

УТВЕРЖДАЮ:

Директор АО «Гиредмет»


Е.П.Маянов
"26" мая 2016 г.


ЗАКЛЮЧЕНИЕ

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

Диссертация **«Синергетический эффект комбинирования методов в аналитической химии высокочистых веществ и возвратного металлсодержащего сырья»** выполнена в Отделении качества и аналитики Акционерного общества «Государственный научно-исследовательский и проектный институт редкометаллической промышленности «Гиредмет».

В период подготовки диссертации соискатель Барановская Василиса Борисовна работала в Акционерном обществе «Государственный научно-исследовательский и проектный институт редкометаллической промышленности «Гиредмет» в должности руководителя Отделения качества и аналитики.

В.Б.Барановская поступила на работу в институт Гиредмет в 2002 году после окончания Московского института стали и сплавов (Технологический университет) «МИСиС» (в 1999 г.) по специальности «инженер» в области стандартизации и сертификации в металлургии и аспирантуры МИСиС по специальности «аналитическая химия» на должность научного сотрудника отдела аналитической химии. В 2003 году В.Б.Барановская успешно защитила кандидатскую диссертацию и была переведена на должность

старшего научного сотрудника. К этому времени В.Б.Барановская в совершенстве овладела методами спектрального и масс-спектрального анализа и приборами, имеющимися в аналитическом отделе Гиредмета.

Начиная с 2003 г., В.Б.Барановская приступила к выполнению комплекса исследований и разработок, которые в дальнейшем явились основой для ее докторской диссертации.

По итогам обсуждения принято следующее заключение.

Оценка выполненной соискателем работы

В качестве объектов исследования были выбраны высокочистые вещества и возвратное сырье на основе редких и благородных металлов, а в качестве методов исследования – различные виды атомно-эмиссионного, атомно - абсорбционного, масс-спектрального, рентгенофлуоресцентного анализа, а также способы пробоподготовки, разделения и концентрирования, гармонизированные с методами конечного определения.

Лейтмотивом докторской диссертации стал комплекс исследований, включающий выбор методов анализа с потенциально высокими, но нереализованными возможностями, совершенствование этих методов применительно к выбранным объектам анализа, создание научных основ метрологического обеспечения исследуемых методов и, наконец, рациональное комбинирование разработанных взаимодополняющих методов для максимально полного охвата задачи аналитического контроля объекта анализа - расширения числа определяемых компонентов, обеспечения межметодного внутреннего контроля правильности анализа, улучшения метрологических характеристик. С учетом выбранного направления исследований применительно к двум методически разным объектам: высокочистым веществам и возвратному сырью на основе редких и благородных металлов В.Б.Барановской удалось исследовать и разработать комплекс индивидуальных и комбинированных методов анализа на основе нескольких видов атомной спектроскопии, масс-спектрометрии,

рентгеновской спектрометрии и способов пробоподготовки, разделения и концентрирования, гармонизированных с аналитическим окончанием.

В целом, в диссертации В.Б.Барановской решена актуальная научная проблема, имеющая большое научное и хозяйственное значение – разработан общий методологический подход к комбинированию нескольких методов анализа с получением синергетического эффекта в части увеличения числа определяемых компонентов, улучшения метрологических характеристик, обеспечения межметодного контроля правильности анализа. Разработан, аттестован и внедрен комплекс методик анализа с улучшенными метрологическими характеристиками.

Выполнен огромный объем работы, имеющей большое методологическое, теоретическое и практическое значение для аналитического контроля материалов на основе редких и благородных металлов.

Диссертационная работа представляет собой научное исследование, в котором поставлены и решены практически значимые и актуальные проблемы аналитической химии как основы диагностических исследований и контроля высокочистых веществ и возвратного металлосодержащего сырья.

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, разработан методологический подход к комбинированию методов, разработаны индивидуальные методики, выполнена метрологическая оценка полученных результатов, спланировано и осуществлено внедрение разработанных индивидуальных и комбинированных методик в практику работы испытательных лабораторий. Совместно с член-корр. РАН Ю.А.Карповым поставлены цели и задачи работы, проведено обобщение результатов и

сформулированы выводы. Часть экспериментальных работ по разработке индивидуальных методик анализа возвратного металлосодержащего сырья под руководством и при участии автора проведена аспирантами Дорониной М.С., Дьячковой А.В., высокочистых веществ и материалов Жерноклеевой К.В., Петровым А.М. Работы по твердотельной масс-спектрометрии выполнены совместно с исследовательской масс-спектральной группой под руководством к.х.н. Главина Г.Г. Работы по исследованию и применению масс-спектрометрии в индуктивно-связанной плазме проведены с к.х.н. Карандашевым В.К. (ИПТМ РАН). Работы по атомно-абсорбционному анализу и сорбционному концентрированию выполнены совместно с к.т.н. Дальновой О.А. и инженером-технологом Дальновой Ю.С. Межлабораторные исследования выполнены автором работы при содействии научных групп под руководством д.х.н. Ковалева И.Д. (ИХВВ РАН) и к.х.н. Карандашева В.К. (ИПТМ РАН).

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. предложении нового методологического подхода в аналитической химии высокочистых веществ и возвратного металлосодержащего сырья - рационального комбинирования взаимодополняющих методов анализа и

пробоподготовки, направленного на увеличение числа определяемых компонентов, внутренний контроль правильности и повышение точности анализа за счет эффективного использования преимуществ каждого из комбинированных методов анализа.

2. предложении и разработке методологии создания и практического использования для достижения метрологической прослеживаемости стандартных образцов высокочистых простых веществ как прообразов "индивидуальных молей". Методология реализована в виде созданного комплекта стандартных образцов высокочистых веществ и его практического применения.

3. предложении и разработке методики оценки суммарной химической чистоты и содержания отдельных примесей в стандартных образцах высокочистых веществ путем комбинирования рентгенофлуоресцентных, атомно-эмиссионных и масс-спектральных методов анализа.

4. исследовании и характеристике основных видов возвратного металлосодержащего сырья благородных металлов (ВМС БМ). Выявлении таких его особенностей как многокомпонентность, неоднородность, широкий диапазон определяемых компонентов, различные требования к определению ценных компонентов (высокая точность), сопутствующих компонентов (универсальность), токсичных элементов (высокая чувствительность). Формулировании требований к анализу ВМС БМ, в том числе комбинированию методов с взаимодополняющими аналитическими возможностями, проведению анализа без сертифицированных стандартных образцов. Обеспечению практического выполнения этих требований.

5. предложении и исследовании комплекса индивидуальных методик спектрального и масс-спектрального анализа ВМС БМ, гармонизированных с новыми способами пробоподготовки, в открытых системах и в автоклавах, с применением новых сорбентов.

6. получении обобщенной информации о синергетическом эффекте комбинирования различных методов в аналитической химии высокочистых

веществ и возвратного металлсодержащего сырья и предложении путей реализации данного подхода для других видов веществ и материалов.

Практическая значимость результатов проведенных исследований

Практическая значимость диссертации определяется необходимостью разработки комплекса аналитических методов, включающего современные приборы, универсальные взаимодополняющие методики анализа, единое метрологическое обеспечение, которые при совместном использовании обеспечат реальный аналитический контроль, охватывающий основные виды сырья, полупродуктов, чистых редких и благородных металлов, их сплавов и соединений в различном виде и состоянии и подтверждается широким применением разработанных методик, их использованием в технологических регламентах и стандартах на продукцию промышленности редких и благородных металлов.

Ценность научных работ соискателя заключается в развитии нового направления в аналитической химии редких, благородных металлов и высокочистых веществ. В основе этого направления лежит комплекс исследований, включающий выбор методов анализа с потенциально высокими, но нереализованными возможностями, совершенствование этих методов применительно к выбранным объектам анализа, создание научных основ метрологического обеспечения исследуемых методов и, наконец, рациональное комбинирование разработанных взаимодополняющих методов для максимально полного охвата задачи аналитического контроля объекта анализа - расширения числа определяемых компонентов, обеспечения межметодного внутреннего контроля правильности анализа, улучшения метрологических характеристик. Ценность работы подтверждается новыми эффективными методами (методиками) спектрального и масс-спектрального анализа высокочистых веществ и возвратного металлсодержащего сырья, более чем 100 публикациями, в том числе 27, входящих в перечень ВАК,

многочисленными докладами на международных и национальных конференциях, патентами на изобретения. Все разработанные методики аттестованы и апробированы на практике. Представленные в диссертации В.Б.Барановской результаты получены в рамках работ, выполненных в соответствии с тематикой института Гиредмет, рассмотрены на заседаниях научно-технических советов, оформлены в виде научных отчетов, имеют заключения экспертов и рецензентов.

Обобщая изложенное, можно констатировать, что в период с 2003 по 2016 год в институте Гиредмет под руководством и при непосредственном участии В.Б.Барановской выполнен цикл исследований и решена важная проблема в области аналитической химии редких и благородных металлов. Следует отметить, что в процессе выполнения указанного цикла исследований неоднократно отмечалась на различных уровнях высококвалифицированная работа В.Б.Барановской – она отмечена благодарностями, премиями, грантами, была признана «Человеком года» в системе Росатома.

Работа Барановской В.Б. полностью соответствует требованиям пп.9 и 14 «Положения о порядке присуждения ученых степеней», утвержденного Постановлением Правительства Российской Федерации от 24.09.2013 №842, предъявляемых к диссертациям на соискание ученой степени доктора наук.

Специальность, которой соответствует диссертация

Диссертация Барановской Василисы Борисовны соответствует паспорту специальности 02.00.02- аналитическая химия, в частности, 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

Основные научные результаты, содержащиеся в диссертации Барановской Василисы Борисовны, отражены в следующих публикациях общим объемом 19 п.л.:

1. Ю.А. Карпов, Т.Ю. Алексеева, **В.Б.Барановская**, Н.А. Аракельян Межлабораторный контроль правильности анализа вторичного сырья, содержащего драгоценные металлы.//Заводская лаборатория. –2000. –Т.66. - №4. –С. 57-60.
2. **Барановская В.Б.**, Карпов Ю.А., Васильев М.В.Разработка стандартных образцов вторичного сырья в виде отработанных катализаторов, содержащих благородные металлы.//Заводская лаборатория. –2002. –Т.90. – №4. С.62-64
3. **Барановская В.Б.**, Бухряков В.А., Алексеева Т.Ю., Карпов Ю.А. Состояние нормативной документации по аналитическому контролю катализаторов, содержащих драгоценные металлы.//Заводская лаборатория. Диагностика материалов -Т.71.,-2,-2005, С.54-58
4. **Барановская В.Б.**, Бухряков В.А., Карпов Ю.А. Разработка стандартных образцов палладий - и платиносодержащих катализаторов.//Заводская лаборатория. Диагностика материалов.-2006.,-Т.72, №2, с.60-63
5. К.В. Жерноклеева, **В.Б. Барановская**. Анализ чистых скандия, иттрия и их оксидов методами атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой и масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой.// Заводская лаборатория. Диагностика материалов, 2011 г. т. 76, № 11, стр. 20-26
6. Петров А.М., **Барановская В.Б.**, Карпов Ю.А. Анализ чистых цветных и редких металлов методом атомно-эмиссионной спектроскопии с фотодиодной регистрацией. //Заводская лаборатория. Диагностика материалов, № 9, 2011, том 77, стр. 4-10

7. **V. B. Baranovskaya** and Yu. A. Karpov. Metrological aspects of development and certification of chemical analysis methods and accreditation of the analytical laboratory within the Giredmet Institute //Measurement Techniques, 2011, Volume 54, Number 9, Pages 1046-1051
8. A.M. Petrov, **V. B. Baranovskaya** and Yu. A. Karpov. Evaluation of metrological properties in developing and certifying procedures of arc atomic-emission analysis of nonferrous and rare metals with photodiode recording.// Measurement Techniques, 2011, Volume 54, Number 9, Pages 1052-1058
9. Yu. A. Karpov, I. D. Kovalev, O. P. Lazukina, **V. B. Baranovskaya** and G. G. Glavin, et al. Standard reference materials of high-purity substances for metrological support of analytical monitoring of nanomaterials and their high-purity precursors.// Measurement Techniques, 2011, Volume 54, Number 9, Pages 1011-1018
10. K. V. Zhernokleeva, **V. B. Baranovskaya** and Yu. A. Karpov. Evaluation of the uncertainty budget in analyzing yttrium and its oxide using atomic-emission spectrometry with an inductively coupled plasma.// Measurement Techniques, 2011, Volume 54, Number 9, Pages 1059-1064
11. K.V. Zhernokleeva and **V.B. Baranovskaya**. Analysis of Pure Scandium, Yttrium, and Their Oxides Using Methods of Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry and Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry.//Inorganic Materials, 2011, vol. 47, No 15, pp. 9-16
12. Петров А.М., **Барановская В.Б.**, Карпов Ю.А. Исследование неопределенности результатов анализа цветных и редких металлов дуговым атомно-эмиссионным методом с МАЭС. //Заводская лаборатория. Диагностика материалов. Т. 78, № 1-2, 2012, С.104-108
13. Карандашев В.К., Жерноклеева К.В., **Барановская В.Б.**, Карпов Ю.А. Анализ высокочистых материалов методом масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой (обзор).// Заводская лаборатория. Диагностика материалов. Т. 78, № 1, 2012. стр. 17-30

14. V. K. Karandashev, K. V. Zhernokleeva, A. N. Turanov, **V. B. Baranovskaya**, and Yu. A. Karpov. Determination of Admixtures of High_Melting Metals in Rare_Earth Metals and Their Compounds //Journal of Analytical Chemistry, 2012, Vol. 67, No. 4, pp. 340–348
15. М.С. Доронина, О.А. Ширяева, Д.Г. Филатова, **В.Б. Барановская**, Ю.А. Карпов. Определение мышьяка, кадмия, селена и теллура в техногенном сырье после сорбционного концентрирования на гидроксидах методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. Том 79, 2013, № 8, стр. 3-7
16. M. S. Doronina , O. A. Shiryayeva, D. G. Filatova, A. M. Petrov, O. A. Dal'nova, **V. B. Baranovskaya**, Yu. A. Karpov. Sorption atomic emission determination of As, Bi, Sb, Se, and Te in recyclable metal-containing raw material.//Inorganic Materials. December 2014, Volume 50, Issue 14, pp 1426-1430
17. В. В. Еськина, О. А. Дальнова, **В. Б. Барановская**, В. А. Филичкина. Сорбционно-атомно-абсорбционный с электротермической атомизацией и непрерывным источником спектра анализ выбросов токсичных элементов мусоросжигательного завода.// Журнал аналитической химии. Том 70, 2015, № 10, с. 1083–1086
18. Ю.А. Карпов, **В.Б. Барановская**. Возможности и проблемы современной аналитической химии неорганических материалов.// Известия Академии наук. Серия химическая, 2015, № 8, с. 1989 – 1995.
19. Карпов Ю.А., **Барановская В.Б.**, Ковалев И.Д. Анализ высокочистых веществ – от рекордов к повседневной практике.// Цветные металлы, 2015, № 11, с. 52 – 55.
20. Кошель Е.С., **Барановская В.Б.**, Губанова Т.Ю. Прямой атомно-эмиссионный анализ с дуговым возбуждением иттрия, гадолиния и неодима// Заводская лаборатория. Диагностика металлов, № 12, с. 13-18

21. Карпов Ю.А., **Барановская В.Б.**, Лолейт С.И., Беляев В.Н., Орлов В.В. Аналитический контроль вторичного металлосодержащего сырья // Цветные металлы, 2015, № 12, с. 30 – 34.
22. Еськина В.В., Дальнова О.А., Турсунов Л.Х., **Барановская В.Б.**, Карпов Ю.А. Определение натрия в высокочистом графите методом электротермической атомно-абсорбционной спектроскопии высокого разрешения и непрерывным источником спектра // Заводская лаборатория. Диагностика материалов, 2016, № 1, с. 5-7.
23. Доронина М.С., Карпов Ю.А., **Барановская В.Б.** Современные методы пробоподготовки возвратного металлосодержащего сырья (обзор) // Заводская лаборатория. Диагностика материалов, 2016, № 3, с. 5-12.
24. Доронина М.С., Карпов Ю.А., **Барановская В.Б.** Комбинированные методы анализа возвратного металлосодержащего сырья (обзор) // Заводская лаборатория. Диагностика материалов, 2016, № 4, с. 5-12.
25. Vasilina V. Eskinina, Olga A. Dalnova, Daria G. Filatova, **Vasilisa B. Baranovskaya**, and Yuri A. Karpov. Separation and concentration of platinum, palladium and rhodium from exhausted automobile catalysts solutions using heterochain polymer S, N-containing sorbent with subsequent their determination by high-resolution continuum source graphite furnace atomic absorption spectrometry.//*Talanta*, Volume 159, 2016, Pages 103–110
DOI:10.1016/j.talanta.2016.06.003
26. Доронина М.С., Карпов Ю.А., **Барановская В.Б.**, Лолейт С.И. Возвратное металлосодержащее сырье – общая характеристика и классификация для целей сертификации (обобщающая статья).//Заводская лаборатория. Диагностика материалов, №6, 2016, Том 82, стр. 70-80.

Диссертационная работа «Синергетический эффект комбинирования методов в аналитической химии высокочистых веществ и возвратного металлосодержащего сырья» Барановской Василисы Борисовны

рекомендуется к защите на соискание ученой степени доктора химических наук по специальности 02.00.02- аналитическая химия.

Заключение принято на заседании Объединенного научно-технического совета АО «Гиредмет».

Присутствовало на заседании 16 членов совета из 19. Результаты голосования: "за" - 16 чел., "против" - 0 чел., "воздержалось" - 0 чел., протокол N 3 от "12" мая 2016 г.

Заместитель председателя

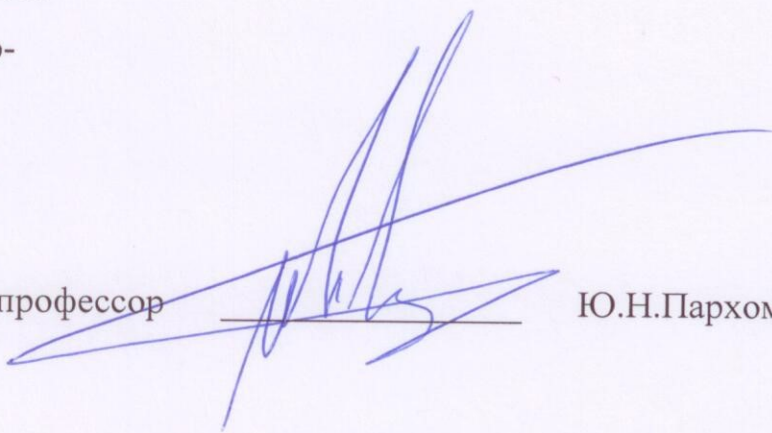
Объединенного научно-

технического совета,

научный руководитель

АО «Гиредмет»,

доктор физ.-мат. наук, профессор



Ю.Н.Пархоменко