

«УТВЕРЖДАЮ»

Проректор по научной деятельности  
доктор геолого-минералогических наук, профессор

Д.К. Нургалиев

22 октября 2019 г.



ведущей организации на диссертационную работу

Волженина Артема Владимировича

«Возможности атомно-абсорбционной спектрометрии с двухстадийной зондовой электротермической атомизацией», представленной на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности: 02.00.02 – Аналитическая химия

### **1. Актуальность.**

Избранная тема диссертационного исследования представляется актуальной в связи с потребностью в совершенствовании методического обеспечения для проведения анализа веществ и материалов на примеси химических элементов и соответствующего аналитического спектрального оборудования. В значительной степени это касается следового атомно-абсорбционного анализа трудно растворимых веществ, которые можно непосредственно количественно вводить в электротермический атомизатор в виде суспензии. Исследуемый в диссертации сравнительно новый метод двухстадийной зондовой атомизации действительно нуждается в дополнительном научном обосновании заявляемых разработчиками аналитических преимуществ перед традиционным методом одностадийной атомизации на примере анализа сложных проб биологического и минерального происхождения на различных атомно-абсорбционных спектрометрах, в том числе, Thermo ICE 3500.

## **2. Связь работы с планами соответствующих отраслей науки и народного хозяйства.**

Диссертационная работа служит развитию аналитической химии и способствует решению многих народнохозяйственных задач, связанных с аналитическим контролем состава различных веществ (горных пород, сплавов, пластмасс, пищевых продуктов и т.д.) методом спектрального анализа.

## **3. Новизна исследования и полученных результатов, выводов и рекомендаций, сформулированных в диссертации.**

Диссертантом изучены параметры проведения двухстадийной зондовой атомизации с использованием приставки АТЗОНД на атомно-абсорбционном спектрометре Thermo ICE 3500, который отличается специфической геометрией графитовой печи. За счет оптимизации многочисленных параметров ему удалось более чем в 10 раз снизить неселективное поглощение при анализе объектов сложного состава. В результате разработаны новые методики определения содержания Ag, Au и Pd в образцах горных пород и руд, Cd, Pb и Zn в биологических: пробах крови быков и тканей мидий. Показаны преимущества прямого определения ряда элементов из одной навески, благодаря регулированию эффективности улавливания изменением величины потока аргона или положения зонда. Подтверждено, что для количественного определения не требуется полное переведение проб в раствор. Это позволяет существенно упростить процедуру пробоподготовки и получать экспрессные данные о содержании химических элементов. За счет применения многократного центрирования аналитов на зонде снижены пределы обнаружения по сравнению с традиционной одностадийной атомизацией. Они составили  $3 \times 10^{-3}$  и  $7 \times 10^{-3}$  г/т для Au и Pd в геологических объектах, 0.01 и 0.2 мкг/л для Cd и Pb в биологических типа крови.

## **4. Значимость для науки и практики, полученных автором диссертации результатов.**

Значимость состоит в том, что разработанные диссертантом методики внедрены в практику работы Аналитической лаборатории ИНХ СО РАН. Продемонстрированные эксплуатационные характеристики метода ДЗА-ЭТААС показали его эффективность для экспрессного определения следовых содержаний элементов в различных объектах сложного состава. Достигнутые пределы обнаружения сопоставимы с более длительными и затратными комбинированными методиками, включающими сложную пробоподготовку. Таким образом, развитый в диссертации подход полезен для многочисленных лабораторий, занимающихся спектральным анализом веществ и материалов.

## **5. Рекомендации по использованию результатов и выводов диссертации.**

Результаты и выводы диссертации рекомендуется использовать при разработке методик аналитического контроля сырья, продукции, промышленных и бытовых отходов, объектов окружающей среды, пищевых продуктов и клинических проб в заводских, санитарных, экологических и научных лабораториях, которые, как правило, оснащаются атомно-абсорбционными спектрометрами. Также результаты и выводы диссертации рекомендуется использовать на предприятиях спектрального приборостроения, таких как Люмэкс (г. Санкт-Петербург), Кортэк (г. Москва), Атзонд (г. Казань), ВМК-Оптоэлектроника (г. Новосибирск), КОМЗ (г. Казань). Что касается научных коллективов, которым следует продолжить или развить соответствующие исследования, то к ним относится лаборатория аналитической спектроскопии в Казанском федеральном университете, кафедра аналитической химии Кубанского государственного университета, а также многочисленные НИИ, в которых занимаются контролем состава веществ и материалов.

## **6. Обоснованность и достоверность научных положений, выводов и заключений.**

Научные положения, выводы и заключения диссертации выглядят вполне обоснованными и достоверными. На это указывает согласованность экспериментальных данных, полученных разными методами, как между собой, так и с данными независимых исследований. Правильность следового анализа веществ по новым методикам подтверждена с помощью государственных стандартных образцов и сравнением с результатами других методов аналитической химии (ИСП-АЭС, ИВА).

## **7. Оценка содержания диссертации, ее завершенность в целом, замечания по оформлению.**

Диссертация логично выстроена и состоит из 3-х глав. Исчерпывающий литературный обзор и постановка задачи предваряют оригинальные части исследования. Глава 2 включает в себя экспериментальную часть, посвященную оптимизации условий определения химических элементов с помощью двухстадийного зондового атомизатора на серийном спектрометре Thermo ISE 3500. Глава 3 посвящена использованию этого прибора при следовом анализе объектов различной природы. Список цитируемых источников составляет 210 единиц и достаточно полно охватывает публикации по выбранной теме. Работа написана грамотным языком в хорошем научном стиле, аккуратно оформлена. Все это свидетельствует о цельности и завершенности диссертации. Имеются 4 замечания:

Первое замечание касается неудачных, на наш взгляд, названий 1-й и 2-й глав диссертации. Они сами по себе совсем не отражают содержания этих глав. Например, «Глава 1. Обзор литературы» не ясно на предмет чего? Как выясняется, по методам снижения матричного влияния в атомно-абсорбционном анализе. «Глава 2. Экспериментальная часть», а она посвящена оптимизации условий определения элементов методом ДЗА-ЭТААС.

. Второе замечание. Обычно, после каждой главы формулируются полученные в ней выводы. В данной работе после глав 2 и 3 этого не сделано. Имеются лишь общие выводы после Заключения в конце диссертации.

Третье замечание. На некоторых рисунках нет обозначений величин на осях графиков (рис. 20-24, 27). Не ясно, какой сигнал использован, интегральный или амплитудный?

Четвертое замечание. Не совсем корректно сформулировано начало у вывода №3 «Предложен способ снижения ПО аналитов путем многократного концентрирования на зонде.» Дело в том, что данный способ предложен ранее авторами статьи [28] (Захаров Ю.А., Кокорина О.Б., Гильмутдинов А.Х. Концентрирование определяемых элементов на зонде в электротермическом атомизаторе // Журнал прикладной спектроскопии. 2005. Т. 72. № 2. С. 256-259.). Заслуга диссертанта состоит в том, что он успешно развил этот способ применительно к реальным, действительно трудным для прямого анализа биологическим и геологическим объектам, о чем диссертант совершенно справедливо пишет в конце вывода.

Данные замечания носят скорее оформительский и уточняющий характер, поэтому они не умаляют научной ценности диссертационного исследования.

## **8. Соответствие автореферата основным положениям диссертации.**

Автореферат аккуратно оформлен и отражает основные положения диссертации.

## **9. Подтверждения опубликованных основных результатов диссертации в научной печати.**

Основные результаты диссертации опубликованы в виде 3-х статей, в журналах, входящих в Перечень ВАК, и докладывались на всероссийских и международных конференциях по аналитической химии и спектроскопии. К сожалению, в автореферате допущена неточность в названии 2-й иностранной публикации.



## 10. Заключение о соответствии диссертации критериям, установленным Положением о порядке присуждения ученых степеней.

Тема диссертации и область исследований соответствует специальности 02.00.02 – Аналитическая химия.

Таким образом, диссертация Волженина Артема Владимировича является научно-квалификационной работой, в которой содержится решение комплексной задачи расширения сферы применения двухстадийной зондовой атомизации в электротермической атомно-абсорбционной спектрометрии с оценкой аналитических возможностей соответствующего оборудования и разработкой методики определения следовых компонентов в объектах различной природы, имеющей существенное значение для развития аналитической химии, что соответствует требованиям п. 9 «Положения о порядке присуждения ученых степеней», утвержденного постановлением Правительства РФ от 24 сентября 2013 г. № 842, предъявляемым к диссертациям на соискание ученой степени кандидата наук, а ее автор, Волженин Артем Владимирович, заслуживает присуждения искомой ученой степени кандидата химических наук по специальности: 02.00.02 – Аналитическая химия.

Отзыв обсужден на научном семинаре кафедры общей физики Института физики Казанского федерального университета 22.11.2019 г.

Рецензент:

доцент кафедры общей физики ФГАОУ ВО «Казанский (Приволжский) федеральный университет», кандидат физико-математических наук  
420008, г. Казань, ул. Кремлевская, д. 18, Тел.: +7 (843) 2337711  
Email: yuri.zakharov@kpfu.ru



Захаров Юрий Анатольевич

Заведующий кафедрой общей физики ФГАОУ ВО «Казанский (Приволжский) федеральный университет», профессор, доктор физико-математических наук  
420008, г. Казань, ул. Кремлевская, д. 18, Тел.: (+7)8432337711  
Email: Dmitry.Tayurskii@kpfu.ru

Таяурский Дмитрий Альбертович



*Подписи Захарова Ю.А. и Таяурского Д.А. 22.11.2019*