

## ОТЗЫВ

на автореферат диссертации Шавериной А. В.

### КОМПЛЕКС ИСП-АЭС МЕТОДИК АНАЛИЗА КРЕМНИЯ, ГЕРМАНИЯ И ИХ ОКСИДОВ

представленной на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 – “Аналитическая химия”.

Кремний и германий занимают доминирующее положение среди объектов анализа сверхчистых материалов, поскольку подавляющее число микро- и наноконпонентов современной электроники производится на основе этих материалов. Их чистота является ключевым параметром, влияющим на работоспособность изделий. Современные требования к содержанию примесей в чистых Ge и Si столь высоки, что крупнейшие фирмы производители сконцентрировались на использовании для целей аналитического контроля самого мощного метода элементного анализа – масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (ИСП-МС). Вместе с тем существуют области промышленного применения Ge и Si (например кремний для солнечных батарей), в которых требования к их чистоте не столь жестки. Для производства таких изделий могут и должны применяться методы аналитического контроля, использующие более дешевые (по сравнению с ИСП-МС) приборы и методики. К таковым можно отнести близкий по физическим принципам метод атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (ИСП-АЭС). Следует отметить, что в опубликованных статьях значительно меньше внимания уделено использованию ИСП-АЭС для задач контроля чистоты Ge и Si. Поэтому актуальность диссертации Шавериной А. В. не вызывает сомнения.

Диссертант провел большой объем исследований, направленных на поиск оптимальных условий аналитического контроля Ge, Si и их оксидов. Диссертант исследовала как сравнительно простые методы вскрытия твердых образцов и сброса основы, так и методики предварительного концентрирования элементов-примесей с последующим их определением методом ИСП-АЭС.



К наиболее интересным результатам я бы отнес

- исследование влияния элементов основы на аналитические сигналы примесных элементов,
- определение оптимальных спектральных линий элементов, свободных от спектральной интерференции со стороны линий макрокомпонентов пробы
- разработку усовершенствованного вкладыша в микроволновую печь, позволившего одновременно обрабатывать несколько образцов.
- апробацию разработанных методик на примере анализа промышленных образцов кремния и германия различной степени чистоты.

К тексту автореферата можно сделать несколько замечаний:

Неудачно изложена логика исследований и выводов по Главе 3. Если конечной целью работы являлась разработка методики инструментального анализа чистых Ge и Si и их оксидов, то их концентрация в растворах после разложения фиксирована и близка к 100%. Исследование влияния концентрации элементов основы на АС, выполненное на модельных растворах с разными содержаниями основных элементов, представляет академический интерес, но напрямую не связано с решением поставленной задачи, поскольку любое разбавление раствора после вскрытия реальных образцов до «оптимальной» концентрации основы, конечно, снижает влияние основы на АС аналитов, но приводит к повышению нижней границы определяемых содержаний. Каким образом описанные в Главе 3 исследования помогают решению поставленной в диссертации задачи остается не вполне понятным.

В тексте автореферата недостаточно четко сформулированы отличия разработанных диссертантом приемов и методик анализа Ge, Si и их оксидов от известных и широко используемых в аналитических лабораториях крупнейших производителей. И автоклавное разложение и отгонка основы и концентрирование примесей являются основными этапами при анализе указанных матриц. Чистота Ge и Si критически влияет на стоимость готовой продукции, что обусловило повышенное внимание мировых производителей к разработке методов аналитического контроля. Возможно, ограниченный объем автореферата не позволил диссертанту уделить большее внимание обсуждению этой проблемы.

В тексте встречаются нечеткие и жаргонные формулировки. Так в разделе Актуальность написано АЭС не может быть применена «... в связи с отсутствием коммерчески доступного оборудования...». На самом деле проблема не в оборудовании, а в неадекватной чувствительности. В различных частях автореферата встречается

формулировка «Инструментальные ИСП-АЭС методики анализа кремния, германия и их оксидов превосходят аналогичные, разработанные ранее по количеству одновременно определяемых примесей и пределам их обнаружения на 1-2 порядка». Превосходить «... по количеству определяемых элементов на 2 порядка» достаточно трудно, ввиду ограниченного числа элементов в периодической таблице.

Несмотря на сделанные замечания, автореферат диссертации А.В. Шавериной свидетельствует о ее высокой научной квалификации и позволяет оценить диссертационную работу, как полностью соответствующую критериям, предъявляемым к кандидатским диссертациям (п. IX «Положения о порядке присуждения ученых степеней» Постановления правительства РФ № 842 от 24 сентября 2013 г.). Её автор Шаверина А.В. заслуживает присуждения степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 – аналитическая химия

Зав. лабораторией аналитической  
спектроскопии ИСАН  
д.ф.-м.н.

Михаил Александрович Большов

Институт спектроскопии РАН  
108840 Москва, г. Троицк  
ул. Физическая, 5  
Tel. 007-495-8510227  
Fax. 007-495-8510860  
[mbolshov@mail.ru](mailto:mbolshov@mail.ru)

Подпись зав. лабораторией ИСАН заверяю  
Ученый секретарь  
к.ф.-м.н.



Е.Б. Перминов