

## РЕЦЕНЗИЯ

върху дисертационен труд, представен за получаване на образователната и научна степен „доктор” по професионално направление 4.2. „Химически науки” (Аналитична химия) с научни ръководители проф. дхн Елисавета Иванова и доц. д-р Иван Хавезов

Автор на дисертационния труд: **Александър Лъчезаров Петров**  
Тема на дисертационния труд: „Разработване на валидиран метод за атомноабсорбционно определяне на елементи във води”

Рецензент: доц. д-р **Албена Кирилова Дечева-Чакърова**  
Институт по обща и неорганична химия, БАН  
Член на научното жури

Инж. **Александър Лъчезаров Петров** завършва висшето си образование през 2000 г. в Техническия университет в София с образователна степен Магистър. Зачислен е като редовен докторант по заявка на Институт по обща и неорганична химия, БАН, към Проект MISSION от 6-та Европейска рамкова програма със Заповед РД 09.105/04 юли 2005 г. Негови научни ръководители са проф. дхн Елисавета Иванова и доц. д-р Иван Хавезов, като експериментите са проведени в Лаборатория “Аналитична химия” при ИОНХ-БАН. Докторантът е положил и успешно издържал необходимите изпити по своята програма. Отчислен с право на защита със Заповед РД 09.115/10 юли 2008 г. Извън работата си по дисертацията инж. **Александър Петров** е посетил редица курсове за обучение по метрология в химията; за инструментални методи за анализ; за оценители, одитори и отговорници по качеството; за изпитване и калибриране. Работил е в Изпитвателен център АЛМИ ТЕСТ (Акредитирана лаборатория за изпитване и доказване на химическата безопасност на редица изделия), както и в Технически комитети по акредитация и метрология към Българска служба по акредитация, Българския институт по стандартизация и др., което е в пряка връзка с темата на дисертационния му труд.

Замърсяването на водата е проблем от глобален мащаб. Определянето на следи от токсични елементи като кадмий, кобалт, мед, никел и паладий в природни и отпадни води е от съществено значение при мониторинга на замърсяването на околната среда. Настоящата дисертация има за цел разработване и валидиране на пламъково-атомноабсорбционен метод (ПААС) за определяне на следи от кобалт, мед, никел, кадмий и паладий във води. Изборът на определяемите елементи се основава на факта, че тяхното съдържание във води подлежи на стриктен контрол заради високата им

токсичност. Поради сравнително ограничената чувствителност на ПААС анализ за определяне съдържанието на елементи-примеси във води обикновено е необходимо тяхното разделяне от матричните компоненти и/или концентриране. Ето защо въз основа на поставената цел са формулирани следните конкретни задачи:

- Изследване на източниците на неопределеност при измерване с ПААС инструмент, използван за определянето на следи от мед, никел, кобалт и кадмий, като част от разработването и валидирането на нов метод за определяне на следи от елементи във води.

- Намиране на подходящ реагент за селективно отлъчване и концентриране на мед, никел, кобалт, кадмий и паладий във води, който да е подходящ за последващото им ПААС определяне и оптимизиране на аналитичните характеристики на разработения метод.

- Оценяване на приносите към неопределеността и изготвяне на бюджет на неопределеността на измерването на разработения нов метод.

- Валидиране на метода за анализ чрез количествена оценка на метрологичните му характеристики (граница на откриване и определяне, повторяемост, възпроизводимост, истинност, прецизност и др.) и доказване на точността на разработения метод чрез анализ на сертифициран референтен материал.

- Прилагане на разработения метод за анализ на реални водни проби.

Дисертационният труд на **Александър Петров** е написан на 117 страници, съдържа 36 фигури и 27 таблици. На увода и литературната справка по състоянието на въпроса са посветени 30 страници, след което са формулирани целите и задачите на настоящото изследване. На 6 страници са описани използваната апаратура и експерименталните условия. Следват резултатите и дискусиата, на които са посветени 55 страници. Литературният обзор обхваща 89 източника, от които повече от половината са след 2000 г. От литературния обзор личи добрата литературна осведоменост на дисертанта по проблема. На базата на литературния преглед и критичния анализ на литературните данни са поставени основната цел и задачи на дисертационния труд. Както целта, така и задачите са формулирани точно и ясно. В процеса на работата по дисертационния труд докторантът е работил на съвременна аналитична апаратура и е овладял инструменталния аналитичен метод ПААС, както и техники за пробоподготовка, разделяне и концентриране. В настоящата работа 2-нитрозо-1-нафтолят е изследван като нов лиганд за едновременното концентриране на

Co, Cu, Ni, Cd и Pd във води чрез утаяване на хелатните им комплекси без добавка на колектор. Оптимизирани са експерименталните условия, като всички определяеми елементи се концентрират количествено (с аналитичен добив над 95 %) при стойности на рН между 6.0 и 6.5. За валидиране на метода е използван сертифициран сравнителен материал, след което методът е приложен за анализ на реални проби питейни и отпадни води. Представен е и бюджет на неопределеността и са оценени факторите, които имат принос към комбинираната неопределеност на аналитичния резултат.

Докторантът е отлично запознат с основните принципи за установяване и демонстриране на проследимост на резултатите от измерване; с оценяването на неопределеността на измерванията в съответствие с Ръководството за изразяване на неопределеността (GUM) и статистиката, необходима за това; с валидирането на процедурата на измерване „стъпка по стъпка” и правилното използване на сертифицирани сравнителни материали, както и с интерпретирането на получените резултати. Изследванията, проведени в дисертационния труд, са изключително актуални и представляват както научен, така и приложен интерес.

Получените от докторанта резултати могат да се обобщят като:

- Разработен е нов комбиниран метод за определяне на следи от мед, никел, кобалт, кадмий и паладий във води чрез утаяването им като хелатни комплекси с 2-нитрозо-1-нафтол без използване на колектор и последващото им ПААС определяне в елуата. Постигнато е тридесеткратно концентриране на пробата.

- Приложен е нов подход при оценката на основния принос в комбинираната неопределеност на пламъковото атомноабсорбционно определяне на мед, кадмий, никел и кобалт с използвания инструмент при оптимални условия, който се дължи на пулверизатора: 64% - 89%. На второ място за мед и кадмий са приносите от дрейф на интензивността на кухокатодните лампи, докато за кобалт и никел това са приносите от стехиометрията на пламъка (въздух/ ацетилен), респ. шумовете на пламъка. За границите на откриване на съответните елементи по разработения комбиниран метод са получени следните стойности: Co – 0.6  $\mu\text{g l}^{-1}$ , Ni – 0.6  $\mu\text{g l}^{-1}$ , Cu – 0.9  $\mu\text{g l}^{-1}$ , Cd – 0.1  $\mu\text{g l}^{-1}$  и Pd -0.6  $\mu\text{g l}^{-1}$ .

- Точността на разработения метод е потвърдена чрез анализ на сравнителен материал SPS-WW2 (отпадна вода), използван за валидиране на метода.

- Извършена е оценка на приноса на неопределеностите в разработената процедура. Установено е, че главният принос в неопределеността на новия комбиниран метод за определяне на мед, никел, кадмий, кобалт и паладий във води се дължи на

измерването на обема на концентрата, т.е. основната неопределеност е от процеса на пробоподготовка при концентрирането на определяемите елементи чрез утаяването им с 2-нитрозо-1-нафтол.

- Разработеният метод е приложен за анализ на реални проби - питейни води от района на Бов, както и отпадна вода от обогатяването при Асарел. Представените резултати за съдържанието на мед, никел, кобалт, паладий и кадмий в тези води са със съответната неопределеност.

Върху материала от дисертацията са публикувани три статии на английски език в списания, включени в базата данни на ISI Web of Knowledge – една в реномираното аналитично списание *Analytical Letters* (IF<sub>2009</sub>=1.317), една в *Докладите на БАН* (IF=0.198) и една в *Bulgarian Chemical Communications* (IF=0.349). Забелязани са общо три цитата – по един за всяка публикация, от чуждестранни автори.

Части от дисертационния труд са докладвани на научни форуми в страната и чужбина. Представени са общо 4 постерни и 2 устни доклада. Във всички постерни и в единия устен доклад докторантът е на първо място, което показва неговия съществен принос в направените изследвания.

Повечето от забележките ми по дисертацията са редакционни и са свързани с неточности в използваната терминология. Например: ААС е „метод за последователен анализ“ (вместо: едноелементен); коментира се „истинност на метода“ (а в действителност става дума за „истинността“ или по-правилно точността на аналитичния резултат); използвано е: “неопределеност на пламъковия АА-спектрометър” (стр. 55), “неопределеност на апарата” (стр. 64), “неопределеност на колбата” (стр. 93 и др). Може ли докторантът да обясни какво представляват и каква е разликата между „истинност“ на метода и „точност“ на метода (и съответно на получения резултат), както и разликите между “неопределеност” на метода, на измерването и на аналитичния резултат. По какъв алгоритъм, респ. изчислителен модел, е оценена комбинираната неопределеност?

Другата ми забележка е, че двете статии, публикувани съответно в *Analytical Letters* и в *Докладите на БАН* са на практика идентични и би трябвало да се считат за една. Но дори така броят публикации с участието на докторанта е достатъчен за придобиването на образователната и научна степен „доктор“ (две публикации, включени в базата данни на ISI Web of Knowledge).

Дисертационният труд съдържа научни, научно-приложни и приложни резултати, които представляват оригинален принос в науката. Както подчертах по-горе, тематиката му е извънредно актуална. Прилагането на принципите на метрологията в химията е необходимо за всички, които извършват химични измервания, за технически оценители, ангажирани в акредитацията, както и за крайните потребители на резултати от измервания. Ето защо особено ценен принос е възможността настоящият дисертационен труд да служи като един вид „ръководство” за провеждане на валидиране и оценка на бюджет на неопределеност при ПААС и ААС след концентриране чрез комплексобразуване и съутаяване и може да бъде прилаган в аналитичната практика и при използване на други аналитични техники. В тази връзка искам да препоръчам на докторанта да оформи всички останали резултати от работата си по изчисляване на бюджета на неопределеност като публикация и да продължи да работи в тази насока.

Приносите на дисертационния труд могат да се охарактеризират като **„Новост за науката”** и **„Обогатяване на съществуващите знания”**.

Авторефератът правилно отразява основните положения и приноси на дисертационния труд.

В заключение считам, че дисертационният труд на **Александър Лъчезаров Петров** по обем и качество на извършената работа отговаря на изискванията на Закона за развитие на академичния състав в Република България (ЗРАСРБ), Правилника за прилагане на ЗРАСРБ и специфичните изисквания на НС на ИОНХ-БАН. Това ми дава правото да препоръчам на уважаемите членове на научното жури да гласуват за присъждане на образователната и научна степен „доктор” по професионално направление 4.2. „Химически науки” (Аналитична химия) на **Александър Лъчезаров Петров**.

Рецензент:

23.04.2015 г.

Доц. д-р Албена Дечева-Чакърва