

## ОТЗЫВ

на автореферат диссертации Еськиной Василины Витальевны «Новые методические подходы в атомно-абсорбционном анализе отработанных автомобильных катализаторов», представленной на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 – Аналитическая химия

Диссертационная работа Еськиной В.В. посвящена актуальной проблеме разработке оптимальной схемы и методик анализа весьма распространенного вторичного сырья благородных металлов – отработанных автомобильных катализаторов (ОАК) и оценки их токсичности (содержание элементов-токсикантов). Актуальность решаемой задачи не вызывает сомнений. Да, следует согласиться, что даже в зарубежной научной литературе отсутствуют работы определения и благородных металлов и токсичных элементов в таких сложных по матричному составу материалах (основа оксиды кремния и алюминия) методом электротермической атомно-абсорбционной спектрометрии высокого разрешения с источником сплошного спектра (HR-CS-ETAAS).

Вполне корректно проведен анализ возможностей выбранного метода анализа и объективно сопоставлены его характеристики в сравнении с другими спектроскопическими методами, использующих индуктивно-связанную плазму: атомно-эмиссионную спектрометрию и масс-спектрометрию. Отмечено преимущество выбранной схемы атомно-абсорбционных измерений с использованием только одной лампы сплошного спектра – последовательно многоэлементный анализ (не путать с одновременными многоэлементными измерениями). Вместе с тем, для таких исследуемых материалов даже высокое спектральное разрешение прибора и наиболее совершенная система коррекции неселективного поглощения все же не позволило решить проблему прямого или, как обозначил диссертант, инструментального определения токсичных элементов на уровне 10-3 % мас. и ниже в образцах отработанных автомобильных катализаторов после микроволнового разложения. По этой причине совершенно справедливо выбрано решение, дополнить схему анализа проб ОАК наиболее простой и часто используемой процедурой твердофазного концентрирования.

Существенный успех данной работы и результатов исследований – это возможность применить только один способ деструкции проб и перевода их в жидкое состояние для последующего прямого атомно-абсорбционного определения благородных металлов и свинца, а также эффективного концентрирования токсичных элементов и их ЭТААС определения в элюате. Такой методический подход способствует сокращению времени подготовки проб к анализу при сохранении наилучших, для метода ЭТААС, метрологических характеристик результатов определений.

Необходимо отметить объективность и скрупулёзность исследований влияния матричных компонентов на аналитические сигналы аналитов, который был обеспечен в работе предварительным анализом валового состава отработанных автомобильных катализаторов методами искровой масс-спектрометрии и РФА. Это, в свою очередь, позволило в максимальной степени учесть влияния всех присутствующих компонентов.

В ходе разработки химико-спектрального определения токсичных элементов ОАК исследованы физико-химические свойства новых сорбентов: условия сорбции, кинетика, определены их сорбционные характеристики и селективность. Весьма существенными свойствами оказались возможность и эффективность сорбции именно в условиях, которые формируются в исследуемых растворах после микроволнового разложения в смеси соляной кислоты и перекиси водорода. При этом достигаются уникальные сорбционные емкости – на уровне десятых долей г/г.

Все это позволило разработать комплексную аналитическую схему и методики на ее базе определения благородных металлов (Pd, Pt, Ph), свинца и других токсичных элементов (As, Bi, Cd, Sb, Se, Te) методом электротермической атомно-абсорбционной спектрометрии высокого разрешения с источником сплошного в вариантах прямого определения аналитов на уровне от  $10^{-3}$  % масс. и выше, а также с предварительным групповым концентрированием токсичных элементов и определением их на уровне содержаний от  $10^{-3}$  % масс. и менее. Методики метрологически проработаны, внедрены в практику работы испытательного аналитико-сертификационного центра Гиредмета. Результаты аналитических измерений проверены и подтверждены практически всеми известными способами.

К автореферату есть замечания.

1. Почему при подготовке модельных растворов для исследования влияний концентрация алюминия была взята 350 мкг/мл, а кремния всего 1 мкг/мл? По результатам исследования валового состава катализаторов содержание кремния всего на несколько процентов меньше содержания алюминия (около 40 % масс.).

2. На странице 15 автореферата приведены значения пределов определения и обнаружения благородных металлов и свинца. Пределы определения всего в 2 раза больше пределов обнаружения элементов. Хотя известно, что предел обнаружения это  $3S$ -критерий, а предел определения  $10S$ -критерий. Получается, что результаты измерений в присутствии матричных компонентов (350 мкг/мл Al, 90 мкг/мл Fe, 70 мкг/мл Mg, 40 мкг/мл Se, 10 мкг/мл Ni, 5 мкг/мл Ti, 5 мкг/мл Zr, 2 мкг/мл Mn, 1 мкг/мл Si) более воспроизводимы, чем для одного только 2 %-ого раствора HCl.

Данные замечания не снижают впечатление от диссертационной работы. Тема проведенного исследования соответствует специальности 02.00.02 – аналитическая химия.

Представленная диссертационная работа по своей актуальности, научной новизне и практической значимости соответствует требованиям 9–13 «Положения о порядке присуждения ученых степеней» ВАК, утвержденного Постановлением Правительства РФ от 24 сентября 2013 г. № 842, а ее автор, Еськина Василина Витальевна, заслуживает присуждения ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 – Аналитическая химия.

Бурылин Михаил Юрьевич

профессор, доктор химических наук по специальности 02.00.02 – Аналитическая химия, профессор кафедры аналитической химии, ФГБОУ ВО «Кубанский государственный университет» (КубГУ) 350040, г. Краснодар, ул. Ставропольская, 149 тел. (861)219-95-72; e-mail: [burylin@chem.kubsu.ru](mailto:burylin@chem.kubsu.ru)

Подлинность подписи *Бурылина М. Ю.*  
Начальник управления кадров *В. И. Финкин*

