

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 времяпролетной масс-спектрометрии с импульсным тлеющим разрядом»**, представленную на соискание ученой степени кандидата химических наук по научной специальности 1.4.2. Аналитическая химия (химические науки).

Диссертационная работа 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 времяпролетной масс-спектрометрии с импульсным тлеющим разрядом» посвящена разработке методических подходов, позволяющих осуществлять прямой и быстрый анализ элементного состава широкого круга элементов в геологических пробах и определение урана в водных растворах с минимальным его содержанием, с помощью концентрации его на сорбенте, при использовании нового высокочувствительного экспрессного метода определения элементного состава – времяпролетной масс-спектрометрии с импульсным тлеющим разрядом. Данная работа является, несомненно, **актуальной**, так как она направлена на развитие существующих инструментальных методов анализа, за счет разработки автором комплексных методических подходов, которые должны повысить эффективность метода при использовании минимальной пробоподготовки. Таким образом, разработка как всего подхода в целом, так и отдельных её составляющих: таких как пробоподготовка, оптимизация рабочих параметров для определения редкоземельных элементов в геологических пробах с помощью времяпролетной масс-спектрометрии с импульсным тлеющим разрядом, а для определения урана в водных растворах выбор способов концентрирование его на сорбентах является крайне актуальным и перспективным направлением имеющим дальнейшее практическое применение. Сформулированная автором цель работы и перечень задач, которые необходимо было решить для успешного выполнения этой цели, отличаются конкретностью и **практической направленностью**.

Диссертационная работа на русском языке представлена на 140 страницах и содержит 18 таблиц (не считая таблиц в приложении) и 35 рисунков. Состоит из введения, 3-х глав: 1-я глава - обзор литературы, отражающей последние тенденции и достижения в исследуемой области, экспериментальной части из двух глав 2-ой и 3-ей (используемые методы и приборы), основных результатов, списка сокращений и списка литературы, состоящего из 101 наименования, и приложения. Результаты работы изложены во 2-й и 3-й главах диссертационной работы и опубликованы в 4-х статьях, опубликованных в журналах, индексируемых в базах WoS и Scopus, а также в тезисах докладов на двух конференциях. Работа выглядит логически выстроенной и законченной. Во введении обоснована актуальность, степень разработанности темы исследования, цели и задачи работы, научная новизна и практическая значимость работы, методология и методы исследования, положения, выносимые на защиту, личный вклад автора и апробация работы. Первая глава диссертационной работы посвящена детальному обзору

литературы, в ней не только очень подробно рассматриваются основные инструментальные методы для анализа элементного состава, но и проводится сравнение важной составной части каждого из методов – это процедура пробоподготовки. Из детального обзора методов анализа автор сделала обоснованный вывод о перспективности использования в качестве основного метода времяпролетной масс-спектрометрии с импульсным тлеющим разрядом, для эффективного использования которой необходимо было разработать методическое обеспечение. Большое внимание автор уделила проблеме определения урана, как очень токсичного элемента и имеющего важное прикладное значение. Вторая глава диссертации, имеет прямое отношение к экспериментальной части работы. В ней дается подробное описание особенностей для прямого многоэлементного анализа сложных геологических проб с использованием времяпролетной масс-спектрометрии с импульсным тлеющим разрядом и приводятся результаты разработанных автором методических подходов для одновременного определения широкого круга элементов, в том числе редкоземельных, в геологических пробах в диапазоне концентраций от 10 ppb до 100%. Оценку правильности разработанного подхода осуществляли путем анализа стандартных образцов с аттестованным содержанием определяемых элементов, а также сравнением результатов определения элементов по разработанной методике с результатами, полученными независимыми методами. Третья глава диссертации посвящена рассмотрению наиболее важному с **практической** точки зрения аспекту диссертации: разработке методических подходов для концентрирования урана из водных растворов на модифицированных прессованных углеродных нанотрубках с последующим распылением сорбента в импульсном тлеющем разряде с пределами обнаружения 0,2 ppb. Особенностью данного подхода заключалась в том, что предварительно подготовленные таблетки с осажденным ураном вводили в разрядную ячейку масс-спектрометра, где происходили распыление и ионизация элементов, входящих в состав сорбента. Для концентрации урана на сорбенте автор обосновал выбор подхода, основанный на сорбции урана на таблетку, состоящую из окисленных углеродных нанотрубок и модифицированную кремнеземом, как наиболее эффективный. В **заключении** автор подводит итоги проделанной работы и перечисляет наиболее важные результаты, полученные им в ходе выполнения данного исследования и делает **выводы** о перспективности предложенных автором методических подходов для анализа элементного состава с помощью времяпролетной масс-спектрометрии с импульсным тлеющим разрядом.

Научная новизна работы заключается в следующем:

- показана возможность использования времяпролетной масс-спектрометрии с импульсным тлеющим разрядом для прямого определения широкого круга (24) элементов (в том числе редкоземельных), в геологических пробах в диапазоне концентраций от 10 ppb до 100%. Почти для всех определяемых элементов наблюдается хорошая сходимости (в пределах экспериментальной ошибки) с известными концентрациями;
- разработаны и опробованы методические подходы для многоэлементного анализа сложных геологических проб с минимальной пробоподготовкой и использованием времяпролетной масс-спектрометрии с импульсным тлеющим разрядом;
- предложен и реализован способ концентрирования урана из водных растворов на модифицированных прессованных углеродных нанотрубках с последующим распылением сорбента в импульсном тлеющем разряде.

В работе следует отметить большой объем экспериментальных исследований, которые выполнены с привлечением самых современных тенденций для извлечения важной информации из экспериментальных данных.

Личный вклад автора является несомненным и состоял в активном участии в постановке задач, исследовании, планировании, подготовке и проведении экспериментальных исследований, а также в анализе, интерпретации и обобщении полученных результатов, подготовке докладов и публикаций. Материалы диссертационной работы опубликованы в 4-х статьях в рецензируемых международных изданиях и в виде тезисов докладов на 2-х конференциях.

К представленной диссертации Титовой А.Д. имеется **ряд вопросов:**

1. Каковы преимущества и недостатки, используемого Анной Денисовной метода PGD TOFMS по сравнению с такими широко известными методами элементного анализа, применяемыми при анализе геологических проб как ICP MS, ICP AES, рентгеновская флуоресценция?
2. Почему при определении U в водных растворах в качестве сорбента использовались углеродные нанотрубки?
3. Можно ли использовать разработанный подход для анализа других видов проб, в частности технологических и биологических?

Указанные замечания не оказывают влияния на положительную оценку диссертации, которая представляет собой успешно выполненное исследование.

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 времяпролетной 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 государственном университете», соискатель Титова Анна Денисовна **заслуживает** присуждения ученой степени кандидата химических наук по научной специальности 1.4.2. Аналитическая химия (химические науки). Пункты 9 и 11 указанного Порядка диссертантом не нарушены.

Член диссертационного совета,
доктор физико-математических наук,
профессор,
профессор кафедры аналитической химии,
Института химии,

Санкт-Петербургского государственного университета



Семенов В.Г.

Дата 20 октября 2022 г.