

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА Д 003.051.01 НА БАЗЕ
Федерального государственного бюджетного учреждения науки
Института неорганической химии имени А.В. Николаева
Сибирского отделения Российской академии наук, МИНОБРНАУКИ РОССИИ
ПО ДИССЕРТАЦИИ **Лундовской Ольги Владимировны** НА СОИСКАНИЕ
УЧЕНОЙ СТЕПЕНИ
КАНДИДАТА ХИМИЧЕСКИХ НАУК

аттестационное дело № _____

решение диссертационного совета от 19 февраля 2020 года № 3

О присуждении *Лундовской Ольге Владимировне*, гражданке Российской Федерации ученой степени кандидата химических наук.

Диссертация *«Разработка комплекса атомно-эмиссионных и масс-спектральных методик анализа кадмия и его оксида»* в виде рукописи по специальности 02.00.02 – аналитическая химия (химические науки) принята к защите 16 октября 2019 г., протокол № 18 диссертационным советом Д 003.051.01 на базе Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института неорганической химии имени А.В. Николаева Сибирского отделения Российской академии наук (ИНХ СО РАН), (630090, г. Новосибирск, пр. Ак. Лаврентьева, д. 3, действующего на основании приказа Минобрнауки РФ от 11.04.2012 № 105/нк).

Соискатель *Лундовская Ольга Владимировна*, 1990 года рождения, в 2014 году окончила специалитет в Федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего профессионального образования «Новосибирском национальном исследовательском государственном университете» по специальности – химия. С 2014 года по настоящее время соискатель является аспирантом ИНХ СО РАН. На данный момент соискатель работает в должности младшего научного сотрудника в аналитической лаборатории ИНХ СО РАН.

Диссертация выполнена в аналитической лаборатории в ИНХ СО РАН.

Научный руководитель – доктор технических наук Сапрыкин Анатолий Ильич работает в ИНХ СО РАН в должности главного научного сотрудника в аналитической лаборатории.

Официальные оппоненты:

– *Крылов Валентин Алексеевич*, гражданин Российской Федерации, доктор химических наук, профессор, заведующий кафедрой аналитической химии Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования "Национального исследовательского Нижегородского государственного университета им. Н.И. Лобачевского" (ННГУ), г. Нижний Новгород;

– *Лосев Владимир Николаевич*, гражданин Российской Федерации, доктор химических наук, профессор, старший научный сотрудник госбюджетной темы ГХ-4 ФГАОУ высшего профессионального образования «Сибирского

федерального университета», г. Красноярск дали **положительные** отзывы на диссертацию.

Ведущая организация, ФГБУН Институт химии высокочистых веществ им. Г. Г. Девярых РАН (ИХВВ РАН) г. Нижний Новгород, в своем **положительном заключении**, утверждённом директором ИХВВ РАН д.х.н. Андреем Дмитриевичем Булановым, составленном старшим научным сотрудником заведующим лабораторией аналитической химии высокочистых веществ к.х.н. Пименовым Владимиром Георгиевичем, указал, что «...диссертация Лундовской Ольги Владимировны являясь самостоятельным завершённым научным исследованием, по объёму материала, актуальности и новизне соответствует критериям п. 9 «Положения о порядке присуждения ученых степеней», утвержденного постановлением Правительства РФ от 24.09.2013 г. № 842, а ее автор Лундовская Ольга Владимировна заслуживает присуждения ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 – аналитическая химия».

Отзыв рассмотрен и одобрен на семинаре ИХВВ РАН по проблеме «Химия высокочистых веществ» 24 января 2020 г.

По теме диссертации соискатель имеет 3 работы (1 – в рецензируемом зарубежном и 2 – в российских рецензируемых журналах). Все журналы входят в перечень журналов, индексируемых в международной информационно-аналитической системе научного цитирования Web of Science. 11 работ опубликованы в материалах всероссийских и международных конференций.

Наиболее значимые научные работы по теме диссертации:

1. **Petrova N.I., Lundovskaya O.V., Saprykin A.I. Analysis of high-purity cadmium and cadmium dioxide by atomic absorption spectrometry // Inorganic Materials. – 2016. – V. 52. – N. 10. – P. 1020-1024.**
2. **Лундовская О.В., Цыганкова А.Р., Петрова Н.И., Сапрыкин А.И. Анализ кадмия и его оксида методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой // Журнал аналитической химии. – 2018. – Т. 73. – №. 9. – С. 680-687.**
3. **Medvedev N.S., Lundovskaya O.V., Saprykin A.I. Direct analysis of high-purity cadmium by electrothermal vaporization-inductively coupled plasma optical emission spectrometry // Microchemical Journal. –2019. – V. 145. – P. 751-755.**

На диссертацию и автореферат диссертации поступило 5 отзывов. Все отзывы положительные с замечаниями. Отзывы поступили от: *д.х.н., доцента, Мокшиной Надежды Яковлевны*, профессора кафедры физики и химии ВУНЦ ВВС «Военно-воздушная академия им. Профессора Н.Е. Жуковского и Ю.А. Гагарина» (г. Воронеж); *д.х.н, профессора Бурлына Михаила Юрьевича*, профессора кафедры аналитической химии ФГБОУ ВО «Кубанского государственного университета» (КубГУ), г. Краснодар; *д.х.н. Марютиной Татьяны Анатольевны* директора департамента технологий добычи разработки

металлоносных полезных ископаемых ООО «Инжиниринговый центр МФТИ по полезным ископаемым», г. Москва; *к.х.н. Осипова Константина* главного специалиста департамента технологий добычи и переработки металлоносных полезных ископаемых ООО «Инжиниринговый центр МФТИ по полезным ископаемым», г. Москва; *к.х.н. Потапов Александр Михайлович* заведующий лабораторией физических методов исследования высокочистых веществ ФГБУН Института химии высокочистых веществ им. Г.Г. Девярых РАН (ИХВВ РАН), г. Нижний Новгород; *д.х.н., Темедев Сергей Васильевич* заведующий кафедрой техносферной безопасности и аналитической химии ФГБОУ ВО «Алтайского государственного университета», г. Барнаул.

Большинство *замечаний к автореферату* относятся к неточностям в используемой терминологии, носят уточняющий характер. Все отзывы заканчиваются выводом, что диссертационная работа Лундовской О.В. **полностью соответствует** требованиям, которые ВАК РФ предъявляет к кандидатским диссертациям, а ее автор Лундовская О.В. заслуживает присуждения ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 – аналитическая химия.

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается компетентностью оппонентов в области аналитической химии и спектрального анализа. Ведущая организация специализируется на анализе и получении веществ высокой чистоты. Данные компетенции подтверждаются наличием публикаций оппонентов и сотрудников ведущей организации в данной области исследований.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

– *разработаны* пять методик количественного химического анализа кадмия и его оксида на базе **атомно-эмиссионного и масс-спектрометрического** аналитического оборудования;

– *впервые использована* электротермическая отгонка кадмия для прямого ввода аналитов в ИСП. Для количественного определения 20 элементов-примесей выбраны аналитические линии, проведена оптимизация величины навески металлического кадмия и температурного режима ЭТИ.

– *оптимизированы* операционные параметры атомно-эмиссионного и масс-спектрометрического с возбуждением в индуктивно связанной плазме (**АЭС ИСП и МС ИСП**) анализа кадмия и его оксида (мощность индукционного разряда, скорость транспортирующего потока аргона), что позволило достичь максимального отношения интенсивности сигналов аналитов к флуктуациям фона и снизить пределы обнаружения элементов-примесей до $6 \cdot 10^{-8}$ - $1 \cdot 10^{-5}$ % мас. Выбраны аналитические линии (для АЭС ИСП методики) и изотопы (для МС ИСП методики) для определяемых примесей, *оптимизирована* концентрация основного компонента в растворе, обеспечивающая минимальные матричные влияния;

– *показано*, что инструментальная АЭС ИСП методика анализа кадмия и его оксида позволяет определять 51 элемент-примесь с пределами обнаружения $1 \cdot 10^{-7}$ - $5 \cdot 10^{-5}$ % мас. и прецизионностью 8-27 %. Разработанная АЭС ИСП методика позволяет охарактеризовать кадмий или его оксид чистотой 99,9993 % мас. (5N3). Инструментальная МС ИСП методика дает возможность определения 50 элементов-примесей с пределами обнаружения $2 \cdot 10^{-8}$ - $4 \cdot 10^{-4}$ % мас. и прецизионностью 10-26 %. Согласно МС ИСП методике может быть охарактеризован кадмий чистотой 99,998 % мас. (4N8). Преимуществом инструментальных методик является экспрессность и простота в осуществлении анализа.

– *выбраны* условия концентрирования микропримесей, обеспечивающие сохранение аналитов при сублимации через пленку оксида кадмия. Коэффициент концентрирования 100-150. Комбинированная методика АЭС ИСП анализа высокочистого кадмия дает возможность определения 43 элементов с пределами обнаружения в интервале концентраций $3 \cdot 10^{-8}$ - $4 \cdot 10^{-6}$ % мас., прецизионностью в пределах 18-33 %. Эта методика позволяет охарактеризовать кадмий чистотой 6N8 (99,99998 %). Комбинированная МС ИСП методика позволяет определять 41 примесь с пределами обнаружения от $2 \cdot 10^{-10}$ до $3 \cdot 10^{-7}$ % мас., прецизионность составляет 17-31 %, методика дает возможность характеристики примесного состава кадмия на уровне 7N8 (99,999998 %).

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:

– *разработан* комплекс информативных атомно-эмиссионных и масс-спектрометрических методик анализа кадмия и его оксида чистотой от 2N до 7N.

– применение **атомно-эмиссионного и масс-спектрометрического** аналитического оборудования при количественном химическом анализе кадмия и его оксида *позволило расширить* список определяемых элементов-примесей и *снизить* их пределы обнаружения.

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

– *разработанные методики внедрены* и использованы для контроля химического состава различных марок кадмия и его оксида, используемого в качестве прекурсора в **ИНХ СО РАН**;

– инструментальные АЭС ИСП и МС ИСП методики применимы для подтверждения следующих марок кадмия: Кд00 (4N7), Кд0АС (3N8), Кд0С (3N5), Кд0А (3N8), Кд0 (3N5), Кд1С (3N), Кд2С (2N5), Кд1 (3N3), Кд2 (2N8). С помощью комбинированных АЭС ИСП и МС ИСП методик может быть охарактеризован кадмий марок Кд0000 (6N), Кд000 (5N7), Кд00 (4N7);

– комплекс разработанных методик может быть использован в организациях, занимающихся контролем чистоты высокочистых веществ: ИНХ СО РАН (г. Новосибирск), ИХВВ РАН (г. Нижний Новгород), ИОНХ РАН (г. Москва).

Оценка достоверности результатов исследования выявила, что:

Достоверность представленных результатов основывается на высоком методическом уровне проведения работы, согласованности экспериментальных данных полученных в условиях воспроизводимости. О признании информативности и значимости основных результатов работы мировым научным сообществом также говорит их опубликование в рецензируемых журналах различного уровня и высокая оценка на российских и международных конференциях.

Личный вклад автора в диссертационную работу состоит в анализе литературных данных, планировании и выполнении экспериментальных исследований при разработке инструментальных методик, методик с предварительным концентрированием примесей и электротермическим вводом проб в ИСП. Метрологическая оценка разработанных методик выполнена лично автором. Обсуждение полученных результатов и подготовка материалов для публикаций проводились совместно с научным руководителем и соавторами.

Диссертационный совет Д 003.051.01. на заседании 19 февраля 2020 г., протокол № 3 пришел к выводу о том, что диссертация соответствует п. 9 «Положения о присуждении ученых степеней», т.е. представляет собой законченную научно-квалификационную работу, в которой описан комплекс инструментальных и комбинированных АЭС ИСП и МС ИСП методик анализа кадмия и его оксида различной степени чистоты с целью получения максимально полной информации об элементном составе объектов анализа, и принял решение присудить Лундовской Ольге Владимировне ученую степень кандидата химических наук по специальности 02.00.02 – аналитическая химия.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 27 (двадцати семи) человек, из них 7(семь) докторов наук по специальности 02.00.02 – аналитическая химия, участвовавших в заседании и голосовании, из 33 человек, входящих в состав совета, проголосовали: за присуждение ученой степени – 27 (двадцать семь), против присуждения ученой степени – 0 (нет), недействительных бюллетеней – 0 (нет).

Председатель диссертационного совета
чл.-к. РАН, д.х.н.

В.П. Федин

Ученый секретарь диссертационного совета
д.ф.-м.н.

В.А. Надолинный

19 февраля 2020г.

