

ОТЗЫВ

на автореферат диссертации Нагулина Константина Юрьевича
«Управляемые теплофизические процессы и их реализация в аналитической
атомной спектроскопии»,
представленную на соискание ученой степени доктора технических наук по
специальности 05.11.13 – Приборы и методы контроля природной среды,
веществ, материалов и изделий.

Диссертационная работа Нагулина К.Ю. посвящена актуальной проблеме, связанной с улучшением метрологических характеристик методов электротермической атомно-абсорбционной спектроскопии, оптической эмиссионной и масс-спектроскопии с индуктивно связанной плазмой за счет разработки научных основ метода двухстадийной электротермической атомизации вещества и устройств, его реализующих, и совершенствования плазменных систем для возбуждения и ионизации атомов определяемого элемента.

Работа актуальна, поскольку в области эксплуатации и ремонта нефтедобывающих скважин крайне важной задачей является непрерывный мониторинг экологической обстановки в районе нефтедобычи, который заключается в исследовании элементного состава почв, природных и пластовых вод. Для этой цели применяются методы атомно-абсорбционной, эмиссионной и масс-спектроскопии, которые способны регистрировать только атомы определяемого элемента или их ионы, находящиеся в газовой фазе в свободном состоянии, т.е. нуждаются в атомизации исследуемого вещества. При анализе сложных по составу веществ (почв или пластовых вод с крайне высокой степенью минерализации) метрологические характеристики этих методов ухудшаются за счет матричного влияния. В качестве решения проблемы соискатель предлагает использовать метод двухстадийной атомизации вещества, аналитические преимущества которого наиболее полно раскрываются при анализе сложных по составу проб. Вышесказанное характеризует актуальность работы Нагулина К.Ю.

Научная новизна диссертационного исследования обусловлена тем, что впервые разработаны научные основы метода двухстадийной электротермической атомизации вещества, установлены основные закономерности формирования поглощающих атомных и молекулярных слоев в ходе двухстадийного цикла атомизации, выявлены и интерпретированы основные механизмы, снижающие влияние матрицы анализируемого вещества на сигнал атомной абсорбции в ходе двухстадийного цикла атомизации, разработана и экспериментально проверена 3-мерная математическая модель, описывающая процессы двухстадийной

электротермической атомизации вещества. Для методов эмиссионной и масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой разработаны 3-мерные математические модели горелки индуктивно-связанной плазмы и вакуумного интерфейса для оптической эмиссионной и масс-спектрометрии, исследованы с временным разрешением 3-мерные поля скоростей течения, температуры и давления плазмы при атмосферном давлении и в пространстве интерфейса масс-спектрометра, выявлены, экспериментально доказаны и интерпретированы эффекты обратного потока газа в горелке, пульсации плазмы и вращения плазменной струи в горелке и интерфейсе масс-спектрометра, периодического отрыва центрального потока от входного отверстия пробоотборного конуса интерфейса.

Обоснованность и достоверность экспериментальных результатов работы обусловлена использованием апробированных физических методов исследования, аттестованных государственных стандартных образцов растворов элементов и анализируемых веществ и внесенного в Росреестр средств измерений и прошедшего метрологическую поверку оборудования для элементного спектрохимического анализа. Достоверность проведенного математического моделирования обусловлена количественным сопоставлением его результатов с данными экспериментов, полученными соискателем и другими авторами.

Практическая значимость работы заключается в том, что разработанный метод двухстадийной электротермической атомизации допускает двукратное увеличение предельной температуры пиролиза, что позволяет при анализе свинца и кадмия увеличить максимально допустимую концентрацию хлоридной матрицы в 17 и 35 раз соответственно. Благодаря этому возрастает на 19% правильность электротермического атомно-абсорбционного анализа Cd и Pb в веществах со сложной матрицей по сравнению с существующими коммерческими атомизаторами. Даны практические рекомендации по повышению метрологических характеристик оптических эмиссионных и масс-спектрометров с индуктивно-связанной плазмой.

Апробация работы проводилась на 31 ведущих международных и всероссийских конференциях и съездах. Материалы диссертации достаточно полно изложены в 28 работах, входящих в перечень изданий, рекомендованных ВАК и в 3-х патентах. Из них 16 статей в журналах из международной реферативной базы Web of Science. Количество публикаций без соавторов – 3. Результаты диссертационного исследования апробированы и внедрены в ООО «Наноспек» (г.Казань), в ЗАО СКБ «Хроматек» (г.Йошкар-Ола), в испытательной лаборатории ГБУ РЦНЭиМПП (г.Казань) и в КНИТУ-

КАИ при выполнении НИР №12-02 97050 р-поволжье-а и гос. контракта №14.Z50.31.0023.

В адрес работы можно сделать следующие замечания:

1. Хотелось бы увидеть результаты апробации разработанного метода и оборудования на примере реальных образцов почвенных проб с высокой степенью минерализации, а также веществ, используемых в качестве протекторов и ингибиторов коррозии.
2. В качестве пожелания рекомендую продолжить работу по созданию на базе атомно-абсорбционного спектрофотометра с двухстадийным спирально-тигельным атомизатором мобильного спектроаналитического комплекса для экологического мониторинга.

Отмеченные замечания не снижают общий научный уровень работы, которая прошла необходимую апробацию, результаты которой опубликованы в изданиях, рекомендованных ВАК РФ. Диссертационная работа является законченным актуальным научным исследованием, в котором решена важная проблема, связанная с улучшением метрологических характеристик методов электротермической атомно-абсорбционной спектрометрии, оптической эмиссионной и масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой. Работа полностью соответствует требованиям п. 9 «Положения о присуждении ученых степеней», а ее автор Нагулин Константин Юрьевич заслуживает присуждения ученой степени доктора технических наук по специальности 05.11.13 – Приборы и методы контроля природной среды, веществ, материалов и изделий.

Начальник отдела эксплуатации и
ремонта скважин, доктор технических
наук, профессор



К.М. Гарифов

Гарифов Камиль Мансурович, доктор технических наук, профессор
ПАО «Татнефть» Татарский научно-исследовательский и проектный
институт нефти

423236, г.Бугульма, ул. Мусы Джалиля, д.32

Тел. (85594) 7-89-74 e-mail: garifov@tatnipi.ru

