

Отзыв

на автореферат диссертации Татьяны Яковлевны Гусельниковой «Спектральные методики анализа высокочистого германия и его оксида с различными способами концентрирования примесей», представленной на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 «Аналитическая химия».

Диссертационная работа посвящена разработке комплекса методов анализа германия и его оксида на предмет определения примесных элементов в широком диапазоне концентраций вплоть до сверхнизких, используя различные способы пробоподготовки для концентрирования примесей. Актуальность темы не вызывает сомнения - получение высокочистых полупроводниковых веществ класса чистоты 8N и обеспечение надежного контроля их микро примесного состава, в определенной мере, характеризуют уровень технологического развития страны.

Понятно, что прямой анализ пробы невозможен и требуется концентрирование примесных элементов. Тема работы не новая, но автору удалось разработать оригинальные решения как в части пробоподготовки (отгонка матрицы дистилляцией при различных условиях и различными методами), так и в части измерений концентрата методами МС-ИСП и АЭС-ИСП с целью снижения разного рода интерференций и повышения метрологических характеристик результатов анализа.

Автором диссертации существенно усовершенствованы способы отгонки германия с использованием таких подходов как упаривание при нагревании в твердотельном термостате, с использованием газообразного реагента в проточном реакторе, с использованием газообразного реагента в автоклаве при микроволновом воздействии. Способы отличаются высокой эффективностью и гарантируют минимальное загрязнение пробы. Подробно исследованы источники интерференций при измерении концентрата методами МС-ИСП и АЭС-ИСП. Для устранения ряда полиатомных интерференций в МС-ИСП предложено использовать столкновительную ячейку с гелием. Найдены оптимальные условия ее применения («оптимально-компромиссные» как указано в автореферате) Метод внутреннего стандарта применен для коррекции результатов измерения (концентраций) как для случая МС-ИСП, так и АЭС-ИСП.

В результате автором представлен ряд методик для определения элементов различного типа (элементы платиновой группы, редкоземельные элементы и др.). Результаты анализа по предложенным методикам метрологически обоснованы.

Некоторые замечания по тексту автореферата

1. Из текста автореферата не ясно, чем объясняется различие в пределах обнаружения ряда элементов, приведенных в Табл.3 по разработанной методике и литературным данным (есть случаи, когда РМ показывает более низкие ПО, а есть и обратная ситуация).
2. Ряд формулировок автореферата вызывает вопросы и требует пояснений. Только один пример. На стр.12 автореферата написано «Обнаружено, что с увеличением концентрации германия до 700 мг/л ПО аналитов ожидаемо снижаются, далее снижение незначительное.». Это означает, что в присутствии матрицы можно определять более низкие концентрации примесей. Несколькими строками ниже идет дополнительное подтверждение этого «Таким образом, 700 мг/л германия обеспечивает наиболее низкие ПО и достаточную чувствительность для определения большинства аналитов.». Что это за эффект или, возможно, авторы имели ввиду что-то иное?

Эти замечания не сказываются в целом на положительной оценке работы Т.Я. Гусельниковой, которая представляет собой самостоятельную законченную научно-квалификационную работу, в которой решены задачи, актуальные для развития панорамных методов элементного анализа германия особой чистоты, включая определения сверхнизких концентраций контролируемых примесей.

По объему выполненных исследований, актуальности, новизне, научной и практической ценности, уровню обсуждения результатов, надежности и достоверности основных выводов кандидатская диссертация Татьяны Яковлевны Гусельниковой соответствует требованиям п.9 постановления Правительства Российской Федерации №842 от 24 сентября 2013 г. «О порядке присуждения ученых степеней», а ее автор Т.Я. Гусельникова достойна присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 02.00.02 – Аналитическая химия.

Колотов Владимир Пантелеймонович,



чл.-корр. РАН, доктор химических наук, профессор
(специальность «Аналитическая химия»)

Врио директора,

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки

Ордена Ленина и Ордена Октябрьской Революции Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского Российской академии наук.

Адрес: 119991, ГСП-1, Москва В-334,

ул. Косыгина, д. 19,

тел.: 8 (495) 939-01-84,

эл. почта: kolotov@geokhi.ru

07 сентября 2021 г.

 Подпись: Колотов Владимир Пантелеймонович
УДОСТОВЕРЯЮ
З.Я. Колотов
З.Я. Колотов
ГЕОХИ РАН