

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА 01.4.002.92

по защите диссертаций на соискание ученой степени кандидата наук, на соискание ученой степени доктора наук, созданного на базе Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова Российской академии наук (ИОНХ РАН)

Решение диссертационного совета от «18» июня 2024 г., протокол №92.6

о присуждении **Коротковой Наталье Александровне**, гражданке РФ, ученой степени кандидата химических наук

Диссертация **Коротковой Натальи Александровны «Масс-спектральный и атомно-эмиссионный с индуктивно связанной плазмой анализ функциональных материалов на основе редкоземельных металлов»** по специальности 1.4.2 – Аналитическая химия принята к защите диссертационным советом «14» мая 2024 г., протокол №92.5.

Соискатель Короткова Наталья Александровна, 1995 года рождения, в 2019 году окончила магистратуру «МИРЭА – Российский технологический университет». В 2023 году окончила обучение в аспирантуре ИОНХ РАН с присвоением квалификации «Исследователь. Преподаватель-исследователь». В настоящее время соискатель работает в Институте общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова в должности научного сотрудника.

Диссертация выполнена в центре коллективного пользования физическими методами исследования веществ и материалов Федерального государственного бюджетного учреждения науки Институте общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова Российской академии наук.

Научный руководитель: доктор химических наук, главный научный сотрудник центра коллективного пользования физическими методами исследования веществ и материалов ИОНХ РАН Барановская Василиса Борисовна.

Официальные оппоненты:

доктор технических наук Сапрыкин Анатолий Ильич, главный научный сотрудник, руководитель центра коллективного пользования Федерального государственного бюджетного учреждения науки Институт неорганической химии им. А.В. Николаева Сибирского отделения Российской академии наук;

кандидат химических наук Дубенский Александр Сергеевич, старший научный сотрудник, заведующий лабораторией химико-аналитических исследований Федерального государственного бюджетного учреждения науки Геологический институт Российской академии наук

дали положительные отзывы на диссертацию.

Ведущая организация Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт проблем технологии микроэлектроники и особо чистых материалов Российской академии наук (ИПТМ РАН) в своем положительном заключении, подписанном ведущим научным сотрудником ИПТМ РАН к.х.н. Карандашевым В.К., старшим научным сотрудником ИПТМ РАН к.ф.-м.н. Хвостиковым В.А. и утвержденном директором ИПТМ РАН д.ф.-м.н., чл.-корр. РАН Рощупкиным Д.В., указала, что диссертационная работа Коротковой Натальи Александровны по актуальности решаемых проблем, новизне, объему проведенных исследований, уровню их обсуждения, научной и практической значимости соответствует паспорту специальности 1.4.2. - Аналитическая химия, отвечает критериям, указанным в пунктах 9-14 «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденного Постановлением Правительства Российской Федерации от 24.09.2013 г. №842 и пунктах 2.1-2.5 «Положения о присуждении ученых степеней в Федеральном государственном бюджетном учреждении науки «Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова Российской Академии Наук» от 11 мая 2022 г., а ее автор заслуживает присуждения искомой степени.

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывался профилем их специализации, близкой к теме диссертации, наличием публикаций в рецензируемых научных изданиях по теме диссертации, что

позволило им дать объективную оценку всех аспектов диссертационной работы.

На автореферат поступило 6 отзывов:

1) от Марютиной Татьяны Анатольевны, д.х.н., главного научного сотрудника, заведующей лабораторией концентрирования (Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Ордена Ленина и Ордена Октябрьской Революции Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского Российской академии наук);

2) от Васильевой Ирины Евгеньевны, д.т.н., главного научного сотрудника группы атомно-эмиссионных методов анализа и стандартных образцов (Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт геохимии им. А.П. Виноградова сибирского отделения Российской академии наук)

3) от Кубраковой Ирины Витальевны, д.х.н., главного научного сотрудника, заведующего лабораторией геохимии и аналитической химии благородных металлов (Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Ордена Ленина и Ордена Октябрьской Революции Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского Российской академии наук);

4) от Алексеевой Татьяны Юрьевны, к.х.н., директора Общества с ограниченной ответственностью «Аналитический, сертификационный и эколого-аналитический центр «Ансертэко»;

5) от Филичкиной Веры Александровны, к.х.н., доцента, заведующей кафедрой сертификации и аналитического контроля (Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС»);

6) от Темердашева Зуаля Ахлоовича, д.х.н., заведующего кафедрой аналитической химии (Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования Кубанский государственный университет).

Все отзывы положительные. В поступивших отзывах отмечена новизна, актуальность, теоретическая и практическая значимость полученных результатов диссертационной работы. Замечания носят частный и дискуссионный характер и не влияют на общую высокую оценку диссертационной работы и ее соответствие критериям, предъявляемым к диссертациям на соискание ученой степени кандидата наук.

Соискатель имеет 13 опубликованных статей, в том числе 8 работ по теме диссертации, 7 из которых опубликованы в журналах, входящих в перечень рецензируемых научных изданий, утвержденный Ученым советом ИОНХ РАН, для опубликования основных научных результатов диссертации, представленных для защиты в диссертационные советы ИОНХ РАН.

Статьи:

1. Барановская В.Б., Карпов Ю.А., Петрова К.В., **Короткова Н.А.** Актуальные тенденции применения редкоземельных металлов и их соединений в производстве магнитных и люминесцентных материалов – обзор // Известия вузов. Цветная металлургия. – 2020. – № 6. – С. 10–31. DOI: 10.3103/S1067821221010041

2. Барановская В.Б., Карпов Ю.А., Петрова К.В., **Короткова Н.А.** Современные направления использования редкоземельных металлов и их соединений в металлургии и производстве оптических материалов // Цветные металлы. – 2020. – № 11. – С. 54–62. DOI: 10.17580/tsm.2020.11.08

3. **Короткова Н.А.**, Петрова К.В., Барановская В.Б. Анализ оксида церия масс-спектральным и атомно-эмиссионным методами с индуктивно-связанной плазмой // Журнал аналитической химии. – 2021. – Т. 76. – № 12. – С. 1077–1088. DOI: 10.31857/S0044450221120069

4. Petrova K.V., Baranovskaya V.B., Korotkova N.A. Direct inductively coupled plasma optical emission spectrometry for analysis of waste samarium-cobalt magnets // Arabian Journal of Chemistry. – 2021. – Vol. 15. – P. 103501. DOI: 10.1016/j.arabjc.2021.103501

5. **Korotkova N.A.**, Baranovskaya V.B., Petrova K.V. Microwave Digestion and ICP-MS Determination of Major and Trace Elements in Waste Sm-Co Magnets // METALS. – 2022. – Vol. 12. – No. 8. – P. 1308. DOI: 10.3390/met12081308

6. Петрова К.В., Еськина В.В., Барановская В.Б., Доронина М.С., **Короткова Н.А.**, Архипенко А.А. Обзор способов извлечения и

концентрирования примесей в материалах на основе редкоземельных элементов для методов спектрального и масс-спектрального анализа // Известия вузов. Цветная металлургия. – 2022. – Т. 28. – № 4. – С. 25–44. DOI: 10.17073/0021-3438-2022-4-25-44

7. Барановская В.Б., Петрова К.В., Доронина М.С., Кошель Е.С., **Короткова Н.А.**, Архипенко А.А. Комплекс методов оптико-спектрального и масс-спектрального анализа для установления целевой химической чистоты соединений редкоземельных металлов и материалов на их основе // Аналитика. – 2022. – Т. 12. – № 21. – С. 268–278. DOI: 10.22184/2227-572X.2022.12.4.268.278

8. **Короткова Н.А.**, Петрова К.В., Барановская В.Б. Анализ церий-замещенных феррогранатов иттрия методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой с предварительным разложением в микроволновой системе // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. – 2023. – Т. 89. – № 11. – С. 24–33. DOI: DOI: 10.26896/1028-6861-2023-89-11-24-33.

Количество цитирований основных публикаций по теме диссертации (и в скобках всего) в международных базах данных Web of Science **19 (22)**, Scopus **15 (28)**, РИНЦ **40 (46)**.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

1. Исследованы и обоснованы соотношения и концентрации кислот для разложения ФМ-РЗМ, включая кислотную смесь, состоящую из азотной, соляной, серной и плавиковой кислот, позволяющую полностью перевести исследуемый материал в раствор и сохранить его стабильность в процессе анализа.

2. Изучены и установлены условия МС-ИСП анализа выбранных керамических, магнитных и люминофорных материалов на основании исследования влияния параметров системы ввода и ионной оптики на ПО целевых аналитов.

3. Изучены и установлены условия АЭС-ИСП анализа выбранных керамических, магнитных и люминофорных материалов на основании

исследования особенностей атомизации, возбуждения и ионизации целевых аналитов в аргоновой плазме.

4. Выявлены и исследованы основные спектральные и неспектральные помехи при определении целевых аналитов в ФМ-РЗМ, разработаны подходы к их уменьшению и устранению в исследуемых методах.

Практическая значимость результатов работы заключается в разработке комплекса методик:

- масс-спектрального с индуктивно связанной плазмой анализа магнитных, люминофорных, керамических материалов с целью определения примесных элементов на уровне ($n \cdot 10^{-6} - 5 \cdot 10^{-1}$) масс. %;

- атомно-эмиссионного с индуктивно связанной плазмой анализа магнитных, люминофорных, керамических материалов с целью определения примесных элементов и легирующих добавок на уровне ($n \cdot 10^{-5} - 5 \cdot 10^{-1}$) масс. % и ($n \cdot 10^{-5} - 15$) масс. %, а также основных элементов на уровне (15 – 95) масс. %;

а также в предложении подхода к совместному взаимодополняющему применению разработанных методик в анализе выбранных функциональных материалов.

Ценность научной работы соискателя состоит в разработке фундаментальных основ масс-спектрального и атомно-эмиссионного с индуктивно связанной плазмой анализа применительно к новым функциональным материалам на основе редкоземельных металлов, включающих исследование спектральных и неспектральных помех от матричных и сопутствующих компонентов на аналитические сигналы целевых аналитов и нижние границы их определяемых содержаний, и как результат, создание взаимодополняющего комплекса аналитических методик, позволяющих достоверно охарактеризовать химический состав магнитных, люминофорных, керамических материалов и исходных веществ для их получения.

Оценка достоверности результатов исследования выявила: результаты работы получены с применением комплекса современных инструментальных методов анализа и корректной интерпретацией полученных данных; прошли неоднократную апробацию на международных конференциях и рецензирование в профильных научных журналах; правильность результатов исследования подтверждена результатами анализа образцов функциональных материалов на основе РЗМ с известными значениями, анализом модельных растворов, методом «введено – найдено» и сравнением полученных результатов с результатами анализа другими методами.

Личное участие диссертанта заключается в выполнении всего объема экспериментальной работы, обзоре литературных источников по теме, участии в постановке цели и задач исследования, а также в анализе и интерпретации полученных данных. Личный вклад автора в работы, выполненные в соавторстве и включенные в диссертацию, состоит в разработке подходов к решению поставленных задач, планированию экспериментов, интерпретации данных и обобщению результатов, подготовке материалов к публикации.

Диссертационная работа соответствует паспорту научной специальности 1.4.2 – Аналитическая химия (отрасль науки – химические) в пунктах: 2. Методы химического анализа (химические, физико-химические, атомная и молекулярная спектроскопия, хроматография, рентгеновская спектроскопия, масс-спектрометрия, ядерно-физические методы и др); 4. Методическое обеспечение химического анализа; 7. Теория и практика пробоотбора и пробоподготовки в аналитической химии; 9. Анализ неорганических материалов и исходных продуктов для их получения.

Диссертационный совет пришел к выводу, что диссертация Коротковой Натальи Александровны на соискание ученой степени кандидата химических наук является научно-квалификационной работой, в которой решены актуальные и важные задачи для аналитической химии, а именно создан комплекс масс-спектрального и атомно-эмиссионного методов анализа функциональных материалов на основе редкоземельных элементов с

улучшенными метрологическими характеристиками и подход к их рациональному комбинированному применению для определения целевых примесей в керамических, магнитных, люминофорных материалах, что имеет важное значение для развития соответствующей отрасли науки и существенное значение для развития страны.

Диссертация представляет собой самостоятельное законченное исследование, обладающее внутренним единством. Положения, выносимые на защиту, содержат новые научные результаты и свидетельствуют о личном вкладе автора в науку:

1. Способы автоклавного с микроволновым нагревом разложения магнитных материалов на основе сплава SmCo ; керамики на основе гадолиний-алюминиевого граната, легированного скандием и церием, и феррограната иттрия, легированного церием; люминофоров на основе оксида иттрия, легированного европием, оксисульфида иттрия, легированного иттербием и эрбием, и оксисульфида гадолиния, легированного тербием.

2. Результаты исследования влияния матричного состава, условий МС-ИСП и АЭС-ИСП анализа ФМ-РЗМ на ПО целевых аналитов.

3. Результаты исследования спектральных помех в МС-ИСП и АЭС-ИСП анализе ФМ-РЗМ и подходы к их уменьшению и устранению.

4. Подход к рациональному взаимодополняющему применению методов МС-ИСП и АЭС-ИСП в анализе ФМ-РЗМ с целью расширения номенклатуры определяемых аналитов и границ определяемых содержаний, а также контроля правильности.

В диссертации Коротковой Натальи Александровны соблюдены установленные пп. 9-14 «Положения о порядке присуждения ученых степеней», утвержденного Постановлением правительства РФ от 24.09.2013 г. № 842 (с изменениями и дополнениями), и пп. 2.1-2.5 «Положения о присуждении ученых степеней в Федеральном государственном бюджетном учреждении науки «Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова Российской академии наук» от 11 мая 2022 г. критерии, которым

должна соответствовать диссертация на соискание ученой степени кандидата химических наук, а ее автор Короткова Наталья Александровна, заслуживает присуждения ей ученой степени кандидата химических наук по специальности 1.4.2 – Аналитическая химия (химические науки).

На заседании 18 июня 2024 г. диссертационный совет принял решение присудить Коротковой Наталье Александровне ученую степень кандидата химических наук по специальности 1.4.2 – Аналитическая химия.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве **15** человек, из них **13** докторов наук, специалистов по теме диссертации, участвующих в заседании, из **16** человек, входящих в состав совета (дополнительно введены на разовую защиту **0 (ноль)** человек), проголосовали: «за» – **15**, «против» – **0**, недействительных бюллетеней – **0**.
Протокол счетной комиссии №92.6а.

Председатель диссертационного совета
д.ф.-м.н.

М.Н. Филиппов

Ученый секретарь диссертационного совета
к.т.н.

М.С. Доронина

18.06.2024

