

## ОТЗЫВ

на автореферат диссертации 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

Расширение перечня определяемых примесных элементов и улучшение чувствительности анализа редкоземельных металлов (РЗМ) и их оксидов является, несомненно, актуальной задачей. Это предопределено необходимостью контроля состава при их производстве, а также использованием РЗМ в больших объемах в современной технике (приборы, автомобили, химическая промышленность и т.д.) и материалах. Для этого автором выбран дуговой атомно-эмиссионный спектральный анализ, сочетающий как прямое определение примесных элементов, так и анализ с предварительным отделением мешающих элементов.

Совершенно оправдано начать решение задач для достижения поставленной цели с изучения свойств редкоземельных металлов и их оксидов как объектов исследования и оценки возможностей современных методов анализа чистых и высокочистых материалов. Это позволило диссертанту обосновать выбор метода дугового атомно-эмиссионного анализа (ДАЭА) как не требующего растворения пробы, характеризующегося низкими пределами обнаружения и возможностью определения большого числа элементов в широком диапазоне концентраций. Далее сформулирован общий методический подход схемы анализа РЗМ и их оксидов, намечены этапы его формирования.

Далее логично следует комплекс исследований по изучению закономерностей формирования аналитических сигналов определяемых элементов. Определены зависимости кинетики испарения примесных аналитов от природы и количества основы (РЗМ), от графитового порошка и носителей. Исследовано влияние силы тока и режимов работы генератора на аналитические сигналы. С учетом различий в скорости испарения установлено индивидуальное время экспозиции для каждого элемента-примеси для расчета величины аналитического сигнала. Полученные при этом результаты позволили в каждом конкретном случае выбрать условия проведения анализа, снизить матричные и спектральные влияния и улучшить чувствительность определения редкоземельных и нередкоземельных примесей.

Другая часть диссертационной работы включает исследования по разработке химико-спектрального способа определения примесей As, Bi, Te, Cu и Sb в РЗМ и их оксидах. Для этой цели предложено применить S,N-содержащий сорбент на основе первичного этилендиамина.



Подобраны условия сорбции элементов и наиболее оптимальная форма введения полученного концентрата в электрическую дугу эмиссионного спектрометра.

Все выше перечисленные результаты исследований в полном объеме применены диссертантом для разработки методик спектрального и химико-спектрального контроля примесей в РЗМ и их оксидах методом дуговой атомно-эмиссионной спектрометрии. В автореферате дана их метрологическая оценка, апробация проведена с использованием аттестованных стандартных образцов и межметодного (ААС, АЭС-ИСП) сравнительного эксперимента. Достоверность полученных результатов и сделанных по ним выводов не вызывает сомнений.

К автореферату есть замечания.

1. Излишне подробно приведены выводы. Некоторые из них можно было бы объединить: например 9 и 10.

2. В **цели** работы указано (последние две строчки абзаца на стр.3) «...разработка методик инструментального и химико-спектрального анализа Y, Gd, Nd, Eu, Sc и их оксидов с улучшенными метрологическими параметрами.». В сравнении с чем улучшенными? Вот в таблице 5 автореферата стандартные отклонения результатов, полученных методами ААС и АЭС-ИСП, меньше чем для результатов полученных методом ДАЭА. Значит, и пределы обнаружения будут меньше для методов ААС и АЭС-ИСП.

Данные замечания не снижают впечатление от диссертационной работы. Тема проведенного исследования соответствует специальности 02.00.02 – аналитическая химия. Представленная диссертационная работа по своей актуальности, научной новизне и практической значимости соответствует требованиям 9–13 «Положения о порядке присуждения ученых степеней» ВАК, утвержденного Постановлением Правительства РФ от 24 сентября 2013 г. № 842, а ее автор, Кошель Елизавета Сергеевна, заслуживает присуждения ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 – Аналитическая химия.

Бурылин Михаил Юрьевич

профессор, доктор химических наук по специальности 02.00.02 – Аналитическая химия, профессор кафедры аналитической химии, ФГБОУ ВО «Кубанский государственный университет» (КубГУ) 350040, г. Краснодар, ул. Ставропольская, 149 тел. (861)219-95-72; e-mail: [burylin@chem.kubsu.ru](mailto:burylin@chem.kubsu.ru)

