

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.

Актуальность темы исследования.

Данная диссертационная работа посвящена актуальной проблеме совершенствования приборов и методов спектроаналитического контроля элементного состава веществ и материалов. Эти методы широко применяются практически во всех областях деятельности человека. В частности, при разработке и создании новых функциональных материалов с заранее заданными свойствами крайне важно обеспечить высокую стабильность химического состава как исходных реагентов, так и конечного продукта. Поэтому контроль химического состава должен проводиться на всем этапе синтеза функциональных материалов. Одной из основных проблем аналитической спектроскопии является зависимость регистрируемой концентрации определяемого элемента от состава исследуемого вещества. По мере усложнения его состава, погрешности анализа могут возрасти. Поэтому неотъемлемой частью процедуры анализа вещества является пробоподготовка, упрощающая состав исследуемого вещества, но нередко более длительная и затратная, чем сам анализ. На этапе пробоподготовки возможны как загрязнение анализируемого вещества, так и потери определяемого элемента.

Поэтому наиболее реальный путь решения этой проблемы заключается в предложенном соискателем совершенствовании методов аналитической спектроскопии за счет применения управляемых теплофизических процессов. В электротермической атомно-абсорбционной спектроскопии это развитие и внедрение метода двухстадийной атомизации, благодаря которому возможен анализ вещества без или с минимальной пробоподготовкой. В методах эмиссионной и масс-спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой это совершенствование плазменных систем для возбуждения и ионизации атомов определяемого элемента с использованием трехмерного моделирования плазмы с учетом ее временной нестабильности.

Научная новизна.

Научная новизна диссертационного исследования состоит в том, что впервые:

- разработаны научные основы метода двухстадийной электротермической атомизации вещества;
- разработана и экспериментально проверена 3-мерная математическая модель, описывающая процессы 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;
- разработаны 3-мерные математические модели горелки индуктивно-связанной плазмы и вакуумного интерфейса для оптической эмиссионной и масс-спектрометрии. Получена временная эволюция 3-мерных полей скоростей течения, температуры и давления плазмы при атмосферном давлении и в пространстве интерфейса масс-спектрометра;
- выявлены, экспериментально доказаны и интерпретированы такие эффекты, как обратный поток газа в горелку, 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 научных положений, выводов и рекомендаций диссертационной работы.

Достоверность полученных экспериментальных результатов обусловлена применением соискателем апробированных физических методов исследования, использованием для экспериментальной проверки 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 результатов численных экспериментов обусловлена корректным выбором математической модели и граничных условий, а также количественным сопоставлением результатов математического моделирования с экспериментальными данными представленного диссертационного исследования и из литературных источников.

Практическая значимость.

Работа носит прикладной характер и обладает существенной практической значимостью:

- разработанный метод двухстадийной электротермической атомизации позволяет практически в два раза увеличить предельную температуру пиролиза и на линиях Pb и Cd допускает анализ вещества с концентрацией матрицы NaCl в 17 и 35 раз большей, чем в атомизаторе типа THGA;
- в двухстадийном атомизаторе с поперечным нагревом достигнуто улучшение на 19 и 20% правильности электротермического атомно-абсорбционного анализа Cd и Pb в веществах со сложной матрицей по сравнению с существующими коммерческими атомизаторами;

- выработаны практические рекомендации по повышению метрологических характеристик оптических эмиссионных и масс-спектрометров с индуктивно-связанной плазмой.

Апробация работы.

Способ элементного анализа вещества на основе двухстадийной атомизации и устройство, его реализующее апробированы и внедрены в ООО «Наноспек» (г.Казань) при разработке универсального спектрометрического комплекса «УНИСПЕК-200А», прошедшего метрологическую аттестацию и внесенного в Росреестр средств измерений, в ЗАО СКБ «Хроматек» (г.Йошкар-Ола) при разработке системы электротермической атомизации для атомно-абсорбционного спектрофотометра и в испытательной лаборатории ГБУ РЦНЭиМПР (г.Казань).

Математическая модель горелки индуктивно-связанной плазмы использована в КНИТУ-КАИ при выполнении НИР №12-02 97050 р-поволжье-а «Фундаментальное исследование электромагнитных, газодинамических и теплофизических характеристик плазмохимического реактора для синтеза наноструктур» и гос. контракта №14.Z50.31.0023 с Министерством образования и науки РФ.

На основе результатов математического моделирования и натуральных экспериментов выработаны практические рекомендации по повышению метрологических характеристик оптических эмиссионных и масс-спектрометров с индуктивно-связанной плазмой.

Замечания

1. На рисунке 3 численные значения температуры на изолиниях трудно читаются ввиду малости размера шрифта. Также не указано, в какой момент времени температурной программы работы атомизатора рассчитаны эти значения температуры.
2. На рисунке 6а не представлена шкала скоростей газа и не указаны значения расхода газа в центральном, промежуточном и внешнем потоках аргона.
3. На рисунках 9 и 11 желательно представить шкалу с линейными размерами.


Вышеуказанные замечания не влияют на общую положительную оценку диссертации. Автореферат правильно и достаточно полно отражает содержание диссертации.

Заключение

Диссертационная работа Нагулина Константина Юрьевича является законченным актуальным научным исследованием, в котором решена проблема, связанная с улучшением метрологических характеристик методов электротермической атомно—абсорбционной спектрометрии, оптической эмиссионной и масс-спектрометрии 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 полностью соответствует требованиям п. 9 «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденного постановлением Правительства Российской Федерации №842 от 24 сентября 2013 года, а соискатель Нагулин К.Ю. заслуживает присуждения ученой степени доктора технических наук по специальности 05.11.13 – Приборы и методы контроля природной среды, веществ, материалов и изделий.

Ведущий научный сотрудник
ФГБУН СФ ФИАН, доцент, д. ф.-м. н.



И.В. Шишковский

Шишковский Игорь Владимирович, доцент, доктор физико-математических наук
Самарский филиал Федерального государственного бюджетного учреждения
науки Физического института им. П.Н. Лебедева (СФ ФИАН)
443011, г. Самара, Ново-Садовая ул., д. 221
Тел. +7 (846) 334-42-20, E-mail: shiv@fian.smr.ru

Подпись Шишковского И.В. удостоверяю:

Начальник отдела кадров СФ ФИАН



Тюменева Нина Ивановна