ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА 01.4.002.92

по диссертации на соискание ученой степени кандидата наук

Решение диссертационного совета от «11» марта 2025 г., протокол №92.9

о присуждении **Жиличевой Алене Николаевне**, гражданке РФ, ученой степени кандидата химических наук

Диссертация **Жиличевой Алены Николаевны «Разработка методических подходов при анализе рудных образцов методом рентгенофлуоресцентной спектрометрии с полным внешним отражением»** по специальности 1.4.2 – Аналитическая химия принята к защите диссертационным советом «04» февраля 2025 г., протокол №92.8.

Соискатель Жиличева Алена Николаевна, 1997 года рождения, в 2021 году окончила магистратуру ФГБОУ ВО Иркутского государственного университета. В 2024 году окончила обучение в аспирантуре ФГБУН Институт земной коры Сибирского отделения Российской академии наук (ИЗК СО РАН) с присвоением квалификации «Исследователь. Преподаватель-исследователь». В настоящее время соискатель работает в ИЗК СО РАН в должности младшего научного сотрудника.

Диссертация выполнена в Центре коллективного пользования (ЦКП) «Геодинамика и геохронология» Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института земной коры Сибирского отделения Российской академии наук.

Научный руководитель: кандидат химических наук, старший научный сотрудник Центра коллективного пользования «Геодинамика и геохронология» ИЗК СО РАН Пашкова Галина Валерьевна.

Официальные оппоненты:

Калинин Борис Дмитриевич, доктор технических наук, ведущий научный сотрудник ООО «Прецизионные технологии»;

Филатова Дарья Геннадьевна, кандидат химических наук, доцент кафедры аналитической химии химического факультета Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего

образования «Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова»

дали положительные отзывы на диссертацию.

Ведущая организация Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Геологический институт Российской академии наук (ГИН РАН) в своем положительном заключении, подписанном заведующим лабораторией химико-аналитических исследований, старшим научным сотрудником ГИН РАН к.х.н. Дубенским А.С., научным сотрудником ГИН РАН к.х.н. Максимовой Ю.А. и утвержденном директором ГИН РАН академиком РАН Дегтяревым К.Е., указала, что диссертационная работа Жиличевой Алены Николаевны 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 порядке присуждения ученых степеней», утверждённого постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 г. № 842 (с изменениями и дополнениями), и пунктах 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» от 29 марта 2024 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 4 отзыва:

1) от Статкуса Михаила Александровича, д.х.н., ведущего научного сотрудника кафедры аналитической химии химического факультета (Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение

высшего образования «Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова»);

2) от Чупариной Елены Владимировны, к.х.н., старшего научного сотрудника (Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт геохимии им. А.П. Виноградова Сибирского отделения Российской академии наук);

3) от Гармая Андрея Владимировича, к.х.н., младшего научного сотрудника Химического факультета (Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова»);

4) от Карпуковой Ольги Михайловны, к.х.н., доцента, доцента кафедры «Физика, механика и приборостроение» (Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение «Иркутский государственный институт путей сообщения»).

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 11 опубликованных статей, в том числе 4 работы по теме диссертации в рецензируемых научных изданиях, рекомендованных ВАК и индексируемых в базах данных Web of Science и Scopus.

Перечень публикаций Жиличевой А.Н.:

1) G.V. Pashkova, V.M. Chubarov, T.F. Akhmetzhanov, **A.N. Zhilicheva**, M.M. Mukhamedova, A.L. Finkelshtein, O.Yu. Belozerova. Total-reflection X-ray fluorescence spectrometry as a tool for the direct elemental analysis of ores: application to iron, manganese, ferromanganese, nickel-copper sulfide ores and ferromanganese nodules // Spectrochimica Acta Part B: Atomic Spectroscopy. – 2020. – V. 168, 105856. https://doi.org/10.1016/j.sab.2020.105856.

2) G.V. Pashkova, **A.N. Zhilicheva**, V.M. Chubarov, A.S. Maltsev, N.N. Ukhova, V.A. Pellinen, J V. Sokolnikova, D.O. Kirsanov, V.V. Panchuk, A.E. Marfin. Improvement of suspension-assisted total reflection X-ray fluorescence analysis of ores using wet grinding and empirical calibrations // Spectrochimica Acta Part B: Atomic Spectroscopy. – 2022. – V. 198, 106549. https://doi.org/10.1016/j.sab.2022.106549.

3) **A.N. Zhilicheva**, G.V. Pashkova, V.M. Chubarov, A.S. Maltsev, D.O. Kirsanov, V.V. Panchuk. Consideration of spectral interference in TXRF using a limited number of calibration samples: case study of ferromanganese nodules // Spectrochimica Acta Part B: Atomic Spectroscopy. – 2024. – V. 222, 107070. https://doi.org/10.1016/j.sab.2024.107070

4) **А.Н. Жиличева**, Г.В. Пашкова, А.В. Кархова, Н.Н. Ухова, В.М. Чубаров. Определение S, Ni, Cu в сульфидных медно-никелевых рудах методом рентгенофлуоресцентного анализа с полным внешним отражением: опыт участия в программе проверки квалификации аналитических лабораторий // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. – 2024. – Т. 90. – № 7. – С 8-16. https://doi.org/10.26896/1028-6861-2024-90-7-8-16

Количество цитирований основных публикаций по теме диссертации (и в скобках всего) в международных базах данных Web of Science **29 (38)**, Scopus **37 (47)**, РИНЦ **21 (43)**.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

1. Получены оценки значений поверхностной плотности «тонкого» ненасыщенного излучателя из высушенной суспензии на подложке-отражателе с учетом коэффициентов ослабления рентгенофлуоресцентного излучения аналита и внутреннего стандарта, рассчитанных для изучаемых руд, состав которых моделировали пиритом (FeS_2), пиролюзитом (MnO_2), магнетитом (Fe_3O_4);

2. Разработан способ приготовления суспензий к РФА ПВО, основанный на измельчении порошковых проб в водной среде с добавлением

внутреннего стандарта и позволяющий получить мономодальное распределение частиц со средним размером 2-6 мкм;

3. Предложен способ, основанный на экстракции железа, для определения Ti, V, Cr, Mn, Co и Ba в железных рудах, а также апробированы дополнительные градуировочные процедуры для Ti, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, As, Ba, La, Ce и Pb в железомарганцевых конкрециях и корках с целью устранения или уменьшения спектральных наложений в рентгенофлуоресцентной спектрометрии с полным внешним отражением (РФА ПВО);

4. Разработан способ определения S (2,8-36 масс. %), Ni (0,4-5,3 масс. %) и Cu (0,7-26 масс. %) в водных суспензиях сульфидных медно-никелевых руд и проведена его апробация при участии в межлабораторных сличительных испытаниях.

Теоретическая и практическая значимость работы определяется тем, что в ходе ее выполнения разработаны методические подходы для определения широкого круга элементов в рудах разнообразного состава методом РФА ПВО:

– Новый способ сверхтонкого измельчения порошковых проб, который позволяет получить стабильную суспензию с равномерным распределением внутреннего стандарта и избежать трудоемких процедур переведения анализируемых образцов в раствор, что уменьшает время и трудозатраты на проведение анализа;

– Методика определения S, Ni и Cu в сульфидных медно-никелевых рудах, которая использована для характеристики образцов Норильск-Талнахского месторождения, а также протестирована при участии в программе проверки квалификации аналитических лабораторий;

– Дополнительные градуировочные процедуры, позволяющие проводить анализ руд с использованием минимального количества стандартных образцов;

– Способ экстракции железа для определения ряда элементов в железных рудах с целью устранения или уменьшения спектральных наложений в РФА ПВО.

Ценность научной работы соискателя состоит в разработке методического обеспечения для определения элементного состава твердотельных объектов методом РФА ПВО, включающего новый способ подготовки твердых проб без их химического разложения и эффективные подходы, основанные на экстракции и проведении дополнительных градуировочных процедур, для уменьшения или устранения наложений аналитических линий в спектре РФА ПВО, как результат создание новых экспрессных РФА ПВО методик, применимых для анализа руд разнообразного состава.

Оценка достоверности результатов исследования выявила: результаты работы получены с применением комплекса современных инструментальных методов анализа; корректно интерпретированы; прошли неоднократную апробацию на международных конференциях и рецензирование в профильных научных журналах; правильность результатов исследования подтверждена результатами анализа стандартных образцов руд разнообразного состава и сравнением полученных результатов РФА ПВО с результатами, полученными другими методами анализа.

Личное участие диссертанта заключается в постановке задач, разработке методик и проведении основных экспериментальных работ, обработке их результатов, анализе и обобщении материала. Результаты анализа, полученные с помощью дополнительных методов исследования в аналитических центрах различных организаций, проинтерпретированы соискателем лично. В работе представлены результаты, полученные лично соискателем или в соавторстве.

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; 14. Анализ природных веществ.

Диссертационный совет пришел к выводу, что диссертация Жиличевой Алены Николаевны на соискание ученой степени кандидата химических наук является научно-квалификационной работой, в которой решены актуальные и важные задачи для аналитической химии, а именно разработаны новые методические подходы для экспрессного определения широкого круга элементов в рудах разнообразного состава без их химического разложения методом РФА ПВО, что открывает широкие возможности для использования метода и внедрения РФА ПВО спектрометров в аналитические лаборатории с целью снижения стоимости и трудоемкости многоэлементного анализа руд, 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. Результаты изучения факторов, таких как поверхностная плотность излучателя, размер частиц пробы, распределение внутреннего стандарта, влияющих на точность определения элементов в суспензиях железных, марганцевых, железомарганцевых и сульфидных медно-никелевых руд, железомарганцевых конкреций методом РФА ПВО;

2. Новый способ получения стабильных однородных суспензий с использованием измельчения порошка руды в водной среде с добавлением внутреннего стандарта Ga;

3. Подходы для уменьшения или устранения наложений аналитических линий в спектре РФА ПВО, впервые апробированные при

определении Ti, V, Cr, Mn, Co и Ba в оксидных железных рудах, Ti, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, As, Ba, La, Ce и Pb в железомарганцевых конкрециях и корках;

4. Экспрессный способ определения S, Cu и Ni в сульфидных медно-никелевых рудах методом РФА ПВО без использования химических реактивов.

В диссертации Жиличевой Алены Николаевны 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 29 марта 2024 г. критерии, которым должна соответствовать диссертация на соискание ученой степени кандидата химических наук.

На заседании 11 марта 2025 г. диссертационный совет принял решение присудить Жиличевой Алене Николаевне ученую степень кандидата химических наук по специальности 1.4.2 – Аналитическая химия.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве **14** человек, из них **12** 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» – **13**, «против» – **0**, недействительных бюллетеней – **1**. Протокол счетной комиссии №92.9а.

Председатель диссертационного совета
д.ф.-м.н. М.Н. Филиппов

Ученый секретарь диссертационного совета
к.т.н. М.С. Доронина

11.03.2025