

О Т З Ы В

на автореферат диссертации А.В. Купцова "Аналитические возможности определения благородных металлов методом сцинтилляционной атомно-эмиссионной спектроскопии на двухструйном дуговом плазмотроне", представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 02.00.02 – аналитическая химия

Элементы платиновой группы (ЭПГ) и золото являются важными сырьевыми объектами. Учитывая их высокую стоимость, и часто, очень низкие концентрации в исследуемых объектах, методы определения ЭПГ и золота должны обладать очень высокой чувствительностью, селективностью и точностью. Наиболее чувствительные методы элементного анализа – атомно-эмиссионная и масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой - вследствие наличия спектральных и неспектральных интерференций требуют отделения матричных элементов и концентрирования определяемых благородных металлов. В условиях матриц переменного состава подготовка проб к анализу является сложной и трудоемкой задачей. В связи с этим, тема диссертационной работы, направленная на установление метрологических характеристик методики прямого определения платиновых металлов в порошкообразных пробах различной природы является актуальным.

ДДП обладает высокой мощностью, что делает его стабильным высокотемпературным источником возбуждения спектров с относительно низким влиянием матрицы на аналитический сигнал. Применение ДДП для анализа порошковых проб позволяет существенно сократить время подготовки проб к анализу и избежать систематических погрешностей связанных с потерей примесей при разложении проб.

Автором были изучены аналитические возможности спектрального комплекса состоящего из ДДП и спектрометра «Гранд», оснащенного МАЭС. Выбраны операционные параметры, обеспечивающие низкие пределы обнаружения и слабое влияние матричных компонентов.

Изучено влияние концентрации матричных компонентов на результаты количественного определения Ag, Au, Pd и Pt.

Оценена возможность применения единого образца сравнения для определения Ag, Au, Pd и Pt в рудах и материалах не обеспеченными адекватными стандартными образцами.

В результате выполненных исследований разработаны методики ДДП-САЭС определения Ag, Au, Pd и Pt в рудах и во вторичном сырье без проведения выделения и концентрирования реализованы нижние границы определяемых концентраций $1 \times 10^{-3} - 7 \times 10^{-3}$ г/т, что, несомненно, представляет практическую значимость. Достоинством работы является также установление метрологических характеристик, доказательство правильности результатов анализа.

По автореферату имеется ряд вопросов и замечаний.

1. В автореферате отмечено, что при определении золота в отходах металлообрабатывающей промышленности проба должна быть измельчена до размеров частиц менее 100 мкм. Для других материалов не приводится требуемая степень измельчения и масса представительной пробы.
2. В таблице 1 не расшифровано сокращение «АС» и не приведены единицы измерения.
3. Из автореферата не ясно, каким образом в методиках определены нижние и верхние границы определяемых содержаний.
4. При описании метрологических характеристик говорится о проведении оценки сходимости результатов анализа (s_r), однако в самой таблице 7 приводится значение σ_r . Неясно, какое значение приведено в таблице: относительное стандартное отклонение для выборки или для генеральной совокупности.
5. В выводах п.5: показана возможность использования единого образца сравнения на основе графитового порошка с добавкой щелочного гранита при построении градуировочных графиков методом ДДП-САЭС с относительной погрешностью не выше 35% для Ag, Au и

не выше 50% для Pd и Pt, но при этом не указано, какие требования по показателям точности к методикам предъявляют потребители.

Возможно, ответы на возникшие вопросы содержатся в тексте диссертации. Высказанные замечания относятся к изложению материала и не снижают ценности основных полученных результатов. В диссертации А.В. Купцова решена важная научно-техническая задача. Опубликованные А.В. Купцовым работы (4 статьи и 4 тезисов докладов) дают основание считать их автора высококвалифицированным специалистом в области аналитической химии. Диссертационная работа представляет собой законченное фундаментальное исследование, имеющее теоретическое, и практическое значение, и удовлетворяет требованиям п. 9-14 «Положения ВАК о порядке присуждения ученых степеней», утвержденного постановлением Правительства РФ от 24.09.2013 (в редакции от 02.08.2016) № 842 (в редакции от 02.08.2016), а ее автор заслуживает присвоения ему ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 - аналитическая химия.

кандидат химических наук по специальности
02.00.02 – аналитическая химия,
и.о. зав лабораторией физических методов
исследования высокочистых веществ
ФГБУН Института химии высокочистых веществ
им. Г.Г.Десятых Российской академии наук (ИХВВ РАН)



Александр Михайлович Потапов

26.11.2018

603951, Н.Новгород, Бокс-75, ул. Тропинина,49.
Тел. +7 (831) 462-75-90, +7 9056657475; e-mail: pot@ihps.nnov.ru.

Подпись Потапова А.М. удостоверяю

Зам. директора по научной работе ИХВВ РАН,
д.х.н.



Ширяев В.С.