

**Отзыв официального оппонента на диссертацию А.В.Вячеславова
«Новые подходы к анализу вторичного вольфрамсодержащего сырья,
сплавов на основе титана и кобальта методом атомно-эмиссионной
спектрометрии с индуктивно связанной плазмой»,
представленную на соискание ученой степени кандидата химических
наук по специальности 02.00.02 - Аналитическая химия**

Перед автором диссертации была поставлена не совсем обычная задача- разработка единого метода анализа для двух разнородных видов материалов. С одной стороны – это вторичное вольфрамсодержащее сырье (ВВС), с другой стороны – это материалы на основе титана и кобальта. В аналитическом аспекте эти материалы объединяют следующие обстоятельства – это материалы многокомпонентные; существующие стандартизованные методы их анализа давно устарели и не соответствуют современным требованиям; стандартные образцы для их анализа отсутствуют. Отсюда вытекает актуальная и сложная задача – исследование и разработка аналитического метода и комплекса методик, обеспечивающих контроль качества указанных материалов с требуемыми метрологическими характеристиками.

Для достижения поставленной цели соискатель обоснованно выбрал атомно-эмиссионный анализ с индуктивно связанной плазмой (АЭС-ИСП), позволяющий определить всю гамму искомых элементов в широком диапазоне концентраций с необходимой точностью и чувствительностью, с использованием синтетических жидких смесей для градуировки прибора вместо адекватных твердотельных стандартных образцов.

Диссертация состоит из введения, пяти глав, выводов, списка литературы и шести приложений с информацией о метрологических характеристиках разработанных методик и их практическом использовании.

В литературном обзоре (Глава 1) охарактеризованы как выбранные объекты, так и применяемые методы их анализа. Следует отметить, что литературный обзор выполнен тщательно, в нем отражены основные

современные источники информации (как зарубежные, так и отечественные). В Таблице 1.1 обобщена информация по компонентному составу вольфрамсодержащего сырья, из которой видно, что главные искомые компоненты – это тугоплавкие металлы W, Ta, Ti, Co в широком интервале концентраций (по вольфраму до 90%).

Далее идет характеристика методов анализа отходов вольфрамсодержащего сырья (Таблица 1.2), из которой видно, что это, в основном, устаревшие, трудоемкие химические и физико-химические методы анализа, требующие замены. Показаны перспективы современного рентгенофлуоресцентного метода анализа, и, как справедливо отмечает соискатель, для его применения требуются адекватные стандартные образцы состава, создание которых применительно к разнородному вторичному сырью более чем проблематично. Далее автор более подробно характеризует метод АЭС-ИСП и показывает его перспективность для решения поставленной задачи.

В разделе обзора 1.2 автор характеризует особенности титановых сплавов, применяемых в нефтегазовой промышленности и отмечает необходимость высокоточного определения в них легирующих элементов платиновой группы (Ru, Pd, Pt). В таблице 1.3 дана сводная информация по существующим методам анализа титановых сплавов, из которой видно, что это устаревшие трудоемкие виды анализа, также требующие обновления. Отдельный раздел 1.3 автор посвящает пробоподготовке, отмечая необходимость ее совершенствования.

Обзор заканчивается постановкой задачи исследования, в которой обоснованно предлагается исследовать и разработать для достижения поставленной цели методики АЭС-ИСП анализа в сочетании с автоклавной микроволновой пробоподготовкой.

В Главе 2 охарактеризованы объекты исследования по химическому составу, имеющиеся зарубежные и отечественные стандартные образцы, реактивы и вспомогательные материалы, а также приборы и аналитическое

оборудование. Замечу, что этот раздел лучше бы было назвать «аналитическое оборудование», к которому относится и измерительное, и испытательное, и вспомогательное аналитическое оборудование.

В распоряжение автора был атомно-эмиссионный спектрометр с ИСП «Optima 7300DV» производства фирмы PerkinElmer (ПеркинЭльмер), микроволновая система пробоподготовки (Германия) и отечественный рентгенофлуоресцентный прибор Спектроскан, пригодный только для оценочного (полуколичественного) анализа.

Главу 3 автор посвящает применению метода АЭС-ИСП для анализа вторичного вольфрамсодержащего сырья. Он начинает этот раздел с рассмотрения пробпоотбора, но никакой конкретной информации (кроме литературной) не приводит, т.к. пробпоотбором он не занимался (да и не должен был заниматься), а получал готовые пробы, как следует из п.2.1.

Более творческий характер носит раздел, посвященный микроволновой пробпоподготовке – автором выбраны составы реакционной смеси, температурные и временные режимы. Разработанную процедуру пробпоподготовки, безусловно, можно считать важным элементом научной новизны работы. Однако сомнительным представляется оценка полноты растворения проб визуальным способом.

Важным разделом работы является выбор условий АЭС-ИСП анализа вторичного вольфрамсодержащего сырья, учитывая его многокомпонентность и многолинейчатость спектров. Для данного объекта это исследование является новым, оно выполнено тщательно, а результаты убедительно обоснованы. Странным представляется лишь то обстоятельство, что метрологический аспект обсуждается только применительно к пределам обнаружения и определения, в то время как речь идет в первую очередь об определении компонентов в достаточно широком диапазоне содержаний (Таблица 3.5).

Четвертая глава посвящена исследованию особенностей анализа наплавочных материалов на основе кобальта и титановых сплавов,

легируемых рутением методом АЭС ИСП. В этой главе описаны предложенные автором условия микроволновой пробоподготовки и последующего АЭС-ИСП окончания. Примерно тот же подход продемонстрирован автором при анализе титановых сплавов. При этом справедливо особое внимание уделено легирующему металлу платиновой группы рутению, к точности определения которого предъявляются более высокие требования, т.к. он относится к драгоценным металлам. *Выполнено значительное число экспериментов, однако конкретные метрологические характеристики не оценены. Более того, согласно таблице 4.6 погрешность анализа проб с содержанием 0,05; 0,10; 0,15% масс. одинакова для всех трех случаев – 0,004% масс., что не соответствует метрологической логике.*

В Главе 5 обобщена информация о разработке и аттестации методик анализа всех исследуемых автором диссертации материалов. Выполнен большой объем работы по подтверждению правильности анализа по разработанным методикам. Эта работа заслуживает высокой оценки.

Однако диссонансом с этими результатами выглядит таблица 5.2. В этой таблице автор сравнивает результаты анализа ВСТС, полученные двумя методами- разработанным автором АЭС-ИСП и методом рентгенофлуоресцентного анализа. В принципе, метод контроля правильности выбран разумно- межметодное сличение. Однако (и автор об этом знает) метод РФА должен быть обеспечен адекватными стандартными образцами, а их нет. *Тогда автор пользуется методом фундаментальных параметров, который является полуколичественным, и получает таблицу 5.2, в которой наблюдается значимое расхождение практически всех полученных результатов. В таком варианте это не является подтверждением правильности.*

Все остальные результаты по подтверждению правильности анализа (а это основная метрологическая характеристика методики) получены методом добавок и являются корректными. Столь же корректными являются другие метрологические показатели методик – повторяемость и воспроизводимость.

Все разработанные методики внедрены в практику работы ЦКП НИЦ «Курчатовский институте-ЦНИИ КМ «Прометей».

Сделанные замечания не влияют на общую положительную оценку работы.

Диссертация написана грамотным языком, оформлена в соответствии с действующими нормативными требованиями. Автореферат отражает содержание диссертации.

Результаты исследований опубликованы в 4 статьях в научных журналах, рекомендованных ВАК, 6 тезисах докладов в материалах конференций. Диссертация отвечает паспорту специальности «аналитическая химия» по формуле и областям исследований (п.п. 2,4,6,7, 18).

Таким образом, в диссертации А.В.Вячеславова решена научная задача, имеющая важное хозяйственное значение: предложены, исследованы и разработаны новые подходы и методики атомно-эмиссионного анализа актуальных многокомпонентных материалов на основе вольфрама, кобальта и титана с улучшенными метрологическими характеристиками.

Диссертация А.В.Вячеславова соответствует требованиям п.п. 9 - 14 «Положения о присуждении ученых степеней» (Постановление Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 г. № 842 «О порядке присуждения ученых степеней»).

Александр Валерьевич Вячеславов заслуживает присуждения ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02-аналитическая химия.

Заведующая Центром
коллективного пользования
физическими методами исследования
веществ и материалов
Федерального государственного бюджетного
учреждения науки
Института общей и неорганической химии

им. Н.С.Курнакова (ИОНХ РАН)
Российской академии наук,
доктор химических наук
(специальность 02.00.02 аналитическая химия),
доцент

В.Б.Барановская

119991, г.Москва, Ленинский проспект,31
baranovskaya@list.ru

05.04.2019

