

ОТЗЫВ

официального оппонента на диссертационную работу Романовского Константина Андреевича «Электротермическое атомно-абсорбционное определение мышьяка и ртути в природных объектах с применением техники генерации паров», представленную на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 – аналитическая химия

Решение многих современных задач анализа объектов окружающей среды требует разработки новых методов определения микрокомпонентов, в том числе многих химических элементов. С этой целью разработано большое число компактных, автоматизированных и высокочувствительных приборов, в частности, атомно-абсорбционных спектрометров с электротермической атомизацией образцов. Однако определение малых количеств элементов, особенно легколетучих, в таких сложных по составу объектах электротермическим атомно-абсорбционным (ЭТААС) методом как правило невозможно без дополнительных процедур и пробоподготовки. В связи с этим диссертационная работа К.А.Романовского, посвященная разработке приемов пробоподготовки и усовершенствования схем химического анализа при ЭТААС определении легколетучих и гидридобразующих элементов в объектах окружающей среды, безусловно является важной и **актуальной**.

Диссертационная работа состоит из введения, трех глав, выводов, списка цитируемой литературы, включающего 178 ссылку.

В первой главе рассмотрено современное состояние и тенденции развития ЭТААС методов определения легколетучих и гидридобразующих элементов в объектах окружающей среды. При рассмотрении опубликованных данных основное внимание автор уделяет приемам генерации летучих производных элементов в атомной спектрометрии. Показано, что данный подход позволяет повысить чувствительность определения элементов, снизить матричные влияния, а также обеспечивает возможность концентрирования элементов и определения их форм. Из существующих схем получения летучих производных элементов автор выделяет часто используемые: генерацию с тетрагидроборатом и фотохимическую генерацию. Автором систематизированы литературные данные по фотохимической генерации паров ртути и летучих производных мышьяка. Рассмотрены вопросы

электротермического атомно-абсорбционного определения мышьяка и ртути с использованием сорбентов-модификаторов для концентрирования летучих производных элементов.

В результате анализа опубликованных результатов автор обосновывает необходимость дальнейшего развития приемов пробоподготовки при ЭТААС определении легколетучих и гидридообразующих элементов в объектах окружающей среды.

Во второй главе приведен перечень использованных материалов, реактивов и оборудования, а также описаны методики проведения экспериментальных и теоретических исследований.

Третья глава, в которой приведены результаты исследований и представлено их обсуждение, изложена весьма кратко и содержит всего 20 стр. В этой главе приведена конструкция предложенного автором устройства для фотохимической генерации гидридов элементов и их паров, результаты оптимизации условий фотохимической генерации, термодинамического моделирования процессов на стадии синтеза сорбентов-модификаторов, электронно-микроскопических исследований сорбентов-модификаторов на основе активированного угля, оптимизации режимов концентрирования ЛПЭ в графитовой печи, атомизации и измерения АС, а также некоторые результаты применения предложенных разработок для анализа природной воды и донных отложений.

Степень обоснованности научных положений, выводов и рекомендаций. Научные положения, вынесенные на защиту, выводы и рекомендации в диссертационной работе К.А.Романовского аргументированы и логически обоснованы. Обоснована схема фотохимической генерации/отгонки газообразных соединений определяемых элементов с непосредственным контактом анализируемого раствора и ультрафиолетового излучателя. Также обоснована необходимость оптимизации условий генерации/отгонки паров триметиларсина и ртути, исследования свойств и применения новых сорбентов-модификаторов для концентрирования летучих производных элементов, изучения закономерностей концентрирования паров арсина, триметиларсина и элементной ртути в графитовой печи с использованием сорбентов-модификаторов.

Достоверность результатов и выводов. Достоверность результатов и выводов в диссертационной работе К.А. Романовского базируется на многообразии использованных современных технических средств измерений и критическом анализе полученных результатов. Для ЭТААС-определения элементов использованы атомно-абсорбционные спектрометры AA-6800 («Shimadzu», Япония) и SpectrAA-800 («Varian», Австралия), структуру и химический состав сорбентов-модификаторов исследовали методом растровой электронной микроскопии с применением приставки элементного анализа (JSM-7500 F, «JEOL», Япония) и методом просвечивающей электронной микроскопии с приставками элементного анализа и электронной дифракции (JEM-2010 «JEOL», Япония, с рентгеновским микроанализатором EDAX, EDAX Co., США). Метод атомно-эмиссионной спектрометрии с использованием спектрометра с индуктивно-связанной плазмой iCAP 6500 («Thermo Scientific», США) применен для оценки эффективности фотохимической генерации и сравнения полученных результатов с литературными данными. Термодинамические расчеты процессов формирования модификаторов проведены с помощью программы HSC-6.0 («Outotec», Финляндия).

Научная новизна. Реализована оригинальная схема фотохимической генерации/отгонки газообразных соединений элементов с прямым контактом анализируемого раствора и ультрафиолетового излучателя для ЭТААС-определения ртути и мышьяка. Исследованы новые вольфрам-, цирконий- и иридийсодержащие сорбенты-модификаторы на основе активированного угля для концентрирования и последующего электротермического атомно-абсорбционного определения элементов.

Практическая значимость. Разработаны и апробированы схемы электротермического атомно-абсорбционного определения мышьяка и ртути в природных объектах с химической и фотохимической генерацией, а также с концентрированием летучих производных элементов. Разработан высокоэффективный фотохимический генератор летучих производных элементов с непосредственным контактом анализируемого раствора и ультрафиолетового излучателя.

Работа написана хорошим научным языком, хорошо оформлена.

К приведенному в диссертационной работе материалу имеется несколько замечаний:

1. При разработке нового фотохимического генератора автор сравнивает конструкции с 2 штуцерами (одним входным, и одним выходным), 4 и 6 штуцерами, соответственно. Автором сделано заключение о том, что «необходимое перемешивание достигнуто с использованием 3 штуцеров ввода и 3 штуцера вывода». При этом не понятно, что будет при дальнейшем увеличении числа штуцеров. При сравнении эффективности предложенного фотохимического генератора с аналогом приведены данные единичных измерений, что некорректно.

2. Аналогичное замечание следует сделать и по «оптимизации» условий определения элементов. Ряд зависимостей аналитического сигнала от условий проведения эксперимента носят монотонный характер (например, на рис. 15, 16, 22, 29), и заключение автора о выборе оптимальных условий также некорректно. Не ясно, как оптимизировали количество активного угля, вносимого в атомизатор.

3. Имеются замечания и по оформлению диссертации. Автор выбрал самый неудачный из трех разрешенных соответствующим ГОСТом способ цитирования литературы (алфавитный). При этом у оппонентов и других читателей фактически нет возможности проверить, есть ли в тексте ссылка на статью, приведенную в итоговом списке литературы. Список литературы представлен не единообразно – названия журналов приводятся то полностью, то сокращенно. В названии журналов отдельные слова начинаются то с заглавной буквы, то с прописной. Вызывает удивление краткость изложения и обсуждения результатов – всего 20 стр. текста, включая рисунки и таблицы. Фактически этот объем вмещается в автореферат диссертации.

Высказанные замечания не носят принципиального характера.

Автореферат диссертации и публикации автора в достаточной мере отражают содержание диссертации.

Диссертационная работа Романовского Константина Андреевича «Электротермическое атомно-абсорбционное определение мышьяка и ртути в природных объектах с применением техники генерации паров» по объему выполненных исследований, новизне полученных результатов и практической значимости соответствует критериям, предъявляемым к кандидатским диссертациям, установленным п.9 «Положения о порядке присуждения ученых степеней», утвержденного постановлением № 842 Правительства РФ от 24 сентября 2013 г., а ее

автор К.А. Романовский заслуживает присуждения ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 – Аналитическая химия.

Главный научный сотрудник
химического факультета МГУ
имени М.В.Ломоносова,
доктор химических наук, профессор

Г.И. Цизин

Почтовый адрес: 119991, Москва, Ленинские горы, дом 1, строение 3,
ГСП-1, МГУ, химический факультет, кафедра
аналитической химии
Телефон: +7 (495) 939-55-18
e-mail: tsisin@analyt.chem.msu.ru

Подпись Цизина Г.И. удостоверяю.

Декан Химического
факультета МГУ имени
М.В.Ломоносова, академик
РАН, профессор

В.В. Лунин

