

УДК 54.057:547.1'1681'211

ПОИСК ОПТИМАЛЬНЫХ УСЛОВИЙ ПРОВЕДЕНИЯ СИНТЕЗА ТРИМЕТИЛГАЛЛИЯ ПРЯМОЙ РЕАКЦИЕЙ СМЕСИ МЕТАЛЛОВ ГАЛЛИЯ И МАГНИЯ С ЙОДИСТЫМ МЕТИЛОМ В ЭФИРНОЙ СРЕДЕ

© 2012 г.

М.В. Ревин¹, А.Н. Артёмов¹, Е.В. Сазонова²¹ Нижегородский госуниверситет им. Н.И. Лобачевского² НИИ химии Нижегородского госуниверситета им. Н.И. Лобачевского

revinmaxim@rambler.ru

Поступила в редакцию 26.03.2012

Изложены результаты исследования по получению триметилгаллия прямой реакцией смеси галлий–магний с йодистым метилом в растворе амилового эфира. В ходе изучения установлено, что на выход триметилгаллия большое влияние оказывает протекание таких побочных процессов, как агломерация металлического галлия и дезалкилирование металлоорганических соединений избытком йодистого метила. Показано, что оптимальным мольным соотношением исходных реагентов, необходимым для достижения максимального выхода целевого продукта по данной методике, является Ga:Mg:CH₃I = 1:3:6.

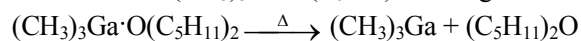
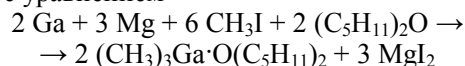
Ключевые слова: триметилгаллий, эпитаксия, синтез, анализ.

Среди возможных технологий получения полупроводниковых структур метод химического осаждения из газовой фазы с использованием металлоорганических соединений (MOCVD – Metalorganic chemical vapour deposition) завоевал признание как один из самых технологичных и экономичных способов промышленного получения соединений A^{III}B^V [1, 2]. Благодаря своей высокой летучести и термостабильности, триметилгаллий Ga(CH₃)₃ является основным прекурсором для выращивания тонких эпитаксиальных пленок GaAs с высокими электрофизическими параметрами [3]. Главными потребителями полупроводниковых структур GaAs являются предприятия радиоэлектронной промышленности РФ. В связи с этим, систематические исследования синтеза триметилгаллия, применяемого в качестве исходного вещества в процессах MOCVD, представляют собой актуальную, но в то же время довольно сложную задачу, так как данный метод должен обеспечивать не только высокий выход целевого продукта, но и минимальное содержание электрически активных примесей. Одним из самых пригодных способов синтеза триметилгаллия, отвечающего требованиям к получению прекурсоров для полупроводниковой техники, является взаимодействие смеси Ga/Mg с йодистым метилом в эфирной среде [4, 5]. Этот метод отличается наибольшей простотой исполнения, так как среди исходных веществ отсутствуют соединения, обладающие высокой реакционной способностью по отношению к окружающей среде, кислороду и влаге.

Цель нашей работы – подбор оптимальных условий проведения данного метода синтеза триметилгаллия для реализации его в промышленном масштабе.

Результаты и обсуждение

Взаимодействие смеси Ga/Mg с йодистым метилом в эфирной среде протекает в соответствии с уравнением



Наиболее удобным вариантом данного метода является проведение синтеза триметилгаллия в среде высококипящего эфира, такого как амиловый эфир [6–8]. В этом случае получение эфирата и его разложение происходит *in situ* в одной колбе и не требует предварительной отгонки растворителя.

Нами было установлено, что реализация рассматриваемого синтеза при стехиометрическом соотношении компонентов позволила выделить целевой продукт с выходом 52%. Одной из причин столь невысокого выхода триметилгаллия в данном опыте является протекание побочной реакции образующегося в реакционной смеси метилмагниййодида с избытком йодистого метила (реакция Вюрца) [9], сопровождающейся интенсивным газовыделением. Другим немаловажным фактором, снижающим выделение целевого продукта, является наблюдающийся в ходе синтеза процесс агломерации металлического галлия [10]. Действительно, в каждом из проведенных нами опытов на дне реакционной

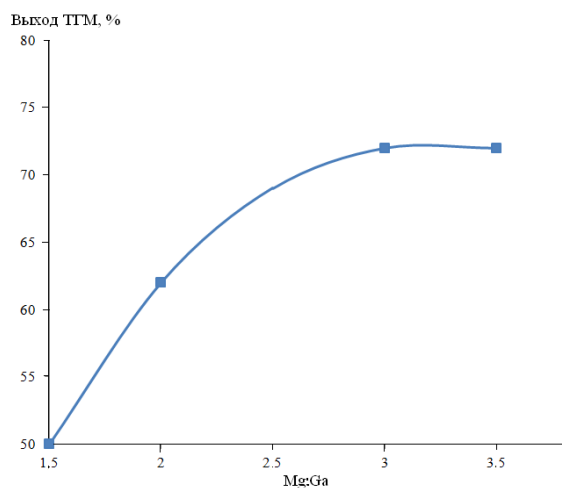


Рис. 1. Зависимость выхода $\text{Ga}(\text{CH}_3)_3$ от соотношения $\text{Mg}:\text{Ga}$

колбы оставался слиток непрореагировавшего металла, содержание Ga в котором по данным спектрального анализа превышало 99%. При этом замечено, что явление агломерации металла наиболее четко проявлялось с увеличением масштаба синтеза. Эти два побочных процесса существенным образом влияют на прохождение реакции и, естественно, снижают выход триметилгаллия. Поэтому было необходимо тщательно изучить исследуемый синтез с целью нахождения оптимальных условий его проведения.

Главное направление нашей работы заключалось в установлении зависимости выхода триметилгаллия от соотношения исходных веществ. Анализ взвешенного после вторичной перегонки полученного продукта осуществлялся методом ЯМР-спектроскопии, при этом выход $\text{Ga}(\text{CH}_3)_3$ рассчитывался относительно вступившего в реакцию галлия.

Одним из важнейших факторов, определяющих выход триметилгаллия, является соотношение металлов Mg и Ga в реакционной смеси. Эксперименты, проведенные в условиях избытка CH_3I в растворе амилового эфира, показали, что при увеличении мольного соотношения $\text{Mg}:\text{Ga}$ от 1.5 до 3.0 выход продукта постепенно возрастает с 50 до 72%, достигая своего максимального значения. Дальнейшее увеличение количества магния в системе не привело к повышению выхода триметилгаллия. Зависимость выхода $\text{Ga}(\text{CH}_3)_3$ от соотношения металлов Mg и Ga в реакционной смеси представлена на рис. 1. Согласно полученному графику, отношение реагентов $\text{Mg}:\text{Ga} = 3:1$ является оптимальным для этого синтеза.

Изучалось также влияние количества йодистого метила, взятого в реакцию. Исследование зависимости выхода триметилгаллия от концен-

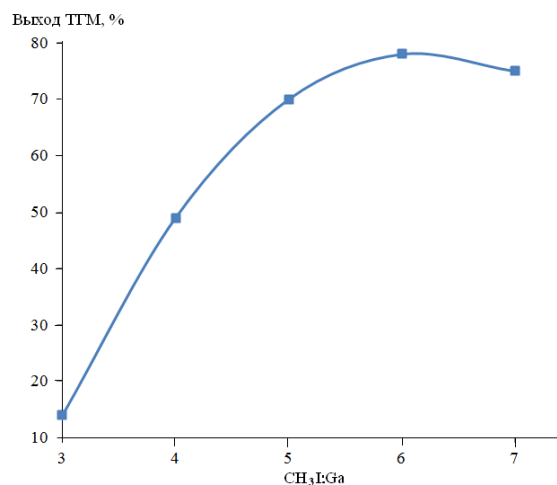


Рис. 2. Зависимость выхода $\text{Ga}(\text{CH}_3)_3$ от соотношения $\text{CH}_3\text{I}:\text{Ga}$

трации CH_3I в реакционной смеси проводилось при мольном соотношении $\text{Mg}:\text{Ga} = 3:1$. Полученные результаты представлены на рис. 2.

Содержание йодистого метила в процессе синтеза варьировалось мольным отношением $\text{CH}_3\text{I}:\text{Ga}$ в интервале от 3.0 до 7.0. Осуществление реакции при стехиометрическом соотношении $\text{Ga}:\text{CH}_3\text{I} = 1:3$ привело к низкому выходу (14%) триметилгаллия. Данный факт объясняется тем, что в условиях синтеза CH_3I реагирует преимущественно с Mg с образованием CH_3MgI . Увеличение содержания йодистого метила в реакционной смеси отразилось на резком повышении выделения целевого продукта. Как видно на приведенном рис. 2, максимальный выход $\text{Ga}(\text{CH}_3)_3$ (78%) наблюдается при проведении синтеза при отношении $\text{CH}_3\text{I}:\text{Ga}$, равном 6.0. Последующее понижение выхода триметилгаллия с увеличением концентрации йодистого метила в растворе вероятно связано с активным протеканием в процессе синтеза побочной реакции образующегося реактива Гриньяра с избытком CH_3I , приводящей к уменьшению содержания в реакционной смеси алкилирующего агента – метилмагниййодида. Таким образом, для поддержания высокого выхода конечного продукта приходится использовать избыток магния и йодистого метила по сравнению со стехиометрией реакции. Оптимальным мольным соотношением реагентов в этой реакции, согласно проведенным нами исследованиям, следует считать $\text{Ga}:\text{Mg}:\text{CH}_3\text{I} = 1:3:6$.

Известно, что роль донорной добавки состоит в иницировании реакции и облегчении выхода электрона с поверхности металла [11]. В связи с этим нами были осуществлены опыты по определению минимальных количеств эфира в данной реакции. Полученные результаты представлены на рис. 3.

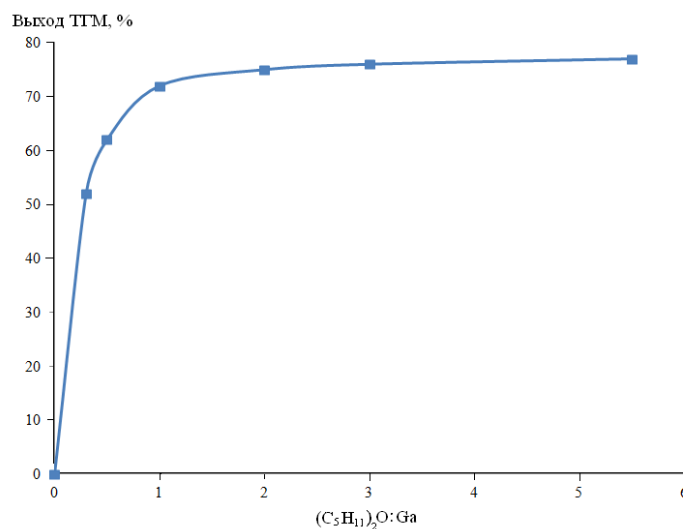
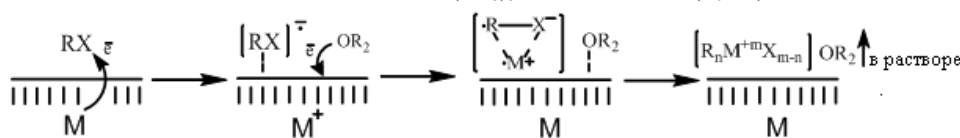
Рис. 3. Зависимость выхода $Ga(CH_3)_3$ от соотношения $(C_5H_{11})_2O:Ga$ 

Рис. 4. Предполагаемый механизм взаимодействия алкилгалогенида на поверхности металлических магния и галлия в растворе эфира

Предпринятая нами попытка проведения исследуемой реакции в отсутствие эфира оказалась безуспешной, тогда как введение незначительного количества амилового эфира (0.3 моля на один моль галлия) в качестве электронодонорной добавки способствует энергичному протеканию процесса с выходом триметилгаллия, равным 52%. Согласно приведенному рис. 3, существенное повышение выхода $Ga(CH_3)_3$ с увеличением концентрации эфира в реакционной смеси наблюдалось лишь до соотношения галлий:эфир = 1:1. Введение дополнительных количеств амилового эфира не привело к значительному увеличению количества выделяемого целевого продукта. Тем не менее, проведенные исследования говорят о том, что наибольший выход триметилгаллия (78%) наблюдается при реализации синтеза в условиях большого избытка эфира. Полученные результаты свидетельствуют о том, что амиловый эфир в процессе синтеза триметилгаллия выполняет роль активатора процесса и может действовать в количествах менее одного моля на моль металлического галлия. Каталитическое действие малых количеств эфира подтверждает мысль о том, что его присутствие в реакционной среде ограничивается адсорбцией на поверхности металлов, способствующей передаче электрона от металла на молекулу йодистого метила, и вытеснением образующегося металлоорганического соединения с поверхности металла в раствор. Избыток

эфира лишь несколько увеличивает скорость реакции, существенно не влияя на выход триметилгаллия. Предполагаемая схема протекания процесса окислительного присоединения алкилгалогенида на поверхности металлических Mg и Ga в среде электронодонорного растворителя – эфира представлена на рис. 4 [12].

Как показали проведенные нами опыты, осуществление реакции в амиловом эфире, взятом в количестве менее одного моля на моль галлия, приводило к образованию очень густой массы, которая не поддавалась равномерному перемешиванию. Поэтому для создания однородной реакционной смеси приходится использовать либо избыток дорогостоящего эфира, либо его смесь с инертным растворителем, например с предельным углеводородом, таким как декан. Выбор этого предельного углеводорода обусловлен тем, что в составе его молекулы отсутствуют электроактивные атомы, он не образует азеотропов с алкилами металлов, а его высокая температура кипения необходима для успешного разложения эфирата триметилгаллия, которое интенсивно протекает в температурном интервале 120–150°C.

Агломерация мелких кусочков галлия, согласно [10], может быть обусловлена быстрым разрушением оксидной пленки на их поверхности под действием реактива Гриньяра, образующегося за счет взаимодействия металлического

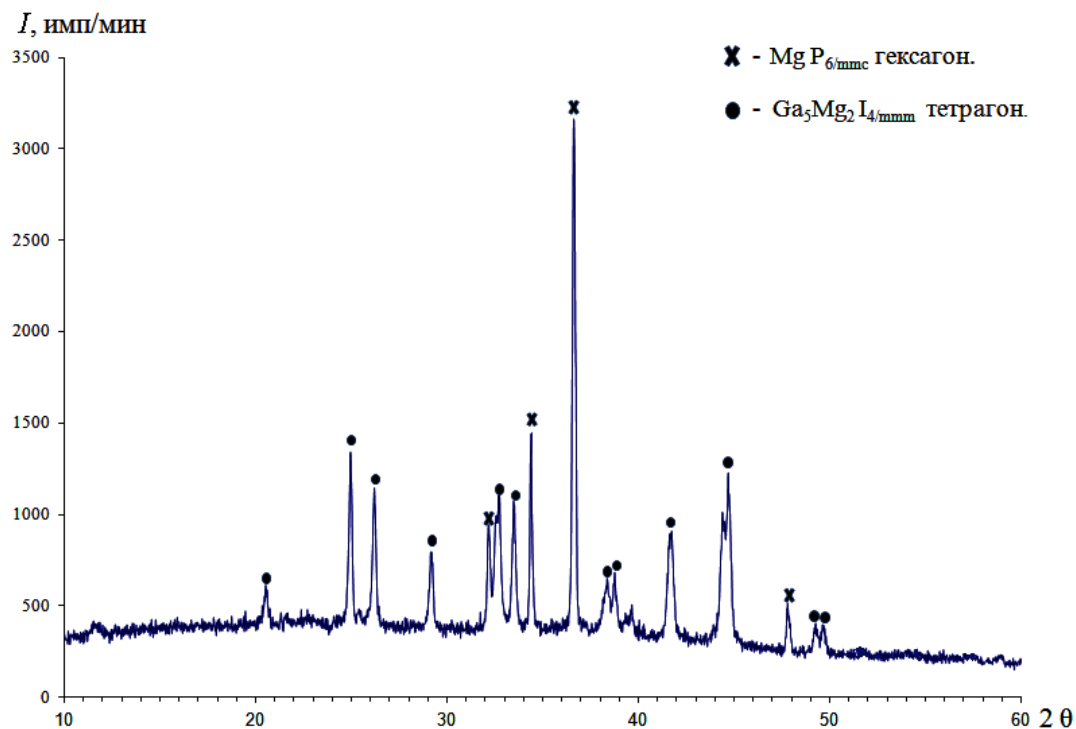


Рис. 5. Рентгенограмма смеси интерметаллида Ga_5Mg_2 с металлическим Mg

магния с йодистым метилом. В подтверждение литературных данных, осуществление синтеза триметилгаллия путем добавления смеси металлического галлия и йодистого метила к заранее приготовленному эфирному раствору метилмагниййодида показало, что в этом случае агломерация Ga составила 65%, а выход целевого продукта реакции в данном процессе не превысил 10%. В целях предотвращения слипания частиц металла нами были реализованы различные варианты проведения синтеза $Ga(CH_3)_3$, включающие в себя использование в качестве исходных веществ как измельченного до ультрадисперсного состояния галлия, так и заранее полученного сплава Ga/Mg. Диспергирование Ga осуществлялось в растворе амилового эфира воздействием на металл ультразвука, генерируемого ультразвуковой баней. Приготовление сплава Ga/Mg производилось в высокооборотной механической ножевой мельнице. Так, предварительно нагретая выше $30^\circ C$ смесь исходных металлов, взятых в мольном соотношении $Mg:Ga = 3:1$, подвергалась интенсивному перемешиванию в течение 10 минут, которое сопровождалось сильным экзотермическим эффектом. Образованный однородный, мелкодисперсный порошок представлял собой, по данным рентгенодифракционного анализа, смесь металлического магния с интерметаллидом состава Ga_5Mg_2 [13]. Рентгенограмма полученного металлического порошка приведена на рис. 5. Как показали проведенные нами исследования,

применение обоих способов в процессе синтеза триметилгаллия позволило снизить процент агломерации галлия с 20–25% до 5–10%, что, в свою очередь, способствовало увеличению количества вступившего в реакцию Ga и, как следствие, повышению выделения целевого продукта реакции.

Применение алкильных производных галлия в производстве полупроводниковых структур выдвигает повышенные требования к чистоте используемых соединений. Наиболее важными примесями, лимитирующими «электронную» чистоту триметилгаллия, являются летучие метильные производные элементов II и IV групп Периодической таблицы. Содержание металлов в образцах триметилгаллия контролировалось методами атомно-эмиссионной и атомно-абсорбционной спектроскопии. Результат спектрального анализа показал, что в полученном продукте суммарное содержание электрически активных примесей не превышает 10 ppm, что подтверждает возможность применения предложенной нами оптимизации прямого метода синтеза в технологии производства высокочистого триметилгаллия.

Экспериментальная часть

1. *Материалы.* В качестве исходных металлов в наших исследованиях были использованы: слиток металлического галлия квалификации

Таблица 1

Зависимость выхода Ga(CH₃)₃ от количества исходных веществ

№ синтеза	Масса реагентов, г (моль)				Выход Ga(CH ₃) ₃ [*] , г (%)
	Ga	Mg	CH ₃ I	(C ₅ H ₁₁) ₂ O	
1	35 (0.5)	18 (0.75)	213 (1.5)	237 (1.5)	23.9 (52)
2	35 (0.5)	18 (0.75)	355 (2.5)	395 (2.5)	23 (50)
3	35 (0.5)	24 (1)	355 (2.5)	395 (2.5)	28.5 (62)
4	35 (0.5)	36 (1.5)	355 (2.5)	395 (2.5)	33.1 (72)
5	35 (0.5)	42 (1.75)	355 (2.5)	395 (2.5)	33.1 (72)
6	35 (0.5)	36 (1.5)	213 (1.5)	395 (2.5)	6.4 (14)
7	35 (0.5)	36 (1.5)	284 (2)	395 (2.5)	22.5 (49)
8	35 (0.5)	36 (1.5)	355 (2.5)	395 (2.5)	33.1 (72)
9	35 (0.5)	36 (1.5)	426 (3)	395 (2.5)	35.9 (78)
10	35 (0.5)	36 (1.5)	497 (3.5)	395 (2.5)	34.5 (75)
11	35 (0.5)	36 (1.5)	426 (3)	0 (0)	0 (0)
12	35 (0.5)	36 (1.5)	426 (3)	23.7 (0.15)	23.9 (52)
13	35 (0.5)	36 (1.5)	426 (3)	39.5 (0.25)	28.1 (61)
14	35 (0.5)	36 (1.5)	426 (3)	79 (0.5)	33.6 (73)
15	35 (0.5)	36 (1.5)	426 (3)	158 (1)	34.5 (75)
16	35 (0.5)	36 (1.5)	426 (3)	237 (1.5)	35.4 (77)
17	35 (0.5)	36 (1.5)	426 (3)	434.5 (2.75)	35.9 (78)

* Выход Ga(CH₃)₃ рассчитывался относительно вступившего в реакцию галлия.

99.999 ГОСТ 12797-67, порошок магния МФП-3 ГОСТ 6001-79. Перед проведением синтеза исходные реагенты подвергались предварительной очистке и осушке. Амиловый эфир и декан перегонялись над металлическим натрием. Йодистый метил сушили над P₂O₅ с последующей перегонкой. Порошок металлического магния сушили в вакууме при температуре 150°C в течение 3 ч.

2. *Общая методика синтеза триметилгаллия с использованием смеси металлов галлия и магния.* Перед проведением синтеза установка, состоящая из трехгорлой колбы емкостью 1 л, снабженной высокооборотной механической мешалкой, обратным холодильником с краном для отбора флегмы и капельной воронкой с обратной связью, проверялась на герметичность, далее несколько раз последовательно вакуумировалась и заполнялась сухим аргоном. В токе аргона в реакционную колбу помещали металлический галлий, порошок магния, амиловый эфир. Йодистый метил прилили в капельную воронку. Далее к перемешиваемому при помощи механической мешалки содержимому колбы из капельной воронки приливали йодистый метил, скорость добавления которого контролировали поднимающейся температурой реакционной смеси, поддерживая ее в интервале 50–60°C. Процедура добавления CH₃I занимала 6 ч. Для завершения реакции содержимое колбы прогревали в течение 7 ч, постепенно повышая температуру до 120°C. Первые капли триметилгаллия появлялись в обратном холодильнике при температуре реакционной смеси 110°C. К концу

прогрева цвет реакционной смеси меняется с темно-серого на белый из-за образования йодида магния. Когда температура содержимого колбы достигает 130–135°C, происходит интенсивное образование в обратном холодильнике флегмы с температурой 54–60°C, при этой температуре начинается отбор целевого продукта. Для полного разложения оставшегося в колбе эфирата триметилгаллия температуру реакции плавно повышают до 160°C. Отгоняющийся продукт собирают в предварительно взвешенный металлический баллон, выполненный из нержавеющей стали. Полученный в синтезе триметилгаллий повторно перегоняют на колонке Вигрэ, собирая фракцию, кипящую в температурном интервале 55–57°C.

В ходе изучения зависимости выхода триметилгаллия от соотношения исходных веществ нами были апробированы 17 вариантов проведения синтеза. Количества исходных компонентов и выходы соответствующих реакций представлены в табл. 1.

3. *Методика синтеза триметилгаллия с применением ультрадисперсного галлия.* В предварительно проверенную на герметичность, откаченную и заполненную аргоном реакционную колбу, описанную в пункте 2, под током аргона помещают 35 г (0.5 моль) металлического галлия и приливают 300 мл амилового эфира. Колбу погружают в ультразвуковую водяную баню с температурой воды выше 30°C. После включения ультразвукового генератора бани образующуюся суспензию металла в эфире подвергают интенсивному перемешиванию с помощью

Таблица 2

Результаты спектрального анализа исходных веществ и образца триметилгаллия

Определяемые элементы	Массовая доля элемента, %		
	Ga	Mg	Ga(CH ₃) ₃
Ca	$9 \cdot 10^{-5}$	–	$4.5 \cdot 10^{-4}$
Cu	$2 \cdot 10^{-6}$	$2 \cdot 10^{-3}$	$6.1 \cdot 10^{-5}$
Mn	$< 5 \cdot 10^{-6}$	$3.2 \cdot 10^{-3}$	$5 \cdot 10^{-6}$
Al	$< 1 \cdot 10^{-5}$	$2.9 \cdot 10^{-3}$	$2.1 \cdot 10^{-4}$
Ni	$< 2 \cdot 10^{-6}$	$6.8 \cdot 10^{-4}$	$2.1 \cdot 10^{-6}$
Mg	$6 \cdot 10^{-5}$	Основа (99.965)	$2.1 \cdot 10^{-4}$
Zn	$5 \cdot 10^{-6}$	–	$4.1 \cdot 10^{-5}$
Sn	$< 6 \cdot 10^{-5}$	–	$< 5 \cdot 10^{-6}$
Pb	$< 6 \cdot 10^{-6}$	$2 \cdot 10^{-3}$	$1.7 \cdot 10^{-5}$
Fe	$6.7 \cdot 10^{-4}$	$2 \cdot 10^{-2}$	$5.7 \cdot 10^{-5}$
Si	$< 3 \cdot 10^{-5}$	$3.9 \cdot 10^{-3}$	$1.3 \cdot 10^{-5}$
Cr	$< 1 \cdot 10^{-5}$	$5.8 \cdot 10^{-5}$	$1.2 \cdot 10^{-5}$
Cd	$< 1 \cdot 10^{-5}$	–	$3.9 \cdot 10^{-4}$

высокооборотной механической мешалки в течение 20 минут. Затем баню удаляют, а реакционную смесь продолжают перемешивать для сохранения высокой дисперсности металла. Далее под током аргона в колбу помещают 36 г (1.5 моль) порошка металлического магния, а в капельную воронку – 186 мл (3 моль) йодистого метила. Последующие операции аналогичны методике, описанной в пункте 2. После отгонки триметилгаллия на дне реакционной колбы обнаружено 1.8 г непрореагировавшего галлия. В результате повторной перегонки получено 42 г целевого продукта. Выход триметилгаллия с учетом вступившего в реакцию галлия составил 77%.

4. *Методика синтеза триметилгаллия с применением галлий–магниевого сплава.* Нагретую выше 30°C смесь 35 г (0.5 моль) металлического галлия и 36 г (1.5 моль) магния помещают в выполненный из нержавеющей стали размольный контейнер механической ножевой мельницы. Последующее высокооборотное перемешивание в течение 10 минут, сопровождающееся значительным выделением теплоты, приводит к образованию однородного металлического порошка магния с интерметаллидом состава Ga₅Mg₂. Полученную смесь помещают в предварительно проверенную на герметичность, откаченную и заполненную аргоном реакционную колбу, описанную в пункте 2. Далее под током аргона в колбу приливают 300 мл амилового эфира, а в капельную воронку – 186 мл (3 моль) йодистого метила. Последующие операции аналогичны методике, описанной в пункте 2. Количество непрореагировавшего галлия на дне реакционной колбы составило 3.5 г. В результате повторной перегонки получено 39.3 г целевого продукта. Выход триметилгаллия с учетом вступившего в реакцию металлического галлия – 76%.

5. *Методы анализа.* Спектры ЯМР регистрировались на спектрометре «Bruker Avance 400» с рабочей частотой 400 МГц. Химико-спектральный анализ на содержание примесей металлов осуществлялся на атомно-эмиссионном спектрографе PGS-2 с фотоэлектрической приставкой ФЭП–454 М и на атомно-абсорбционном спектрофотометре «Квант-2АТ». Определение фазового состава галлий–магниевого смеси проводилось на рентгеновском порошковом дифрактометре Shimadzu LabX XRD-6000.

ЯМР ¹H (C₆D₆, δ, м.д., J/Гц): - 0.11 (с, 9 H, CH₃).

Микропримесный состав исходных веществ и полученного образца триметилгаллия представлен в табл. 2.

Заключение

В результате проведенного нами исследования были выявлены основные закономерности прохождения процесса и на их основе разработаны оптимальные условия осуществления этой реакции. Показано, что протекание в процессе синтеза таких побочных процессов, как дезалкилирование металлоорганических соединений йодистым метилом и агломерация металлического галлия, снижают выход целевого продукта реакции, что накладывает существенные ограничения на реализацию данного метода в промышленном масштабе. Для поддержания высокого выхода триметилгаллия в данной реакции нами предложено использовать избыток магния и йодистого метила, наиболее оптимальным мольным соотношением является Ga:Mg:CH₃I = 1:3:6. Вместе с тем, для снижения агломерации галлия в процессе синтеза было использовано предварительное измельчение металлического галлия с помощью ультразвука, а также механическая обработка смеси магния и галлия в высокооборотной механической ноже-

вой мельнице, приводящая к образованию мелкодисперсной смеси магния и интерметаллида состава Ga_5Mg_2 .

Анализ образцов триметилгаллия, полученных в результате проведения данной работы, показал эффективность использования прямого взаимодействия смеси галлий–магний с йодистым метилом в эфирной среде для получения высокочистого триметилгаллия, пригодного для выращивания эпитаксиальных слоев полупроводниковых структур GaAs методом MOCVD.

Работа выполнена в рамках ФЦП «Разработка, восстановление и организация производства стратегических, дефицитных и импортозамещающих материалов и малотоннажной химии для вооружения, военной и специальной техники на 2009-2011 годы и на период до 2015 года» от «09» июня 2009 года № 05р/02-11.

Список литературы

1. Разуваев Г.А., Грибов Б.Г., Домрачев Г.А., Саламатин Б.А. Металлоорганические соединения в электронике. М.: Наука, 1972. 479 с.
2. Применение металлоорганических соединений для получения неорганических покрытий и материалов / Под ред. Г.А. Разуваева. М.: Наука, 1986. 256 с.
3. Stringfellow G.B. Organometallic vapor – phase epitaxy: theory and practice. Amsterdam: Elsevier, 1999. P. 35–142.
4. Брегадзе В.И., Голубинская Л.И., Тонян Л.Г., Козыркин Б.И., Грибов Б.Г. // Докл. АН СССР. 1973. Т. 212. С. 880–881.
5. Фёдоров В.А., Крутиков В.А., Ефремов А.А., Зорин А.Д., Соломатин В.С. Получение и анализ алкильных соединений галлия особой чистоты // В сб.: Получение и анализ алкильных соединений особой чистоты. Горький, 1974. С. 61–83.
6. А.с. 388563 СССР, МКИ С 07 F 5/00. Способ получения алкильных производных галлия / Голубинская Л.И., Брегадзе В.И., Козыркин Б.И., Грибов Б.Г. (СССР). – №1668172; заявлено 04.06.1971; опубл. 05.04.1976, Бюл. №13. С. 207.
7. Jones A.C., Holliday A.K., Cole–Hamilton D.Y., Ahmad M.M., Gerrard N.D. // J. Cryst. Growth. 1984. V. 68. P. 1–9.
8. Bregadze V.I., Golubinskay L.I., Kozyrkin B.I. // J. Cluster Science. 2002. V. 13. P. 631–636.
9. Shatunov V.V., Kozlyukov A.A., Lebedev A.V., Sheluduakov V.D., Kozyrkin B.I., Orlov V.Yu. // J. Organometal. Chem. 2011. V. 30. P. 1–14.
10. Еремеев И.В., Данов С.М., Сахипов В.Ф., Скудин А.Г. // Высокочистые вещества. 1995. № 6. С. 116–118.
11. Nuzzo R.G., Duboels L.H. // J. Am. Chem. Soc. 1986. V. 108. P. 2881–2886.
12. Richey H.G. Grignard reagent new developments. New York: John Wiley & Sons, 2000. P. 185–191.
13. Nayeb–Hashemi A.A., Clark J.B. // Bull. Alloy Phase Diagrams. 1985. V. 6. № 5. P. 434–439.

SEARCH FOR OPTIMAL CONDITIONS OF TRIMETHYLGALLIUM SYNTHESIS BY DIRECT REACTION OF A MIXTURE OF GALLIUM AND MAGNESIUM METALS WITH METHYL IODIDE IN ETHER SOLUTION

M.V. Revin, A.N. Artemov, E.V. Sazonova

The results of the study to obtain trimethylgallium by direct reaction of a Ga-Mg mixture with methyl iodide in the amyl ether solution are presented. It has been shown that the production of trimethylgallium is substantially affected by by-product processes such as the Wurtz reaction of methyl iodide with organometallic compounds and metallic gallium agglomeration. The optimal molar ratio of initial reagents has been found to be $Ga:Mg:CH_3I = 1:3:6$.

Keywords: trimethylgallium, epitaxy, synthesis, analysis.