 0,010$ %; ^{29}Si — $99,909 \pm 0,019$ %, ^{30}Si — $0,050 \pm 0,015$ % [13]. Изотопно-обогащенный силан был получен восстановлением изотопно-обогащенного тетрафторида кремния [13, 14]. Исследован силан, очищенный методом низкотемпературной ректификации, и его фракции, обогащенные примесями. Анализ силана проводили с использованием хромато-масс-спектрометра Agilent 6890/MSD 5973N. Масс-спектры регистрировали в режиме ионизации электронным ударом (энергия электронов — 70 эВ). Температура источника ионов составляла 150 °С, температура квадрупольного фильтра масс — 106 °С, температура интерфейса — 200 °С. Для разделения примесей использовали капиллярную адсорбционную колонку 25 м $\times$ 0,26 мм, $df = 0,25$ мкм с сорбентом политриметилсилилпропином [15]. В качестве газа-носителя применяли гелий марки 7.0 (ТУ 0271-001-45905715-02). Линейная скорость газа-носителя в колонке составляла 30 см/с. Начальная температура колонки — 30 °С (8 мин), затем ее повышали со скоростью 10 °С/мин до 130 °С и выдерживали до окончания анализа. Во время выхода из колонки основного компонента (силана) питание детектора отключали для исключения перегорания катода ионного источника.

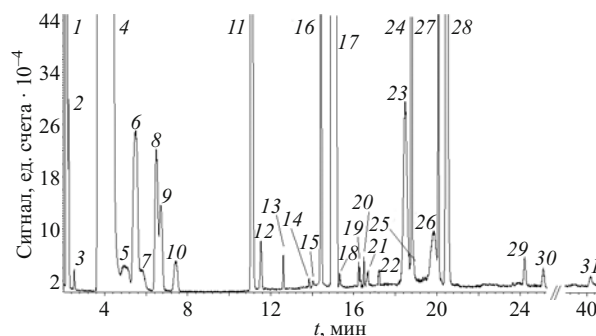


Рис. 1. Хроматограмма образца силана $^{29}\text{SiH}_4$, полученная с использованием колонки с сорбентом политриметилсилилпропином (25 м $\times$ 0,26 мм, $df = 0,25$ мкм): 1 — CH_3SiH_3 ; 2 — C_3H_6 ; 3 — C_3H_8 ; 4 — Si_2H_6 , Si_2OH_6 ; 5 — $\text{C}_2\text{H}_5\text{SiH}_3$; 6 — C_4H_8 (2-метилпроп-1-ен); 7 — *изо*- C_4H_{10} ; 8 — C_4H_8 (бут-1-ен); 9 — C_4H_8 (бут-2-ен); 10 — *н*- C_4H_{10} ; 11 — $(\text{SiH}_3)_2\text{CH}_2$; 12 — X_1 ; 13 — X_2 ; 14 — *н*- C_5H_{12} ; 15 — $\text{Si}_3\text{O}_2\text{FH}_7$; 16 — $\text{Si}_3\text{O}_2\text{H}_8$; 17 — Si_3H_8 ; 18 — C_6H_6 ; 19 — $(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{SiH}_2$; 20 — C_6H_{10} (3-метилциклопентен); 21 — C_6H_{10} (циклогексен); 22 — *н*- C_6H_{14} ; 23 — *изо*- $\text{Si}_4\text{O}_3\text{H}_{10}$ (тетрасилоксан); 24 — C_7H_8 (толуол); 25 — *н*- $\text{Si}_4\text{O}_3\text{H}_{10}$ (тетрасилоксан); 26 — *изо*- Si_4H_{10} ; 27 — *н*- C_7H_{16} ; 28 — *н*- Si_4H_{10} ; 29 — C_8H_{18} (2-метилгептан); 30 — *н*- C_8H_{18} ; 31 — *н*- C_9H_{20}

Время включения катода составляло 1,90 мин после начала анализа.

Дозирование силана в хроматографическую колонку осуществляли из системы пробоотбора из нержавеющей стали, описанной в работе [6]. Объем газообразной пробы, вводимый в колонку, составлял 50 мкл при давлении до 1 атм.

На рис. 1 приведена хроматограмма фракции $^{29}\text{SiH}_4$ со сконцентрированными примесями, на которой зарегистрирован 31 пик. Примеси, которым соответствуют хроматографические пики 2, 3, 6 – 11, 14, 18, 20 – 22, 24, 27, 29 – 31, идентифицированы сравнением экспериментальных масс-спектров с данными базы NIST как C_3H_6 , C_3H_8 , C_4H_8 (2-метилпроп-1-ен), *изо*- C_4H_{10} , C_4H_8 (бут-1-ен), C_4H_8 (бут-2-ен), *н*- C_4H_{10} , *н*- C_5H_{12} , C_6H_6 , C_6H_{10} (3-метилциклопентен), C_6H_{10} (циклогексен), *н*- C_6H_{14} , C_7H_8 (толуол), *н*- C_7H_{16} , C_8H_{18} (2-метилгептан), *н*- C_8H_{18} и *н*- C_9H_{20} . Коэффициенты подобия их масс-спектров и библиотечных составили 0,87 – 0,95.

На рис. 2 приведены масс-спектры силана природного изотопного состава и обогащенного изотопом ^{29}Si . Видно, что в масс-спектре $^{29}\text{SiH}_4$ не обнаружены ионы с массами 28 и 33, в элементный состав которых входят только изотопы ^{28}Si и ^{30}Si соответственно. Поэтому в составе других ионов доля этих изотопов кремния незначительна. Можно полагать, что масс-спектр $^{29}\text{SiH}_4$ составляют ионы $^{29}\text{Si}^+$, $^{29}\text{SiH}^+$, $^{29}\text{SiH}_2^+$ и $^{29}\text{SiH}_3^+$. Интенсивности пиков с m/z 29, 30, 31 и 32 (см. рис. 2, а) равны 28, 33, 100 и 82 % соответственно. Они близки к интенсивностям пиков с m/z 28, 29, 30 и 31 (см. рис. 2, б) в масс-спектре силана природного изотопного состава: 27, 29, 100 и 78 % соответственно. Следовательно, в масс-спектре $^{29}\text{SiH}_4$ по сравне-

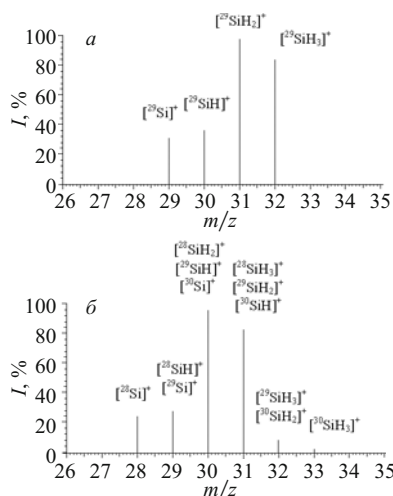


Рис. 2. Масс-спектр силана, обогащенного изотопом ^{29}Si (а) и силана природного изотопного состава (б)

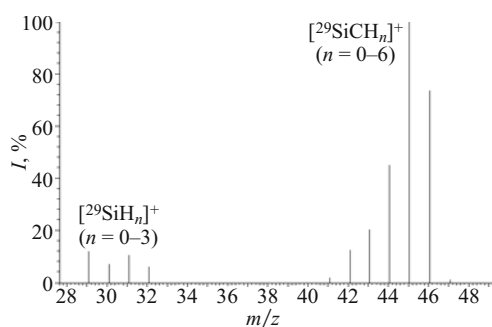


Рис. 3. Масс-спектр $^{29}\text{SiH}_3\text{CH}_3$

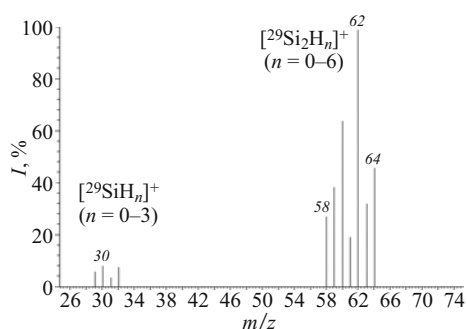


Рис. 4. Масс-спектр $^{29}\text{Si}_2\text{H}_6$

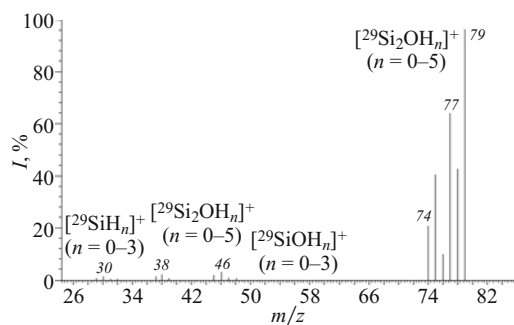


Рис. 5. Масс-спектр $^{29}\text{Si}_2\text{H}_6\text{O}$

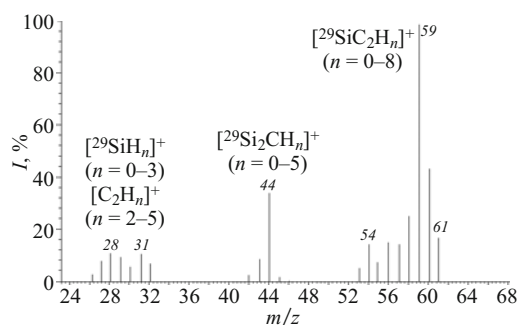


Рис. 6. Масс-спектр $^{29}\text{SiH}_3\text{C}_2\text{H}_5$

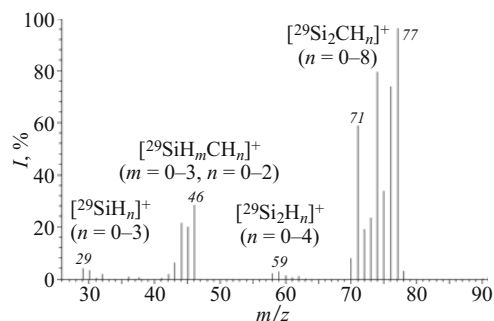


Рис. 7. Масс-спектр $(^{29}\text{SiH}_3)_2\text{CH}_2$

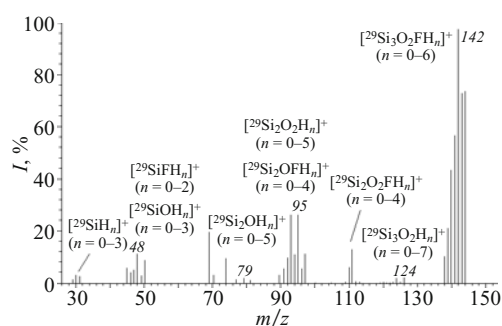
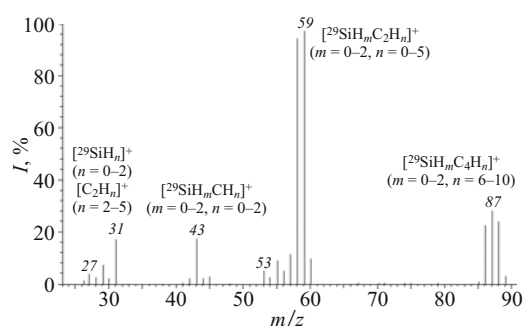
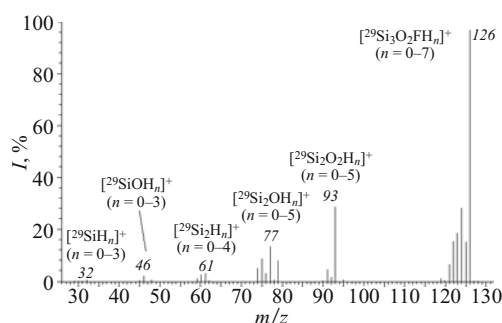
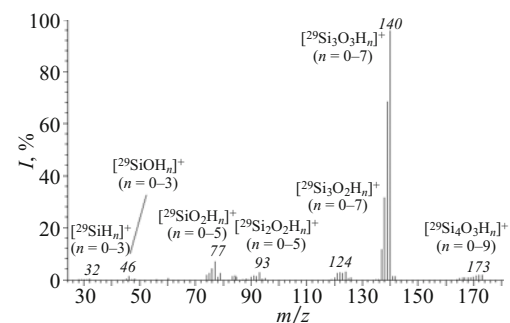
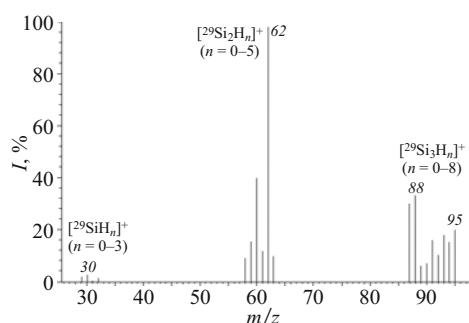
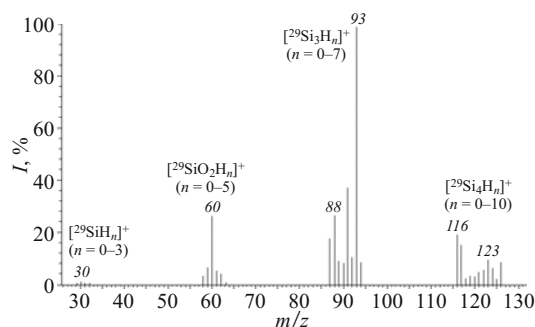
нию с SiH_4 массы основных ионов увеличились на 1 а.е.м., а отношения интенсивностей их пиков изменились незначительно.

Масс-спектры примесей, которым соответствуют хроматографические пики 1, 4, 5, 11, 15 – 17, 19, 23, 25, 26, 28, имели коэффициенты подобия с библиотечными, не превышающие 0,39. Во всех масс-спектрах присутствуют пики с m/z 29 – 32, характерные для $^{29}\text{SiH}_4$. Это указывает на их возможную принадлежность кремнийсодержащим примесям. Идентификацию этих примесей осуществляли с использованием

данных по временам удерживания кремнийсодержащих веществ [9], а также сравнением их экспериментальных масс-спектров с известными из литературы [4, 6, 9]. Сравнение времен удерживания показало, что данными примесями могут являться алкилпроизводные силана, его гомологи, полисилоксаны и фтортрисилоксан.

На рис. 3 – 13 представлены экспериментальные масс-спектры рассматриваемых примесей и указан состав ионов, соответствующих каждой группе пиков.

При сравнении экспериментальных масс-спектров с приведенными в базе данных NIST (SiH_3CH_3 , $\text{SiH}_3\text{C}_2\text{H}_5$, $(\text{SiH}_3)_2\text{CH}_2$, Si_3H_8 и $(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{SiH}_2$) и работах [4, 6, 9] (Si_2H_6 , $n\text{-Si}_4\text{H}_{10}$, $\text{изо-Si}_4\text{H}_{10}$, $\text{Si}_2\text{H}_6\text{O}$, $\text{Si}_3\text{H}_8\text{O}_2$, $n\text{-Si}_4\text{H}_{10}\text{O}_3$, $\text{изо-Si}_4\text{H}_{10}\text{O}_3$, $\text{Si}_3\text{H}_7\text{FO}_2$) видны группы пиков с одинаковыми отношениями интенсивностей. Однако массы соответствующих ионов отличаются на 1 а.е.м., если фрагментный ион содержит 1 атом крем-

Рис. 8. Масс-спектр $^{29}\text{Si}_3\text{O}_2\text{FH}_7$ Рис. 11. Масс-спектр примеси $(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{SiH}_2$ Рис. 9. Масс-спектр $^{29}\text{Si}_3\text{H}_8\text{O}_2$ Рис. 12. Масс-спектр изо- $^{29}\text{Si}_4\text{H}_{10}\text{O}_3$ и n - $^{29}\text{Si}_4\text{H}_{10}\text{O}_3$ Рис. 10. Масс-спектр $^{29}\text{Si}_3\text{H}_8$ Рис. 13. Масс-спектр изо- $^{29}\text{Si}_4\text{H}_{10}$ и n - $^{29}\text{Si}_4\text{H}_{10}$

ния, и на 2, 3 или 4 а.е.м. при наличии 2, 3 или 4 атомов кремния в его составе соответственно. Это возможно при замене изотопа ^{28}Si на изотоп ^{29}Si . Следовательно, примеси, содержащие атомы кремния, являются изотопно-обогащенными.

Примеси, которым соответствуют хроматографические пики 12 и 13, не удалось идентифицировать по временам удерживания и сравнением масс-спектров с известными из литературных источников. В основу идентификации этих соединений было положено восстановление их состава и структуры по осколочным ионам, образованным в результате диссоциативной ионизации электронным ударом.

На рис. 14 приведен масс-спектр примеси 12: видны четыре группы пиков ионов с m/z 29 – 32, 42 – 46, 58 – 63 и 70 – 79.

Пики ионов с массами 29 – 32 а.е.м. могут соответствовать ионам $[^{29}\text{SiH}_n]^+$, где $n = 0 - 3$, поскольку

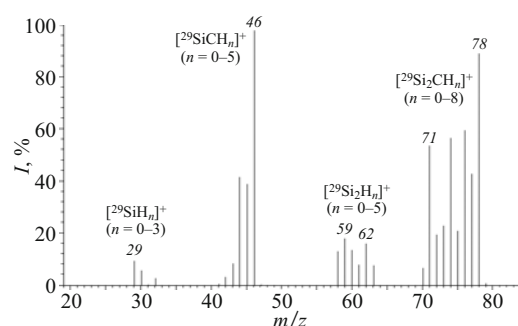


Рис. 14. Масс-спектр примеси 12

они присутствуют во всех масс-спектрах кремнийсодержащих примесей $^{29}\text{SiH}_4$. Группа пиков ионов с массами 58 – 63 а.е.м. характерна для гомологов силана (см. рис. 4, 10, 12), ее составляют ионы $[^{29}\text{Si}_2\text{H}_n]^+$,

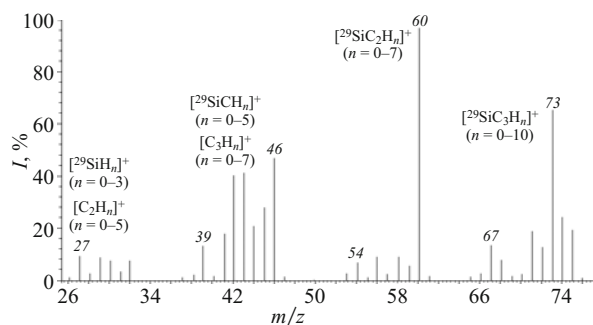


Рис. 15. Масс-спектр примеси 13

где $n = 0 - 5$. Поэтому наиболее вероятно принадлежность исследуемой примеси к производным дисилана. Наиболее интенсивный пик с m/z 78 может принадлежать молекулярному иону. Тогда разница между пиками с m/z 78 и 63 составляет 15 а.е.м., что может соответствовать фрагменту CH_3 . Наличие одного атома углерода в молекуле подтверждается тем, что интенсивность пика с m/z 79 относительно пика с m/z 78 составляет 1 %. Это в пределах погрешности соответствует природному соотношению изотопов ^{12}C и ^{13}C [16]. В этом случае пики с m/z 70 – 78 образованы ионами $[\text{Si}_2\text{CH}_n]^+$, где $n = 0 - 8$. Фрагментация происходит в результате потери частиц CH_3 (пики с m/z 58 – 63, образованные ионами $[\text{Si}_2\text{H}_n]^+$, где $n = 0 - 5$). Пики с m/z 42 – 46 соответствуют ионам $[\text{SiCH}_n]^+$, где $n = 0 - 5$, а с m/z 29 – 32 — ионам $[\text{SiH}_n]^+$, где $n = 0 - 3$. Таким образом, данная примесь является метилдисиланом, обогащенным изотопом ^{29}Si .

Масс-спектр примеси 13 приведен на рис. 15.

Как и в вышерассмотренном случае, в нем можно выделить четыре группы пиков. Интенсивные пики с самым большим значением m/z в этих группах соответствуют ионам с массой 32, 46, 60 и 77 а.е.м. Пики с m/z 29 – 32 и 41 – 46 характерны для масс-спектра обогащенного изотопом ^{29}Si метилсилана. Если высокоинтенсивный пик с m/z 75 образован молекулярным ионом, а интенсивность пика с m/z 76 составляет 3,2 % от его интенсивности, то можно полагать, что в молекуле данного вещества три атома углерода. Эта примесь может иметь формулу $\text{C}_3\text{H}_{10}\text{Si}$. Тогда пики с m/z 65 – 77 образованы ионами $[\text{SiC}_3\text{H}_n]^+$, где $n = 0 - 10$. При потере частицы CH_3 формируется группа пиков с m/z 53 – 60, образованная ионами $[\text{SiC}_2\text{H}_n]^+$, где $n = 0 - 7$. Группа пиков с m/z 41 – 46 может быть образована ионами $[\text{SiCH}_n]^+$, где $n = 0 - 5$, на нее налагается группа пиков с m/z 37 – 43, формируемых ионами $[\text{C}_3\text{H}_n]^+$, где $n = 0 - 7$. Группу пиков с m/z 26 – 32 составляют ионы $[\text{C}_2\text{H}_n]^+$, где $n = 2 - 5$, и $[\text{SiH}_n]^+$, где $n = 0 - 3$. Данная примесь не является триметилсиланом, поскольку ее ионы отличаются не только увеличением массы на 1 а.е.м., но и относительной интенсивностью пиков по сравнению с масс-спектром, приведенным в библиотеке NIST. Она

может представлять собой *n*-пропил-, изопропил- или метилэтилсилан, обогащенный изотопом ^{29}Si .

Таким образом, в силане идентифицированы примеси углеводородов $\text{C}_1 - \text{C}_9$, бензола, толуола, гомологов силана $\text{Si}_2 - \text{Si}_4$, силоксанов, фтортрисилоксана, алкилсиланов. Впервые установлено наличие примесей 3-метилциклопентена, циклогексена, 2-метилгептана, метилдисилана и примеси, отвечающей формуле $^{29}\text{SiC}_3\text{H}_{10}$. Показано, что все кремнийсодержащие примеси обогащены изотопом ^{29}Si .

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 примеси, содержащиеся в изотопно-обогащенном тетрафториде кремния и гидриде кальция [17, 18]. Изотопно-обогащенные гомологи силана образуются в результате реакции конденсации продуктов разложения силана и дисилана [19]. Примеси силоксанов, в том числе фторсодержащих, могут образовываться при взаимодействии силана и тетрафторида кремния с примесями воды [20].

Таким образом, методом хромато-масс-спектрометрии определен примесный состав силана $^{29}\text{SiH}_4$. В нем идентифицированы 32 примесных вещества, из них пять — впервые по сравнению с составом примесей в SiH_4 и $^{28}\text{SiH}_4$. Этими веществами являются 3-метилциклопентен, циклогексен, 2-метилгептан, метилдисилан и $\text{SiC}_3\text{H}_{10}$. Примеси $\text{Si}_2\text{H}_5\text{CH}_3$, $\text{SiC}_3\text{H}_{10}$ идентифицированы по осколочным ионам при ионизации электронным ударом. Впервые получены масс-спектры примесей Si_2H_6 , Si_3H_8 , *n*- Si_4H_{10} , изо- Si_4H_{10} , $\text{Si}_2\text{H}_6\text{O}$, $\text{Si}_3\text{H}_8\text{O}_2$, *n*- $\text{Si}_4\text{H}_{10}\text{O}_3$, изо- $\text{Si}_4\text{H}_{10}\text{O}_3$, $\text{Si}_3\text{H}_7\text{FO}_2$, SiH_3CH_3 , $\text{SiH}_3\text{C}_2\text{H}_5$, $(\text{SiH}_3)_2\text{CH}_2$, $(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{SiH}_2$, $\text{Si}_2\text{H}_5\text{CH}_3$, $\text{SiC}_3\text{H}_{10}$, обогащенных изотопом кремния ^{29}Si .

ЛИТЕРАТУРА

1. Becker P. The silicon-28 path to the Avogadro constant — first experiments and outlook / IEEE Trans. Instrum. Measurement. 1995. Vol. 45. P. 522 – 525.
2. Девятых Г. Г., Буланов А. Д., Гусев А. В. Получение высокочистого моноизотопного кремния-28 / Доклады АН. 2001. Т. 376. № 4. С. 492 – 493.
3. Крылов В. А. Анализ высокочистых летучих веществ / Журн. аналит. 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. Vol. 114. P. 1649 – 1653.
5. Чупров Л. А., Сенников П. Г., Тохадзе К. Г. и др. Примеси в тетрафториде кремния и получаемом из него силане по данным ИК-Фурье-спектроскопии высокого разрешения / Неорг. матер. 2006. Т. 42. № 8. С. 1017 – 1024.
6. Крылов В. А., Чернова О. Ю., Созин А. Ю. Хромато-масс-спектрометрическая идентификация примесей в изотопно-обогащенном силане / Масс-спектрометрия. 2007. № 4. С. 125 – 130.
7. Крылов В. А., Сенников П. Г., Чернова О. Ю. и др. Молекулярный анализ изотопно-обогащенного $^{28}\text{SiF}_4$ и получаемого из него $^{28}\text{SiH}_4$ / Неорг. матер. 2008. Т. 44. № 7. С. 871 – 877.
8. Крылов В. А., Созин А. Ю., Зорин В. А. и др. Хромато-масс-спектрометрическое определение примесей в изотопно-обогащенном силане высокой чистоты / Масс-спектрометрия. 2008. Т. 4. С. 225 – 233.

9. Крылов В. А., Чернова О. Ю., Созин А. Ю. Хромато-масс-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 für die elektronik-industrie-synthese, reinigung und charakterisierung / Chem. Ing. Tech. 1988. Vol. 60. N 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. Vol. 48. P. 19 – 22.
12. Cambria T., McManus J. Identification and removal of impurities in silane and dichlorsilane gas streams / Solid State Technol. 1990. Vol. 50. P. 95 – 98.
13. Буланов А. Д., Трошин О. Ю., Котков А. П. и др. Получение высокочистых моноизотопных силанов $^{29}\text{SiH}_4$ и $^{30}\text{SiH}_4$ / Перспективные материалы. 2010. Спец. вып. 8. С. 341 – 344.
14. Девятых Г. Г., Дианов Е. М., Буланов А. Д. и др. Получение высокочистого моноизотопного силана: $^{28}\text{SiH}_4$, $^{29}\text{SiH}_4$, $^{30}\text{SiH}_4$ / Доклады АН. 2003. Т. 391. № 5. С. 638 – 639.
15. Березкин В. Г., Королев А. А., Хотимский В. С. Политриметил-силлилпропин как адсорбент в капиллярной газовой хроматографии / Доклады АН. 2000. Т. 370. С. 200 – 204.
16. Лебедев А. Т. Масс-спектрометрия в органической химии. — М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2003. — 493 с.
17. Крылов В. А., Сорочкина Т. Г. Газохроматографическое определение микропримесей углеводородов $\text{C}_1 - \text{C}_4$ в тетрафториде кремния высокой чистоты / Журн. аналит. химии. 2005. Т. 60. № 12. С. 1262 – 1266.
18. Трошин О. Ю. Получение высокочистого моноизотопного силана Si^{28}H_4 : дис. ... канд. хим. наук. — Н. Новгород, 2004. 103 с.
19. Брауэр Г. Руководство по неорганическому синтезу. Т. 3. — М.: Мир, 1985. — 392 с.
20. Белов Е. П. Моносилан в технологии полупроводниковых материалов. — М.: НИИТЭХИМ, 1989. — 37 с.
- ane [Gas chromatography-mass-spectrometric identification of impurities in isotopically enriched silane] / Mass-spektrometriya. 2007. N 4. P. 125 – 130 [in Russian].
7. Krylov V. A., Sennikov P. G., Chernova O. Yu., et al. Molekulyarnyi analiz izotopno-obogashchennogo $^{28}\text{SiF}_4$ i poluchaemogo iz nego $^{28}\text{SiH}_4$ [Molecular analysis of isotope-enriched $^{28}\text{SiF}_4$ and obtained from him $^{28}\text{SiH}_4$] / Neorg. Mater. 2008. Vol. 44. N 7. P. 871 – 877 [in Russian].
8. Krylov V. A., Sozin A. Yu., Zorin V. A., et al. Khromatomass-spektrometricheskoe opredelenie primesei v izotopno-obogashchennom silane vysokoi chistoty [Gas chromatography-mass spectrometric determination of impurities in isotopically enriched high-purity silane] / Mass-spektrometriya. 2008. N 4. P. 225 – 233 [in Russian].
9. Krylov V. A., Chernova O. Yu., Sozin A. Yu. Khromato-mass-spektrometricheskaya identifikatsiya primesei v silane prirodnogo izotopnogo sostava i obogashchennom ^{28}Si [Chromatography-mass spectrometric identification of impurities in silane natural isotopic composition and enriched ^{28}Si] / Analit. Kontrol'. 2011. Vol. 5. N 4. P. 421 – 428 [in Russian].
10. Klokner H. J., Eschwey M. Hochreines monosilan für die elektronik-industrie-synthese, reinigung und charakterisierung / Chem. Ing. Tech. 1988. Vol. 60. N 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. Vol. 48. P. 19 – 22.
12. Cambria T., McManus J. Identification and removal of impurities in silane and dichlorsilane gas streams / Solid State Technol. 1990. Vol. 50. P. 95 – 98.
13. Bulanov A. D., Troshin O. Yu., Kotkov A. P., et al. Poluchenie vysokochistyykh monoizotopnykh silanov $^{29}\text{SiH}_4$ i $^{30}\text{SiH}_4$ [Production of high-purity monoisotopic silanes $^{29}\text{SiH}_4$ and $^{30}\text{SiH}_4$] / Persp. Mater. 2010. Spec. Issue 8. P. 341 – 344 [in Russian].
14. Devyatikh G. G., Dianov E. M., Bulanov A. D., et al. Poluchenie vysokochistogo monoizotopnogo silana: $^{28}\text{SiH}_4$, $^{29}\text{SiH}_4$, $^{30}\text{SiH}_4$ [Production of high-purity monoisotopic silane: $^{28}\text{SiH}_4$, $^{29}\text{SiH}_4$, $^{30}\text{SiH}_4$] / Dokl. Akad. Nauk. 2003. Vol. 391. N 5. P. 638 – 639 [in Russian].
15. Berezkin V. G., Korolev A. A., Khotimskii V. S. Politrimetilsililpropin kak adsorbent v kapillyarnoi gazovoi khromatografii [Polytrimethylsilylpropyn as adsorbent in capillary gas chromatography] / Dokl. Akad. Nauk. 2000. Vol. 370. N 3. P. 200 – 204 [in Russian].
16. Lebedev A. T. Mass-spektrometriya v organicheskoi khimii [Mass-spectrometry in organic chemistry]. — Moscow: BINOM. Laboratoriya znaniy, 2003. — 493 p. [in Russian].
17. Krylov V. A., Sorochkina T. G. Gazokhromatograficheskoe opredelenie mikroprimesei uglevodorodov $\text{C}_1 - \text{C}_4$ v tetrafluoride kremniya vysokoi chistoty [Gas chromatographic determination of trace hydrocarbons $\text{C}_1 - \text{C}_4$ in the high-purity silicon tetrafluoride] / Zh. Analit. Khimii. 2005. Vol. 60. N 12. P. 1262 – 1266 [in Russian].
18. Troshin O. Yu. Poluchenie vysokochistogo monoizotopnogo silana Si^{28}H_4 [Production of high-purity monoisotopic silane Si^{28}H_4]. Author's Abstract of Candidate's Thesis. — N. Novgorod, 2004. — 103 p. [in Russian].
19. Brauer G. Rukovodstvo po neorganicheskomu sintezu [Guidance on inorganic synthesis]. Vol. 3. — Moscow: Mir, 1985. — 392 p. [Russian translation].
20. Belov E. P. Monosilan v tekhnologii poluprovodnikovyykh materialov [Monosilane in technology of semiconductor materials]. — Moscow: Izd. NIITEKHIM, 1989. — 37 p. [in Russian].

REFERENCES