

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

экспертной комиссии диссертационного совета Д 003.051.01 на базе ИНХ СО РАН по кандидатской диссертации Лундовской Ольги Владимировны «Разработка комплекса атомно-эмиссионных и масс-спектральных методик анализа кадмия и его оксида»

Комиссия диссертационного совета Д 003.051.01 (по химическим наукам) на базе ФГБУН Института неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН в составе: председателя — доктора химических наук, **Шуваевой Ольги Васильевны**, членов комиссии — профессора, доктора химических наук, **Сидельникова Владимира Николаевича**, и доктора химических наук, **Костина Геннадия Александровича** в соответствии с п. 25 Положения о совете по защите диссертаций на соискание ученой степени кандидата наук, утвержденного приказом Минобрнауки России от 13 января 2014 г. № 7, на основании ознакомления с кандидатской диссертацией **Лундовской Ольги Владимировны** и состоявшегося обсуждения приняла следующее заключение:

1. Соискатель ученой степени кандидата химических наук соответствует требованиям пп. 2-4 Положения о порядке присуждения ученых степеней (утв. Постановлением Правительства России от 24.02.2013 г. № 842), необходимым для допуска его диссертации к защите.
2. Диссертация на тему «Разработка комплекса атомно-эмиссионных и масс-спектральных методик анализа кадмия и его оксида» в полной мере соответствует специальности 02.00.02 – «аналитическая химия», к защите по которой представлена работа.
3. Основные положения и выводы диссертационной работы отражены в 3-х статьях, опубликованных в российских и зарубежных рецензируемых журналах, которые входят в перечень индексируемых в международной информационно-аналитической системе научного цитирования Web of Science, и в 11 тезисах докладов на российских и зарубежных научных конференциях. Представленные соискателем сведения об опубликованных им работах, в которых изложены основные научные результаты диссертации, достоверны.
4. Оригинальность содержания диссертации составляет более 90% от общего объема текста; цитирование оформлено корректно по всему тексту; заимствованного материала, использованного в диссертации без ссылки на автора либо источник заимствования, не обнаружено; научных работ, выполненных соискателем ученой степени в соавторстве, без ссылок на соавторов, не выявлено.
5. Разработаны инструментальные методики прямого анализа кадмия и его оксида после их переведения в раствор с применением атомно-эмиссионной и масс-

спектрометрии с индуктивно связанной плазмой, которые позволяют проводить определение более 50 элементов-примесей на уровне содержаний от  $2 \cdot 10^{-8}$  до  $4 \cdot 10^{-4}$  % мас. Применение дистилляционного концентрирования путем отгонки основы через пленку оксида кадмия в сочетании с ИСП-МС и ИСП-АЭС обеспечило значительное снижение пределов обнаружения примесей от  $3 \cdot 10^{-8}$  до  $4 \cdot 10^{-6}$  % для 41-43 элементов соответственно. Впервые для характеристики примесного состава кадмия применена электротермическая отгонка металла с последующим прямым вводом аналитов в ИСП-плазму (ЭТИ-ИСП-АЭС). Установлено, что испарение кадмия из раствора азотной кислоты значительно отличается от испарения металлического кадмия ( $1900^\circ\text{C}$  против  $910^\circ\text{C}$ ) вследствие трансформации его азотнокислой соли в оксид, что не позволяет обеспечить эффективное отделение матрицы от аналитов, а значит, и избежать спектральных интерференций со стороны элемента основы - кадмия. Были оптимизированы условия его электротермического испарения (масса образца, продолжительность процесса) на стадии пиролиза для достижения максимального отделения от элементов-примесей. Показано, что для испарения 15 мг кадмия требуется нагревание в течение 40 с при температуре  $910^\circ\text{C}$ . Для испарения 30, 60 и 100 мг кадмия требуется ~65, 100 и 135 с соответственно, при этом достигаются пределы обнаружения 20 элементов-примесей на уровне  $6 \cdot 10^{-8}$  -  $1 \cdot 10^{-5}$  % мас.

Комплекс разработанных методик обеспечивает возможность контроля качества кадмия чистотой 5N3, 4N8 в прямом варианте, а также 6N8 (99,99998 %) и 7N8 (99,999998 %) с использованием дистилляционного концентрирования, которые внедрены в практику и применяются для контроля химического состава различных марок кадмия и его оксида, который используется в качестве прекурсора в синтезе сцинтилляционных кристаллов вольфрамата кадмия, выращиваемых в ИНХ СО РАН.

**Комиссия рекомендует:**

1. Принять к защите на диссертационном совете Д 003.051.01 на базе ИНХ СО РАН кандидатскую диссертацию **Лундовской Ольги Владимировны** «Разработка комплекса атомно-эмиссионных и масс-спектральных методик анализа кадмия и его оксида».
2. Утвердить официальными оппонентами:
  - профессора, д.х.н. Лосева Владимира Николаевича, с.н.с. научно-исследовательского инженерного центра (НИИЦ) «Кристалл» Сибирского Федерального университета, г. Красноярск.
  - профессора, д.х.н., Крылова Валентина Алексеевича, заведующего кафедрой аналитической химии в Федеральном государственном автономном образовательном



учреждении высшего образования "Национальный исследовательский Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского" (ННГУ), г. Нижний Новгород

3. Утвердить в качестве ведущей организации Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химии высокочистых веществ им. Г. Г. Девярых Российской академии наук (ИХВВ РАН), г. Нижний Новгород.

*Handwritten signature of O.V. Shuvaeva*

д. х. н. Шуваева Ольга Васильевна

*Handwritten signature of V.N. Sidelnikov*

д. х. н., проф. Сидельников Владимир Николаевич

*Handwritten signature of G.A. Kostin*

д. х. н. Костин Геннадий Александрович

Подпись *Шуваевой О.В.*  
заверяю *Сидельников В.Н.*  
Ученый секретарь  
" 15 " 10

