

Отзыв официального оппонента
на диссертацию 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

Диссертация В.В.Еськиной посвящена совершенствованию методов комплексного анализа вторичного сырья (отработанных автомобильных катализаторов (ОАК)) на основе оптимизации способов подготовки образцов в сочетании с новыми вариантами инструментального определения компонентов. В качестве метода определения автором работы выбрана атомно-абсорбционная спектрометрия с непрерывным источником спектра (ЭТААС-НИС) – перспективный, но недостаточно изученный вариант электротермической ААС. Основным способом подготовки объектов к анализу на содержание широкого круга элементов стало микроволновое разложение, при определении следов токсичных элементов - в сочетании с сорбционным выделением целевых аналитов на новом гибридном S,N-содержащем сорбенте. Реализация возможностей выбранных аналитических методов позволила диссертанту предложить подход к определению многокомпонентного состава платиносодержащего вторичного сырья, разработать и внедрить ряд методик в аналитическую практику. Таким образом, актуальность, новизна и практическая значимость представленной работы не вызывают сомнения.

Диссертационная работа В.В.Еськиной имеет выраженную прикладную направленность и выстроена в соответствии с поставленными задачами. В литературном обзоре отработанные автомобильные катализаторы (ОАК) рассмотрены как объект аналитического контроля, описаны основные характеристики этого сырья и методы его анализа; значительное внимание уделено аналитическим возможностям ЭТААС-НИС, но без оценки принципиальных инструментальных ограничений метода. Детально

Отзыв официального оппонента
на диссертацию 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

Диссертация В.В.Еськиной посвящена совершенствованию методов комплексного анализа вторичного сырья (отработанных автомобильных катализаторов (ОАК)) на основе оптимизации способов подготовки образцов в сочетании с новыми вариантами инструментального определения компонентов. В качестве метода определения автором работы выбрана атомно-абсорбционная спектрометрия с непрерывным источником спектра (ЭТААС-НИС) – перспективный, но недостаточно изученный вариант электротермической ААС. Основным способом подготовки объектов к анализу на содержание широкого круга элементов стало микроволновое разложение, при определении следов токсичных элементов - в сочетании с сорбционным выделением целевых аналитов на новом гибридном S,N-содержащем сорбенте. Реализация возможностей выбранных аналитических методов позволила диссертанту предложить подход к определению многокомпонентного состава платиносодержащего вторичного сырья, разработать и внедрить ряд методик в аналитическую практику. Таким образом, актуальность, новизна и практическая значимость представленной работы не вызывают сомнения.

Диссертационная работа В.В.Еськиной имеет выраженную прикладную направленность и выстроена в соответствии с поставленными задачами. В литературном обзоре отработанные автомобильные катализаторы (ОАК) рассмотрены как объект аналитического контроля, описаны основные характеристики этого сырья и методы его анализа; значительное внимание уделено аналитическим возможностям ЭТААС-НИС, но без оценки принципиальных инструментальных ограничений метода. Детально

проанализированы наиболее перспективные для анализа ОАК химико-спектральные методы и сформулированы основные задачи исследования.

В экспериментальной части приведены данные об использованном оборудовании, реактивах и объектах исследования, а также сформулирован подход к многоэлементному ЭТААС-НИС анализу ОАК (глава 3), исследованы аналитические возможности метода ЭТААС-НИС применительно к определению платиновых металлов в ОАК (глава 5) и условия микроволновой подготовки исследуемых материалов к анализу (глава 4). В главе 6 описаны результаты исследования свойств гетероцепных сорбентов, использованных для выделения токсичных элементов, и их влияние на ЭТААС-НИС определение аналитов.

В главе 7 приведены метрологически охарактеризованные результаты апробации разработанных методик на образцах катализаторов и сопоставление данных, полученных различными методами; в главе 8 – сведения о внедрении этих методик в практику работы Испытательного аналитико-сертификационного центра института Гиредмет. Существенную часть работы составляют приложения, содержащие тексты методик анализа ОАК, разработанных с участием автора и аттестованных метрологической службой Гиредмета, свидетельства об аттестации методик и акт внедрения методик в работу Испытательного центра.

В рамках диссертационной работы выполнены разноплановые исследования. Проведен выбор реакционной смеси, обеспечивающей количественное определение всех определяемых компонентов в раствор; результаты использования выбранных температурно-временных условий разложения сопоставлены с результатами, полученными после альтернативной подготовки образцов ОАК сплавлением. Выполнено сравнение данных, полученных различными инструментальными методами (АЭС-ИСП, МС-ИСП), о составе растворов. Показана возможность сокращения времени анализа при использовании предложенного варианта подготовки проб к определению.

С целью оценки аналитических возможностей метода на примере модельных растворов определены пределы обнаружения и пределы определения искомых элементов; исследовано влияние матричных и сопутствующих компонентов. Установлено, что спектральные наложения при определении аналитов отсутствуют, и платиновые металлы, а также свинец, могут быть определены в образцах непосредственно после растворения. Другие токсичные элементы, присутствующие в ультраследовых содержаниях, должны быть отделены концентрированием.

В рамках разработки сорбционно-атомно-абсорбционного определения токсичных элементов в статических условиях исследованы сорбционные свойства (кинетика извлечения, сорбционная емкость, селективность) S,N-содержащих сорбентов. Установлено, что синтезированный аминотиозфирный гибридный сорбент ЭДК-МТХ эффективен при определении токсичных элементов в ОАК на керамической основе.

Как результат проведенных исследований, разработан и аттестован комплекс методик определения платиновых металлов и токсичных элементов в ОАК различных производителей. Показатели точности методик оценены в соответствии с ГОСТ ИСО/МЭК.

Результаты диссертационной работы многократно доложены на аналитических конференциях и опубликованы в четырех статьях, рекомендованных ВАК РФ. Реферат полностью соответствует содержанию диссертации.

Замечания, которые возникают к работе, вызваны в основном методическими вопросами, связанными с ЭТААС-НИС определением, поскольку в литературе этот вариант ЭТААС практически не описан.

1. В табл. 11 приведены ПрО элементов, полученных с использованием линейчатых источников спектра, которые существенно завышенными по сравнению с другими литературными данными и паспортными данными для современных приборов.

2. Основной характеристикой в ЭТААС является характеристическая концентрация (масса элемента, обеспечивающая атомное поглощение 0,0044А). Автор ее не использует, а для сопоставления возможностей различных вариантов ЭТААС эта величина была бы наиболее объективной.

3. На величину динамического диапазона и линейность градуировочного графика в ЭТААС существенно влияет способ коррекции неселективного поглощения. Отсутствие в работе градуировочных графиков и данных о величинах атомного поглощения аналитов затрудняет оценку возможностей использованного метода ЭТААС-НИС.

4. Работы, опубликованные в отечественных журналах, должны быть процитированы по-русски.

Приведенные замечания не изменяют общей положительной оценки представленной работы. Можно утверждать, что В.В. Еськина – сложившийся специалист высокой квалификации.

По содержанию, объему, актуальности, научной новизне и практической значимости ее диссертация отвечает паспорту специальности 02.00.02 – аналитическая химия и требованиям ВАК и соответствует критериям, предъявляемым к кандидатским диссертациям, установленным п.п. 9-14 "Положения о порядке присуждения учёных степеней", утверждённого Постановлением Правительства РФ от 24 сентября 2013 года № 842 (в редакции Постановления Правительства РФ от 21 апреля 2016 года № 335).

Диссертация В.В.Еськиной является завершённой научно-квалификационной работой, имеющей значение для повышения качества контроля состава платиносодержащего вторичного сырья, а ее автор заслуживает присуждения ученой степени кандидата химических наук по специальности «02.00.02 – аналитическая химия».

Официальный оппонент:
Кубракова Ирина Витальевна
Доктор химических наук

(специальность 02.00.02 – аналитическая химия),
Главный научный сотрудник,
зав. лабораторией геохимии и аналитической
химии благородных металлов
Федеральное Государственное Бюджетное Учреждение Науки
Институт геохимии и аналитической химии
им. В.И. Вернадского Российской Академии Наук
119991, г. Москва, ул. Косыгина, дом 19,
<http://www.geokhi.ru>
Тел. +7-499-137-83-97, E-mail: kubrakova@geokhi.ru

Я, Кубракова Ирина Витальевна, даю согласие на включение своих
персональных данных в документы, связанные с работой диссертационного
совета и их дальнейшей обработкой.

И.В. Кубракова

12.11.2018.



Сведения об оппоненте


по диссертационной работе Еськиной Василины Витальевны на тему
**«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

Фамилия Имя Отчество оппонента	Кубракова Ирина Витальевна
Шифр и наименование специальностей, по которым защищена диссертация	02.00.02- Аналитическая химия
Ученая степень и отрасль науки	Доктор химических наук
Ученое звание	-
Полное наименование организации, являющейся основным местом работы оппонента	Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Ордена Ленина и Ордена Октябрьской революции Институт геохимии и аналитической химии им. В.И.Вернадского Российской академии наук (ГЕОХИ РАН)
Занимаемая должность	Заведующий лабораторией, г.н.с.
Почтовый индекс, адрес	119991, ГСП-1, Москва В-334, ул. Косыгина,19
Телефон	+7(499) 137-83-97
Адрес электронной почты	kubrakova@geokhi.ru
Список основных публикаций официального оппонента по теме диссертации в рецензируемых научных изданиях за последние 5 лет (не более 15 публикаций)	<ol style="list-style-type: none">1. Тютюнник О.А., Гецина М.Л., Торопченова Е.С., Кубракова И.В. Микроволновая пробоподготовка природных объектов к атомно-абсорбционному определению ртути и других токсичных элементов / Журнал аналитической химии. 2013. Т. 68. № 5. С. 420.2. Кубракова И.В., Торопченова Е.С. Микроволновая подготовка проб в геохимических и экологических исследованиях / Журнал аналитической химии. 2013. Т. 68. № 6. С. 524.3. Кубракова И.В., Кощеева И.Я., Пряжников Д.В., Мартынов Л.Ю., Киселева М.С., Тютюнник О.А. Микроволновый синтез, свойства и аналитические возможности наноразмерных сорбционных материалов на основе магнетита / Журнал аналитической химии. 2014. Т. 69. № 4. С. 378.4. Киселева М.С., Тютюнник О.А., Никулин А.В., Кубракова И.В. Микроволновая подготовка природных объектов с использованием новых технических решений / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2014. Т. 80. № 6. С. 7-11.5. Kiseleva, M.S., Pryazhnikov, D.V., Kubrakova, I.V. Magnetic Sorbent with a Mesoporous Shell for

the Simultaneous Preconcentration of Ecotoxicants of Different Nature / Journal of Analytical Chemistry. 2018. V. 73. I. 1. pp. 10-17.
6. Kubrakova, I.V., Tyutyunnik, O.A., Koshcheeva, I.Y., Sadagov, A.Y., Nabiullina, S.N. Migration behavior of platinum group elements in natural and technogeneous systems / Geochemistry International. 2017. V. 55. I. 1. pp. 108-124.
7. Kubrakova, I.V., Kiseleva, M.S. Microwave synthesis of nanosized model substances and sorption materials. Application to geochemical research / Geochemistry International. 2016. V. 54. I. 13. pp. 1261-1269.

Ученый секретарь Диссертационного совета
Д 002.109.01, к.х.н.

 (Захарченко Е.А.)

Подпись *Захарченко Е.А.*
удостоверен *Курова Светлана Олеговна*
Зав. канцелярией ГЕОХИ РАН

