

## РЕЦЕНЗИЯ

върху дисертационен труд и материали,  
на тема “Разработване на валидиран метод за атомноабсорбционно определяне на  
елементи във води”,  
представени от инж. Александър Лъчезаров Петров, редовен докторант по  
професионално направление 4.2. “Химически науки” (Аналитична химия) в  
Лаборатория “Аналитична химия” при ИОНХ-БАН

от чл.-кор. проф. дхн Димитър Любомиров Цалев, пенсиониран преподавател от  
Катедра аналитична химия, Факултет по химия и фармация на Софийския университет  
“Св. Климент Охридски”

Представеният ми за рецензия дисертационен труд е оформен на 117 стр., вкл.  
25 таблици, 36 фигури и 89 цитирани литературни източници.

Инж. Александър Петров е завършил Техническия университет в София по  
специалността „инженер по комуникационна техника и технологии” с ОКС „Магистър”  
през 2000 г. Зачислен е като редовен докторант към Проект на ЕС FP 6 MISSION (WP  
5) към ИОНХ-БАН със Заповед РД 09.101/04.07.2005 с научни ръководители ст.н.с. II  
ст. д-р Иван Хавезов и проф. дхн Елисавета Иванова. Експерименталните изследвания  
са проведени в Лаборатория “Аналитична химия” при ИОНХ-БАН Докторантът е  
изпълнил своята работна програма и е положил необходимите изпити от кандидатския  
минимум. След висшето си образование е посетил многобройни курсове за повишаване  
на квалификацията, преди всичко в областта на качеството, метрологията, одитиране,  
акредитация, инструментални методи и др., които са полезни за подобряване на  
неговите умения и работата му в Изпитвателен център АЛМИ ТЕСТ, както и в  
Технически комитети по акредитация и метрология към Българска служба по  
акредитация и др. активности.

Целта на проведеното изследване е разработване и валидиране на нов метод за  
пламъково атомноабсорбционно определяне на следи от кобалт, мед, никел, кадмий и  
паладий във води след тяхното отлъчване и концентриране като хелатни комплекси.

Разработена е нова аналитична измервателна процедура за последователно  
пламъково атомноабсорбционно определяне (ПААС) на Cd, Co, Cu, Ni, Pd след групово  
концентриране на комплексите с 2-нитрозо-1-нафтол чрез съутаяване без носител.

Оптимизирани са голям брой химични и инструментални параметри. Постигнати са добра степен на концентриране ( $30 \times$ ) и ниски граници на откриване ( $< \text{ppb}$ ) при сравнително проста за изпълнение и достъпна аналитична процедура. Процедурата е щателно валидирана и приложена към чисти водни разтвори, реални проби от води и сертифициран референтен материал. Разработен е адекватен бюджет на неопределеността на резултатите от аналитичното измерване.

Актуалността на такова изследване се определя от важното място на този аналитичен метод при определяне на следи от химични елементи и от повишената роля на метрологията в химията и на количествените оценки на качеството през последните години. Текстът представлява подходящ модел за провеждане на валидиране и оценка на бюджет на неопределеност при пламъкова ААС и ААС след концентриране чрез съутаяване и може да бъде прилаган и при други подобни изследвания.

Използваната апаратура, експериментални и изчислителни подходи са съвременни, а получените резултати са надеждни, статистически обосновани и добре валидирани.

Общото впечатление от дисертационния труд и останалите материали: автореферат, 3 публикации, списък с 6 участия в конференции и съответните резюмета, и др. е положително. Изследванията са планирани ясно и конкретно и са изпълнени качествено, като имат добра практическа насоченост.

Дисертационният труд е представен в 11 части, най-съществени от които са литературният обзор и Резултати и обсъждане. Уводът и литературният обзор (общо 30 стр.) представят основните методи за (групово) концентриране на следи от химични елементи, валидиране на аналитичен метод, неопределеност на измерването и бюджет на неопределеността. Около  $2/3$  от този раздел са посветени на метрологичните въпроси на химичните измервания в съответствие със съвременните международни изисквания. Демонстрирано е добро познаване на литературата, като 25% от публикациите са от последните 10 год. Основна тежест в дисертационния труд има разделът “Резултати и обсъждане” (60 стр.). Използваните апарати, реактиви и изчислителни методи са адекватни на поставените задачи и подходящи за целта.

Основните **приноси** в дисертационния труд могат да бъдат класифицирани по следния начин:

### **“Новост за науката”:**

- Предложена, оптимизирана и валидирана е нова аналитична процедура за определяне на химични елементи-замърсители във води. Новост в процедурата е използването на 2-нитрозо-1-нафтол за групово концентриране на Cd, Co, Cu, Ni, Pd чрез съутаяване без носител, с последващо пламъково атомноабсорбционно измерване.
- Показана е необходимост от калибриране по метода на стандартната добавка при определяне на кадмий с предложената процедура.

### **“Получаване на потвърдителни данни”:**

- Демонстрирано е малко, но значимо транспортно пречене при анализ на концентратите в етанол, което се коригира с помощта на частично наподобяване на матрицата.
- Развит е подхода на Hirano et al. за оценка на приносите към бюджета на неопределеност на инструменталното пламъково атомноабсорбционно определяне, като са обхванати редица приноси, свързани с инструментални, физични и химични влияния при концентрирането и при самото ПААС измерване.

### **“Приложения на научни постижения в практиката”:**

- Предложен е подходящ модел за провеждане на валидиране и оценка на бюджет на неопределеност при инструментално измерване с пламъкова ААС и при измерване с комбиниран ААС метод след концентриране чрез съутаяване, който е добре документиран и може да бъде прилаган при други подобни изследвания в практиката на изпитвателни лаборатории.
- Новата комбинирана аналитична процедура е приложена към реални проби от води и е валидирана с използване на съвременни метрологични подходи.

### **Въпроси, забележки и пожелания**

1. Не е обоснован достатъчно добре изборът точно на тези 5 елемента и на използвания реактив 2-нитрозо-1-нафтол.

2. Следва да се признае, че постигнатите граници на откриване за паладий са недостатъчни за практическо приложение към реални проби.
3. Според мен не може да се говори за неопределеност на инструмента и чувствителност на кухокатодната лампа (в две от публикуваните статии) – това е взето предвид при крайното редактиране на текста на дисертационния труд и автореферата.
4. Възможни ли са пречения от други компоненти, освен изследваните метални йони?
5. За по-добро валидиране би могло в Табл. 10-20 (с. 107–109) да се даде аналитичен добив и резултати, получени чрез независим утвърден метод. Би било желателно да се използва повече от един сертифициран референтен материал.
6. Някои забележки и предложения за поправки и редактиране бяха отчетени от дисертанта преди окончателното редактиране на дисертационния труд. Все пак могат да се отбележат остатъчни бележки, напр. в Табл. 10-18 е написано “неопределеност (грешка) на колбата” (?); в раздел 10.3.2.1 на стр. 80 е необходимо по-добро редактиране; библиографията би могла да бъде по-добре редактирана и осъвременена с публикации от последните няколко години.

**Наукометрични показатели:** върху дисертационния труд са направени 3 публикации на английски език в списания с ИФ: една в специализираното аналитично международно списание *Analytical Letters*, една в националното многопрофилно научно списание *Доклади на БАН* и една в специализираното национално химично научно списание *Bulgarian Chemical Communications*. Върху всяка една от тези статии е представен по един цитат от чуждестранни автори в международни списания. Основната част от експерименталните изследвания е докладвана на 6 научни форума (4 постера и 2 устни доклада): 2 международни конференции, 1 в чужбина и 3 на национални семинари по международни проекти с международно участие. Представеният текст на дисертационния труд, статиите и резюметата на конференции са в добро съгласие. В две от публикациите и 5 от докладите инж. Петров е първи автор; други съавтори са неговите научни ръководители проф. д-н Елисавета Иванова и доц. д-р Иван Хавезов, както и гл. ас. д-р Г. Генчева, които са уважавани специалисти в

областта на аналитичната химия и атомноабсорбционната спектроскопия. Образователните и научни задачи на докторантурата са изпълнени успешно, като докторантът се е запознал успешно с концентриране на микрокомпоненти, ААС, валидиране на метод, метрологични и хемометрични подходи. Приемам, че дисертационният труд в достатъчна степен е лично дело на докторанта и имам добри лични впечатления от негово участие в научни форуми и предишни дискусии.

**В заключение:** Дисертационният труд на инж. Александър Петров по своите научни приноси, полезна, валидирана и приложена аналитична измервателна процедура, както и със съпътстващите дисертационния труд 3 публикации в списания с ИФ и 6 участия в конференции отговаря по обем и качество на изискванията на ЗРАСРБ и на правилника на ИОНХ-БАН. Препоръчвам на научното жури да присъди на инж. Александър Лъчезаров Петров образователната и научна степен “доктор” в професионално направление 4.2. “Химически науки” (Аналитична химия).



София, 07.03.2015

РЕЦЕНЗЕНТ:

/чл.-кор. проф. дхн Димитър Цалев/