

О Т З Ы В

**на автореферат диссертационной работы
Кошель Елизаветы Сергеевны
«Дуговой атомно-эмиссионный анализ
в контроле качества редкоземельных металлов и их оксидов»,
представленной на соискание ученой степени
кандидата химических наук
по специальности 02.00.02 – аналитическая химия**

Диссертационная работа Кошель Е. С. посвящена исследованию и реализации нового научно-методического подхода к дуговому атомно-эмиссионному анализу (ДАЭА) редкоземельных металлов (РЗМ) и их оксидов.

Уникальные физические и химические свойства РЗМ дают возможность их использования в самых различных технологических процессах. РЗМ играют ключевую роль в производстве материалов для высокотехнологичных сфер потребления, таких как электронная и электрооптическая отрасли, информационные технологии, нефтехимия, электроника, стекольная, керамическая промышленность, металлургия. Возрастающая потребность в чистых редкоземельных материалах сопровождается повышением интереса к совершенствованию их аналитического контроля. Применительно к чистым РЗМ и их соединениям актуальным является расширение круга определяемых примесных элементов и увеличение чувствительности анализа. Поэтому особенно актуальны работы по усовершенствованию методов аналитического контроля РЗМ, их гармонизации с возможностями современной аппаратуры, метрологическим и информационным обеспечением.

В рассматриваемой диссертационной работе в качестве объектов исследования выбраны Y, Gd, Nd, Eu, Sc и их оксиды, что обусловлено быстрорастущей динамикой потребления этих РЗМ. В работе впервые выявлено и исследовано влияние матричных элементов на аналитические сигналы определяемых примесей. Исследованы условия проведения анализа, влияющие на кинетику испарения редкоземельных примесей (РЗП) и нередкоземельных примесей (НРЗП) в оксидах Y, Gd, Nd, Eu и Sc. На основании данных исследований выявлено, что увеличение содержания матричного элемента приводит к уменьшению интенсивности линий всех исследуемых примесей. Изучено влияние известного в ДАЭА приема введения в пробу буфера (в случае оксидов РЗМ – графитового порошка) на пределы определения примесей. Кроме того, исследовано влияние различных носителей для уменьшения зависимости температуры разряда и ее стабилизации во времени от состава пробы. Также использована возможность комбинирования в одной экспозиции нескольких режимов тока при работе на современных дуговых генераторах, что позволило добиться увеличения фракционности в испарении примесей. В результате изучения

кривых испарения в исследуемых оксидах РЗМ установлено индивидуальное время экспозиции для каждого элемента-примеси, используемое для расчета величины аналитического сигнала.

Проведенные исследования по изучению возможностей инструментального варианта ДАЭА позволили достичь пределов определения НРЗП на уровне $n \cdot 10^{-6}$ - $1 \cdot 10^{-4}$ % масс., кроме примеси As. Для определения данного элемента диссертантом разработан высокочувствительный сорбционный метод определения с использованием S,N-содержащего сорбента. Этот метод позволил также концентрировать такие элементы как Bi, Te, Cu, Sb, что дало возможность обеспечить контроль правильности результатов анализа, полученных по методике прямого ДАЭА.

Большим достоинством работы является разработка методики дугового атомно-эмиссионного определения Al, Bi, Cd, Ca, Ce, Cr, Co, Cu, Dy, Er, Eu, Gd, Ho, Fe, La, Pb, Lu, Mg, Mn, Nd, Ni, Pr, Sm, Tb, Tm, V, Y, Yb, Sb, Mo, Si, Te, Sn, Ti, Zn в Y, Gd, Nd, Eu и Sc и их оксидах в диапазоне концентраций $2 \cdot 10^{-6}$ - $1 \cdot 10^{-1}$ % масс. Диссертантом также разработана методика химико-спектрального дугового атомно-эмиссионного определения As, Bi, Te, Cu, Sb в диапазоне концентраций $5 \cdot 10^{-5}$ - $1 \cdot 10^{-2}$ % масс. после сорбционного концентрирования с применением S,N-содержащего сорбента в Y, Gd, Nd, Eu и Sc и их оксидах. Методики аттестованы и их возможности продемонстрированы в работе на примере аналитического сопровождения процесса производства нанодисперсных оксидов Eu и Gd.

Автореферат не содержит каких-либо существенных недостатков. В качестве замечаний можно отметить несколько опечаток.

Диссертационная работа выполнена на высоком научном уровне, по объему и содержанию отвечает требованиям пункта 8 Положения ВАК РФ «О порядке присуждения ученых степеней», и ее автор – Кошель Е. С. заслуживает присуждения ученой степени кандидата химических наук.



Генеральный директор
АО «НИК «Суперметалл»,
кандидат химических наук

Старший научный сотрудник ИЛ
АО «НИК «Суперметалл»,
кандидат химических наук

В.В. Васекин

Н.В. Ровинская

13.11.2018