«УТВЕРЖДАЮ»

Директор Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова Российской академии наук доктор химических наук, член-корреспондент РАН В.К. Иванов

_____

«18» марта 2025 г.

ПРОТОКОЛ № 12
заседания секции «Аналитическая химия» Ученого совета ИОНХ РАН

ПРИСУТСТВОВАЛИ:

- члены секции - председатель Секции академик РАН Ю.А. Золотов, зам. председателя секции д.х.н. А.В. Иванов, ученый секретарь к.х.н. И.Н. Киселева, д.х.н. А.С. Алиханян, д.х.н. В.Б. Барановская, член-корр. РАН А.А. Вошкин, к.х.н. П.М. Камилова, к.т.н. Г.Е. Марьина, к.т.н. Е.В. Фатюшина, д.ф.-м.н. М.Н. Филиппов;

-участники заседания – к.х.н. Ахметжанов Т.Ф., Егорова А.А, к.т.н. Доронина М.С, к.х.н. Короткова Н.А., к.х.н. Крутько В.А., Ксенофонтова Г.Д., Архипенко А.А. (ИОНХ РАН); д.х.н. Статкус М.А., к.х.н. Филатова Д.Г. (МГУ), к.х.н. Филичкина В.А. (НИТУ МИСИС), к.т.н. Пухова О.Е. (Суперметалл), к.х.н. Кошель Е.С. (АО «Гиредмет»).

Общее число присутствовавших: 22 человека.

СЛУШАЛИ: доклад соискателя Архипенко Александры Александровны на тему «Химический анализ перспективных материалов, содержащих редкоземельные элементы, методом дуговой атомно-эмиссионной спектрометрии» в связи с предстоящей защитой диссертации на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности 1.4.2 Аналитическая химия (химические науки).

Научный руководитель – д.х.н. Барановская Василиса Борисовна (Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт общей и неорганической химии им. Н.С.Курнакова Российской академии наук).

По докладу прозвучали вопросы от **д.х.н. Статкуса М.А., д.ф.-м.н. Филиппова М.Н., акад. РАН Золотова Ю.А., д.х.н. Иванова А.В., к.х.н. Филичкиной В.А.**

На все вопросы были даны ответы.

Во время дискуссии выступили: **д.х.н., чл.-корр. РАН Вошкин А.А., д.х.н. Барановская В.Б., д.х.н. Статкус М.А., д.х.н. Иванов А.В., д.ф.-м.н. Филиппов М.Н.** Отметили, что работа может быть рекомендована к защите. Но необходимо доработать ее, даны рекомендации по более точным формулировкам научной новизны, актуальности, выводов.

По итогам обсуждения подготовлено **ЗАКЛЮЧЕНИЕ.**

Основной акцент в заключении сделан на следующих пунктах:

Цель работы заключалась в разработке методического подхода к дуговому атомно-эмиссионному анализу магнитных и биозамещающих материалов, содержащих РЗЭ, а также оксидов, солей, ниобатов РЗЭ, и комплекса спектральных и химико-спектральных методик на его основе.

Для достижения поставленной цели необходимо решение **следующих задач:**

1. Исследовать процессы испарения и атомизации примесных элементов в материалах, содержащих РЗЭ, и химических соединениях для их получения.

2. Изучить закономерности изменения величины аналитического сигнала от состава плазмы дугового разряда и условий возбуждения пробы (параметров дугового разряда, формы электродов и характеристик носителя), разработать способы уменьшения матричного влияния.

3. Предложить и разработать способы сорбционного концентрирования примесей с последующим определением аналитов в сорбционном концентрате без десорбции при выявлении ограничений прямого ДАЭА.

4. Разработать методики спектрального и химико-спектрального анализа магнитных и биозамещающих материалов, содержащих РЗЭ, а также оксидов, солей, ниобатов РЗЭ, оценить метрологические характеристики разработанных методик и внедрить их в практику работы ЦКП ФМИ ВМ ИОНХ РАН.

Научная новизна

1. Установлено влияние матричного состава, условий проведения анализа и параметров спектрометра на кинетику испарения примесных элементов в оксидах и солях РЗЭ; ниобатах РЗЭ; гидроксиапатитах и трикальцийфосфатах, легированных РЗЭ; отходах магнитных материалов, содержащих Sm и Nd. Показаны возможности прямого ДАЭА Lu_2O_3, CeO_2, $ErYYbNbO_7$ и ограничения метода для гидратированных солей РЗЭ (хлориды и нитраты); ГА и ТКФ, легированных РЗЭ; отходов SmCo- и NdFeB-магнитов, обосновано сорбционное концентрирование целевых примесей.

2. Предложены и реализованы способы минимизации матричного влияния и снижения пределов определения примесей (на 1–3 порядка) в

Lu_2O_3 и CeO_2, а также ниобатах РЗЭ посредством модификации состава матрицы пробы.

3. Изучены возможности (степень сорбционного извлечения, перечень извлекаемых элементов) комплексообразующих политиоэфирных, гетероцепных и гетероциклических аминотиоэфирных сорбентов в водных средах и растворах сложного состава. Показана эффективность извлечения As, Bi, Cd, Cu, Mo, Sb, Se, Sn, Te полиаминотиоэфиром на основе этилендиамина (ЭД); извлечения РЗЭ 2-(1,3,5-дитиазинан-5-ил)уксусной кислотой (ДТУК).

4. Предложен и разработан подход к определению примесей с предварительным сорбционным концентрированием и ДАЭА непосредственно в сорбционном концентрате для гидратированных солей РЗЭ, отходов ММ (SmCo и NdFeB), ГА и ТКФ, содержащих РЗЭ.

Практическая значимость

1. Разработаны и аттестованы методики прямого спектрального анализа:

– дугового атомно-эмиссионного определения Al, Bi, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Mg, Mn, Mo, Ni, Pb, Sb, Si, Sn, Ti, V, Zn, Dy, Er, Eu, Gd, Ho, La, Ce, Lu, Nd, Pr, Sc, Sm, Tb, Tm, Y, Yb в Lu_2O_3 и CeO_2 в диапазоне $1{,}0\cdot10^{-6}$ – 1,0 масс. %;

– дугового атомно-эмиссионного определения Ce, Dy, Eu, Gd, Ho, La, Lu, Nd, Pr, Sc, Sm, Tb, Tm в ниобатах РЗЭ ($ErYYbNbO_7$) в диапазоне $4{,}0\cdot10^{-6}$ – 1,0 масс. %.

2. Разработан способ группового сорбционного извлечения примесей с использованием аминотиоэфирных гетероцепного и гетероциклического сорбентов, позволяющий извлекать As, Bi, Cd, Cu, Mo, Sb, Se, Sn, Te и РЗЭ из растворов сложного состава.

3. Разработаны и аттестованы методики химико-спектрального анализа:

– химико-атомно-эмиссионного определения As, Bi, Cd, Cu, Mo, Sb, Se, Sn, Te в гидратированных солях РЗЭ (хлориды и нитраты) в диапазоне $1{,}0\cdot10^{-6}$– 1,0 масс. %;

– химико-атомно-эмиссионного определения As, Bi, Cd, Cu, Mo, Sb, Se, Sn, Te в отходах магнитных материалов (SmCo и NdFeB) на основе РЗЭ в диапазоне $5{,}0\cdot10^{-6}$ – 1,0 масс. %;

– химико-атомно-эмиссионного определения Ce, Dy, Er, Eu, Gd, Ho, La, Lu, Nd, Pr, Sm, Tb, Tm, Y, Yb в гидроксиапатитах и трикальцийфосфатах в диапазоне $4{,}0\cdot10^{-6}$ – 3,0 масс. %;

4. Разработанные методики внедрены в практику работы ЦКП ФМИ ВМ ИОНХ РАН. Разработан и зарегистрирован патент на изобретение, связанный с извлечением РЗЭ из водных растворов в присутствии фторид-анионов.

Работа выполнена при поддержке гранта Министерства науки и высшего образования РФ на проведение крупных научных проектов по приоритетным направлениям научно-технологического развития (Соглашение № 075-15-2024-546).

Специальность, которой соответствует диссертация. Диссертационная работа Архипенко Александры Александровны соответствует паспорту научной специальности 1.4.2. Аналитическая химия.

Полнота изложения материалов диссертации в работах, опубликованных соискателем. Основные результаты изложены в 6 статьях в рецензируемых научных изданиях, соответствующих требованиям Положения о присуждении ученых степеней в ФГБУН

Институте общей и неорганической химии им. Н. С. Курнакова РАН, 8 тезисах докладов на российских и международных конференциях, 1 патенте.

Диссертационная работа Архипенко Александры Александровны «Химический анализ перспективных материалов, содержащих редкоземельные элементы, методом дуговой атомно-эмиссионной спектрометрии» соответствует требованиям пп. 9-14 «Положения о порядке присуждения ученых степеней», утвержденного Постановлением правительства РФ от 24.09.2013 г. № 842 (в актуальной редакции) и пп. 2.1-2.5 Положения о присуждении ученых степеней в Федеральном государственном бюджетном учреждении науки Институте общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова Российской академии наук (ИОНХ РАН) от 29.03.2024 г., предъявляемым к диссертациям на соискание ученой степени кандидата наук.

ПОСТАНОВИЛИ:

1. Утвердить положительное ЗАКЛЮЧЕНИЕ секции «Аналитическая химия» по диссертации Архипенко Александры Александровны на соискание ученой степени кандидата химических наук «Химический анализ перспективных материалов, содержащих редкоземельные элементы, методом дуговой атомно-эмиссионной спектрометрии».
2. Рекомендовать диссертацию «Химический анализ перспективных материалов, содержащих редкоземельные элементы, методом дуговой атомно-эмиссионной спектрометрии» к защите по специальности 1.4.2. Аналитическая химия (Химические науки) после доработки по замечаниям членов секции.

Решение принято единогласно.

Председатель секции «Аналитическая химия» Ученого совета, главный научный сотрудник лаборатории аналитической химии и методов разделения Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова Российской академии наук,

Академик РАН Ю.А. Золотов

Секретарь секции «Аналитическая химия» Ученого совета
н.с., к.х.н И.Н. Киселева