**Буланов, Андрей Дмитриевич.**  
Получение высокочистых моноизотопных силанов 28SiH4, 29SiH4 и 30SiH4 : диссертация ... доктора химических наук : 02.00.01. - Нижний Новгород, 2005. - 270 с. : ил.

## Оглавление диссертациидоктор химических наук Буланов, Андрей Дмитриевич

ВВЕДЕНИЕ. ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ. ЦЕЛИ И 6 ЗАДАЧИ ИССЛЕДОВАНИЯ.

ГЛАВА 1. Основные физико-химические свойства, методы получения, глубокой очистки и анализа SiF4, SiH4 и СаН2 (литературный обзор).

1.1. Свойства тетрафторида кремния.

1.1.1. Химические свойства тетрафторида кремния.

1.1.2. Физико-химические свойства тетрафторида кремния.

1.2. Методы получения тетрафторида кремния.

1.3. Методы глубокой очистки тетрафторида кремния.

1.3.1. Химические методы очистки.

1.3.2. Сорбционные методы очистки.

1.3.3. Методы очистки диффузией через мембраны.

1.3.4. Очистка SiF4 дистилляцией и сублимацией.

1.4. Методы анализа тетрафторида кремния.

1.4.1. ИК-спектроскопия.

1.4.2. Газовая хроматография.

1.4.3. Масс-спектрометрия.

1.4.4. Атомно-эмиссионный анализ.

1.4.5. Методы изотопного анализа SiF4.

1.5. Методы разделения изотопов кремния.

1.5.1. Физико-химические методы.

1.5.2. Электромагнитный метод масс-сепарации.

1.5.3. Оптические методы.

1.5.4. Молекулярно-кинетические методы.

1.6. Способы выделения кремния из тетрафторида кремния.

1.7. Свойства моносилана.

1.7.1. Химические свойства моносилана.

1.7.2. Физико-химические свойства моносилана.

1.8. Методы глубокой очистки силана.

1.9. Методы анализа силана.

1.10. Методы получения гидрида кальция и его физико- 79 химические свойства.

1.11. Схема получения высокочистых моноизотопных 82 силанов.

ГЛАВА 2. Получение высокочистого тетрафторида кремния.

2.1. Получение тетрафторида кремния.

2.2. Глубокая очистка тетрафторида кремния.

2.2.1. Оценка значения коэффициента разделения для 87 основных примесей в тетрафториде кремния при равновесии жидкость-пар.

2.2.2. Экспериментальное определение коэффициента 93 разделения для примесей Si20F6 и SiOF2 в SiF4.

2.2.3. Глубокая очистка тетрафторида кремния методом 98 ректификации.

2.3. Определение некоторых физико-химических свойств высокочистого тетрафторида кремния.

2.3.1. Уравнение состояния высокочистого тетрафторида 104 кремния.

2.3.2. Изучение диаграммы состояния высокочистого 110 тетрафторида кремния.

ГЛАВА 3. Анализ тетрафторида кремния.

3.1. Определение примесей в тетрафториде кремния.

3.1.1. Масс-спектрометрический метод.

3.1.2. Химико-атомно-эмиссионный метод.

3.1.3. ИК-спектроскопический метод.

3.1.4. Газохроматографический метод.

3.2. Изотопный анализ тетрафторида кремния.

ГЛАВА 4. Получение высокочистого моноизотопного силана.

4.1. Получение высокочистого СаНг.

4.2. Получение силана по реакции тетрафторида кремния 156 с гидридом кальция.

4.2.1. Термодинамическая характеристика реакции.

4.2.2. Синтез силана в проточной системе.

4.3. Синтез силана в замкнутой системе.

4.3.1. Влияние начального давления тетрафторида кремния 172 в реакторе на степень превращения реагентов.

4.3.2. Влияние начальной температуры на степень превращения реагентов.

4.3.3. Влияние дисперсности гидрида кальция на степень превращения реагентов.

4.3.4. Влияние количественного соотношения реагентов на 177 степень превращения S1F4

4.3.5. Определение выхода силана в процессе синтеза.

4.4. Получение моноизотопных силанов 28SiH4, 29SiH4 и 30SiH4.

4.5. Глубокая очистка моноизотопных силанов 28SiH4, 186 29SiHt и 30SiH4 методом ректификации.

ГЛАВА 5. Анализ моноизотопного силана.

5.1. Определение примесей в моноизотопном силане.

5.1.1. Хроматографический метод.

5.1.1.1. Определение содержания неорганического фтора.

5.1.1.2. Определение содержания углеводородов.

5.1.2. Химико-атомно-эмиссионный метод.

5.1.3. ИК-спектроскопический метод.

5.1.4. Определение содержания взвешенных частиц.

5.2. Изотопный анализ силана.

ГЛАВА 6. Обсуждение результатов.

6.1. Степень чистоты моноизотопного тетрафторида 206 кремния и факторы, ее определяющие.

6.2. Особенности и достоинства процесса получения 207 силана взаимодействием SiF4 с СаН2. 6.3. Степень чистоты полученных моноизотопных силанов.

6.4. Применение высокочистого моноизотопного силана.

6.4.1. Получение моноизотопного кремния.

6.4.2. Получение покрытия из моноизотопного на поверхности кварцевого тигля.

ВЫВОДЫ