

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА Д 002.021.01
на базе Федерального государственного бюджетного учреждения науки
Института общей и неорганической химии им. Н.С.Курнакова Российской
академии наук по диссертации Кошель Елизаветы Сергеевны на соискание
ученой степени кандидата наук

Аттестационное дело № _____

Решение диссертационного совета от «05» декабря 2018 г. протокол № 36

Диссертация «Дуговой атомно-эмиссионный анализ в контроле качества редкоземельных металлов и их оксидов» в виде рукописи по специальности 02.00.02- аналитическая химия выполнена в Акционерном обществе «Государственный научно-исследовательский и проектный институт редкометаллической промышленности «Гиредмет» (АО «Гиредмет»).

Диссертация принята к защите 19 сентября 2018 года, протокол №32, диссертационным советом Д 002.021.01 на базе Федерального государственного бюджетного учреждения науки им. Н.С.Курнакова Российской академии наук, Федеральное агентство научных организаций Российской Федерации (119991, г.Москва, Ленинский проспект, д.31), приказ о создании диссертационного совета №105/нк от 11 апреля 2012 года.

Соискатель Кошель Елизавета Сергеевна, гражданка Российской Федерации, в настоящий момент занимает должность научного сотрудника Испытательного аналитико-сертификационного центра АО «Гиредмет» Государственной корпорации (ГК) «Росатом». В период подготовки диссертации Кошель Елизавета Сергеевна занимала должность научного сотрудника Испытательного аналитико-сертификационного центра АО «Гиредмет» ГК «Росатом».

Соискатель Кошель Елизавета Сергеевна, 1992 года рождения, в период 2014-2018г.г. освоила программу подготовки научно-педагогических кадров в аспирантуре Национального исследовательского технологического университета «МИСиС» (НИТУ «МИСиС»).

Официальные оппоненты:

1. Гражулене Светлана Степановна, доктор химических наук, главный научный сотрудник (Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов Российской академии наук (ИПТМ РАН));

2. Заякина Светлана Борисовна, доктор технических наук, ведущий научный сотрудник (Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт геологии и минералогии им. В.С. Соболева Сибирского отделения Российской академии наук (ИГМ СО РАН))

дали положительные отзывы на диссертацию.

Ведущая организация - Федеральное государственное бюджетное учреждение «Всероссийский научно-исследовательский институт минерального сырья им. Н.М.Федоровского» (ФГБУ «ВИМС»), г.Москва, *в своем положительном заключении*, подписанном главным научным сотрудником, доктором технических наук Симаковым Владимиром Александровичем и утвержденном генеральным директором института, доктором геолого-минералогических наук, профессором Машковцевым Григорием Анатольевичем, указала, что диссертационная работа Кошель Елизаветы Сергеевны представляет собой научно-квалификационную работу, в которой содержится решение задачи, имеющей существенное значение для аналитического контроля редкоземельных металлов и их оксидов. Комплекс выполненных автором исследований можно квалифицировать как оригинальные исследования, в которых получены новые научные результаты, имеющие важное практическое значение. Полученные диссертантом результаты исследования положены в основу разработанных методик определения редкоземельных и нередкоземельных примесей в редкоземельных металлах и их оксидах. Методики метрологически аттестованы в широких интервалах содержаний примесных элементов и внедрены в производство.

По актуальности, научной новизне, объему выполненных исследований, практической значимости полученных результатов представленная диссертационная работа соответствует критериям, установленным п.9 - п.14

«Положения о порядке присуждения ученых степеней», утвержденного Постановлением Правительства Российской Федерации от 24.09.2013 №842.

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается профилем их специализации, близкой к теме диссертации, наличием публикаций в рецензируемых научных изданиях по теме диссертации, а также широкой возможностью дать объективную оценку всех аспектов диссертационной работы.

На автореферат поступили отзывы кандидата химических наук, Васекина Василия Васильевича и кандидата химических наук, старшего научного сотрудника Ровинской Натальи Валентиновны (АО «НПК «Суперметалл»), кандидата химических наук Алексеевой Татьяны Юрьевны (ООО «Аналитический, сертификационный и эколого-аналитический центр «Ансертэко»), доктора химических наук Бурылина Михаила Юрьевича (ФГБОУ ВО «Кубанский государственный университет» (КубГУ)), доктора технических наук Лабусова Владимира Александровича (Институт автоматизации и электрометрии Сибирского отделения Российской академии наук), доктора физико-математических наук Большова Михаила Александровича (Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт спектроскопии Российской академии наук (ИСАН)), кандидата технических наук Галиевой Жанетты Николаевны (ООО «ЛИТ»), кандидата химических наук Карандашева Василия Константиновича (Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт проблем технологии микроэлектроники и особо чистых материалов Российской академии наук (ИПТМ РАН)).

В поступивших отзывах отмечена новизна, актуальность, теоретическая и практическая значимость полученных результатов диссертационной работы. Отмечена высокая квалификация диссертанта, масштабность проведенного исследования. В качестве критических замечаний в отзывах на автореферат отмечены ряд терминологических неточностей, неясность вывода об оптимальной температуре, при которой наблюдается максимальная интенсивность линий анализируемых элементов, поставлены вопросы об

увеличении межэлектродного расстояния при увеличении полного времени экспозиции; о том, для какой основы приведены условия инструментального определения аналитов, и чем эти условия отличаются от инструментальных условий определения аналитов без предварительного концентрирования; что подразумевает термин «дополнительная обработка спектра». Во всех отзывах отмечен непринципиальный характер замечаний, не влияющих на общую высокую оценку диссертационной работы и соответствие диссертационной работы действующим требованиям, предъявляемым к работам такого уровня.

Соискатель имеет 6 опубликованных работ, в том числе 6 работ по теме диссертации, из них - 3 статьи, опубликованные в рецензируемых журналах из перечня, рекомендованного ВАК Российской Федерации. Основные научные результаты, содержащиеся в диссертации Кошель Елизаветы Сергеевны, отражены в следующих публикациях: 1. **Е. 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. **Кошель Е.С.**, Барановская В.Б., Доронина М.С. 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 «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 «Высокочистые вещества и материалы. Получение, анализ, применение», г. Нижний Новгород 28 – 31 мая 2018 г.

В этих работах обоснована перспективность исследований, новизна подходов, актуальность и ценность полученных результатов для развития данной области знаний.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

предложен, обоснован и реализован новый методический подход к аналитическому контролю редкоземельных металлов и их оксидов, базирующийся с одной стороны, на специфике объекта и предъявляемых к его составу требованиям, с другой стороны – выбору оптимального для решения этой задачи аналитического метода. В качестве такого метода соискателем выбрана современная версия дугового атомно-эмиссионного анализа, включающего – применение современной аппаратуры с многоканальным анализатором эмиссионных спектров (МАЭС), исследование процесса испарения компонентов и примесей в плазме дугового разряда, разработку способов значимого уменьшения матричного влияния компонентов на результаты анализа и создание на этой основе методик анализа с улучшенными метрологическими характеристиками.

предложены и разработаны способы рациональной пробоподготовки образцов к анализу. Исследованы и разработаны два варианта анализа – инструментальный и химико-спектральный с использованием сорбционного группового концентрирования.

разработаны и метрологически аттестованы атомно-эмиссионные и химико-атомно-эмиссионные методики анализа иттрия, гадолиния, неодима, европия, скандия и их оксидов на содержание более чем 35 элементов Периодической системы.

Методики внедрены в практику работы Испытательного аналитико-сертификационного центра института Гиредмет и используются для

регулярного аналитического контроля редкоземельной продукции опытного производства.

Применительно к проблематике диссертационно-результативно использованы современные приборы дугового атомно-эмиссионного анализа с МАЭС и способы пробоподготовки и концентрирования, гармонизированные с аналитическим окончанием.

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:
предложен и реализован методический подход к дуговому атомно-эмиссионному анализу редкоземельных металлов и их оксидов. Этот подход включает в себя исследование физико-химических особенностей РЗМ как объекта анализа; изучение ограничений, связанных с необходимостью очистки аналитического сигнала от мешающего воздействия со стороны матричных и сопутствующих элементов; исследование кинетики изменения интенсивности аналитических линий определяемых элементов в зависимости от условий анализа; обоснование применения спектрального буфера и носителей.

теоретически обоснована необходимость концентрирования примесей для повышения чувствительности анализа и увеличения числа определяемых элементов. Исследована эффективность группового концентрирования примесей As, Te, Bi, Cu, Sb с применением S,N-содержащего сорбента. Степень извлечения концентрируемых элементов составила величину более 90%.

Значение полученных соискателем результатов исследования для практики подтверждается тем, что:

разработаны и метрологически аттестованы – методика инструментального дугового атомно-эмиссионного определения более 35 элементов Периодической системы с пределами определения на уровне 10^{-6} % масс. и методика химико-атомно-эмиссионного определения As, Te, Bi, Cu, Sb, контроль содержания которых затруднен инструментальным методом. *разработанные методики внедрены* в практику работы Испытательного аналитико-сертификационного центра института Гиредмет и использованы для

контроля качества продукции на различных стадиях технологического процесса производства нанодисперсных оксидов европия и гадолиния.

В основу диссертации положен выбор актуального объекта исследований – редкоземельных металлов и их оксидов, выбор дугового атомно-эмиссионного анализа, обладающего потенциально высокими, но не реализованными возможностями, совершенствование этого метода применительно к выбранным объектам анализа и разработка универсальных методик анализа с улучшенными метрологическими характеристиками.

Оценка достоверности результатов исследования выявила:
для экспериментальных работ достоверность результатов подтверждена метрологической аттестацией разработанных методик анализа, сравнением с паспортными данными стандартных образцов, корректным применением методов математической статистики и метрологии, научной обоснованностью выводов.

Личный вклад соискателя состоит в участии в постановке цели и задач работы, в личном выполнении всех экспериментов, написании отчетов, статей и диссертации, разработке методик анализа и их внедрения.

Таким образом, диссертация Кошель Елизаветы Сергеевны «Дуговой атомно-эмиссионный анализ в контроле качества редкоземельных металлов и их оксидов» представляет собой законченную **научно-квалификационную работу**, в которой содержится **новое решение актуальной научной и практической задачи, имеющей важное хозяйственное значение** – предложен, обоснован и реализован новый методический подход к аналитическому контролю качества редкоземельных металлов и их оксидов, исследованы аналитические возможности дугового атомно-эмиссионного анализа с многоканальным анализатором эмиссионных спектров, разработаны и метрологически аттестованы методики анализа с улучшенными метрологическими характеристиками, которые внедрены в производственную практику и рекомендованы для широкого применения в редкометаллической промышленности.

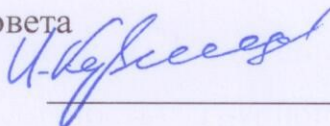
Диссертация Кошель Елизаветы Сергеевны соответствует критериям, установленным пп. 9-14 «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденного Постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 года №842, а ее автор является высококвалифицированным специалистом и заслуживает присуждения ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 – аналитическая химия.

На заседании от 05 декабря 2018 г., протокол №36, диссертационный совет принял решение присудить Кошель Елизавете Сергеевне ученую степень кандидата химических наук.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 21 человек, из них 6 докторов наук по специальности 02.00.02, проголосовали: за присуждение ученой степени – 21, против присуждения ученой степени **нет**, недействительных бюллетеней – **нет** (протокол заседания счетной комиссии №16 от 05.12.2018 г.).

Председатель диссертационного совета

академик РАН



Н.Т.Кузнецов

Ученый секретарь диссертационного совета

кандидат химических наук



А.Ю.Быков

05.12.2018