ОТЗЫВ

на автореферат диссертации *Жиличевой Алёны Николаевны*

«Разработка методических подходов при анализе рудных образцов методом рентгенофлуоресцентной спектрометрии с полным внешним отражением»,

представленной на соискание учёной степени кандидата химических наук
по специальности 1.4.2 – Аналитическая химия

Анализ рудных материалов – задача, не теряющая своей актуальности не одно десятилетие. Методы атомно-эмиссионной спектрометрии и масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой требуют проведения длительных трудоёмких процедур разложения анализируемой пробы. Рентгенофлуоресцентный метод (РФА) позволяет работать с твёрдыми образцами, но сталкивается с проблемой сильного межэлементного влияния, устранение которого требует либо проведения сложных градуировочных процедур с использованием большого числа образцов сравнения, близких по составу и морфологии к исследуемым объектам, либо изготовлением боратных стёкол с сопутствующей потерей чувствительности и невозможностью определения летучих компонентов. Метод РФА с полным внешним отражением (РФА ПВО) обладает более высокой чувствительностью и, при работе с достаточно разбавленными растворами, не подвержен матричным эффектам, однако так же требует "мокрого" разложения анализируемой пробы. По этой причине разработка способа элементного анализа руд методом РФА ПВО в виде суспензий **весьма актуальна**.

В работе проведено тщательное изучение влияния размера частиц и способа измельчения образца на точность и воспроизводимость результатов анализа. В частности, показано, что при сухом измельчении разброс размеров частиц весьма широк, а внутренний стандарт распределён неравномерно, что ведёт к высокой погрешности, в то время как предложенный в работе способ мокрого измельчения с добавлением раствора внутреннего стандарта позволяет добиться мономодального распределения частиц и существенно повысить точность определения. Для ряда элементов, определение которых затруднено спектральными наложениями, предложены дополнительные способы повышения чувствительности и селективности: от дополнительной обработки спектров до отделения мешающих компонентов. В итоге практически по всем рассмотренным элементам достигнуты удовлетворительные результаты. Предложенные подходы к анализу руд методом РФА ПВО были проверены при проведении межлабораторных сличительных испытаний и внедрены в практику ЦКП «Геодинамика и геохронология» Института земной коры СО РАН. Таким образом, **научная новизна** и **практическая значимость** работы несомненны.

Автореферат диссертации грамотно оформлен и отображает значительный объём проделанной работы и ключевые результаты во всей полноте. Кажется, Алёна Николаевна исследовала и учла практически все факторы, которые могут влиять на точность анализа руд методом РФА ПВО. Тем не менее, по представленным результатам можно задать несколько вопросов:

1. Все теоретические оценки в РФА строятся в предположении однородности анализируемой пробы, и оценка максимально допустимой поверхностной плотности образца в РФА ПВО, при которой он ещё считается тонким, – не исключение. Зная плотность конкретной матрицы, можно значения в таблице 1 автореферата пересчитать на максимальную допустимую толщину тонкослойного образца, и для ряда элементов она может оказаться равной ≤1 мкм, в то время как аналитический сигнал даже после мокрого измельчения будет

формироваться в частицах диаметром 2-4 мкм. Более того, неоднородный фазовый состав, вероятно, приведёт к образованию нескольких типов частиц, по-разному смачиваемых раствором внутреннего стандарта и по-разному влияющих на формирование аналитического сигнала конкретных элементов. Не может ли в таком случае всё же возникнуть значимое влияние матричных эффектов на результаты определения? Насколько возможно на практике размолоть образец до размера частиц менее 1 мкм, заявляемого производителями многих планетарных мельниц как достижимого? Нельзя ли добиться повышения точности теоретическим учётом матричных эффектов, как например в способе теоретических поправок?

2. Одной из возможных причин получения завышенных результатов определения железа и марганца с использованием мокрого измельчения при их высоком содержании указано вероятное сопутствующее разделение фаз. Возможно ли в этом случае каким-либо образом дополнительно гомогенизировать суспензию, например, добавлением ПАВ?

3. Для мокрого измельчения брали 100 мг анализируемого образца. Насколько представительна такая навеска?

Кроме того, хотя результаты свидетельствуют сами за себя, не лишним было бы привести в автореферате данные по стабильности суспензий порошков руды, полученных способом мокрого измельчения, которые есть в полном тексте диссертации.

Сделанные замечания не снижают ценности проведённого автором оригинального исследования. Диссертационная работа А. Н. Жиличевой выполнена на высоком научном уровне. Полученные результаты опубликованы в ведущих российских и зарубежных журналах, доложены на научных конференциях. По актуальности, научной новизне, практической значимости и объёму проведённых исследований диссертационная работа полностью соответствует требованиям пп.9-14 «Положения о присуждении ученых степеней», утверждённого Постановлением Правительства Российской Федерации от 24.09.2013 г. №842 (с изменениями и дополнениями) и пп. 2.1-2.5 «Положения о присуждении учёных степеней в Федеральном государственном бюджетном учреждении науки «Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова Российской Академии Наук» от 29 марта 2024 г., предъявляемым к диссертациям на соискание учёной степени кандидата наук, а её автор Жиличева Алёна Николаевна, безусловно, заслуживает присуждения учёной степени кандидата химических наук по специальности 1.4.2 – Аналитическая химия.

Гармай Андрей Владимирович
кандидат химических наук (02.00.02 – Аналитическая химия)
младший научный сотрудник
химический факультет Московского государственного
университета имени М. В. Ломоносова
119991, Москва, Ленинские горы, ГСП-1, д. 1, стр. 3.
www.chem.msu.ru
E-mail: andrew-garmay@yandex.ru
Тел.: +7 (495) 939-25-79

Я, *Гармай Андрей Владимирович*, даю согласие на включение своих персональных данных в документы, связанные с работой диссертационного совета 01.4.002.92, и их дальнейшую обработку.

«25» февраля 2025 г.

Личную подпись
ЗАВЕРЯЮ:
Нач. отдела делопроизводства
химического факультета