

УТВЕРЖДАЮ

проректор по науке

ФГБОУ ВО РХТУ им. Д.И. Менделеева

доктор химических наук, профессор

Р.А. Козловский



«30» июня 2026 г.

ОТЗЫВ ВЕДУЩЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ

на диссертационную работу Голынец Ольги Станиславовны на тему:
«Методическое и метрологическое обеспечение определения фтора, ртути и органического углерода для оценки качества и безопасности углей и отходов их добычи и переработки»,
представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.5.22 – «Управление качеством продукции. Стандартизация. Организация производства»

Рассмотрев и обсудив диссертационную работу Голынец О.С. в соответствии с п. 2 «Положения о порядке присуждении учёных степеней НИТУ МИСИС», отмечаем следующее.

Актуальность темы диссертационной работы Голынец О.С. обусловлена необходимостью обеспечения достоверного контроля качества и экологической безопасности угольной продукции и отходов ее переработки. В условиях ужесточения требований на внутреннем и мировом рынках особое значение приобретает надежная оценка содержания потенциально опасных элементов (ПОЭ), таких как фтор и ртуть, а также органического углерода в отходах добычи и переработки углей. Однако существующие национальные и международные стандарты демонстрируют значительные различия в методах пробоподготовки и измерений, что приводит к расхождениям в результатах и осложняет подтверждение соответствия. Не менее остро стоит проблема определения органического углерода — ключевого маркера остаточного угля, определяющего экологическую и пожарную опасность породных отвалов, а также пригодность золошлаковых материалов для вторичного использования. Общим для этих задач является необходимость учета различных форм нахождения элементов: фтор и ртуть могут присутствовать как в органической, так и в минеральной составляющих угля, а органический углерод в отходах требует отделения от карбонатного углерода, различных форм влаги и железосодержащих соединений, искажающих результаты при традиционном гравиметрическом определении. Отсутствие унифицированных методик и метрологического обеспечения, учитывающих эти особенности, создает системную проблему, препятствующую получению достоверной информации о качестве и безопасности углей и отходов их переработки.

Таким образом, диссертационная работа направлена на решение актуальной научно-практической задачи – создание методического и метрологического обеспечения для оценки

качества и безопасности углей и отходов их добычи и переработки. Предложенные автором решения способствуют обеспечению единства измерений, повышению достоверности результатов производственного и экологического контроля. Разработанные методики и стандартные образцы прошли успешную апробацию и внедрены на предприятиях и в аккредитованных лабораториях угольной промышленности, что подтверждает практическую значимость и востребованность проведенных исследований. Работа выполнена в рамках Стратегического проекта НИТУ МИСИС «Технологии устойчивого развития» Программы стратегического академического лидерства «Приоритет 2030».

Анализ качества диссертационной работы показал, что текст изложен на 176 страницах машинописного текста, включает введение, шесть глав с 14 рисунками и 58 таблицами, заключение, список из 95 литературных источников, из них – 50 зарубежных, пять приложений. Результаты диссертационного исследования опубликованы соискателем в 17 печатных изданиях, из них – 5 в изданиях, входящих в перечень ВАК, Scopus и RSCI, в том числе 2 в журналах, рекомендуемых ВАК по специальности защищаемой диссертации и 12 в сборниках трудов международных и российских конференций.

Объектами исследования являлись угли основных угольных бассейнов Российской Федерации (Кузнецкого, Канско-Ачинского, Буреинского, Горловского, Харанорского, Апатского, Минусинского, Южно-Якутского), а также отходы их добычи (вскрышные и вмещающие породы) и сжигания (золы уноса, шлаки, золошлаковые смеси). Всего исследовано 34 пробы.

Выбор углей разных месторождений позволил автору работы доказать универсальность разработанных подходов для каждого типа угля.

Методы исследования. В своей работе автор проводил экспериментальные исследования с использованием комплекса взаимодополняющих методов, позволяющих получить достоверные данные о составе объектов исследования. Соискателем были применены методы анализа, основанные на гравиметрии, атомно-абсорбционной спектроскопии с пиролизической приставкой, ионометрии с фторид-селективным электродом, волюмометрическом титровании по Карлу Фишеру, а также термогравиметрическом анализе, синхронизированном с масс-спектрометрическим детектированием (ТГА/МС). Применение указанных методов, включая эталонные установки из состава Государственного первичного эталона ГЭТ 173, позволило не только получить новые экспериментальные данные о поведении углей и отходов при нагреве, но и обосновать выбор оптимальных параметров пробоподготовки, а также подтвердить метрологические характеристики разработанных методик и стандартных образцов.

Научная новизна исследования заключается в следующих результатах, полученных автором впервые:

1. Разработаны методики количественного определения фтора и ртути в углях с повышенной точностью по сравнению с действующими стандартизованными методиками, что подтверждено результатами сравнительных экспериментальных исследований;

2. С применением термогравиметрического анализа, совмещенного с масс-спектрометрическим детектированием, экспериментально установлено, что потеря массы при нагреве отходов добычи и переработки углей обусловлена совокупностью процессов

выделения различных форм влаги, оксидов углерода (от разложения органики и карбонатов) и оксидов серы (от окисления сульфидов), температурные интервалы которых перекрываются. Это делает невозможным прямое использование потери при прокаливании для оценки содержания органического углерода без предварительной деминерализации проб. Данный вывод позволил по-новому интерпретировать процессы, протекающие при термической обработке отходов, и обосновать необходимость иного подхода к их аналитическому контролю.

3. Впервые предложена и научно обоснована методика определения органического углерода в отходах добычи и переработки углей, отличительной особенностью которой является введение стадии предварительной деминерализации проб. Это решение позволяет исключить мешающее влияние соединений железа, различных форм влаги и карбонатов, которые вносят существенный вклад в изменение массы пробы при озолении и искажают результаты при использовании традиционных подходов.

4. Важным практико-ориентированным результатом работы является создание и аттестация отечественных стандартных образцов состава углей с установленными значениями массовой доли фтора и ртути, а также стандартных образцов твердых отходов добычи и переработки углей с аттестованными показателями содержания органического углерода. Указанные образцы восполняют существующий пробел в метрологическом обеспечении и могут служить надежным инструментом контроля точности измерений в лабораторной практике.

Теоретическая и практическая значимость полученных результатов работы не вызывает сомнений. Теоретическая ценность обусловлена разработкой научно обоснованных подходов к созданию стандартных образцов сложного состава, отвечающих современным требованиям метрологической прослеживаемости, а также установлением новых закономерностей термического поведения отходов угледобычи, позволяющих корректно определять органический углерод в сложных минеральных матрицах.

Практическая значимость подтверждается внедрением полученных результатов в деятельность предприятий и аккредитованных лабораторий. Разработанные и серийно выпускаемые стандартные образцы состава углей (с аттестованными значениями массовой доли фтора и ртути) и состава твердых отходов их добычи и переработки (с аттестованными значениями массовой доли органического углерода) существенно упрощают процедуры контроля качества и безопасности, а также повышают точность калибровки экспрессных анализаторов. Внедрение стандартных образцов в деятельность аккредитованных лабораторий, функционирующих в области подтверждения соответствия угля и продуктов его переработки, подтверждает их востребованность.

Разработанная «Методика измерений массовой доли органического углерода в пробах отходов добычи, переработки, обогащения и сжигания твердого минерального топлива гравиметрическим методом» используется на разрезе «Черногорский» ООО «СУЭК-Хакасия». Ее применение позволило обосновать ранжирование пород по склонности к самовозгоранию.

Достоверность результатов исследования, степень обоснованности научных положений, выводов и рекомендаций подтверждены:

- применением современного аналитического оборудования и методов статистической обработки полученных результатов;
- исследование углей разных угольных бассейнов и месторождений, реальных отходов и модельных образцов с контролируемым количеством углерода;
- прослеживаемость и подтверждение повышения точности разработанных методик и стандартных образцов обеспечивается реализацией экспериментальных исследований на высшем метрологическом уровне с применением установок из состава государственного первичного эталона единиц массовой доли и массовой концентрации воды в твердых и жидких веществах и материалах ГЭТ 173 в УНИИМ – филиале ФГУП «ВНИИМ им.Д.И. Менделеева».

Рекомендации по использованию результатов и выводов диссертационной работы. Результаты диссертационного исследования Голынец О.С. обладают высокой практической значимостью и могут быть рекомендованы к широкому применению в следующих направлениях:

1. В производственной и лабораторной практике – разработанные методики измерений массовой доли общего фтора (ФР.1.31.2025.52580), общей ртути (ФР.1.27.2022.44745) и органического углерода (ФР.1.31.2023.46507) рекомендуется использовать в деятельности аккредитованных испытательных лабораторий угольной промышленности для контроля качества и безопасности угольной продукции, а также при экологическом мониторинге отходов добычи и переработки. Методика определения органического углерода в настоящее время включена в Стандарт по производственному контролю и управлению окислительными процессами на отвалах горных пород на разрезе «Черногорский» ООО «СУЭК-Хакасия» и может быть рекомендована для аналогичных предприятий.
2. В метрологическом обеспечении - созданные стандартные образцы состава углей (ГСО 11484-2020, ГСО 12118-2023, ГСО 13055-2025) и отходов их переработки (ГСО 12825-2025 – ГСО 12827-2025) целесообразно использовать для:
 - поверки и калибровки элементных анализаторов состава углей;
 - при испытаниях в целях утверждения типа средств измерений;
 - контроля точности (правильности и прецизионности) результатов измерений по стандартизованным и аттестованным методикам;
 - метрологического обеспечения межлабораторных сличительных испытаний.
3. В системе подтверждения соответствия - стандартные образцы рекомендованы для применения лабораториями, осуществляющими оценку соответствия угольной продукции требованиям национальных и международных нормативных документов, включая требования стран-импортеров к содержанию фтора и ртути в экспортируемых углях.
4. В научно-исследовательской деятельности – разработанный подход к созданию модельных образцов с контролируемым содержанием органического углерода, имитирующих отходы сжигания, позволит в дальнейшем создать коллекцию стандартных образцов с разным содержанием органического углерода на основе сжигания реальных проб углей.

Полученные автором результаты могут быть востребованы как предприятиями угольной промышленности, так и в метрологической практике, благодаря обеспечиваемым точности и прослеживаемости результатов измерений. Вывод разработанных решений на

межгосударственный уровень позволит гармонизировать требования к метрологическому обеспечению угольной отрасли в рамках ЕАЭС.

Замечания и вопросы к диссертационной работе:

1. Приведены сведения о том, что важным показателем качества углей с точки зрения безопасности наряду с содержанием фтора и ртути является содержание мышьяка. Однако методики определения мышьяка далее в работе не рассматриваются, обоснование отсутствия мышьяка в перечне изучаемых аналитов отсутствует.
2. Не указаны пределы обнаружения и определения аналитов, достигаемые при применении разработанных методик.
3. При обсуждении методики определения органического углерода не приведена подробная информация о природе матриц, в которых проводилось определение, а также о химической природе органических веществ, которыми представлен органический углерод. Не приведен состав пиролитического остатка после определения органического углерода, что подтверждало бы полноту удаления органических соединений.
4. Изложение разработанных автором методик определения ртути в тексте диссертации приведено излишне конспективно. Следовало бы привести в приложении полный текст разработанных методик, а не только титульные листы.
5. В ряде случаев число значащих цифр не соответствует заявленным точностным характеристикам. Например, в таблице 3.12 массовая доля общей ртути в образце 27 записана с избыточным количеством значащих цифр (0,0397), так как среднеквадратическое отклонение повторяемости составляет 0,001.

Отмеченные замечания носят частный характер и не влияют на общую положительную оценку диссертационной работы. Все поставленные цели и задачи достигнуты в полном объеме. Актуальность темы и научно-практическая значимость полученных результатов не вызывают сомнений.

Личный вклад автора прослеживается на всех этапах работы — от получения и обработки экспериментальных данных до подготовки публикаций. Диссертация изложена литературным языком, иллюстративный материал (графики и таблицы) представлен в достаточном объеме и хорошо структурирован. Автореферат полно и адекватно отражает содержание диссертации.

Заключение по диссертационной работе. Диссертация Голынец Ольги Станиславовны «Методическое и метрологическое обеспечение определения фтора, ртути и органического углерода для оценки качества и безопасности углей и отходов их добычи и переработки» соответствует п.п. 3, 12 паспорта специальности 2.5.22 – «Управление качеством продукции. Стандартизация. Организация производства» в части разработки и совершенствования методов и средств контроля качества, метрологического обеспечения измерений и стандартизации и является завершенной научно-квалификационной работой, в которой содержится решение актуальной научной задачи – разработки методического и метрологического обеспечения определения фтора, ртути и органического углерода в углях и отходах их добычи и переработки. Совокупность полученных результатов имеет

существенное значение для управления качеством угольной продукции и экологической безопасности отходов.

Содержание и структура диссертационной работы удовлетворяет требованиям, предъявляемым к кандидатским диссертациям действующим Положением о порядке присуждения ученых степеней в Федеральном государственном автономном образовательном учреждении высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС». Автор диссертационного исследования, Голынец Ольга Станиславовна, заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.5.22 – «Управление качеством продукции. Стандартизация. Организация производства».

Диссертация и отзыв ведущей организации обсуждены и одобрены на заседании кафедры аналитической химии РХТУ им. Д.И. Менделеева, протокол №7 от 29 июня 2026 года. На заседании присутствовало 15 сотрудников кафедры аналитической химии, а также приглашенные сотрудники кафедры ИМиЗК доц. к.т.н. Невмятулина Х.А., доц. к.т.н. Муравьева И.В., ст. преп. Графушин Р.В. В обсуждении приняли участие: проф. д.х.н. Е.Г. Винокуров, заведующий кафедрой к.х.н. С.В. Стаханова, проф. к.х.н. А.Ф. Жуков, доцент д.х.н. А.Г. Терентьев, доц. к.т.н. Х.А. Невмятулина, доц. к.т.н. И.В. Муравьева, Р.В. Графушин.

Отзыв составили

Заведующий кафедрой аналитической химии
ФГБОУ ВО «РХТУ им. Д.И. Менделеева»,
кандидат химических наук, доцент

Светлана Владленовна Стаханова

Профессор кафедры аналитической химии
ФГБОУ ВО «РХТУ им. Д.И. Менделеева»,
доктор химических наук, профессор

Винокуров Евгений Геннадьевич

ФГБОУ ВО «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева»

Адрес: 125047, Москва, Миусская площадь, д. 9

Телефон: +7 499 978-91-96

Адрес электронной почты: pochta@muctr.ru