

ОТЗЫВ

на автореферат диссертации Шавериной Анастасии Васильевны
«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

Диссертационная работа Шавериной А.В. посвящена разработке методик количественного химического анализа полупроводниковых материалов и сырья для их производства. Это, прежде всего, кремний, германий и их оксиды. Разработанные ранее методы атомно-эмиссионного анализа с дуговым возбуждением спектра (прямой анализ и с концентрированием) не в полной мере могут обеспечить решение данной проблемы. Постоянно возрастающие требования к чистоте материалов, а также необходимость изучения влияния того или иного примесного элемента на физико-химические свойства кремния, германия и их оксидов, предопределили актуальность диссертационной работы.

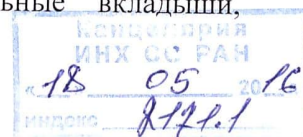
В литературном обзоре проведен анализ характеристик и возможностей известных инструментальных методов анализа. Показано, что жесткие требования к выбранным для исследования материалам по уровню контролируемых примесей (менее 10^{-4} %) ограничивают их выбор. С учетом необходимости одновременного определения содержания большого количества примесных элементов (от 20 и более) в режиме повседневной аналитической практики (рутинный анализ) диссертант обосновано остановил свой выбор на методе атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой (ИСП-АЭС). Данный метод вполне соответствует поставленным требованиям, а по рентабельности аналитических работ превосходит такие известные методы, как нейтронно-активационный анализ и масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой.

При последующей разработке методик анализа вышеуказанных материалов, это следует отметить, автор надлежащим образом организовал условия выполнения исследований и проведения измерений. Использовано рабочее помещение, оборудование, процедуры предотвращающие загрязнение исследуемых проб и анализируемых растворов. Такой подход может послужить гарантией получения достоверных и однозначных результатов исследований.

Для прямого ИСП-АЭС анализа диссертант справедливо выделил проблему влияния основы пробы на аналитические сигналы аналитов. Оценка такого влияния позволила Шавериной А.В. подобрать оптимальные условия анализа и разработать методики определения 42 и 29 элементов-примесей в материалах на основе германия и кремния соответственно. Пределы обнаружения составили от 8×10^{-8} до 3×10^{-4} % мас., внутрилабораторная прецизионность не превысила 20 %. Указаны технологически важные элементы и те примеси, которые невозможно определить по предложенной схеме анализа (что вполне естественно).

Для концентрирования примесей автором выбран весьма удачный метод – отгонка матрицы. Благодаря своим химическим свойствам германий удаляется из анализируемой системы в виде тетраоксида, а кремний в виде тетрафторида. Такая процедура достаточно легко и без особых экспериментальных затруднений (в изолированном боксе с принудительной вентиляцией) может быть реализована в ходе рутинного анализа. В схеме с проведением растворения проб в кислотах и отгонкой основы упариванием под инфракрасной лампой диссертант решил проблему предотвращения образования осадка кремнефторида аммония и улучшил чувствительность измерений за счет оптимизации скорости подачи анализируемого раствора в плазму.

В варианте концентрирования примесей проб кремния – парофазное вскрытие и отгонка основы, предотвращен контакт кислот с анализируемым материалом и, тем самым, снижен риск внесения загрязнений от используемых реактивов. Для реализации такой схемы потребовалось разработать и изготовить специальные вкладыши,



совместимые со стандартными микроволновыми системами и автоклавами. Такое техническое усовершенствование позволило для ряда примесей снизить пределы обнаружения в 1,5–10 раз по сравнению с методикой концентрирования примесей после кислотного разложения проб кремния.

В результате выполнения диссертационной работы Шавериной А.В. разработан комплекс ИСП-АЭС методик анализа кремния, германия и их оксидов различной степени чистоты с пределами обнаружения от 10^{-4} до 10^{-8} % масс. Методики позволяют максимально эффективно использовать аналитические возможности метода ИСП-АЭС и различные техники пробоподготовки, что обеспечивает получение наиболее полной информации о примесном составе исследуемых материалов. Поставленные цели и задачи в диссертационной работе решены полностью.

К автореферату есть замечания.

Научная новизна и практическая значимость диссертационной работы во многом совпадают. Вместе с тем в ходе экспериментальных исследований впервые получены ряд зависимостей, установлены определенные закономерности (что-то приведено в выводах). Разве это не может быть научной новизной?

На стр. 14 автореферата для уравнения (5) не указано, откуда при растворении кремнийсодержащих проб в системе появился аммоний.

Данные замечания не снижают впечатление от диссертационной работы. Широта и научная обоснованность разработанного комплекса ИСП-АЭС методик анализа материалов на основе германия и кремния позволяют оценить диссертационную работу Шавериной А.В. 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 А.В. Шаверина заслуживает присуждения ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 – аналитическая химия.

Бурылин Михаил Юрьевич

профессор, доктор химических наук,
профессор кафедры аналитической химии,
ФГБОУ ВО «Кубанский государственный
университет»
350040, г. Краснодар, ул. Ставропольская, 149
тел. (861)219-95-72;
e-mail: burylin@chem.kubsu.ru

