

## **Отзыв официального оппонента**

на диссертацию Черниковой Инны Игоревны  
**«РАЗРАБОТКА СПОСОБОВ МИКРОВОЛНОВОЙ  
ПРОБОПОДГОТОВКИ В АНАЛИЗЕ ФЕРРОСПЛАВОВ,  
ШЛАКООБРАЗУЮЩИХ СМЕСЕЙ И РУДНЫХ МАТЕРИАЛОВ  
МЕТОДОМ АТОМНО-ЭМИССИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ С  
ИНДУКТИВНО СВЯЗАННОЙ ПЛАЗМОЙ»**,  
представленной  
на соискание ученой степени кандидата химических наук  
по специальности 02.00.02 – аналитическая химия

Работа И.И.Черниковой посвящена совершенствованию и развитию методов анализа продукции металлургического производства. Элементный анализ таких материалов представляет особую сложность из-за разнообразия и многокомпонентности их состава, а также высоких требований к точности определения. Существующие классические методы анализа, рекомендованные нормативными документами, устарели. Они недостаточно эффективны – длительны и трудоемки. Внедрение в практику производственных лабораторий современных многоэлементных инструментальных методов, разработка методической и нормативной базы, на них основанной, стало для металлургической отрасли насущной необходимостью. Вопросы, связанные с замещением одноэлементных классических методов более производительными многоэлементными, расширением спектра определяемых элементов и круга анализируемых объектов, обеспечением нового качества получаемой информации и разработкой соответствующих нормативных документов составляют актуальность, новизну и практическую значимость диссертационной работы И.И.Черниковой.

Для решения поставленных задач диссертантом применено сочетание современных методов пробоподготовки с эмиссионным атомно-спектральным определением (АЭС-ИСП). Использованный подход обеспечивает не только требуемые метрологические характеристики и экспрессность анализа, но и его рентабельность.

Для представленной работы характерны выраженная прикладная направленность, обоснованность выбора методов исследования, логичность построения эксперимента, прекрасное изложение материала. В литературном обзоре охарактеризованы классические методы анализа ферросплавов, регламентируемые существующими нормативными документами, систематизированы данные по применению современных инструментальных методов (РФА и АЭС-ИСП), оценены перспективы использования микроволновой (МВ) пробоподготовки в сочетании с АЭС-ИСП (Глава 1). В главе 2 дана характеристика рудных материалов и шлакообразующих смесей (ШОС) как объектов анализа, приведена информация о возможностях классических и современных методов их анализа и способов подготовки проб. Обоснована актуальность использования современных методических подходов для повышения экспрессности и прецизионности анализа объектов металлургического производства. Сформулированы конкретные задачи исследования и пути их решения.

В экспериментальной части приведены данные о выбранных объектах исследования, использованных стандартных образцах (СО) и оборудовании (Глава 3), детально обоснован выбор составов реакционных смесей для МВ разложения проб различного состава и его температурно-временные режимы (Глава 4), рассмотрены методические особенности АЭС-ИСП анализа растворов, полученных разложением исследуемых объектов, включая проверку правильности разработанных методик с применением стандартных образцов (Глава 5). В этой же главе обсуждены особенности градуировки спектрометра при отсутствии стандартных образцов. В главе 6 изложены методики анализа материалов металлургического производства и приведены результаты апробации разработанных методик для анализа целого ряда образцов промышленной продукции, а также дана сравнительная характеристика разработанных и стандартных методик анализа.

Список литературы к работе содержит более 100 ссылок. Важной ее частью являются включенные в приложение 7 актов апробирования разработанных диссертантом методик в Центральной лаборатории

Новолипецкого металлургического комбината, документально подтвердившего равнозначность результатов, получаемых при использовании разработанных методик и при определении компонентов ГОСТированными классическими методами, и двух свидетельств об аттестации методик.

На основании проведенных исследований диссертантом предложены новые способы вскрытия проб ферросплавов, ШОС и рудных материалов в условиях МВ нагрева, обоснованы принципы выбора качественного и количественного состава смесей для разложения, грамотно использованы приемы, обеспечивающие полное разложение образца, оптимизированы температурно-временные режимы обработки и выбраны условия, существенно упрощающие и ускоряющие стадии переведения образцов в раствор.

С целью оптимизации условий АЭС-ИСП анализа конкретных продуктов определены аналитические линии, свободные от спектральных наложений или допускающие возможность их учета. Впечатляющие результаты по улучшению прецизионности анализа получены с использованием метода внутреннего стандарта для высоких содержаний аналитов. В целом, использованный набор способов и приемов позволил автору продемонстрировать очень хорошие метрологические характеристики разработанных методик.

Диссертантом разработан и апробирован комплекс методик определения нормируемых компонентов в ферросплавах, ШОС и рудных материалах. Продемонстрировано существенное упрощение пробоподготовки в условиях МВ нагрева, сокращение количества необходимых реагентов и материалов, времени анализа при сохранении требуемых метрологических характеристик. Методика определения Si, Ca (ФР.1.31.2017.28287) в СК внесена в «Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений». Методика определения V, P, Cr в ФВд включена в технологический регламент (АМ 05757665-072-411-2016) и внедрена в практику лабораторий ПАО «НЛМК».

Основной итог работы заключается в реализации возможностей современного инструментального метода – АЭС-ИСП – применительно к анализу продуктов металлургического производства на основе детального

исследования способов подготовки материалов различного химического состава, оптимизации условий измерения содержаний нормируемых компонентов в них и улучшения метрологических характеристик анализа, а также разработки и внедрения в практику новых высокоэффективных схем анализа и создания соответствующих нормативных документов.

Полученные автором результаты представлены на ряде крупных конференций и опубликованы в ведущих отечественных журналах, входящих в Перечень ВАК.

Уровень подготовки диссертационной работы И.И.Черниковой очень высок, поэтому к ней возникает минимальное количество замечаний.

1. В работе не отмечено, существуют ли различия в эффективности МВ систем, использованных автором применительно к изученным объектам.
2. Представляется небезопасным использование при разложении ферробора в закрытых системах хлорной кислоты, которая может при высокой температуре разлагаться с образованием газообразных продуктов.
3. В разделах 3.1,4.1, 4.2 Экспериментальной части не указаны навески исследуемых материалов, использованные в предварительных экспериментах; эти данные приведены лишь в Главе 6.

Высказанные замечания не могут повлиять на общую положительную оценку представленной работы. Диссертантом полностью решены поставленные задачи, причем предложенные подходы и способы их решения могут послужить основой для разработки схем анализа других технологических объектов сложного состава.

Можно утверждать, что И.И.Черникова – сложившийся специалист высокой квалификации. По содержанию, объему, актуальности, научной новизне и практической значимости ее диссертация полностью соответствует требованиям п.п. 9-14 Положения о порядке присуждения ученых степеней ВАК РФ, утвержденным постановлением Правительства РФ №842 от

24.09.2013, и является завершенной научно-квалификационной работой, имеющей существенное значение для повышения качества контроля состава металлургической продукции, а И.И.Черникова заслуживает присуждения ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 - «аналитическая химия».

Доктор химических наук  
(специальность 02.00.02 – аналитическая химия),  
главный научный сотрудник,  
зав. лабораторией геохимии и аналитической химии  
благородных металлов ГЕОХИ РАН

Кубракова  
Ирина Витальевна

Федеральное Государственное Бюджетное Учреждение Науки  
Институт геохимии и аналитической химии  
им. В.И. Вернадского Российской Академии Наук  
119991, г. Москва, ул. Косыгина, дом 19,  
<http://www.geokhi.ru>  
Тел. +7-499-137-83-97, E-mail: [kubrakova@geokhi.ru](mailto:kubrakova@geokhi.ru)

22.11.2018

Подпись руки *Кубраковой Ирины Витальевны*  
удостоверяю  
*Сидурова* Зав. канцелярией ГЕОХИ РАН