

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА 24.1.086.01 СОЗДАННОГО НА БАЗЕ
ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО БЮДЖЕТНОГО УЧРЕЖДЕНИЯ НАУКИ
ИНСТИТУТ НЕОРГАНИЧЕСКОЙ ХИМИИ ИМ. А.В. НИКОЛАЕВА СИБИРСКОГО
ОТДЕЛЕНИЯ РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК, МИНОБРНАУКИ РОССИИ ПО
ДИССЕРТАЦИИ ГУСЕЛЬНИКОВОЙ ТАТЬЯНЫ ЯКОВЛЕВНЫ НА СОИСКАНИЕ УЧЕНОЙ
СТЕПЕНИ КАНДИДАТА ХИМИЧЕСКИХ НАУК

аттестационное дело № _____

решение диссертационного совета от 15 сентября 2021 года № 12

О присуждении Гусельниковой Татьяне Яковлевне, гражданке Российской Федерации, ученой степени кандидата химических наук.

Диссертация «Спектральные методики анализа высокочистого германия и его оксида с различными способами концентрирования примесей» в виде рукописи по специальности 02.00.02 – аналитическая химия (химические науки) принята к защите 2 июня 2021 г. (протокол № 9) диссертационным советом Д 003.051.01 (24.1.086.01), созданным на базе Федерального государственного бюджетного учреждения науки Институт неорганической химии им. А.В. Николаева Сибирского отделения Российской академии наук (ИНХ СО РАН), Минобрнауки России, 630090, г. Новосибирск, пр. Академика Лаврентьева, д. 3, действующего на основании приказа Минобрнауки РФ от 11.04.2012 г. № 105/нк).

Соискатель Гусельникова Татьяна Яковлевна, дата рождения 18 сентября 1988 г., в 2012 г. окончила обучение ФГБОУ ВПО «Новосибирский государственный технический университет» по специальности «Технология продуктов общественного питания». В период подготовки диссертации с 2017 г. по настоящее время обучается в очной аспирантуре ИНХ СО РАН, Минобрнауки РФ. В настоящее время соискатель работает младшим научным сотрудником в аналитической лаборатории ИНХ СО РАН, Минобрнауки РФ.

Диссертация выполнена в аналитической лаборатории ИНХ СО РАН, Минобрнауки РФ.

Научный руководитель – кандидат химических наук, Цыганкова Альфия Рафаэлевна, работает в аналитической лаборатории ИНХ СО РАН в должности старшего научного сотрудника.

Официальные оппоненты:

– Васильева Ирина Евгеньевна, доктор технических наук, старший научный сотрудник, главный научный сотрудник группы атомно-эмиссионных методов анализа и стандартных образцов ФГБУН «Институт геохимии им. А.П. Виноградова СО РАН», г. Иркутск;

– Лосев Владимир Николаевич, доктор химических наук, профессор, старший научный сотрудник НЛ-2 научно-исследовательской части ФГАОУ ВО «Сибирский федеральный университет», г. Красноярск дали положительные отзывы на диссертацию.

Ведущая организация, ФГБОУ ВО «Липецкий государственный технический университет» (ЛГТУ), г. Липецк в своем положительном отзыве, подписанном ректором ЛГТУ, д.т.н., доцентом Сараевым Павлом Викторовичем, составленном д.х.н., профессором кафедры химии Ермолаевой Татьяной Николаевной, указала, что «Диссертация Т.Я. Гусельниковой является научно-квалификационной работой, в которой содержится решение научной задачи, связанной с анализом высокочистых веществ, имеющей важное значение для аналитической химии. Выполненное Т.Я. Гусельниковой исследование соответствует паспорту специальности 02.00.02 – аналитическая химия по формуле и областям исследований (п. 2, 4, 8, 9). Таким образом, по актуальности, научной новизне, объему выполненных исследований, практической значимости полученных результатов представленная диссертационная работа соответствует критериям, п.п. 9-14 Положения о присуждении ученых степеней, утвержденного

постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 г. № 842 (в действующей редакции), предъявляемым к диссертации на соискание ученой степени кандидата наук, а ее автор Т.Я. Гусельникова достойна присуждения ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 – аналитическая химия».

Соискатель имеет 18 опубликованных работ по теме диссертации, из них в рецензируемых российских и международных научных изданиях опубликовано 3 статьи. Все журналы входят в перечень изданий, рекомендованных ВАК РФ для публикации результатов диссертационных исследований, из них 2 журнала индексируются базой данных Web of Science и Scopus. Общий объем опубликованных работ составляет 39 стр. (4,9 печ. л.), авторский вклад – 3,9 печ. л. Недостоверные сведения об опубликованных соискателем работах в диссертации отсутствуют.

Наиболее значимые работы по теме диссертации:

1. Гусельникова Т.Я., Цыганкова А.Р., Сапрыкин А.И. Атомно-эмиссионный спектральный анализ диоксида германия с предварительным концентрированием примесей // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2019. – Т. 85. – № 1. – С. 50-55.
2. Гусельникова Т.Я., Цыганкова А.Р., Сапрыкин А.И. Анализ высокочистого диоксида германия с реакционной отгонкой основы методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой // Журнал аналитической химии. 2020. – Т.75. – №5. – С. 408–412.
3. Гусельникова Т.Я., Цыганкова А.Р. Определение редких примесей в высокочистом германии и его оксиде атомно-эмиссионной спектроскопией с индуктивно связанной плазмой // Неорганические материалы. 2021. – Т. 57. – № 4. – С. 429-436.

На диссертацию и автореферат диссертации поступило 8 отзывов. Все отзывы положительные, из них 6 с замечаниями. Отзывы поступили от: **д.х.н. Кубраковой Ирины Витальевны**, главного научного сотрудника, заведующей лабораторией геохимии и аналитической химии благородных металлов ФГБУН Институт геохимии и аналитической химии им В.И. Вернадского РАН, г. Москва; **д.х.н. Темерева Сергея Васильевича**, заведующего кафедрой техносферной безопасности и аналитической химии ФГБОУ ВО «Алтайский государственный университет», г. Барнаул; **д.х.н. Барановской Василисы Борисовны**, заведующей Центра коллективного пользования физическими методами исследований, ведущего научного сотрудника лаборатории химического анализа ФГБУН Институт общей и неорганической химии им Н.С. Курнакова РАН, г. Москва; **д.х.н., профессора Камнева Александра Анатольевича**, ведущего научного сотрудника лаборатории биохимии ФГБУН Институт биохимии и физиологии растений и микроорганизмов РАН, г. Саратов; **к.х.н. Николаевой Ирины Викторовны**, старшего научного сотрудника лаборатории изотопно-аналитической геохимии ФГБУН Институт геологии и минералогии им. В.С. Соболева СО РАН, г. Новосибирск; **д.х.н. Папиной Татьяны Савельевны** начальника химико-аналитического центра ФГБУН Институт водных и экологических проблем СО РАН, г. Барнаул; чл.-корр. РАН, д.х.н., профессора **Колотова Владимира Пантелеймоновича** Врио директора ФГБУН Ордена Ленина и Ордена Октябрьской Революции Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН, г. Москва; **д.т.н. Лабусова Владимира Александровича** заведующего лабораторией ФГБУН Институт автоматизации и электротехники СО РАН, заведующего кафедрой ФГБОУ ВО Новосибирский государственный технический университет, г. Новосибирск.

Замечания к автореферату носят уточняющий и рекомендательный характер и не ставят под сомнение достоверность полученных результатов и выводов. К критическим замечаниям относятся:

Много внимания уделено снижению пределов обнаружения методик. Но для анализа

высокоочищенных веществ важно не наименьшее содержание аналита, при котором он может быть обнаружен по данной методике, а наименьшее содержание аналита, которое может быть количественно определено по данной методике (предел определения); Чем можно объяснить отсутствие потерь летучих соединений хлорида кадмия при отгонке матрицы (GeCl_4) в разработанных методиках анализа высокоочищенного германия с предварительным концентрированием примесей, в то время как менее летучие хлориды определяемых аналитов были подвержены такой потере (стр. 18, 2-й абзац сверху)? Стр. 10, последний абзац. Не ясно, почему в качестве внутреннего стандарта выбрали Ве для РЗЭ и МПГ. Ве имеет энергию ионизации больше 9 эВ, тогда как РЗМ около 6–7 эВ. Логично, что действие матричного элемента на линии РЗМ такой внутренний стандарт не компенсирует. Все отзывы заканчиваются выводом, что диссертационная работа Гусельниковой Татьяны Яковлевны полностью соответствует требованиям, предъявляемым ВАК РФ к кандидатским диссертациям, а ее автор Гусельникова Т.Я. заслуживает присуждения ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 – аналитическая химия.

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается компетентностью данных лиц в области аналитической химии высокоочищенных веществ и спектральных методов исследования. Данные компетенции подтверждаются наличием публикаций оппонентов и сотрудников ведущей организации в данной области исследований.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

- **разработана** инструментальная методика АЭС ИСП анализа высокоочищенного германия и его оксида, позволяющая определять одновременно широкий круг редких элементов (Ce, Dy, Er, Eu, Ho, I, Ir, La, Lu, Nd, Pd, Pr, Pt, Rh, Ru, S, Sc, Sm, Tb, Tl, Th, Tm, U, Y и Yb) с пределами обнаружения (ПО) от $1 \cdot 10^{-6}$ до $3 \cdot 10^{-5}$ % мас.;
- **впервые использована** реакционно-столкновительная ячейка с гелием в режиме дискриминации по кинетической энергии при МС ИСП анализе германия и его оксида, позволившая определить элементы с полиатомными интерференциями As, Fe, Ga, V, Y и Zr, а так же снизить ПО для Ni, Sc, Sr в 10 раз;
- **предложены и существенно усовершенствованы** способы отгонки германия (упариванием в твердотельном термостате, в среде газообразного реагента в проточном реакторе или автоклаве), что привело к снижению возможности внесения случайных загрязнений, а также существенному снижению ПО основных аналитов;
- **экспериментально показано** отсутствие влияния германия на условия возбуждения спектральных линий элементов-примесей в ИСП (1 г/л в слабокислом растворе) и ДПТ (2 % мас. в навеске графитового порошка) при анализе методом АЭС. Разработаны комбинированные методики – АЭС ДПТ позволяет определять 46 аналитов с ПО от $5 \cdot 10^{-8}$ до $1 \cdot 10^{-4}$ % мас.; АЭС ИСП – 50 аналитов с ПО от $6 \cdot 10^{-8}$ до $3 \cdot 10^{-5}$ % мас.;
- **экспериментально подтверждена** эффективность метода внутреннего стандарта при определении 43 примесей в германии методом МС ИСП после отгонки основы, ПО методики находятся в интервале $1 \cdot 10^{-10}$ – $4 \cdot 10^{-7}$ % мас.;
- **разработан** комплекс спектральных методик анализа (две инструментальных и четыре комбинированных) германия и его оксида, позволяющих совокупно определить до 68 аналитов в материалах степенью чистоты до 8N.

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:

- **получена новая информация** о поведении примесей во время отгонки в среде газообразного реагента в условиях автоклава при микроволновом нагреве и в проточном реакторе: элементы, образующие летучие хлориды (As, B, Bi, Ga, Hg, In, Mo, Re, Sb, Sn

Ta, Te и W) при отгонке GeCl_4 в открытой системе (проточном реакторе), сохраняются в концентратах во время отгонки в закрытой системе (автоклаве);

- *исследовано* влияние германия (до 2100 мг/л) на аналитические сигналы элементов-примесей при МС ИСП анализе: зависимость чувствительности и ПО от концентрации германия в анализируемых растворах;
- *изложены* подходы к разработке инструментальных АЭС ИСП и МС ИСП, комбинированных АЭС с ИСП и ДПТ, МС ИСП методик анализа, которые можно использовать при разработке аналогичных методик анализа других высокочистых объектов с близкими физико-химическими свойствами.

Значение полученных соискателем результатов исследования для практики подтверждается тем, что:

- *разработан* комплекс инструментальных АЭС ИСП и МС ИСП методик, позволяющий охарактеризовать материалы чистотой до 5N4;
- *разработан* комплекс комбинированных АЭС ИСП и МС ИСП методик с отгонкой германия в виде тетрахлорида упариванием после кислотного растворения, в среде газообразного реагента при микроволновом нагреве и проточном реакторе, позволяющий охарактеризовать материалы степенью чистоты до 8 N;
- комплекс инструментальных и комбинированных методик *внедрен* в практику Аналитической лаборатории ИНХ СО РАН для контроля качества высокочистого германия и его диоксида.

Оценка достоверности результатов исследования выявила, что:

высокий методический уровень проведения работы, отсутствие противоречий между экспериментальными результатами и данными других исследований подтверждают достоверность представленных результатов. Публикации в рецензируемых журналах, положительная оценка докладов на российских и международных конференциях свидетельствуют о фундаментальной и практической ценности основных результатов работы.

Личный вклад соискателя состоит в проведении экспериментальных исследований при разработке: инструментальных и комбинированных методик, способов концентрирования примесей. Анализ литературных данных, планирование экспериментов, метрологическая оценка разработанных методик выполнены лично автором. Обсуждение полученных результатов и подготовка материалов для публикаций проводились совместно с научным руководителем и соавторами.

В ходе защиты были высказаны следующие критические замечания: отсутствие в докладе информации о превращениях железа, протекающих при прямом хлорировании образца германия в проточном реакторе, и как происходил контроль содержания примесей в материале используемой посуды (кварце). Было высказано пожелание придерживаться лаконичности при ответах на вопросы и использование более точных формулировок терминов.

Соискатель Гусельникова Т.Я. *ответила на заданные ей в ходе заседания вопросы и привела собственную аргументацию*: содержание примесей, поступающих из материалов посуды контролировали проведением контрольного опыта, поведение железа при прямом хлорировании не изучали, т.к. концентраты анализировали методом МС ИСП, при использовании которого железо имеет интерференции от полиатомных ионов; *согласилась с необходимостью использовать более точные термины.*

На заседании 15 сентября 2021 г., протокол № 12 диссертационный совет принял решение: за решение научной задачи по разработке комплекса методик количественного анализа высокочистого германия и его оксида, состоящего из шести инструментальных и комбинированных методик, имеющей значение для развития аналитической химии

высококачественных веществ, присудить Гусельниковой Т.Я. ученую степень кандидата химических наук.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 24 (двадцати четырех) человек, из них 7 (семь) докторов наук по специальности 02.00.02 – аналитическая химия, участвовавших в заседании, из 33 человек, входящих в состав совета, проголосовали: за присуждение ученой степени – 24 (двадцать четыре), против присуждения ученой степени – 0 (нет), недействительных бюллетеней – 0 (нет).

Заместитель председателя диссертационного совета
д.х.н., профессор Корнев Сергей Васильевич

Ученый секретарь диссертационного совета
д.х.н., доцент Потапов Андрей Сергеевич

15 сентября 2021 г.



Подпись Корнева С.В., Потапова А.С.
заседания
Горасова О.А.
Ученый секретарь ИХ СО РАН
15 сентября 2021 г.

