

ОТЗЫВ

на автореферат диссертации Барановской Василисы Борисовны
«Синергетический эффект комбинирования методов аналитической химии
высокоочищенных веществ и возвратного металлосодержащего сырья»,
представленной на соискание ученой степени доктора химических наук
по специальности 02.00.02- аналитическая химия

В диссертации Барановской Василисы Борисовны рассматривается **актуальная задача**: совершенствование и комбинирование современных методов химического анализа с целью достижения синергетического эффекта при оценке качества высокоочищенных веществ и возвратного металлосодержащего сырья. Объединяет эту группу веществ и материалов главный показатель - химическая чистота и, соответственно, комплекс методов аналитической химии, способных эту чистоту установить с необходимой достоверностью и метрологическими характеристиками.

В качестве основных **методов** в работе выбраны: масс-спектрометрия и атомно-эмиссионная спектрометрия, атомно-абсорбционный анализ с электротермической атомизацией, рентгенофлуоресцентная спектрометрия и соответствующие способы пробоподготовки.

Целью данной работы является создание, исследование, развитие и реализация нового **методологического подхода** в аналитической химии высокоочищенных веществ и металлосодержащего возвратного сырья, заключающегося в совершенствовании и рациональном комбинировании взаимодополняющих методов анализа с целью расширения номенклатуры определяемых компонентов, повышения правильности анализа с помощью межметодных сличений, улучшения метрологических характеристик аналитического результата за счет использования индивидуальных и совместных преимуществ комбинируемых методов, а также получения на этой основе максимально полной и достоверной информации о химическом составе исследуемых объектов анализа с достижением показателей качества, необходимых для практического применения.

В автореферате Барановской Василисы Борисовны четко поставлены задачи, которые надо было решить для выполнения поставленной в работе цели.

Основное содержание диссертации изложено в автореферате на стр.10-41.

Показано, что универсальным и эффективным решением этой многофакторной задачи является комбинирование взаимодополняющих методов анализа и пробоподготовки, используя их достоинства и нивелируя недостатки. Достаточно подробно представлен **методологический подход** к комбинированию методов в аналитической химии высокоочищенных веществ и возвратного металлосодержащего сырья. Алгоритм комбинирования методов химической диагностики высокоочищенных веществ и материалов на их основе с оценкой синергетического эффекта наглядно представлен на рис.1, а для возвратного металлосодержащего сырья на рис.2

Результатами комбинирования взаимодополняющих методов химической диагностики различных объектов исследования являются разработанные и аттестованные комбинированные методики определения химической чистоты. Методика количественного химического анализа «Комбинированная методика определения химической чистоты высокоочищенных редких и редкоземельных металлов» подготовлена в соответствии с ГОСТ Р 8.563-2009. Подтверждение соответствия методики анализа установленным требованиям проводилось путем оценки правильности и оценки прецизионности в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-2002.

Следует отметить, что в автореферате также подробно и тщательно представлены этапы и результаты разработки других комбинированных методик : «Комбинированная методика определения благородных и редких металлов в отработанных автомобильных катализаторах», «Комбинированная методика определения благородных металлов,

примесных и сопутствующих элементов в отходах радиоэлектронной и радиотехнической промышленности и продуктах их переработки».

Одним из важных результатов работы является создание стандартных образцов простых высокочистых веществ как прообразов элементов Периодической системы и эталонов "индивидуальных молей" с целью обеспечения метрологической прослеживаемости и контроля правильности анализа. На рис.3 наглядно показаны этапы разработки системы обеспечения метрологической прослеживаемости и правильности анализа на основе применения высокочистых веществ. Подробно разбираются возможности применения для анализа высокочистых РЗМ различных аналитических методов. 40 образцов технологически важных высокочистых веществ аттестованы по общей химической чистоте и полученные результаты определения суммарной химической чистоты высокочистых веществ приведены в таблице 2. Проведена межлабораторная аттестация образцов высокочистых веществ, в которой приняли участие ИХВВ РАН, Гиредмет и ИПТМ РАН. Пример результатов межлабораторной аттестации образцов высокочистых веществ по содержанию примесей приведен в Таблице 3.

Теоретическую и практическую значимость работы соискатель демонстрирует в автореферате:

«1. Создан общий подход и методология комбинирования методов анализа, который применен на практике в аналитическом контроле высокочистых веществ на основе редких, благородных металлов и возвратного металлосодержащего сырья.

2. Предложена методология создания и практического использования для достижения метрологической прослеживаемости результатов химического анализа стандартных образцов высокочистых веществ как прообразов "индивидуальных молей", аттестованных по суммарной химической чистоте и примесному составу с помощью комбинации разработанных спектральных и масс-спектральных методов анализа. Методология реализована в виде созданного комплекта из 40 стандартных образцов высокочистых веществ и материалов (соединений) на их основе.

3. Исследован, разработан и метрологически аттестован комплекс методик анализа с использованием как индивидуальных методов, так и их комбинаций. Достигнуты улучшенные метрологические характеристики как в части повышения точности анализа, универсальности, так и снижения пределов обнаружения при одновременном увеличении числа определяемых компонентов.»

Особенно впечатляет:

4. Разработанные методики применены для аналитического контроля в практике более чем 200 предприятий и организаций в рамках функционирования Испытательного аналитико - сертификационного центра Гиредмета- центра коллективного пользования научным оборудованием федерального значения, использованы в межлабораторных сличениях, в арбитражных процедурах, они внедрены в экоаналитическом центре "Ансертэко" при НИТУ "МИСиС", в центральной аналитической лаборатории Щелковского завода вторичных драгоценных металлов, на Опытном химико-металлургическом заводе Гиредмета и в ряде других организаций.

Научная новизна работы достаточно полно представлена на с.6, а также защищаемыми положениями и выводами по работе.

Достоверность результатов диссертационного исследования не вызывает сомнения и подтверждена методологией выполняемой работы, в основе которой лежит метрологическое обоснование и подтверждение точности получаемых результатов с использованием межметодных и межлабораторных сличений, разработанных стандартных образцов в качестве основы системы прослеживаемости и контроля правильности получаемых результатов.

По результатам исследования опубликовано 27 статей в рецензируемых журналах из перечня, рекомендованного ВАК Российской Федерации, 4 патента РФ на изобретение.

Основные результаты работы представлены на всероссийских и зарубежных конференциях.

По содержанию автореферата имеются незначительные замечания:

1. стр.20 «Применение атомно-эмиссионной спектроскопии с дуговым источником возбуждения спектра для анализа высокочистых РЗМ» .

Ранее в перечислении методов(с.14) в качестве источника возбуждения спектра была указана дуга постоянного тока (АЭС-ДПТ). Но ее аналитические характеристики зависят от силы тока, конфигурации электродов и т.д. Эти характеристики желательно было бы привести один раз и потом ссылаться на них.

2.«Внедрение атомно-эмиссионного спектрометра нового типа с улучшенными спектральными характеристиками и оборудованного современной системой регистрации на основе фотодиодных линеек (МАЭС) позволило повысить чувствительность определения, улучшить метрологические характеристики методик анализа при определении примесного состава РЗМ и их соединений». Здесь важную роль также играет программное обеспечение «Атом», которое разработано «ВМК-Оптоэлектроника», выпускающее спектрометры с регистрацией МАЭС.

3. В работе много сокращений, не всегда они расшифровываются при первом употреблении. Удобнее было бы, на отдельной странице вначале текста привести все сокращения с расшифровкой.

Приведенные замечания не снижают положительной оценки работы.

Из рассмотрения автореферата следует, что диссертационная работа **Барановской Василисы Борисовны** «Синергетический эффект комбинирования методов аналитической химии высокочистых веществ и возвратного металлосодержащего сырья», представленной на соискание ученой степени доктора химических наук по специальности 02.00.02- аналитическая химия соответствует критериям п. 9 «Положения о порядке присуждения ученых степеней», утвержденного постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013г. №842 как научно-квалификационная работа, в которой содержится решение задачи, имеющей значение для данной отрасли знаний, и изложены новые научно обоснованные технические и технологические решения и разработки, а ее автор **Барановская Василиса Борисовна** заслуживает присвоения ей ученой степени доктора химических наук по специальности 02.00.02 – аналитическая химия.

Отзыв составила:
ведущий научный сотрудник ИГМ СО РАН,
доктор технических наук

 Светлана Борисовна Заякина

почтовый адрес:
630090 Новосибирск 90 проспект академика В.А. Коптюга, д.3
Институт геологии и минералогии имени академика В.С. Соболева
e-mail: zayak@igm.nsc.ru
телефон (383)333-27-28



ПОДПИСЬ УДОСТОВЕРЯЮ
ДЕЛОПРОИЗВОДИТЕЛЬ
ГУРЬЕВА Т.А. 
10.02.2017