

## О Т З Ы В

на автореферат диссертации Отопковой Полины Андреевны

«Изотопный анализ кремния и тетрафторида кремния, высокообогащенных по изотопу 28, методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой высокого разрешения», представленной на соискание учёной степени кандидата химических наук по специальности 1.4.2. - Аналитическая химия

Диссертационная работа Отопковой Полины Андреевны направлена на разработку методики оперативного контроля изотопного состава кремния, высокообогащенного по изотопу  $^{28}\text{Si}$ . Еще недавно работами по высокообогащенному кремнию  $^{28}\text{Si}$  занимался очень узкий круг исследователей, в основном для решения задач проекта Авогадро и его продолжения. Вопросы метрологии изотопного состава кремния  $^{28}\text{Si}$  в газовой и твердотельной фазах решались небольшим числом аттестованных групп, причем анализ образцов монокристаллов из  $^{28}\text{Si}$  мог занимать до нескольких дней. В настоящее время область применения кремния, высокообогащенного по изотопу  $^{28}\text{Si}$  значительно расширилась, и в первую очередь для изготовления элементов квантовых компьютеров - кубитов на основе  $^{28}\text{Si}$ . Снижение концентрации изотопа с ненулевым ядерным спином ( $^{29}\text{Si}$ ) в таком материале позволяет на порядки увеличить время фазовой когерентности кубита на основе манипуляции спином электрона. Поэтому возникла очевидная потребность в оперативном контроле изотопного состава кремния в виде как исходной газовой смеси  $\text{SiF}_4$ , так и поликристаллов  $\text{Si}$ . В связи с этим, диссертация П.А. Отопковой является, несомненно, очень актуальной.

Автором диссертации решен широкий круг задач по развитию методики оперативного контроля изотопного состава, универсальной как для газообразного  $^{28}\text{SiF}_4$ , так и получаемого из него поликристаллического “кремния-28” на серийном одноколлекторном масс-спектрометре высокого разрешения с индуктивно связанной плазмой ELEMENT 2 с пределами обнаружения по изотопам на уровне  $10^{-5}$  ат.%. Автором исследованы спектральные помехи при изотопном анализе обогащенного кремния-28 и определены условия измерений, исключающие их влияние на результат анализа. Для минимизации матричного влияния на результаты измерений применен метод внутреннего стандарта. Для выбора оптимального

внутреннего стандарта изучены зависимости интенсивности аналитических сигналов изотопов от концентрации матрицы в растворе и времени анализа.

Проведенные автором исследования позволили разработать методику изотопного анализа обогащенного кремния-28 с низкими пределами обнаружения изотопов  $^{29}\text{Si}$  и  $^{30}\text{Si}$ . Практическая ценность методики в том, что она может быть применена, как к анализу поликристаллического кремния, так и исходного газообразного  $^{28}\text{SiF}_4$ , используемых для создания новых полупроводниковых структур с низким содержанием изотопов с ненулевым ядерным спином.

В отсутствие стандартных образцов обогащенных изотопов кремния достоверность результатов исследования подтверждена сопоставлением с результатами независимых методов.

По автографату имеется вопросы и замечания:

1. Из автографата диссертации осталась неясным, достаточно ли для разделения линии изотопа  $^{29}\text{Si}$  и линии  $^{28}\text{SiH}$  в масс-спектре разрешения  $R>4000$ , как указано на стр. 9.

2. В комментарии к рис.3 (стр.16), приведенном на стр.17, указывается, что на рис.3б в растворе ТМАН "интенсивности сигналов снижались более равномерно". Однако, на мой взгляд, разница в снижении интенсивности для разных элементов стала более сильной, чем на рис.3а.

3. На стр.21 утверждается: "Хорошая согласованность изотопного состава исходного  $^{28}\text{SiF}_4$  с результатами изотопного анализа целевого продукта свидетельствует об отсутствии значимого разбавления в технологической цепочке получения поликристаллического "кремния-28". На мой взгляд, это утверждение следует обсудить более детально, поскольку вопросам изотопного разбавления посвящена не одна работа. См. например:

[1] Axel Pramann and Olaf Rienitz. Mass Spectrometric Investigation of Silicon Extremely Enriched in  $^{28}\text{Si}$ : From  $^{28}\text{SiF}_4$  (Gas Phase IRMS) to  $^{28}\text{Si}$  Crystals (MC-ICP-MS). Analytical Chemistry, 2016

[2] N.V. Abrosimov и др. A new generation of 99.999% enriched  $^{28}\text{Si}$  single crystals for the determination of Avogadro's constant. Metrologia 54 (2017) 599–609

В этих работах наблюдалось различие состава исходного  $^{28}\text{SiF}_4$  и результатов для поли- и монокристаллов в процессах Charge 23 и Charge 24, что свидетельствовало об изотопном разбавлении на разной стадии.

4. В автореферате диссертации указана одна из работ, в которых получены основные результаты:

2. Rienitz O., ..., A. G., Bulanov A.D., Potapov A.M., Otopkova P.A. and Kessel R. / The comparability of the determination of the molar mass of silicon highly enriched in  $^{28}\text{Si}$ : results of the CCQM-P160 interlaboratory comparison and additional external measurements. // Metrologia. 2020. V.57. № 6. P. 065028.

Одним из выводов этой работы является (стр.12):

However, the comparison of the results reported by ECP and IChHPS-RAS to the CCQM-P160 results showed that also sufficiently experienced external laboratories were able to measure consistent molar masses **although their uncertainties would not match the requirements of the XRCD method.**

Следует прокомментировать какая неопределенность здесь имеется в виду.

Приведенные замечания не имеют принципиального характера и не снижают научной ценности представленной работы. На основании представленного автореферата можно заключить, что диссертационная работа Отопковой Полины Андреевны является актуальным и завершенным научным исследованием, обладает научной новизной и практической значимостью. Положения и выводы, сформированные в диссертации, обоснованы и экспериментально доказаны.

Диссертационная работа Отопковой Полины Андреевны на тему «Изотопный анализ кремния и тетрафторида кремния, высокообогащенных по изотопу 28, методом масс-спектрометрии с индуктивно связанный плазмой высокого разрешения», представленная на соискание учёной степени кандидата химических наук по специальности 1.4.2.-«Аналитическая химия» полностью соответствует п.9 «Положение о присуждении ученых степеней», утвержденного постановлением правительства РФ от 24.09.2013 г №842, а ее автор заслуживает присуждения ученой степени кандидата химических наук по специальности 1.4.2. - Аналитическая химия.

Старший научный сотрудник Института физики микроструктур РАН,  
филиала ФГБУН "Федеральный исследовательский центр Институт прикладной  
физики им. А.В. Гапонова-Грехова Российской академии наук»

к.ф.-м.н.



28.11.2024

Дроздов Михаил Николаевич

603087, Нижегородская обл., Кстовский район, д. Афонино, ул. Академическая, д. 7;  
E-mail: [drm@ipmras.ru](mailto:drm@ipmras.ru)

Подпись Дроздова М.Н. заместяю

Ученый секретарь  
ученого совета ИФМ РАН  
к.ф.-м.н.



Д.М. Гапонова