

Соискатель: БОЛОТОКОВ АНДЗОР АДАЛГЕРИЕВИЧ

Тема диссертационной работы: РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНЫЙ АНАЛИЗ РАСТВОРОВ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ПОЛИКАПИЛЛЯРНОЙ ОПТИКИ

Шифр и наименование научной специальности и отрасли науки, по которым выполнена диссертация: 02.00.02 – АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ, ТЕХНИЧЕСКИЕ НАУКИ

На заседании 26 МАРТА 2015 ГОДА ДИССЕРТАЦИОННЫЙ СОВЕТ Д 002.109.01 на базе Федерального государственного бюджетного учреждения науки Ордена Ленина и Ордена Октябрьской Революции Института геохимии и аналитической химии им. В.И.Вернадского Российской академии наук (ГЕОХИ РАН) **ЕДИНОГЛАСНО ПРИНЯЛ РЕШЕНИЕ ПРИСУДИТЬ БОЛОТОКОВУ АНДЗОРУ АДАЛГЕРИЕВИЧУ УЧЕНУЮ СТЕПЕНЬ КАНДИДАТА ТЕХНИЧЕСКИХ НАУК ПО СПЕЦИАЛЬНОСТИ АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ.**

На заседании из **30** человек, входящих в состав диссертационного совета, присутствовали **21** человек, из них **15** докторов наук по специальности аналитическая химия, в том числе **4** доктора, обеспечивающих технические науки. Результаты голосования: за - **21**, против - **нет**, недействительных бюллетеней – **нет**.

1. Мясоедов Борис Федорович (председатель совета)
2. Колотов Владимир Пантелеймонович (заместитель председателя)
3. Спиваков Борис Яковлевич (заместитель председателя)
4. Захарченко Елена Александровна (ученый секретарь)
5. Баранов Виктор Иванович
6. Вольнский Анатолий Борисович
7. Грибов Лев Александрович
8. Дедков Юрий Маркович
9. Дементьев Василий Александрович
10. Долгоносов Анатолий Михайлович
11. Зуев Борис Константинович
12. Калмыков Степан Николаевич
13. Кубракова Ирина Витальевна
14. Марютина Татьяна Анатольевна
15. Мясоедова Галина Владимировна
16. Новосадов Борис Константинович
17. Романовская Галина Ивановна
18. Севастьянов Вячеслав Сергеевич
19. Федотов Петр Сергеевич
20. Филиппов Михаил Николаевич
21. Хамизов Руслан Хажсетович

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА Д 002.109.01

на базе Федерального государственного бюджетного учреждения науки Ордена Ленина и Ордена Октябрьской Революции Института геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского Российской академии наук по диссертации А.А. Болотокова на соискание ученой степени кандидата технических наук

аттестационное дело № _____
решение диссертационного совета № 6 от 26.03.20015

О присуждении Болотокову Андзору Адалгериевичу, гражданину России, ученой степени кандидата технических наук.

Диссертация **Рентгенофлуоресцентный анализ растворов с использованием поликапиллярной оптики** по специальности 02.00.02 – аналитическая химия принята к защите 21 января 2015 года, протокол № 4, диссертационным советом Д.002.109.01 на базе Федерального государственного бюджетного учреждения науки Ордена Ленина и Ордена Октябрьской Революции Института геохимии и аналитической химии им. В. И. Вернадского Российской академии наук, 119991, ГСП-1, Москва, В-334, ул. Косыгина, 19. Приказ о создании совета № 75/нк от 15.02.2013 г.

Соискатель *Болотоков Андзор Адалгериевич* 1972 года рождения, в 2001 году окончил Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Кабардино-Балкарский государственный университет им. Х. М. Бербекова». С 2001 года работает научным сотрудником в Обществе с ограниченной ответственностью «Институт рентгеновской оптики» (впоследствии – «Институт физической оптики»). Диссертация *выполнена* в Лаборатории сорбционных методов Федерального государственного бюджетного учреждения науки Ордена Ленина и Ордена Октябрьской Революции Института геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского Российской академии наук (ГЕОХИ РАН) и в обществе с ограниченной ответственностью «Институт физической оптики».

Научные руководители:

– доктор химических наук ХАМИЗОВ Руслан Хажсетович, заведующий лабораторией сорбционных методов Федерального государственного бюджетного учреждения науки Ордена Ленина и Ордена Октябрьской Революции Института геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского Российской академии наук.

– доктор физико-математических наук, профессор **КУМАХОВ Мурадин Абубекирович**, генеральный директор общества с ограниченной ответственностью «Институт физической оптики».

Официальные оппоненты:

КУПРИЯНОВА Татьяна Александровна - доктор технических наук, ведущий научный сотрудник лаборатории химического анализа, Федерального государственного бюджетного учреждения науки Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова (ИОНХ) Российской академии наук;

НЕГОДАЕВ Михаил Александрович - доктор физико-математических наук, главный научный сотрудник лаборатории электронов высоких энергий, Федерального государственного бюджетного учреждения науки Физический институт им. П. Н. Лебедева Российской академии наук
дали **положительные отзывы** на диссертацию.

Ведущая организация – Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт земной коры Сибирского отделения Российской академии наук, г. Иркутск, в своем **положительном заключении**, подписанном Ревенко Анатолием Григорьевичем, доктором технических наук, заведующим аналитическим центром, указала, что диссертационная работа, посвященная разработке рентгеновских спектрометров, основанных на использовании специальных оптических элементов, позволяющих фокусировать рентгеновское излучение на относительно небольшие участки исследуемых образцов, расширяет возможности РФА и повышает его привлекательность для исследования микрообъектов. Вследствие этого исследования, выполненные в диссертационной работе А.А. Болотокова, представляются весьма актуальными. Успешное применение разработанного подхода для определения содержаний ряда элементов в водопроводной воде подтвердило его справедливость. Применение оптимальных условий измерения позволило улучшить метрологические характеристики анализа. Отметим, что работа основана на аналитических исследованиях, выполненных диссертантом лично. Предложенные автором варианты решения ряда проблем оригинальны и заслуживают внимания аналитиков.

Соискатель имеет 20 опубликованных работ, в том числе, по теме диссертации - 14 научных работ общим объемом 6,5 печатных листов, в том числе, 3 статьи в рецензируемых научных журналах и изданиях и 1 патент РФ.

Наиболее значимые научные работы по теме диссертации:

Болотоков, А.А. Способ восстановления спектральной зависимости возбуждающего излучения в рентгенофлуоресцентных спектрометрах с капиллярной оптикой / А.А. Болотоков, В.В. Даничев // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2008. № 4. С. 15.

Болотоков, А.А. О возможности рентгенофлуоресцентного микроанализа растворов с предварительным концентрированием / А.А. Болотоков, М.А. Кумахов, А.Н. Груздева, Р.Х. Хамизов, Е.Б. Подгорная // Сорбционные и хроматографические процессы. 2011. Т. 11. № 1. С. 88.

Болотоков, А.А. О возможности рентгенофлуоресцентного микроанализа растворов с предварительным концентрированием / А.А. Болотоков, А.Н. Груздева, Р.Х. Хамизов, М.А. Кумахов // Журнал аналитической химии. 2014. Т. 69. № 8. С. 801.

В работах представлены: метод восстановления спектра рентгеновского излучения на основе обработки экспериментальной спектрометрической информации, полученной в результате рассеяния рентгеновского излучения на легких мишенях; результаты исследований в области энергодисперсионного рентгенофлуоресцентного анализа, направленных на разработку высокочувствительного метода микроанализа растворов,

предложена и апробирована комбинированная схема анализа микрокапли раствора объемом в единицы микролитров; особенности использования поликапиллярной оптики Кумахова и возможностям приборов на их основе; новый метод концентрирования, основанный на испарении микрокапли в присутствии микрогранулы гидрофильного сорбционного материала, и последующий микроанализ твердой фазы с использованием созданного автором портативного прибора с поликапиллярной линзой.

Соискателем получен патент на научно-техническую разработку: **Пат. 2484452 Российская Федерация, МПК G01N 23/223, G01N 1/40, G01N 33/18.** Способ рентгенофлуоресцентного определения микроэлементов с предварительным их концентрированием из сверхмалых проб воды и водных растворов / **Болотоков А.А., Груздева А.Н., Хамизов Р.Х., Кумахов М.А.**; заявитель и патентообладатель ООО «Институт физической оптики», Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Ордена Ленина и Ордена Октябрьской революции Институт геохимии и аналитической химии им. В. И. Вернадского Российской академии наук. – № 2012122335/15; заявл. 31.05.12; опубл. 10.06.13, Бюл. № 16.

На диссертацию и автореферат поступило 5 отзывов. Все отзывы положительные. Краткий обзор отзывов с отражением критических замечаний.

Положительных отзывов без замечаний – 2

1. Главный научный сотрудник кафедры аналитической химии химического факультета Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего профессионального образования Московского государственного университета имени М.В. Ломоносова, доктор химических наук **Цизин Г.И.**
2. Ведущий научный сотрудник химического факультета Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего профессионального образования Московского государственного университета имени М.В. Ломоносова, кандидат физико-математических наук, доцент **Алов Н.В.**

Положительных отзывов с замечаниями – 3

1. Вице-президент ОАО «НПП «Радий», лауреат Государственной премии РФ, доктор физико-математических наук, профессор **Бавижев М.Д.:**
 - в автореферате следовало более подробно описать предложенный автором способ восстановления спектров.
2. Главный научный сотрудник ОАО «НПП «Пульсар», лауреат Ленинской премии, доктор технических наук, профессор **Концевой Ю.А.:**
 - для разработчиков транзисторов и микросхем большой интерес представляет анализ возможных загрязнений поверхности пластин и структур при технологических процессах производства указанных изделий электронной техники. Хотелось бы понять можно ли использовать методы и аппаратуру,

- разработанные автором диссертации, для контроля полупроводникового производства;
- К недостаткам реферата можно отнести весьма краткое изложение раздела «Научная новизна», из которого трудно понять, в чем же заключалась научная новизна работы. Однако это можно понять, рассмотрев раздел «Выводы», в котором полученные новые результаты изложены достаточно подробно.
3. Старший научный сотрудник Федерального государственного бюджетного учреждения науки Физический институт им. П.Н. Лебедева Российской академии наук, кандидат физико-математических наук **Сенков В.М.:**
- Наряду с хорошо выполненным и описанным качественным ЭДРФА в автореферате слабо освещены вопросы количественного микроанализа.

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается их научными и практическими достижениями в развитии методов химического анализа, в частности, рентгеновской спектроскопии и рентгенофлуоресцентной спектрометрии, а также созданием новых приборов, в том числе, детекторов ионизирующего излучения

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

- разработан и создан опытный образец оригинального портативного прибора для энергодисперсионного рентгенофлуоресцентного (ЭДРФ) микроанализа с фокусирующей поликапиллярной рентгеновской линзой и маломощной (до 5 Вт) острофокусной рентгеновской трубкой, а также электронной системой визуализации процесса пробоподготовки;
- разработана и на модельных растворах воды, содержащих марганец, железо и кобальт в концентрациях 0,2 ppm и выше, апробирована комбинированная схема анализа единичной микрокапли с предварительным концентрированием, основанная на обнаруженном диссертантом вместе с соавторами эффекте полного «стягивания» микрокапли раствора вокруг гидрофильной частицы сорбционного материала в ходе ее испарения на гидрофобной поверхности с количественным переносом аналитов из жидкой фазы в фазу сорбционного материала;
- впервые разработана методика предварительной подготовки проб, позволяющая устранить мешающие факторы, связанные с образованием «следа» от микрокапли природной воды в ходе ее испарения, с помощью обработки химическими реагентами гидрофобной поверхности и анализируемой пробы;
- предложенный автором подход позволяет при небольшом времени анализа (около 15 мин, включая испарение и измерение) получать на разработанном им энергодисперсионном спектрометре результаты количественного определения исследованных им аналитов, сравнимые с достигаемыми в комбинированных схемах с предварительным накоплением на современных РФ приборах с дисперсией по длинам волн.

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:

- разработана математическая модель и на ее основе создано соответствующее программное обеспечение для получения и обработки спектров рентгеновской флуоресценции, отличающееся оригинальным методом восстановления первичного спектра, основанного на рассеивании рентгеновского излучения на легкой мишени на основе фторопласта;
- на основании исследований влияния различных факторов на результаты анализов автором показано, что основными факторами повышения чувствительности микроанализа являются снижение спектрального фона и повышение соотношения сигнал-фон за счет частичной фильтрации на капиллярных линзах с поглощением высокоэнергетической части первичного спектра, а также за счет уменьшения поглощения и рассеяния на тонких слоях анализируемых образцов.

Значение полученных соискателем результатов исследования **для практики** подтверждается тем, что:

- автором разработан опытный образец оригинального портативного прибора с фокусирующими рентгеновскими линзами, а также соответствующее программное обеспечение, которые могут быть внедрены в приборостроении. В ООО «Институт физической оптики» было организовано мелкосерийное производство разработанного прибора;
- разработан способ высокочувствительного ЭДРФ-микроанализа единичной микрокапли с помощью ее испарения на гидрофобной поверхности в присутствии гидрофильной микрочастицы, который может быть использован при анализе питьевых, хозяйственно-бытовых и разбавленных сточных вод;
- предложен подход для прямого анализа концентрированных растворов с использованием фокусирующих рентгеновских линз, который может найти практическое применение для контроля сложных технологических процессов.

Оценка **достоверности** результатов исследования выявила:

- экспериментальные результаты получены при обоснованном выборе методик и материалов, статистической обработке результатов и анализе их воспроизводимости, сравнении полученных данных с имеющимися независимыми данными, опубликованными в отечественных и зарубежных источниках по аналитической химии;
- для доказательства правильности полученных результатов по прямому анализу растворов методом ЭДРФ микроанализа приведено их сравнение с данными сертифицированных лабораторий, полученными на приборах ИСП-АЭС (Optima-4300 DV, ФГУП ВИС) и ИСП МС (Element-XF, ГЕОХИ РАН), а также фотоколориметрическими методами с органическими реагентами;
- правильность результатов по анализу единичной микрокапли раствора с предварительным ее испарением предложенным в работе способом подтверждена экспериментами, проведенными в режиме «введено-найдено» с использованием стандартных образцов.

Личный вклад соискателя состоит в:

- разработке схемы и конструкции нового прибора с поликапиллярной рентгеновской линзой и активном участии в создании действующих образцов этого прибора;
- формулировании идеи и активном участии в создании математической модели и программы восстановления первичных спектров по рассеиванию рентгеновского излучения на легких мишенях;
- обнаружении эффекта полного «стягивания» микрокапли раствора вокруг гидрофильной частицы в ходе ее испарения на гидрофобной поверхности с количественным переносом аналита в фазу частицы;
- проведении всех экспериментальных исследований, активном участии в интерпретации полученных данных и подготовке публикаций по выполненной работе.

Дальнейшее использование разработок Болотокова А.А. **рекомендуется** в ФГБУН Институт аналитического приборостроения и других профильных организациях и предприятиях, производящих приборы и программное обеспечение к ним. Результаты диссертации целесообразно использовать в аналитических лабораториях и в учебных учреждениях высшего профессионального образования, готовящих специалистов в области химического анализа.

Диссертация Болотокова А.А. «**Рентгенофлуоресцентный анализ растворов с использованием поликапиллярной оптики**» на соискание ученой степени кандидата технических наук представляет собой научно-квалификационную работу, которая соответствует критериям, установленным Положением о порядке присуждения ученых степеней, утвержденным *Постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 года № 842*. Работа содержит решение важной задачи – создание опытного образца прибора и нового способа экспрессного, высокочувствительного многоэлементного анализа микрообъемов жидкостей. Содержание работы соответствует специальности 02.00.02 – аналитическая химия. На заседании 26 марта 2015 года диссертационный совет принял решение **присудить** Болотокову Андзору Адалгериевичу ученую степень кандидата технических наук.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве **21** человека, из них **15** докторов наук по специальности аналитическая химия, в том числе **4** доктора, обеспечивающих технические науки, участвовавших в заседании, из **30** человек, входящих в состав совета, проголосовали: за - **21**, против - **нет**, недействительных бюллетеней - **нет**.

Председатель диссертационного совета,
академик РАН, доктор химических наук



Мясоедов Б.Ф.

Ученый секретарь диссертационного совета,
кандидат химических наук

Захарченко Е.А.

31 марта 2015 г.