

## Отзыв

на автореферат диссертации Барановской Василисы Борисовны  
на тему: «Синергетический эффект комбинирования методов в аналитической химии  
высокочистых веществ и возвратного металлосодержащего сырья», представленную на  
соискание ученой доктора химических наук по специальности 02.00.02 – аналитическая  
химия.

Диссертация посвящена решению весьма актуальной и практически важной задачи – аналитическому контролю высокочистых веществ и возвратного сырья редких и благородных металлов.

Решение этой задачи потребовало совершенствования подходов к метрологическому обеспечению анализа этих объектов и создания методологии рационального комплексирования аналитических методов для возможно более полной по количеству определяемых компонентов характеристики объектов анализа.

В своей работе соискателем обоснован и предложен новый методологический подход к решению проблемы расширения перечня определяемых элементов, контроля правильности анализа и повышения его точности. Установлено, что рациональное комбинирование взаимодополняющих методов позволяет использовать их достоинства и нивелировать недостатки, что создает синергетический эффект анализа. При аналитическом контроле такой подход является общим как для высокочистых веществ, так и возвратного металлосодержащего сырья.

Диссертантом после исследования индивидуальных методов для каждого из исследуемых объектов анализа предложены наиболее эффективные комбинации методов анализа и пробоподготовки, позволяющие достичь при максимально полном охвате требуемых определяемых компонентов наилучших пределов определения. При этом достигнуто повышение точности и достоверности аналитического контроля за счет использования преимуществ каждого из комбинируемых методов и сопоставления данных, полученных различными методами.

Для реализации подобного методологического подхода соискателю потребовалось разработать и усовершенствовать комплекс более чем из 18 индивидуальных методик, включающих применение масс-спектрометрии, атомно-эмиссионной спектрометрии, атомно-абсорбционной спектрометрии, рентгеновской спектрометрии, с использованием для первичной идентификации объекта масс-спектрального и рентгенофлуоресцентного методов анализа. Для успешного применения современных физических и физико-химических методов автором диссертации разработаны различные варианты подготовки пробы в открытых системах и автоклавах, с использованием при необходимости способов предварительного выделения определяемых компонентов и концентрирования микропримесей.

Для достижения прослеживаемости результатов химического анализа соискателем предложена методология создания и практического использования стандартных образцов высокочистых веществ, аттестованных по суммарной химической чистоте и примесному составу с помощью комбинации разработанных спектральных и масс-спектральных методов анализа. На основе разработанной автором диссертации методологии создан и использован при контроле правильности анализа комплект из 40 стандартных образцов высокочистых веществ. В рамках этих исследований проведена аттестация 21 высокочистого вещества на основе редких металлов в качестве стандартных образцов на содержание примесей.

Межлабораторный эксперимент по аттестации потребовал применения высокочувствительных многоэлементных методов анализа, значительных усилий по интерпретации получаемых экспериментальных данных для установления аттестованных значений. Сложность такой работы хорошо иллюстрирует таблица 3 в тексте автореферата, в которой приведены результаты аттестации примесного состава ниобия. Из-за разной чувствительности методов иногда результаты определений расходятся весьма значительно, в некоторых случаях для аттестации использованы данные только одного метода. В этой связи, на наш взгляд, данные таблицы следовало бы дополнить сведениями о доверительном интервале аттестованных значений.

Разработанные автором диссертации методики и методологические подходы внедрены в практику работы Испытательного аналитико-сертификационного центра Гиредмета и ряда других организаций.

Следует отметить, что смелое объединение в формулировке темы в качестве объекта исследования высокочистых веществ и возвратного металлосодержащего сырья невольно создает ощущение эклектики, даже при наличии схожего синергетического эффекта при комплексировании методов и методик для анализа этих объектов.

Высказанные замечания не затрагивают сути самой диссертации, являющейся серьезным вкладом в науку об анализе вещества. Соискателем выполнены глубокие оригинальные исследования, получены новые научные результаты, имеющие важное практическое значение.

Диссертационная работа соответствует требованиям «Положения о порядке присуждения ученых степеней» а ее автор, Барановская Василиса Борисовна, заслуживает присуждения ученой степени доктора химических наук по специальности 02.00.02 – Аналитическая химия.

Доктор технических наук по специальности 02.00.02 – аналитическая химия,  
главный научный сотрудник ВИМСа

В.А.Симаков

Собственноручную подпись сотрудника ФГБУ «ВИМС»  
*В.А.Симакова*  
удостоверяю:  
Помощник генерального директора  
ФГБУ «ВИМС»  
*И.И. Гаврилов*  
"07" февраля 2017 г.

