

УТВЕРЖДАЮ:  
Директор АО «Гиредмет»

Е.П.Маянов

2018 г.



## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

### Акционерного общества «Государственный научно- исследовательский и проектный институт редкометаллической промышленности «Гиредмет» (АО «Гиредмет»)

Диссертация Е.С.Кошель «**Дуговой атомно-эмиссионный анализ в контроле качества редкоземельных металлов и их оксидов**» выполнена в Испытательном аналитико-сертификационном центре (ИАСЦ) Акционерного общества «Государственный научно-исследовательский и проектный институт редкометаллической промышленности «Гиредмет».

В период выполнения диссертации соискатель Кошель Елизавета Сергеевна работала в Акционерном обществе «Государственный научно-исследовательский и проектный институт редкометаллической промышленности «Гиредмет» в должности научного сотрудника ИАСЦ.

Е.С.Кошель поступила на работу в институт Гиредмет в 2013 году в должности инженер-технолог. Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС» окончила в 2014 году по специальности «Стандартизация и сертификация» (присвоена квалификация – инженер). В том же году она поступила в аспирантуру МИСиС по направлению «Химические науки» и в 2018 году ее успешно закончила (удостоверение о сдаче кандидатских экзаменов №100 от 20.08.2018; диплом об окончании аспирантуры, рег.номер 2290 от 30.06.2018).

Научный руководитель – доктор химических наук Барановская Василиса Борисовна, Федеральное государственное бюджетное учреждение

науки Институт общей и неорганической химии им. Н.С.Курнакова Российской академии наук.

Уже в университете, в ходе подготовки курсовых научно-исследовательских и дипломной работ, Е.С.Кошель овладела современными методами атомно-спектрального анализа и спектральными приборами.

Начиная с 2013 г., Е.С.Кошель приступила к выполнению комплекса исследований и разработок в области дугового атомно-эмиссионного анализа, которые в дальнейшем явились основой для ее кандидатской диссертации.

По итогам обсуждения на заседании Научно-технического совета института Гиредмет по качеству принято следующее заключение.

#### **Оценка выполненной соискателем работы**

В качестве объектов исследования выбраны редкоземельные металлы и материалы на их основе, в качестве метода исследования – дуговой атомно-эмиссионный анализ, а также способы химической пробоподготовки: разделения и концентрирования, гармонизированные с конечным определением.

Для решения актуальной проблемы анализа высокочистых РЗМ в диссертации предложен комплекс методических подходов, основанных на применении инструментального многоэлементного атомно-эмиссионного с дуговым источником возбуждения анализа и способов концентрирования с использованием новых серу-азот содержащих сорбентов для химико-спектрального дугового анализа. Исследования данной работы включили в себя изучение влияния матричного состава, условий проведения анализа и параметров спектрометра на кинетику испарения редкоземельных и нередкоземельных примесей в оксидах иттрия, гадолиния, неодима, европия и скандия. Предложены программные и химические способы устранения мешающих влияний на определение аналитов и снижения пределов определения. Разработан способ выделения и концентрирования ряда

элементов из растворов РЗМ с применением нового S,N- содержащего комплексообразующего полимерного сорбента с последующей разработкой метода сорбционного атомно-эмиссионного анализа с дуговым источником возбуждения.

В целом, Елизаветой Сергеевной Кошель выполнен большой объем работы, в диссертации решена важная научная задача, имеющая теоретическое и практическое значение, как для аналитической химии, так и для производства редкоземельных металлов - разработан и аттестован комплекс спектральных и химико-спектральных методик анализа РЗМ и их оксидов с улучшенными метрологическими характеристиками. Методики внедрены в практику работы Испытательного аналитико-сертификационного центра института Гиредмет.

#### **Личное участие соискателя в получении результатов, изложенных в диссертации.**

Диссертация является самостоятельной, законченной и оригинальной научно-исследовательской работой. Лично автором проведен обзор литературных источников по теме диссертации, на основании чего совместно с научным руководителем были сформулированы цель и задачи исследования, разработан методический подход. Автором работы самостоятельно проведены исследования по ДАЭА РЗМ и их оксидов, включающие изучение процессов испарения и возбуждения спектров в дуговом разряде; изучение действия спектральных буферов на поведение примесей в зоне разряда и носителей для фракционного испарения примесей; оптимизацию процесса возбуждения спектров и установление индивидуального времени экспозиции для корректного расчета величины аналитического сигнала редкоземельных примесей (РЗП) и нередкоземельных примесей (НРЗП), а также рассмотрение современных возможностей программного обеспечения для управления оборудованием и обработкой спектральной информации. Е.С.Кошель разработаны

индивидуальные методики, выполнена метрологическая оценка полученных результатов, спланировано и осуществлено внедрение разработанных методик в практику работы ИАСЦ. Работы по сорбционному концентрированию выполнены совместно с инженером-технологом Дальновой Ю.С. Совместно с руководителем работы проведено обобщение результатов и сформулированы выводы. В тексте автореферата и диссертации в случае заимствований присутствуют корректные ссылки, отмечены работы, выполненные совместно с коллегами.

#### **Степень достоверности результатов проведенных исследований.**

Степень достоверности результатов диссертационного исследования подтверждена метрологической аттестацией методик анализа, межметодными и межлабораторными сличительными испытаниями, корректным применением методов математической статистики. Сделанные в диссертации выводы научно обоснованы.

#### **Научная новизна результатов проведенных исследований.**

Научная новизна работы состоит в:

1. выявлении и исследовании влияния матричного состава, условий проведения анализа и параметров спектрометра на кинетику испарения редкоземельных и редкоземельных примесей в оксидах иттрия, гадолиния, неодима, европия и скандия;
2. предложении и реализации способов минимизации мешающего матричного влияния и снижения пределов определения примесей в оксидах иттрия, гадолиния, неодима, европия и скандия;
3. предложении и разработке способа высокочувствительного определения примесей с предварительным сорбционным концентрированием.

### **Практическая значимость результатов проведенных исследований.**

Практическая значимость диссертации определяется необходимостью разработки новых высокочувствительных методик дугового атомно-эмиссионного анализа с улучшенными метрологическими характеристиками, включающих приборы и метрологическое обеспечение, соответствующее современным требованиям. Разработанные 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, Sc, Tb, Tm, V, Y, Yb, Sb, Mo, Si, Te, Sn, Ti, Zn в иттрии, гадолинии, неодиме, европии, скандии и их оксидах в диапазоне  $2 \cdot 10^{-6}$  –  $1 \cdot 10^{-1}$  массовых долей, % и химико-атомно-эмиссионного определения As, Bi, Sb, Cu, Te в иттрии, гадолинии, неодиме, европии, скандии и их оксидах  $5 \cdot 10^{-5}$  –  $1 \cdot 10^{-2}$  массовых долей, % внедрены в лабораторную практику и перспективны для использования в технологических регламентах и стандартах на продукцию промышленности редкоземельных металлов.

**Ценность научных работ соискателя** заключается в получении новых данных о влиянии спектроскопического буфера на термические параметры плазмы, фракционной последовательности поступления примесей из редкоземельных матриц в присутствии различных носителей; в обосновании способа минимизации матричного влияния, в том числе на основе предложения комбинированного режима работы генератора в процессе экспозиции; в изучении и разработке способа группового концентрирования As, Te, Bi, Cu, Sb с применением S,N-содержащего сорбента, разработке инструментальной и химико-спектральной методик анализа РЗМ и их оксидов с улучшенными метрологическими характеристиками.

### **Специальность, которой соответствует диссертация**

Диссертация Кошель Елизаветы Сергеевны соответствует паспорту специальности 02.00.02- аналитическая химия по формуле и областям

исследований (П.2-Методы химического анализа; П.4-Методическое обеспечение химического анализа; П.6-Метрологическое обеспечение химического анализа; П.9-Анализ неорганических материалов и исходных продуктов для их получения; П.19-Сертификация веществ и материалов по химическому составу).

**Полнота изложения материалов диссертации в работах, опубликованных соискателем**

Результаты работы Е.С.Кошель опубликованы в 3 статьях в журналах из перечня рецензируемых научных журналов, включенных Высшей аттестационной комиссией России в список изданий, рекомендуемых для опубликования научных результатов диссертации на соискание ученой степени кандидата наук, и 3 тезисах докладов на российских и международных конференциях:

1. E. S. Koshel, V. B. Baranovskaya, T. Yu. Gubanova Direct Arc Atomic Emission Analysis of Yttrium, Gadolinium and Neodymium Oxides // *Inorganic Materials* – 2016. – Vol. 52. – No.14. – P. 1449-1454.
2. Кошель Е.С., Барановская В.Б., Карпов Ю.А. Новые возможности дугового атомно-эмиссионного анализа оксида европия // *Заводская лаборатория. Диагностика металлов* – №1. – Т.83. – ч.II. – 2017. С. 54-57.
3. Е.С. Кошель, В.Б. Барановская, М.С. Доронина Дуговой атомно-эмиссионный анализ редкоземельных металлов и их оксидов с предварительным сорбционным концентрированием примесей // *Заводская лаборатория. Диагностика металлов* (в печати).
4. Кошель Е.С., Барановская В.Б., Губанова Т.Ю. Прямой дуговой атомно-эмиссионный анализ редкоземельных металлов: проблемы и перспективы. Тезисы докладов XV Конференции, VIII Школе молодых ученых «Высокочистые вещества и материалы, получение, анализ, применение», г. Нижний Новгород, 2015 г

5. Кошель Е.С., Барановская В.Б., Карпов Ю.А. Новые возможности дугового атомно-эмиссионного анализа оксида европия. Тезисы докладов XV Международного симпозиума «Применение анализаторов МАЭС в промышленности», 16 - 18 августа 2016 г. Новосибирск.

6. Е.С. Кошель, В.Б. Барановская Дуговой атомно-эмиссионный анализ неодима и его соединений с предварительным сорбционным концентрированием примесей. Тезисы докладов XVI Всероссийской конференции и IX Школе молодых ученых «Высокочистые вещества и материалы. Получение, анализ, применение», г. Нижний Новгород 28 – 31 мая 2018 г.

Таким образом, диссертация Кошель Елизаветы Сергеевны является научно-квалификационной работой, в которой решена важная задача аналитической химии – исследован и реализован новый научно-методический подход к дуговому атомно-эмиссионному анализу редкоземельных металлов и их оксидов, включающий применение современной аппаратуры с многоканальным анализатором эмиссионных спектров (МАЭС); исследование процесса испарения компонентов и примесей оксидов РЗМ в плазме дугового разряда; разработку способов значимого уменьшения матричного влияния компонентов на результаты анализа; исследование и разработку способа группового сорбционного концентрирования определяемых элементов; разработку методик инструментального и химико-спектрального анализа оксидов иттрия, гадолиния, неодима, европия и скандия с улучшенными метрологическими характеристиками

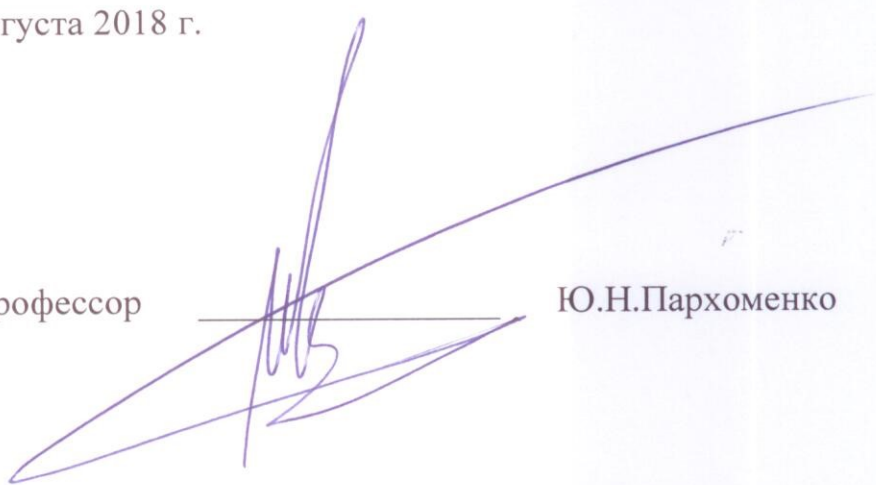
Работа Кошель Е.С. полностью соответствует требованиям пп.9 - 14 «Положения о порядке присуждения ученых степеней», утвержденного Постановлением Правительства Российской Федерации от 24.09.2013 №842 (в редакции от 28.08.2017), предъявляемых к диссертациям на соискание ученой степени кандидата наук.

Диссертационная работа «**Дуговой атомно-эмиссионный анализ в контроле качества редкоземельных металлов и их оксидов**» Кошель Елизаветы Сергеевны рекомендуется к защите на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02- аналитическая химия.

Заключение принято на заседании Научно- технического совета по качеству АО «Гиредмет».

Присутствовало на заседании 12 членов совета из 13. Результаты голосования: "за" - 12 чел., "против" - 0 чел., "воздержалось" - 0 чел., протокол N 90 от "08" августа 2018 г.

Научный руководитель  
АО «Гиредмет»,  
доктор физ.-мат. наук, профессор

A large, stylized handwritten signature in blue ink, written over a horizontal line. The signature is highly cursive and difficult to decipher, but it appears to be the name of the scientific supervisor.

Ю.Н.Пархоменко