

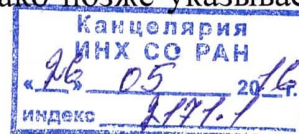
ОТЗЫВ

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. направлена на разработку методик ИСП-АЭС анализа высокочистых кремния, германия и их оксидов для определения валовых содержаний примесных элементов. В исследовании задействован современный аппаратный комплекс приборов ИСП-АЭС и пробоподготовки твердых образцов с использованием микроволнового излучения, позволяющий упростить процедуру и улучшить аналитические характеристики. Проведено изучение матричных влияний основных компонентов пробы на условия возбуждения спектра в ИСП с целью их нивелирования при определении широкого набора примесных элементов. Исследованы и оптимизированы процессы пробоподготовки, включая классическое мокрое озоление с отгонкой основы и парофазное вскрытие в закрытой системе, для снижения пределов обнаружения определяемых элементов. Данные исследования привели к разработке комплекса методик определения концентраций примесных элементов в высокочистых кремнии, германии и их оксидах на уровне 10^{-8} % масс. Правильность получаемых при их использовании результатов подтверждена с помощью метода «введено-найдено».

После ознакомления с текстом автореферата возник ряд вопросов и замечаний:

- Не понятно, на основании чего делается вывод о большей стоимости оборудования для масс-спектрометрии с тлеющим разрядом по сравнению с масс-спектрометрией с ИСП (стр. 8)?
- Сообщается, что для характеристики продуктов востребованы простые методики, не требующие сложной химической обработки образцов (стр. 9), однако, все предлагаемые методики предполагают кислотное вскрытие. В чем же тогда «простота»?
- На основании чего делается вывод, что кремний обладает более богатым спектром по сравнению с германием (стр. 10)?
- В чем смысл параметра $I_{AC}/I_{фон}$ (стр. 11)? Не лучше было бы исследовать обычно используемое отношение сигнал/шум?
- В главе 2 делается вывод, что концентрация кремния 50 мг/мл в растворе неудовлетворительна, т.к. приводит к изменению интенсивностей линий определяемых элементов и увеличению уровня фона, почему же она признается как оптимально-компромиссная (стр. 12)?
- В гл. 2 говорится, что градуировку выполняли с использованием многоэлементных стандартных растворов МЭС (стр. 9), однако позже указывается,



что для построения градуировочных графиков использовали адекватные по матричному составу растворы сравнения (стр. 12)? Какие манипуляции производились со стандартными растворами для получения адекватной матрицы?

- В гл. 3 не приводится описания процедуры перевода исследуемых образцов в анализируемые жидкие пробы.
- О каких нереализованных принципиальных возможностях метода ИСП-АЭС идет речь в гл. 4 (стр. 14)?
- Удовлетворяет ли достигнутая внутрилабораторная прецизионность на уровне 30 % (стр. 19) требованиям нормативной документации?
- В заключении указывается, что преимуществом прямых методик является экспрессность и простота осуществления, однако, даже методика без концентрирования предполагает растворение твердотельных проб, т.е. не является прямой.

Приведенные вопросы и замечания не снижают положительную оценку представленного исследования. Диссертационная работа Шавериной А.В. соответствует требованиям, предъявляемым к кандидатским диссертациям (согласно п. 9 «Положения о порядке присуждения ученых степеней» Постановления Правительства РФ № 842 от 24.09.2013 г.), а ее автор заслуживает присуждения ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 – аналитическая химия.

д.ф.-м.н. (специальность 02.00.02), профессор Дробышев Анатолий Иванович

к.х.н. (специальность 02.00.02) Савинов Сергей Сергеевич

198504, Санкт-Петербург, Петергоф, Университетский пр., 26,
Институт химии СПбГУ, Кафедра АХ, к. 3123
e-mail: s.s.savinov@spbu.ru тел: 8-812-4284135

ЛИЧНУЮ ПОДПИСЬ
ЗАВЕРЯЮ НАЧАЛЬНИК
ОТДЕЛА КАДРОВ
Н. И. МАШТЕПА



Документ
требует заверения
Копия документа размещена в открытом доступе
на сайте СПбГУ по адресу <http://spbu.ru/science/expert.html>