

ОТЗЫВ

члена диссертационного совета на диссертацию Титовой Анны Денисовны на тему: «Разработка комплексных методических подходов для определения редкоземельных элементов в геологических пробах и урана в водных растворах с использованием высокоэффективных проводящих сорбентов и времяпролетный масс-спектрометрии с импульсным тлеющим разрядом», представленную на соискание учёной степени кандидата химических наук по специальности 1.4.2. Аналитическая химия.

Любая диссертация по специальности «Аналитическая химия» характеризуется по трём критериям: объектам анализа, анализам и применяемым методам анализа. Рассматриваемая диссертация объединяет последний критерий, согласно которому она посвящена расширению аналитических возможностей сравнительно нового метода анализа, предложенного и развиваемого научным руководителем соискателя: профессором Ганеевым А.А. Этот метод – времяпролетная масс-спектрометрия с импульсным тлеющим разрядом, открывшим новые возможности для элементного анализа сложных многокомпонентных объектов. Если же руководствоваться двумя другими критериями, диссертация, представленная А.Д. Титовой, представляет из себя композицию из двух самостоятельных исследований, каждое из которых имеет свою научную и практическую ценность и могло бы явиться основой отдельной диссертации. Первое из них посвящено развитию методологии анализа твердотельного минерального сырья с преимущественной ориентацией на определение редкоземельных элементов, и представляющих в настоящее время большой интерес для микроэлектроники. Второй раздел рассматриваемой диссертации, как самостоятельный научный труд, решает другую общеметодическую проблему времяпролетной масс-спектрометрии с импульсным тлеющим разрядом. Если в первом случае предлагаемые методические решения основаны на использовании уникальных возможностей метода, позволяющих минимизировать пробоподготовку, то во втором, основным достижением соискателя является разработка оригинального методического решения для стадии пробоподготовки при анализе нетипичных для времяпролетной масс-спектрометрии и импульсным тлеющим разрядом объектов анализа, какими являются водные растворы. Предложенные решения основаны на предварительной сорбции анализов на электропроводящих сорбентах, в качестве которых выбраны углеродные нанотрубки в модифицированном кремнезёмом состоянии. Продуктивность подобного подхода подтверждается на примере важного в экоаналитическом и технологическом плане аналита, каким является уран.

Оценивая диссертацию в целом, необходимо отличить убедительную форму представления материала. Экспериментальным разделам предшествует исчерпывающий литературный обзор, в котором квалифицировано рассмотрена, как специфика объектов анализа, так и применяемых для определения их элементного состава методов. Описание разрабатываемых методических

подходов к выполнению анализа, как твердофазных проб, так и растворов, свидетельствует о глубоком понимании соискателем специфики сложного физического метода анализа, каким является времяпролетная масс-спектрометрия с импульсным тлеющим разрядом. Каждое найденное решение основывается на исчерпывающих экспериментальных данных.

Эффективность предлагаемых подходов в случае прямого определения элементного состава минеральных объектов подтверждено на примере 24 аналитов, включая редкоземельные элементы, в диапазоне их содержаний от 10 ppb до 100%. В случае определения урана в растворах – достигнуты уникальные пределы обнаружения – 0,2 ppb.

Работа безупречна с метрологической точки зрения. Правильность результатов, получаемых по разрабатываемым методикам подтверждается, как референтными методами, так и использованием аттестованных стандартных образцов. Представленные данные в обоих случаях свидетельствуют о хорошей сходимости результатов.

При общем положительном впечатлении от работы нельзя не сделать ряд замечаний:

1. В излишне пространственном названии диссертации есть ряд неточностей: «использование» чего-бы то ни было не является характеристикой научной работы; используемые соискателем сорбенты по общепринятым классификациям не относятся к числу «высокоэффективных».

2. Минимальная пробоподготовка при анализе геологических проб включает запрессовывание пробы в токопроводящую основу, которому предшествует ее измельчение. В диссертации недостаточно освещены важные для этого этапа процессы: до каких размеров частиц необходимо проводить измельчение? Как зависят эти размеры от относительной твердости материала пробы и токопроводящей основы? Приведённая на рис.2 (стр. 57) «Схема анализа» не более, чем принципиальная схема, не раскрывающая сущность выполняемых процедур.

3. При упоминании в работе «метода относительных чувствительностей (RSF)», используемого для градуировки, не уточняется является ли он авторским достижением или заимствован у кого-то.

Указанные замечания не оказывают влияния на положительную оценку диссертации.

Все сказанное даёт основание утверждать, что соискателем успешно решена актуальная научная задача в области аналитической химии: найдены новые методические подходы к выполнению анализов сложных объектов,

находящихся в различных агрегатных состояниях на принципах метода времяпролетной масс-спектрометрии с импульсным тлеющим разрядом.

Диссертация Титовой Анны Денисовны на тему: «Разработка комплексных методических подходов для определения редкоземельных элементов в геологических пробах и урана в водных растворах с использованием высокоэффективных проводящих сорбентов и времяпролетный масс-спектрометрии с импульсным тлеющим разрядом» соответствует основным требованиям, установленным Приказом от 19.11.2021 №11181/1 «О порядке присуждения ученых степеней в Санкт-Петербургском университете», соискатель Анна Денисовна Титова заслуживает присуждения учёной степени кандидата химических наук по научной специальности 1.4.2. Аналитическая химия. Пункты 9 и 11 указанного Порядка диссертантом не нарушены.

Член диссертационного света,
Почётный профессор СПбГУ,
Заслуженный деятель науки Российской Федерации
Доктор химических наук,
Профессор



Москвин Л.Н.
10.10.2022