Отзыв официального оппонента

на диссертацию Болотокова Андзора Адалгериевича
«Рентгенофлуоресцентный анализ растворов с использованием поликапиллярной оптики», представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук
по специальности 02.00.02 – аналитическая химия

Диссертационная работа Болотокова Андзора Адалгериевича посвящена исследованию аналитических возможностей энергодисперсионного ренгенофлуоресцентного (ЭДРФ) микроанализа с использованием поликапиллярной оптики в применении к воде и водным растворам, разработке высокочувствительного метода определения микроэлементов из сверхмалых проб и созданию прибора нового типа на базе этих методов, поэтому тема диссертации является, безусловно, **актуальной.**

Рентгенофлуоресцентный метод анализа (РФА) играет большую роль в современной аналитической химии благодаря тому, что он является неразрушающим методом, позволяет проводить многоэлементный анализ, отличается высокой спектральной селективностью к определяемым элементам. Аппаратурное оформление этого метода относительно простое, особенно в варианте ЭДРФ анализа, соответствующие приборы весьма доступны. В то же время, существует ряд ограничений, которые не позволяют вовлечь рентгенофлуоресцентный метод в широкую аналитическую практику, например, в мониторинге природных водных сред, контроле сточных вод и растворов втехнологических процессах. Основным недостатком современных приборов на основе метода ЭДРФ анализа является невысокая чувствительность. Пределы обнаружения элементов со средними атомными номерами для рядовых приборов не ниже десятков ppm (мг/кг).

В диссертационной работе Болотокова Андзора Адалгериевича описаны впервые обнаруженный эффект полного «стягивания» микрокапли раствора вокруг гидрофильной частицы в ходе ее испарения на гидрофобной поверхности и предложенный на основе этого эффекта способ и устройство для высокочувствительного ЭДРФ-микроанализа малых объемов воды и разбавленных водных растворов с использованием фокусирующей рентгеновской оптики. Таким образом, **новизна** результатов диссертации несомненна.

Предложенные автором диссертации подходы для прямого анализа растворов с использованием фокусирующих рентгеновских линз могут быть использованы на практике для контроля сложных технологических процессов.

В частности, разработанный способ высокочувствительного ЭДРФ-микроанализа единичной микрокапли с помощью ее испарения на гидрофобной поверхности в присутствии гидрофильной микрочастицы может быть использован при анализе питьевых, хозяйственно бытовых и разбавленных сточных вод. Созданный для этих целей прибор с программным обеспечением для прямого анализа концентрированных растворов и анализа методом испарения микрокапли в присутствии микрогранулы сорбентов малой серией изготавливается в ООО Институт физической оптики и может быть внедрен в приборостроение. Всё вышеперечисленное говорит о **практической значимости работы** Болотокова Андзора Адалгериевича.

Обоснованность и **достоверность** научных положений, выводов, рекомендаций и заключений, полученных в диссертации, подтверждается сравнением результатов анализа проб растворов, полученных методом ЭДРФ-микроанализа, с анализами проб этих же растворов различными иными методами, используемыми в современных аналитических лабораториях, а также высоким техническим уровнем выполнения работы, на которую автором получен патент. Кроме того, полученные результаты многократно апробировались на различных конференциях и в опубликованных работах.

Диссертация состоит из введения, трех глав, выводов и списка литературы. Материал диссертации изложен на 134 страницах, содержит 40 рисунков и 16 таблиц. Список использованной литературы содержит 140 наименований.

Литературный обзор, изложенный в первой главе диссертации, весьма содержателен и позволяет получить полное представление о состоянии проблемы рентгенофлуоресцентного анализа растворов в настоящее время, понять существующие проблемы и поставить задачи диссертационной работы.

Глава 2 посвящена методической части работы. Выбор аппаратуры и методик, тщательность подготовки и выполнения экспериментов, использование методов статистической обработки данных убеждают нас в надежности полученных автором результатов.

В главе 3, посвященной результатам и их обсуждению, автор подробно описывает макетный образец прибора, предложенную им вместе с соавторами методику восстановления первичных спектров, экспериментально исследует и анализирует особенности и преимущества РФА с поликапиллярной оптикой при прямом анализе растворов и в применении к комбинированной схеме, которая также впервые предложена в данной работе и включает испарение единичной капли анализируемого раствора на гидрофобной рентгенопрозрачной пленке в присутствии микрогранулы сорбционного гидрофильного материала.

С учетом результатов, полученных на макетном образце, автор выбирает элементы и конструкцию опытного образца прибора и успешно апробирует его для решения химико-аналитических задач, что подтверждается результатами, приведенными в диссертации.

Достоинством работы является новизна и актуальность выполненных исследований, всесторонний анализ полученных результатов и их практическая значимость.

Автореферат соответствует содержанию диссертации. По материалам диссертации опубликовано 5 статей, в том числе, 3 статьи в журналах из Перечня ВАК, а также 8 тезисов докладов на научных конференциях, получен 1 патент Российской Федерации. Личный вклад автора не вызывает сомнений.

В качестве замечаний следует отметить:

1) в созданных автором приборах, описанных в главе 3, используются острофокусные рентгеновские трубки, из текста не ясно насколько они уникальны, насколько воспроизводимы их характеристики и возможно ли их промышленное производство;

2) автор экспериментально не исследовал пределы обнаружения элементов в растворах предложенным им методом анализа;

3) есть недочеты в оформлении работы, в тексте диссертации встречаются сокращения и аббревиатуры, которые раскрываются значительно позже своего появления (так, например, БМУ появляется на 45 стр., а на 82 стр. поясняется ООО «Еврохим-БМУ» г. Белореченск), на 57 стр. в предложении «… с возможностью регулирования пятна на рентгеновской трубке» пропущено слово (имеется в виду «на аноде рентгеновской трубки»).

Общая характеристика диссертационной работы

Указанные выше недостатки не снижают высокого качества работы. Безусловно, диссертационная работа Болотокова Андзора Адалгериевича по объему проведенных исследований, их актуальности, новизне, научному уровню и практической значимости соответствует требованиям п.9 "Положения о порядке присуждения ученых степеней", утвержденного 24 сентября 2013 года Постановлением Правительства Российской Федерации № 842. Диссертация А.А. Болотокова является научно-квалификационной работой, в которой решены задачи, касающиеся развития рентгенофлуоресцентного анализа, включая дальнейшее внедрение в практику аналитической химии рентгеновской оптики и создание новых способов анализа, новых портативных высокочувствительных микроанализаторов на основе поликапиллярных линз, новых подходов в программном обеспечении рентгенофлуоресцентного микроанализа, а её автор заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук.

Официальный оппонент
доктор физ.-мат.наук, М. А. Негодаев
главный научный сотрудник
Федерального государственного бюджетного учреждения науки
Физический институт им.П.Н. Лебедева Российской академии наук.

Адрес: 119991 ГСП-1 Москва, Ленинский проспект, д.53, ФИАН
Телефон: 8 (499) 132-65-77; e-mail: negodaev@lebedev.ru

4 марта 2015 г., г. Москва

Подпись М.А. Негодаева удостоверяю.

Ученый секретарь
Физического института им. П.Н. Лебедева РАН
доктор физ.-мат.наук, Н. Г. Полухина