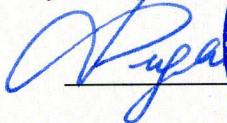


УТВЕРЖДАЮ
Проректор федерального
государственного бюджетного
образовательного учреждения высшего
профессионального образования
«Московский государственный
университет имени М.В. Ломоносова»



д.ф.-м.н., проф. А.А. Федянин

2 сентября 2014 г.

Отзыв ведущей организации
на диссертационную работу Журавлёвой Галины Александровны
«Поверхностно-слоистые сорбенты на основе непористых солей для
газоадсорбционного концентрирования и разделения полярных
органических соединений»,
представленной на соискание ученой степени кандидата химических наук
по специальности 02.00.02 – аналитическая химия

Актуальность избранной диссертантом темы вызвана поиском расширения возможностей современных методов концентрирования малых количеств низкомолекулярных полярных органических веществ из воздуха. Основным недостатком применяемых для этих целей сорбентов – это низкая сорбционная емкость по отношению к концентрируемым соединениям. Задачу осложняет часто встречающееся высокое содержание водяных паров в концентрируемых образцах. Причём это относится не только к окружающей среде или воздуху рабочих помещений, но и к пробам, отбираемым в диагностических целях (выдыхаемый воздух человека). Один из возможных путей решения указанной проблемы автор данной работы видит в поиске специфических сорбентов. В роли таких сорбентов автор предлагает применение непористых неорганических солей щелочных, щелочноземельных и переходных металлов, нанесённых на поверхность пористого носителя (поверхностно-слоистых сорбентов). Основываясь на опыте применения таких сорбентов для газохроматографического разделения полярных органических соединений, автор предполагает

обоснованным изучение газоадсорбционного концентрирования аналитов на таких сорбентах.

Новизна проведенных исследований и полученных результатов

Автором предложены способы получения новых сорбентов для пробоподготовки, основанной на сорбционном концентрировании низкомолекулярных полярных органических соединений из образцов воздуха. В результате изучения свойств полученных сорбентов впервые выявлены закономерности удерживания паров низкомолекулярных органических соединений различной полярности на поверхностно-слоиных сорбентах, полученных нанесением непористой соли на гидрофильный и гидрофобный носители. Оптимизированы условия использования полученных сорбентов в аналитических целях. На основании полученных результатов предложена двухколоночная схема экспрессного сорбционного концентрирования низших спиртов и кетонов из воздуха, позволяющая снизить пределы обнаружения этих низкомолекулярных органических соединений во влажном атмосферном воздухе в 3-5 раз по сравнению с известными способами концентрирования.

Достоверность полученных результатов не вызывает сомнения. Автор работы владеет теоретическим материалом и практическими навыками, позволяющими ей ставить сложные аналитические задачи в области хроматографии и сорбционного концентрирования, оптимизировать пути их выполнения, реализовывать продуманный эксперимент. Экспериментальные данные получены и обработаны с применением современного оборудования и программного обеспечения, их интерпретация автором логична и последовательна.

Научная значимость результатов исследования заключается в том, что они вносят вклад в развитие метода динамического концентрирования низкомолекулярных полярных органических веществ из образцов воздуха. Особенности сорбции молекул концентрируемых веществ, конкурирующих с молекулами воды, выявленные автором экспериментально, позволяют

прогнозировать условия эксперимента и анализа образцов воздуха различного состава.

Практическая значимость состоит в том, что результаты исследования могут быть использованы для контроля содержания искомых соединений в реальных объектах различной природы с различным содержанием микро и макрокомпонентов, потенциально мешающих концентрированию искомых аналитов. Интересно дальнейшее исследование по использованию полученных сорбентов для концентрирования следов других низкомолекулярных полярных органических веществ.

Диссертационная работа Журавлёвой Г.А изложена на 102 с. печатного текста и включает введение, литературный обзор, экспериментальную часть из 5 глав, выводы, список литературы из 117 наименований. В литературном обзоре автор показывает современные возможности метода сорбционного концентрирования низкомолекулярных органических соединений из воздуха, рассматривает различные подходы к осуществлению сорбции искомых веществ во время пробоподготовки и последующие стадии их извлечения для анализа. Экспериментальная часть исследования содержит описание способов получения поверхностно-слойных сорбентов, условий изучения их свойств. Обсуждая результаты исследования и возможности их применения на практике, автор уделяет детальное внимание оптимизации условий получения ПСС, изучению их свойств и практическому применению (в том числе с использованием предложенного осушителя для сорбционного концентрирования аналитов из образцов воздуха с высоким содержанием водяных паров). Предположение автора работы о возможности распространения достоинств ПСС, выявленных ранее при ГХ анализе ряда соединений, на пробоподготовку в анализе образцов воздуха, основанную на сорбционном концентрировании аналитов, полностью подтверждено в результате чётко спланированной и реализованной экспериментальной работы и обработки полученных результатов. Хотелось бы подчеркнуть, что Журавлёва Г.А. провела

исследование, обладающее явной новизной, применив не готовые промышленно произведённые или изготовленные кем-то сорбенты (что тоже было бы не плохо), а приготовленные и полностью охарактеризованные самостоятельно.

Логично, что полученные результаты оформлены и в виде заявки на изобретение.

Диссертант демонстрирует хорошее владение материалом исследований, базирующееся на современных публикациях по тематике диссертационной работы. Цели и задачи, поставленные в диссертации, выполнены полностью.

Работа Журавлёвой Г.А. выполнена на высоком научном уровне и является законченным на определенном этапе научным исследованием, результаты которого изложены четко и ясно, выводы сомнений не вызывают.

Основные положения диссертации отражены в 13 публикациях автора, 4 из которых в журналах из перечня ВАК, остальные 9 - тезисы докладов на научных конференциях. Кроме того, по результатам работы отправлена заявка на получение патента на изобретение. Содержание автореферата соответствует содержанию диссертации и дает полное представление о вкладе автора, практической значимости и научной новизне результатов. Тема диссертации соответствует научной специальности 02.00.02 – «Аналитическая химия».

По работе имеются следующие **вопросы и замечания**:

1. Не имело ли смысла при приготовлении ПСС после смешивания раствора соли и носителя поместить полученную смесь в ультразвуковое поле для более полного проникновения раствора солей в поры носителя?
2. Было бы интересно узнать, сколько циклов сорбции/десорбции выдерживают сорбенты на основе солей, предназначенные для концентрирования органических соединений. Также было бы интересно узнать, сколько раз можно проводить регенерацию

осушающей колонки, используемой в двухколоночной схеме сорбционного концентрирования.

3. В разделе 5.1 (стр. 73) автор делает заключение, что сорбент на основе фторида калия обладает высокой сорбционной ёмкостью к парам воды и одновременно низкой – к полярным соединениям. Однако соответствующие экспериментальные данные представлены только для одного вещества – метанола. Были ли проведены аналогичные исследования для ряда других органических веществ?
4. Автор подчеркивает, что для эффективного удерживания паров полярных органических соединений катион соли должен быть многозарядным, а соль должна обладать высокой растворимостью в метаноле. При этом в работе был рассмотрен только один однозарядный катион. Можно ли делать такое обобщение на основании только одного катиона? Растворимость CoSO_4 в метаноле составляет 0.027 моль/л, а растворимость CoCl_2 – 2.3 моль/л (различие составляет два порядка). Однако объемы удерживания для соответствующих солей отличаются не так сильно: 9.9 и 30.9 л/г соответственно. Чем можно объяснить такие результаты?
5. На рисунке 4.3 (стр. 60) представлены «выходные кривые удерживания ацетона» для трех концентраций. Непонятно, почему дискретность получения данных так сильно разнится для этих кривых. Аналогичный вопрос можно задать и в случае рисунка 4.2 (стр. 60).
6. На рисунке 3.1 (стр.54) представлена зависимость полноты нанесения КФ от соотношения объема водного раствора и массы носителя (V/m). В тексте не указано, какой параметр меняли в процессе эксперимента: концентрацию раствора соли или массу подложки. Неясно, чем обусловлено влияние параметра V/m на полноту нанесения.

Указанные замечания не являются принципиальными и не снижают ценность работы в целом.

На основании вышесказанного считаем, что по объему, актуальности, научной новизне, целостности, законченности, практической значимости и публикациям диссертационная работа Галины Александровны Журавлёвой соответствует требованиям *Положения о порядке присуждения ученых степеней*, утвержденного постановлением Правительства Российской

Федерации от 24 сентября 2013 г. № 842, предъявляемым к кандидатской диссертации, а ее автор заслуживает присуждения ей ученой степени кандидата наук по специальности 02.00.02 - «Аналитическая химия».

Отзыв подготовили:

д.х.н.

И.А. Ревельский

к.х.н.

А.С. Самохин

Отзыв заслушан и утвержден на заседании кафедры аналитической химии, протокол № 4 от 18 июня 2014 г.

Зав. кафедрой аналитической химии
МГУ имени М.В. Ломоносова,
академик

Ю.А. Золотов

Секретарь заседания д.х.н., в.н.с

Т.И. Тихомирова

Зам. декана химического факультета
МГУ им. М.В. Ломоносова по
научной работе профессор, д.ф.-м.н.

А.А. Бучаченко

