

О Т З Ы В

на автореферат диссертационной работы Дьякова Алексея Олеговича “Расширение аналитических возможностей Зеемановской ААС с ЭТА на новом принципе линеаризации динамического диапазона”, представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 02.00.02 - аналитическая химия

Защита диссертации соискателя Дьякова А.О. происходит в год, когда исполняется 60 лет со дня первой публикации Алана Уолша, положившей начало методу ААС.

Научный курьез - определение химического состава вещества на основе измерения степени поглощения светового излучения атомами определяемого элемента предложенный А. Уолшем, а именно так восприняло большинство современников метод ААС, за годы с момента своего рождения стал одним из наиболее распространенных методов современной аналитической химии.

Отмечу огромную, признанную мировым сообществом, роль работ академика РАЕН, проф. Б. В. Львова в области становления, развития и совершенствования методов ААС с электротермической атомизацией вещества. Во всех современных коммерческих АА спектрометрах с ЭТА используется предложенный Б. В. Львовым способ электротермической атомизации и предложенная им же платформа вводимая в ЭТА с целью стабилизации условий испарения и атомизации элементов. Им же предложено использовать величины характеристической массы каждого элемента, как основного параметра, определяющего ход концентрационной кривой, а также предложен способ коррекции формы абсорбционного сигнала в ААС спектрометрах, снабженных Зеемановским корректором неселективного поглощения.

В начале автореферата диссертационной работы Дьякова А.О. изложены: актуальность темы; цель работы и ее новизна; практическая ценность.

На защиту вынесены две физико-математические модели расчетов:

- алгоритм линеаризации градуировочных зависимостей в Зеемановской ААС с ЭТА;

- алгоритм оценки величины ПО.

В первой главе автореферата изложено только состояние вопроса посвященного исследованиям кривизны градуировочных графиков в ААС с ЭТА.

Далее (вторая глава) диссертант изложил результаты изучения влияния не абсорбируемого излучения присутствующего в спектре источника излучения на параметры определяющие форму Зеемановской концентрационной кривой. Сделанные в ней выводы подтверждены серьезной экспериментальной работой.

В третьей главе автор, отметив преимущества использования линейной калибровочной зависимости, провел детальное исследование ранее предложенной модели линеаризации концентрационной кривой в Зеемановской атомно-абсорбционной спектрометрии с ЭТА. Для оценки эффективности модели

линеаризации диссертант предложил в качестве критерия использовать величину ОСО пересчитанных значений абсорбционности от линейной зависимости рассчитанной по начальному наклону, приняв величину критерия за 5 %. Оценка эффективности линеаризации была выполнена для 11 элементов. Полученные результаты позволили автору сделать вывод что предложенный ранее алгоритм, используемый для аппроксимации концентрационной кривой, неадекватно описывает реальную кривую, и имеет систематическое отклонение.

В четвертой главе работы Дьякова А.О. представлены результаты исследования варьирования условий измерений позволяющие устранить или уменьшить систематическое отклонение калибровочного графика от линейного. Следующим шагом из этих экспериментов стало предложение усовершенствованного алгоритма линеаризации основанного на результатах изучения факторов влияющих на параметры Зеемановской концентрационной кривой и построенного на вводе дополнительного полуэмпирического варьируемого параметра β .

Апробация усовершенствованного двухпараметрического алгоритма показала эффективность предложенной модели:

- для двадцати элементов;
- для свинца методом «введено-найденно»;
- для меди в объектах биологического происхождения.

В последней, пятой главе, диссертант обратился к вопросу оценки ПО особенно важному для анализа следовых содержаний элементов.

Диссертант вынес на защиту алгоритм предварительной оценки ПО основанный на оценке фотометрической погрешности измерения малых сигналов. Предложенный полуэмпирический метод был опробован на различных спектрометрах двух производителей и показал хорошие результаты. Отметим что данный алгоритм не лишен недостатков. Нужен подбор выражения описывающего фотометрическую ошибку при регистрации светового потока у спектрометров не имеющих возможности измерения величины интенсивности и укомплектованных ФЭУ разных производителей. Однако, сама идея такой оценки, по параметрам поддающимся измерению, интересна и, вероятно, может быть успешно реализована для спектрометров разных производителей.

В процессе ознакомления с авторефератом возникли следующие вопросы.

На основании каких, лишь упомянутых результатов, автор делает вывод о незначительном влиянии на параметры кривой некоторых факторов которые перечислены в числе основных, первая глава.

Почему данная модель линеаризации охватывает только область до уровня обращения концентрационной кривой?

Нет обсуждения проблемы оценки ПО в литературном обзоре глава 1.

Оценивая значимость полученных результатов в целом, необходимо отметить, что разработанный метод линеаризации динамического диапазона расширяет

аналитические возможности Зеemanовской ААС с ЭТА. Предложенный метод оценки ПО обладает всеми элементами новизны и может быть весьма полезен на практике, так как был реализован для спектрометров хорошо известных производителей спектрального оборудования.

Имеется несколько замечаний по представлению материала в автореферате. Пояснения к таблице 5, видимо перепутаны местами, это величины используемые для расчетов. Таблица 7, открываемость, формула расчета приведенная под таблицей непонятна.

Заключение. Отмеченные недостатки являются частными и не могут повлиять на общую положительную оценку данной диссертационной работы. Следует отметить, что в целом работа выполнена на высоком научном уровне с использованием современной аппаратуры и физико-математических методов исследования. Прикладные результаты работы подтверждены ее успешным внедрением и, несомненно, найдут применение в рутинном анализе.

Полученные результаты имеют существенное значение для развития метода атомно-абсорбционной спектроскопии.

На основании вышеизложенного считаю, что диссертация Дьякова А.О. удовлетворяет требованиям ВАК, предъявляемым к кандидатским диссертациям в отношении актуальности, научной и прикладной ценности, а также степени достоверности основных научных положений и выводов, а Дьяков А.О. заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 02.00.02 - "аналитическая химия"

Технический менеджер
Испытательного Центра
СПб филиала
ЗАО «СЖС Восток Лимитед»
кандидат химических наук

д.8, лит А, Стартовая ул., 196210 – С.Петербург
Тел: +7 (812) 449 04 66

E-mail: Pavel.Fedorov@sigs.com

Подпись П.Н. Федорова

Удостоверяю



Технический Управляющий лабораториями
ЗАО «СЖС Восток Лимитед»
Н.Г. Ясеновец