

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА Д 212.285.09 НА БАЗЕ  
ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО АВТОНОМНОГО  
ОБРАЗОВАТЕЛЬНОГО УЧРЕЖДЕНИЯ  
ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ «УРАЛЬСКИЙ ФЕДЕРАЛЬНЫЙ  
УНИВЕРСИТЕТ ИМЕНИ ПЕРВОГО ПРЕЗИДЕНТА РОССИИ  
Б.Н. ЕЛЬЦИНА», МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ  
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ, ПО ДИССЕРТАЦИИ НА СОИСКАНИЕ  
УЧЕНОЙ СТЕПЕНИ КАНДИДАТА НАУК

аттестационное дело № \_\_\_\_

решение диссертационного совета от 11 октября 2016 г. № 10

О присуждении Чичерской Анне Леонидовне, гражданство Российской Федерации, ученой степени кандидата химических наук.

Диссертация «Определение химического состава и толщины гальванических покрытий методом атомно-эмиссионной спектроскопии с тлеющим разрядом постоянного тока» по специальности 02.00.02 – Аналитическая химия принята к защите 06 июля 2016 г., протокол № 8 диссертационным советом Д 212.285.09 на базе ФГАОУ ВО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина», Минобрнауки России; 620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, 19; созданного приказом Минобрнауки России № 105/нк от 11.04.2012 г.

Соискатель, Чичерская Анна Леонидовна, 1988 года рождения. В 2011 году окончила ФГАОУ ВПО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина» по специальности «Химическая технология материалов современной энергетики»; обучается в заочной аспирантуре ФГАОУ ВО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина» по специальности 02.00.02 – Аналитическая химия (предполагаемый срок окончания

аспирантуры – 30.09.2017 г.); работает в должности инженера-исследователя Центральной заводской лаборатории ФГУП «Уральский электромеханический завод», Предприятие Госкорпорации «Росатом» г. Екатеринбург.

Диссертация выполнена на кафедре физико-химических методов анализа Физико-технологического института ФГАОУ ВО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина», Минобрнауки России.

**Научный руководитель** – доктор химических наук, профессор Пупышев Александр Алексеевич, ФГАОУ ВО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина», Физико-технологический институт, кафедра физико-химических методов анализа, профессор.

Официальные оппоненты:

**Ганеев Александр Ахатович**, доктор физико-математических наук, профессор, Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Санкт-Петербургский национальный исследовательский университет информационных технологий, механики и оптики», кафедра сенсорики, профессор;

**Голик Василий Михайлович**, кандидат технических наук, АО «Уральский электрохимический комбинат», г. Новоуральск Свердловской обл., Центральная заводская лаборатория, инженер-исследователь,

дали положительные отзывы на диссертацию.

Ведущая организация – Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт металлургии Уральского отделения Российской академии наук, г. Екатеринбург, в своем положительном заключении, подписанном Гельчинским Борисом Рафаиловичем, доктором физико-математических наук, заведующим лабораторией порошковых, композиционных и наноматериалов, Печищевой Надеждой Викторовной, кандидатом химических наук, старшим научным сотрудником лаборатории

аналитической химии, указала, что диссертационная работа Чичерской Анны Леонидовны является законченной научно-квалификационной работой, в которой разработана и научно обоснована система контроля качества толщины и химического состава нескольких типов покрытий новым экспрессным методом атомно-эмиссионной спектроскопии с тлеющим разрядом постоянного тока. Работа соответствует требованиям п. 9 Положения о присуждении ученых степеней, а ее автор, Чичерская Анна Леонидовна, заслуживает присуждения ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 – Аналитическая химия.

Соискатель имеет 7 опубликованных работ, в том числе по теме диссертации – 7 работ, опубликованных в рецензируемых научных изданиях – 3.

Другие публикации представлены в виде тезисов 4 докладов российских научных конференций. Общий объем опубликованных по теме диссертации работ 3,65 п.л., авторский вклад – 1,83 п.л.

Наиболее значительные научные работы по теме диссертации:

1. Чичерская А. Л. Определение характеристик распыления электролитического покрытия Ni-P с использованием атомно-эмиссионного спектрометра с тлеющим разрядом GDS 850 А / **А.Л. Чичерская**, А.А. Пупышев // Аналитика и контроль. – 2014. – Т. 18. – № 1. – С. 54-62. (0.9 п.л./0.45 п.л.)

2. Чичерская А. Л. Определение толщины гальванических покрытий Ni-P, Sn-Bi и Sn-Pb методом атомно-эмиссионной спектроскопии с тлеющим разрядом постоянного тока / **А.Л. Чичерская**, А.А. Пупышев // Аналитика и контроль. – 2015. – Т. 19. – № 1. – С. 21-31. (1.1 п.л./0.55 п.л.)

3. Чичерская А. Л. Скорость распыления металлов в тлеющем разряде постоянного тока, используемом в атомно-эмиссионной спектроскопии тока / **А.Л. Чичерская**, А.А. Пупышев // Аналитика и контроль. – 2015. – Т. 19. – № 3. – С. 230-241. (1.2 п.л./ 0.60 п.л.)

На автореферат поступили положительные отзывы от:

1. **Дмитриева Олега Сергеевича**, доктора технических наук, профессора, заведующего кафедрой «Физика», и **Барсукова Владимира Ивановича**, кандидата химических наук, доцента, доцента кафедры «Физика» ФГБОУ ВО «Тамбовский государственный технический университет», г. Тамбов. В отзыве имеются вопросы и замечания:

- чем обусловлен выбор гальванических покрытий для исследования?
- Имеет ли смысл указывать на графике коэффициент детерминации до третьего или четвертого знака после запятой?

2. **Темердашева Зауаля Ахлоовича**, доктора химических наук, профессора, заведующего кафедрой аналитической химии факультета химии и высоких технологий, и **Романовского Константина Андреевича**, кандидата химических наук, старшего преподавателя кафедры аналитической химии факультета химии и высоких технологий ФГБОУ ВО «Кубанский государственный университет», г. Краснодар. В отзыве имеется замечание:

- в автореферате следовало бы привести более акцентированное сопоставление предложенных методик и разработанных стандартных образцов толщины и химического состава гальванических покрытий и существующих зарубежных аналогов.

3. **Вотякова Сергея Леонидовича**, академика РАН, доктора геолого-минералогических наук, главного научного сотрудника Лаборатории физических и химических методов исследования ФГБУН Института геологии и геохимии имени академика А.Н. Заварицкого Уральского отделения Российской академии наук, г. Екатеринбург. В отзыве имеются вопросы:

- в тексте не указаны критерии выбора гальванических покрытий Ni-P, Sn-Bi, Sn-Pb;
- необходимо уточнить, существует ли практическая польза применения разработанных комплектов градуировочных образцов и методик определения толщины и химического состава гальванических покрытий

Ni-P, Sn-Bi и Sn-Pb для других научных или промышленных предприятий.

4. **Вершинина Вячеслава Исааковича**, доктора химических наук, профессора, заведующего кафедрой аналитической химии ФГБОУ ВО «Омский государственный университет им. Ф.М. Достоевского», г. Омск. В отзыве имеются вопросы и замечания:

- выбранное название диссертационной работы гораздо шире, чем ее реальное содержание. Это название всего научного направления, в рамках которого выполнена данная работа и оно не отражает специфику исследования А. Л. Чичерской (разработка математической модели, разработка методического обеспечения новых методик);
- в таблице 2 автореферата приведены значения метрологических характеристик разработанных методик анализа. Возникает вопрос, как они соотносятся с характеристиками лучших известных методик анализа подобных покрытий, а также с характеристиками методик, применяемых в отечественных контрольно-аналитических лабораториях;
- в «Заключении» правильно перечислены основные результаты диссертационного исследования (разработка программного обеспечения, градуировочных образцов, методик и т.п.). Для диссертационных работ на соискание кандидата технических наук этого было бы вполне достаточно. Но работа совершенно справедливо представлена на соискание ученой степени кандидата химических наук, и поэтому, кроме перечня практических результатов, в «Заключении» стоило бы включить перечень выводов, отражающих впервые установленные автором научные факты и закономерности. Материал для таких выводов в диссертационной работе А.Л. Чичерской, безусловно, имеется, в частности, в главе 4. Наличие таких

«Выводов» сделало бы более очевидной теоретическую значимость данного исследования.

5. **Великанова Виталия Борисовича**, доктора технических наук, советника генерального директора ФГУП «Комбинат «Электрохимприбор», г. Лесной Свердловской обл. В отзыве имеется замечание:

- не приведены данные об экономическом эффекте внедрения методик анализа гальванических покрытий методом атомно-эмиссионного спектрального анализа с тлеющим разрядом.

6. **Немца Валерия Михайловича**, доктора технических наук, профессора, ведущего научного сотрудника физического факультета ФГБОУ ВО «Санкт-Петербургский государственный университет», г. Санкт-Петербург. В отзыве имеется замечание:

- в работе довольно много внимания уделено применению тлеющего электрического разряда и исследованиям с его использованием. Однако в тексте автореферата отсутствует какая-либо информация о нем. Что это – разряд Гримма или разряд с полым катодом? Каковы условия возбуждения? В какой среде?

7. **Дегтева Михаила Ивановича**, доктора химических наук, профессора, заведующего кафедрой аналитической химии, и **Торопова Леонида Ивановича**, кандидата химических наук, старшего научного сотрудника, доцента кафедры аналитической химии ФГБОУ ВО «Пермский государственный национальный исследовательский университет», г. Пермь. Без замечаний.

8. **Кубраковой Ирины Витальевны**, доктора химических наук, заведующей лабораторией геохимии и аналитической химии благородных металлов ФГБУН Ордена Ленина и Ордена Октябрьской Революции Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского, г. Москва. Без замечаний.

9. **Гильмутдинова Альберта Харисовича**, доктора физико-математических наук, профессора, ректора ФГБОУ ВО «Казанский

национальный исследовательский технический университет им. А.Н. Туполева – КАИ», г. Казань. В отзыве имеется замечание:

- насколько обоснованно использование линейной аппроксимации в мультиматричной зависимости для висмута (рисунок 4б), для которой имеются только крайние значения концентрации  $Bi$ , а в середине интервала калибровки экспериментальные точки отсутствуют.

10. **Силькиса Эмманиула Гершовича**, кандидата технических наук, заведующего сектором «Многоканальные системы регистрации» ФГБУН Институт спектроскопии Российской академии наук, г. Москва, г. Троицк. В отзыве имеются вопросы и замечания:

- из текста автореферата непонятно, почему выбраны именно эти покрытия (Ni-P, Sn-Bi, Sn-Pb) для исследования;
- замечание: возможно стоило в тексте автореферата уделить большее внимание оценке возможностей и метрологических характеристик других широко применяемых в промышленности методов определения толщины и состава покрытий.

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается их компетентностью в области атомно-эмиссионного спектрального анализа и метрологического обеспечения аналитических работ, что подтверждается публикациями в рецензируемых российских и международных научных изданиях.

**Диссертационный совет отмечает**, что на основании выполненных соискателем исследований:

- **разработаны и аттестованы** впервые в аналитической практике градуировочные образцы толщины и состава гальванических покрытий Ni-P, Sn-Bi, Sn-Pb для градуировки атомно-эмиссионного спектрометра с тлеющим разрядом постоянного тока;
- **разработаны и аттестованы** методики определения состава и толщины токопроводящих гальванических покрытий Ni-P, Sn-Bi, Sn-Pb

методом атомно-эмиссионного спектрального анализа с тлеющим разрядом постоянного тока;

– **предложена** зависимость скорости катодного распыления материалов от их физико-химических характеристик, позволяющая прогнозировать ошибочные результаты измерений и оценивать границы применимости метода атомно-эмиссионного спектрального анализа с тлеющим разрядом постоянного тока.

– теоретические выкладки и трактовки результатов исследования проводили в рамках принятых в науке **понятий и терминов**.

**Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:**

– **впервые получены** значения скорости катодного распыления для 26 чистых материалов в одинаковых условиях эксперимента в тлеющем разряде постоянного тока, необходимой для практического использования при послыйном атомно-эмиссионном спектральном анализе и теоретических исследований;

- **изучена** зависимость скорости катодного распыления материалов от их определяющих физико-химических характеристик;

- **подтверждена** на основании опубликованных и собственных экспериментальных данных эмпирическая зависимость скорости катодного распыления материалов от плотности, температуры плавления, атомного радиуса проводящих материалов;

- **впервые выполнен прогноз** значений скорости катодного распыления для ряда металлов, которые не были измерены, и установлены границы применимости метода атомно-эмиссионной спектрометрии с тлеющим разрядом постоянного тока при реализации послыйного анализа;

– **применительно к проблематике диссертационной работы результативно использован** комплекс различных методов исследований, современной аппаратуры и методов статистической обработки результатов экспериментов.

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

– **впервые разработаны и аттестованы** три комплекта градуировочных образцов химического состава гальванических покрытий Ni-P, Sn-Bi и Sn-Pb, комплект из 5 градуировочных образцов с известной толщиной гальванического покрытия Ni-P. Комплекты образцов внедрены в практику предприятия ФГУП «Уральский электромеханический завод»;

- **впервые разработаны и аттестованы** с использованием изготовленных и аттестованных комплектов градуировочных образцов методики экспрессного определения толщины и состава гальванических покрытий Ni-P, Sn-Bi, Sn-Pb методом атомно-эмиссионного спектрального анализа с тлеющим разрядом постоянного тока. Методики определения толщины и состава гальванических покрытий внесены в Федеральный реестр аттестованных методик измерения;

- **предложено** эмпирическое модельное уравнение зависимости скорости катодного распыления материала от его физико-химических характеристик, которое позволяет прогнозировать скорости распыления материалов для конкретных условий анализа, выявлять ошибочные измерения и оценивать границы применимости метода атомно-эмиссионного спектрального анализа с тлеющим разрядом для послойного изучения материалов.

**Оценка достоверности результатов исследования выявила, что:**

– **для экспериментальных работ** использовано современное поверенное аналитическое оборудование; Результаты измерений хорошо воспроизводимы и статистически достоверны;

– **теоретические положения** согласуются с результатами проведенных соискателем экспериментов и имеющимися литературными данными по исследуемым вопросам;

– **идея базируется** на обобщении передового мирового и российского опыта в области анализа проводящих материалов, в частности

гальванических покрытий, методом атомно-эмиссионного спектрального анализа с тлеющим разрядом постоянного тока, а также на анализе полученных экспериментальных данных;

– **установлено** качественное и количественное совпадение результатов, полученных автором экспериментально и представленных в отечественных и зарубежных литературных источниках;

– **использованы** современные методики сбора и обработки информации в базах данных Scopus, Science Direct, научной электронной библиотеки eLIBRARY, социальной сети Research Gate.

**Личный вклад соискателя** заключался в постановке и проведении научных экспериментов, анализе и систематизации полученных результатов, подготовке публикаций по выполненной работе, а также обсуждении и интерпретации полученных экспериментальных данных, которые были проведены совместно с научным руководителем – д-ром хим. наук, профессором А.А. Пупышевым.

Диссертационная работа Чичерской Анны Леонидовны является завершенной научно-квалификационной работой, в которой содержится решение научной задачи по разработке градуировочных образцов и методик анализа толщины и состава гальванических покрытий Ni-P, Sn-Bi, Sn-Pb и выводе полуэмпирической зависимости скорости катодного распыления материалов в тлеющем разряде постоянного тока от их физико-химических характеристик, имеющей существенное значение для теории и практики метода атомно-эмиссионного спектрального анализа с тлеющим разрядом постоянного тока.

На заседании 11 октября 2016 года диссертационный совет принял решение присудить Чичерской А.Л. ученую степень кандидата химических наук.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 22 человек, из них 7 докторов наук по специальности рассматриваемой диссертации, участвовавших в заседании, из 29 человек,

