

УТВЕРЖДАЮ

Директор ФГБУН

Институт неорганической химии

им. А.В. Николаева СО РАН

д.х.н., профессор

Брылев К.А.



10 декабря 2020 г.

ОТЗЫВ ВЕДУЩЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ

на диссертацию Пелипасова Олега Владимировича

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

В настоящее время метод атомно-эмиссионной спектроскопии (АЭС) с возбуждением спектров в индуктивно-связанной аргоновой плазме (ИСП-АЭС) является наиболее информативным и распространённым для исследования химического состава широкого круга объектов разной природы от высокочистых веществ и функциональных материалов до геологических и биологических объектов. Современные атомно-эмиссионные спектрометры с индуктивно связанной плазмой предназначены для количественного химического анализа (КХА) растворов проб и позволяют одновременно определять до 50 элементов Периодической системы Менделеева с пределами обнаружения в диапазоне концентраций от $n\%$ до $n \cdot 10^{-7} \%$ мас. Однако для работы ИСП-АЭС требуется аргон высокой чистоты, расход которого составляет ~ 20 л/мин., что в значительной степени определяет высокую стоимость КХА растворов исследуемых образцов. Диссертационная работа Пелипасова О.В. посвящена разработке и исследованию

аналитических характеристик нового источника возбуждения спектров на основе азотной микроволновой плазмы для атомно-эмиссионного спектрального анализа растворов (МП-АЭС).

Актуальность поставленной задачи определяются, во-первых, необходимостью снижения стоимости выполнения КХА, во-вторых, потребностью проведения КХА на местах в аналитических лабораториях горно-обогатительных комбинатов и экологических служб, задачей которых является мониторинг природных или техногенных вод, куда затруднена доставка высокочистого аргона. Для таких лабораторий необходимы источники возбуждения спектров, которые в качестве рабочего газа использовали бы воздух или азот, получаемый из воздуха на месте проведения анализа, но обеспечивали бы близкие к ИСП-АЭС аналитические характеристики.

Диссертация изложена на 203 страницах, из них 192 страницы основного текста, включая 102 рисунка, 15 таблиц и 7 страниц с приложениями. Диссертация состоит из введения, четырёх глав, заключения и приложений. Список литературы состоит из 208 наименований, исчерпывающе отражает современный уровень науки и техники по теме диссертации.

Диссертация состоит из четырёх логически увязанных глав. **Во введении** отражена актуальность темы исследования, определены цель и задачи работы, сформулированы научная новизна, значимость и обоснованность работы, личный вклад и основные защищаемые положения.

В первом разделе приводится обоснование выбора формы и размера СВЧ резонатора с установленным внутри диэлектрическим элементом, для получения в нем азотной микроволновой плазмы с близким к индуктивно-связанной плазме параметрами – объемом и формой.

Во втором разделе приведено описание принципов работы разработанного цилиндрического СВЧ резонатора с установленным внутри

диэлектрическим кольцом и созданного источника возбуждения спектров на его основе. Приведены критерии выбора типа волны, возбуждающей плазму и результаты моделирования СВЧ поля в цилиндрическом резонаторе. Описаны зоны микроволновой плазмы, полученные в трехщелевой кварцевой горелке от ИСП и обусловленные различными процессами взаимодействия СВЧ поля, потоков газа и аэрозоля пробы.

Третий раздел посвящен разработке и исследованию экспериментального образца спектрометра «Гранд-СВЧ» на основе созданного источника возбуждения спектров с азотной микроволновой плазмой и спектрального прибора «Гранд». Проведено исследование влияния параметров источника возбуждения (подводимая к плазме мощность, расход охлаждающего, промежуточного, распылительного потока газов и пробы) на интенсивность спектральных линий элементов и определены их оптимальные значения. Оценены пределы обнаружения, воспроизводимость, диапазон определяемых концентраций, а также влияние матричных элементов на интенсивность аналитических линий созданного экспериментального образца спектрометра.

В четвёртом разделе приведены примеры использования созданного спектрометра с источником возбуждения спектров на основе микроволновой плазмы.

В заключении представлены основные результаты работы, полученные в ходе диссертационного исследования.

В приложении приведен *акт о внедрении* созданного экспериментального образца МП-АЭС «Гранд-СВЧ» для атомно-эмиссионного анализа растворов: от АО «Сибирский химический комбинат», г. Северск, об успешном использовании спектрометра «Гранд-СВЧ» для многоэлементного определения редкоземельных элементов, щелочных и щелочноземельных металлов в водных растворах азотной кислоты при

разработке методик КХА для гидрометаллургической технологии переработки смешанного нитридного уран-плутониевого топлива.

Разработанный спектрометр с микроволновой плазмой «Гранд-СВЧ» **рекомендован к внедрению** в производство ООО «ВМК-Оптоэлектроника».

Диссертационная работа является завершённым научным исследованием. Автореферат полностью соответствует диссертации. Тематика и содержание диссертации О.В. Пелипасова соответствует паспорту специальности 05.11.07 – «Оптические и оптико-электронные приборы и комплексы».

Защищаемые положения диссертации соответствуют цели и задачам научного исследования. При выполнении диссертации **решена важная научно-техническая задача** создания источника возбуждения спектров на основе азотной микроволновой плазмы для АЭС анализа растворов. Созданный экспериментальный образец оптического спектрометра «Гранд-СВЧ» на основе разработанного источника возбуждения спектров по совокупности таких характеристик, как: спектральное разрешение, минимальное время анализа одной пробы, диапазон линейности градуировочного графика, влияние матричных элементов, общая минерализация раствора, превосходит известные решения мировых производителей. Внедрение в производство этого спектрометра позволит решить задачу импортозамещения зарубежных оптических спектрометров с азотной микроволновой плазмой. Результаты работы О.В. Пелипасова могут быть использованы в научных институтах, а также в аналитических лабораториях для решения актуальных задач КХА.

Достоверность и обоснованность результатов работы обеспечена положительным опытом применения экспериментального образца оптического спектрометра с разработанным источником возбуждения, о чем в диссертации свидетельствуют два акта о внедрении результатов кандидатской

диссертации Пелипасова О.В. в АО «Сибирский химический комбинат», г. Северск и в ООО «ВМК-Оптоэлектроника», г. Новосибирск.

Результаты диссертации О.В. Пелипасова в должной мере опубликованы в рецензируемых научных изданиях: из 26 работ по теме диссертации, 7 статей опубликованы в журналах из Перечня ВАК РФ и получен 1 патент РФ на способ.

Не могу не отметить высокое качество представления результатов исследований. Материалы, представленные в диссертации, изложены четким научно-техническим языком, рисунки и таблицы дают полное представление о значимости и достоверности положений и выводов, полученных в ходе выполнения работы.

По диссертации имеются следующие вопросы и замечания.

По терминологии:

Иногда автор использует некорректные или жаргонные выражения: «эффективное возбуждение аэрозоля пробы» (стр.118), «пустая проба» или «пустой раствор», «солянка и азотка» (стр. 121).

По существу:

1) Заключение к главе 2 (стр. 83):

Автор приводит результаты моделирования напряженности магнитного и электрического поля в СВЧ резонаторе с установленными диэлектрическими элементами (ДЭ) размером 50×25×10 и 50×25×20 мм. Однако в разработанном резонаторе размеры ДЭ составляют 65×25×20 мм.

2). Не могу согласиться с утверждениями:

стр. 118: «повышение подводимой к МП мощности является перспективной стратегией для повышения температуры и *энергии возбуждения а следовательно, эффективности возбуждения аэрозоля пробы*».

стр. 133 Таблица 10 (Диссертация) или стр.19 (Автореферат): «Полученные пределы обнаружения разработанного экспериментального образца спектрометра ... очень близки к современным спектрометрам с индуктивно-связанной плазмой с радиальным обзором».

Для половины из представленных в таблице элементов пределы обнаружения экспериментального спектрометра в 3-10 раз уступают спектрометрам с индуктивно-связанной плазмой с радиальным обзором.

3) Рис. 85. Диапазон линейности градуировочного графика составляет не более пяти порядков величины (как правило 3-4) для одной спектральной линии и может быть расширен до 5 и более порядков при использовании двух значений базовой экспозиции детектора, например – 2 и 200 мс.

Возникают ли проблемы при работе в области перекрытия градуировочных графиков, построенных при разных временах экспозиции для одной аналитической линии? В работе это не отражено.

4) Рис. 87. Распределение заселенности энергетических уровней атомов железа -Fe(I) – а) и кобальта -Co(I) – б) для определения температуры МП.

Не совпадают подписи оси ординат на рис а и б.

Отмеченные недостатки не снижают общей высокой оценки работы и достоверности полученных научных результатов.

Заключение

Диссертация Пелипасов О.В. является самостоятельной, завершенной исследовательской работой, в которой содержится решение важной научно-технической задачи - разработки источника возбуждения спектров на основе азотной МП для АЭС анализа растворов, результаты диссертации рекомендованы к внедрению. По важности полученных результатов, их научной новизне и практической значимости диссертация удовлетворяет всем требованиям «Положения о присуждении учёных степеней» ВАК Российской Федерации (Постановление Правительства Российской Федерации № 842 от 24.09.2013), предъявляемым к кандидатским диссертациям, а её автор, Пелипасов Олег Владимирович, заслуживает присуждения учёной степени кандидата технических наук по специальности 05.11.07 – Оптические и оптико-электронные приборы и комплексы.

Отзыв составлен на основе обсуждения содержания диссертации на семинаре отдела Структурной химии Института неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН 7 декабря 2020 г. (протокол №26).

Отзыв подготовил

доктор технических наук Сапрыкин А.И.



Почтовый адрес:

630090, Новосибирск, ул. Правды, 7а, кв.17

тел. +7 (363) 330-59-90,

e-mail: saprykin@niic.nsc.ru

«07» декабря 2020 г.