

ОТЗЫВ

на автореферат диссертации Пелипасова Олега Владимировича
«Исследование и разработка источника возбуждения спектров на основе азотной
микроволновой плазмы для атомно-эмиссионного спектрального анализа растворов»,
представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук по
специальности 05.11.07– Оптические и оптико-электронные приборы и комплексы

Метод атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно-связанной аргоновой плазмой (АЭС-ИСП) для анализа растворов является, пожалуй, наиболее часто используемым в современной аналитической практике. Тем не менее, несмотря на более ограниченные аналитические возможности азотной микроволновой плазмы при атмосферном давлении, создаваемой СВЧ-источниками возбуждения атомов, совершенствование этого блока спектрометра, выполненное в представленном исследовании, представляет безусловный научно-практический интерес. Не вызывает сомнений оригинальность разработанного на основе компьютерного моделирования нового СВЧ-резонатора с тороидальной формой азотной плазмы, что обеспечивает более полное испарение, возбуждение и ионизацию вводимых растворов. Новизну работы составляют результаты исследования характеристик этого источника возбуждения (температура, электронная концентрация, пространственная неоднородность и др.) и их оптимизации для случая, когда он адаптирован к спектрометру «Гранд» с анализатором МАЭС, зарегистрированном в Государственном реестре средств измерений РФ. Выполненные теоретические обобщения и экспериментальные разработки свидетельствуют о завершенности и практической ценности представленной диссертационной работы.

Тем не менее, после прочтения автореферата остался ряд вопросов.

1. К достоинствам работы можно было бы отнести анализ высоко минерализованных растворов, если бы это не приводило к тренду неконтролируемых систематических погрешностей в результатах из-за перманентного уменьшения выходного отверстия инжектора горелки и снижения эффективности распыления (С. 17). Т.е. следует составить рекомендации, как избежать или учесть этот эффект.
2. Какие линии и каких элементов желательно регистрировать в двух вариантах задания базовой экспозиции (например, 1 и 100 или 2 и 200 мс), чтобы при обработке измерений иметь линейный градуировочный график 3-7 порядков концентраций (С.17-18)? Как рассчитывать концентрации элемента в точках перехода с одного графика на другой? Повторная регистрация спектра с другой базовой экспозицией снизит производительность анализа. Кстати, при использовании градуировки по нескольким одновременно регистрируемым линиям одного и того же элемента (так называемый в АЭС, способ «появления-усиления спектральных линий»), рекомендую для автоматизации перехода с одной линии на другую обратить внимание на алгоритм, разработанный Е.В. Шабановой в работе «Calibration model of simultaneous multielement atomic-emission analysis using analytical line groups of each determined element» (Fresenius' Journal of Analytical Chemistry, 1998. V. 361, № 3).
3. Установленное влияние матричных элементов, отличающихся по энергии возбуждения, автор предлагает минимизировать, меняя мощность подводимой к плазме энергии (С. 18). Как это можно реализовать в текущем анализе? Нужно регистрировать спектр каждой пробы несколько раз при разной мощности и выдавать результаты для разных групп элементов из разных спектров? Или есть какие-то алгоритмы учета

матричного влияния на результаты анализа разных групп элементов при одновременном использовании атомных и ионных линий макроэлементов, присутствующих в растворе?

4. Как влияют анионные эффекты на интенсивность спектральных линий анализаторов в азотной плазме?
5. Не ясно, для каких растворов и в каких режимах получения и регистрации спектров установлены пределы обнаружения 20 элементов для экспериментального образца спектрометра (табл.1)?

Возникшие вопросы не влияют на положительную оценку теоретических и экспериментальных исследований, представленных в докторской работе О.В. Пелипасова, которая по актуальности, научной новизне, практической значимости и достоверности полностью соответствует всем критериям, предъявляемым к кандидатским докторским диссертациям (п. 9 «Положения о порядке присуждения учёных степеней» Постановления Правительства РФ № 842 от 24 сентября 2013 г.). Безусловно, её автор, Олег Владимирович Пелипасов, заслуживает присуждения учёной степени кандидата технических наук по специальности 05.11.07 – Оптические и оптико-электронные приборы и комплексы.

Васильева Ирина Евгеньевна,
доктор технических наук,
главный научный сотрудник,
группа атомно-эмиссионных методов анализа и стандартных образцов,
Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Институт геохимии им. А.П. Виноградова Сибирского отделения Российской академии наук (ИГХ СО РАН)
664033, г. Иркутск, ул. Фаворского, 1А
тел. (3952) 42 58 37;
e-mail: vasira@igc.irk.ru

11.12.2020 г.

