

ВЫПИСКА ИЗ ПРОТОКОЛА

Заседания диссертационного совета Д 212.232.37 по защите

докторских и кандидатских диссертаций

на базе Санкт-Петербургского государственного университета

№ 21 от 18 сентября 2014 г.

ПРИСУТСТВОВАЛИ: 15 членов диссертационного совета из 22 человек

проф. Москвин Л.Н. (председатель совета), проф. Зенкевич И.Г. (зам. председателя совета), к.ф.-м.н. Панчук В.В. (ученый секретарь совета), проф. Ганеев А.А., проф. Родинков О.В., проф. Скоробогатов Г.А., проф. Москвин А.Л., проф. Толстой В.П., проф. Бахтиаров А.В., проф. Поваров В.Г., проф. Курочкин В.Е., проф. Брытов И.А., проф. Дробышев А.И., проф. Карцова Л.А., проф. Семенов В.Г.

ТЕМА ЗАСЕДАНИЯ: Защита диссертации Филипповой Марии Викторовны на тему «Газохроматографическое определение анилина и его хлорпроизводных в воде с предварительным бромированием» на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02.

ПОСТАНОВИЛИ: Присудить Филипповой Марии Викторовне ученую степень кандидата химических наук по специальности 02.00.02 - аналитическая химия на основании защиты диссертации на тему: «Газохроматографическое определение анилина и его хлорпроизводных в воде с предварительным бромированием»

Решение диссертационного совета принято единогласно.

Председатель диссертационного совета

 Москвин Л.Н.

Ученый секретарь диссертационного совета

 Панчук В.В.

**ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА Д 212.232.37 НА БАЗЕ
ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО БЮДЖЕТНОГО
ОБРАЗОВАТЕЛЬНОГО УЧРЕЖДЕНИЯ ВЫСШЕГО
ПРОФЕССИОНАЛЬНОГО ОБРАЗОВАНИЯ «САНКТ-ПЕТЕРБУРГСКИЙ
ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ» (СПбГУ) ПО ДИССЕРТАЦИИ
НА СОИСКАНИЕ УЧЕНОЙ СТЕПЕНИ КАНДИДАТА НАУК**

аттестационное дело № _____

решение диссертационного совета от 18.09.2014 г. № 21

О присуждении Филипповой Марии Викторовне, гражданке РФ, ученой степени кандидата химических наук.

Диссертация «Газохроматографическое определение анилина и его хлорпроизводных в воде с предварительным бромированием» по специальности 02.00.02 – аналитическая химия принята к защите 13.05.2014, протокол № 6 диссертационным советом Д 212.232.37 на базе Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего профессионального образования «Санкт-Петербургский государственный университет» (ФГБОУ ВПО СПбГУ), находящегося по адресу 198034 Санкт-Петербург, Университетская набережная 7/9 (приказ о создании № 1925-8167 от 08.09.2009 г.).

Соискатель Филиппова Мария Викторовна 1986 года рождения, в 2009 году окончила химико-биологический факультет Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего профессионального образования «Сыктывкарский государственный университет». Очную аспирантуру окончила в 2014 г. в ФГБОУ ВПО «Сыктывкарский государственный университет», в настоящее время работает инженером-химиком I категории в экоаналитической лаборатории Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института биологии Коми Научного центра Уральского отделения РАН.

Диссертация выполнена на кафедре химии института естественных наук ФГБОУ ВПО «Сыктывкарского государственного университета» и на базе экоаналитической лаборатории Института биологии Коми научного центра Уральского отделения РАН.

Научный руководитель – доктор химических наук, Зенкевич Игорь Георгиевич, профессор кафедры органической химии Института химии Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего профессионального образования «Санкт-Петербургский государственный университет».

Официальные оппоненты:

Савчук Сергей Александрович, доктор химических наук, ведущий научный сотрудник лаборатории токсикологии Федерального государственного бюджетного учреждения «Национальный научный центр наркологии» Минздрава РФ, г. Москва,

Никифоров Владимир Александрович, кандидат химических наук, заведующий лабораторией изучения процессов миграции стойких органических загрязнителей Федерального государственного бюджетного учреждения науки «Санкт-Петербургский научно-исследовательский центр экологической безопасности РАН», дали положительные отзывы на диссертацию.

Ведущая организация – ФГБОУ ВПО Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова, химический факультет, г. Москва – в своем положительном заключении, подписанном заведующим кафедрой аналитической химии академиком Золотовым Юрием Александровичем, указала, что по объему, актуальности, научной новизне, целостности, законченности, практической значимости и публикациям диссертационная работа Филипповой Марии Викторовны 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».

Соискатель имеет 13 опубликованных работ и одно изобретение, защищенное патентом, все по теме диссертации, из них 6 работ в рецензируемых научных изданиях, общим объемом 38 печатных страниц, а остальные в материалах Всероссийских и Международных научных конференциях. Все статьи выполнены в соавторстве. Тезисы к четырем конференциям подготовлены без соавторства.

Наиболее значимые публикации по теме диссертации:

- Груздев И.В., Алферова (Филиппова) М.В., Кондратенко Б.М., Зенкевич И.Г. Газохроматографическая идентификация хлор- и бромзамещенных анилинов по индексам удерживания // Журн. аналит. химии. 2011. Т. 66. № 5. С. 519-524.
- Груздев И.В., Алферова (Филиппова) М.В., Кондратенко Б.М., Зенкевич И.Г. Определение хлоранилинов в питьевой воде методом газовой хроматографии в виде их бромпроизводных // Журн. аналит. химии. 2011. Т. 66. № 10. С. 1073-1080.
- Груздев И.В., Алферова (Филиппова) М.В., Зенкевич И.Г., Кондратенко Б.М. Идентификация продуктов бромирования хлорзамещенных анилинов в водных средах методом газовой хроматографии // Журн. прикладн. химии. 2011. Т. 84. № 10. С. 1656-1667.

На диссертацию и автореферат поступили отзывы к.х.н. М.А. Запечалова, заместителя директора ИПМ ФГБУ «НПО Тайфун» и д.т.н., профессора И.А. Платонова, заведующего кафедрой ФГАОУ ВПО «Самарский государственный аэрокосмический университет имени академика С.П. Королева (национальный исследовательский университет), научного руководителя НОЦ «Хроматография».

В отзывах на автореферат отмечено, что автором выполнена актуальная научная работа, удовлетворяющая требованиям, предъявляемым к кандидатским диссертациям, а ее автор заслуживает присвоения искомой ученой степени кандидата наук. В качестве замечаний в отзывах указано:

- усложнение процедуры анализа за счет проведения двух стадий дериватизации, что увеличивает трудоемкость и выдвигает повышенные требования к квалификации оператора (М.А. Запечалов);
- предпринимались ли автором попытки уточнения структур продуктов окисления бромированных хлоранилинов избытком молекулярного брома, что важно для понимания, например, обратимости или необратимости процессов их образования (И.А. Платонов);
- увеличение (или уменьшение) индексов удерживания N-трифторацетильных производных бромхлоранилинов лучше было бы характеризовать не относительными величинами, а просто разностями их индексов удерживания, что и проще, и нагляднее (И.А. Платонов).

В отзыве официального оппонента д.х.н. С.А. Савчука имеются вопросы, касающиеся уточнения деталей операций подготовки проб, выбора внутреннего стандарта, новизны предлагаемой схемы бромирования, «адаптации» индексов удерживания для детектора электронного захвата, соотношения объема проб и экстрагента и метрологической оценки методики в целом.

В отзыве официального оппонента к.х.н. В.А. Никифорова имеются вопросы и замечания, касающиеся деталей механизма бромирования, возможности образования водородных связей между аминогруппой и атомами галогенов в *орто*-положениях, существования природных галогензамещенных анилинов и их поступления в объекты окружающей среды из лекарственных препаратов, а также выбора внутреннего стандарта.

В отзыве Ведущей организации имеются вопросы и замечания, связанные с оценкой выхода реакции бромирования и деталями вычисления индексов удерживания.

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обоснован тем, что при оценке диссертационной работы представлялось необходимым охарактеризовать как ее аналитическую часть (определение целевых аналитов в водных средах на уровне 0.01 – 0.05 мкг/л), так и химическую часть работы (закономерности протекания реакции бромирования хлоранилинов в водных растворах).

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

- разработан новый подход к получению гидрофобных производных хлорированных анилинов в водных средах с целью их хроматографического и хромато-масс-спектрометрического определения на уровне предельно допустимых и фоновых концентраций;
- предложен способ бромирования и предложены бромирующие системы, применимые на стадии подготовки проб для определения следов замещенных анилинов в водных средах. Для исключения вторичных процессов окисления аналитов молекулярным бромом процесс проводят в присутствии аминокислот;

- показано, что выбранный способ бромирования аналитов в сочетании с микрожидкостной экстракцией позволяет достичь пределов определения хлоранилинов на уровне 0.01 – 0.05 мкг/л.

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:

- рассмотрение особенностей реакции бромирования замещенных анилинов в разбавленных водных растворах позволило достигнуть высоких (близких к количественным) степеней превращения исходных аналитов в производные;
- доказана возможность однозначной идентификации продуктов бромирования хлорзамещенных анилинов по газохроматографическим индексам удерживания;
- применительно к проблематике диссертации результативно (с получением обладающих новизной результатов) использованы такие методы анализа, как газовая хроматография с селективным детектированием и хромато-масс-спектрометрия. Для оптимизации условий бромирования использован современный комплекс методов контроля степени протекания органических реакций;
- изучены закономерности бромирования целевых аналитов в водных средах с образованием более гидрофобных производных и их последующей микрожидкостной экстракции.

Значение полученных соискателем результатов исследования для практики подтверждается тем, что:

- по материалам диссертации разработана и аттестована методика количественного химического анализа «Вода питьевая, природная, сточная, атмосферные осадки и снежный покров. Методика измерения массовой концентрации анилина и хлоранилинов методом капиллярной газовой хроматографии (Центр метрологии и сертификации «Сертимет» УрО РАН, № 88-17641-006-2014), внедренная в экоаналитической лаборатории Института биологии Коми НЦ УрО РАН. Материалы диссертации использованы при разработке методических рекомендаций к практикуму и лекционным курсам по дисциплинам «Хроматография» и «Инструментальные методы анализа» на кафедре химии Института естественных наук ФГБОУ ВПО «Сыктывкарский государственный университет»;

- представлены методические рекомендации по определению следов хлорированных анилинов в водных средах;
- результаты всех определений получены на современном сертифицированном оборудовании; выбор условий получения производных (бромирования) был специально оптимизирован;
- предлагаемые способы получения производных и их последующей экстракции из водных растворов сопоставлены с известными литературными данными;
- установлено, что разработанный метод определения следов хлорированных анилинов в водных средах применим в тех случаях, когда использование других известных в настоящее время способов невозможно;
- в работе использованы современные способы сбора и обработки исходной аналитической информации, хромато-масс-спектрометрическая идентификация проведена с привлечением хроматографических параметров (индексов) удерживания.

Личный вклад соискателя состоит в:

непосредственном участии в постановке и уточнении целей и задач исследования, сборе, анализе и обобщении литературных данных, общем планировании эксперимента, подготовке образцов для анализа, персональном выполнении экспериментальных исследований, получении экспериментальных данных, их интерпретации и обобщении, оптимизации схем экспериментов, выступлениях на конференциях и участии в написании публикаций по теме работы и участии в конференциях различного уровня.

Диссертация охватывает все аспекты поставленной научной задачи и соответствует критерию внутреннего единства, что подтверждается наличием последовательного плана исследования, непротиворечивостью полученных экспериментальных результатов, соответствием полученных данных поставленным целям.

Диссертация М.В. Филипповой на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 – аналитическая химия является научно-квалификационной работой, в которой предложено решение задачи по разработке новых способов дериватизации, идентификации и определения хлоранилинов в водных средах на уровне фоновых концентраций, изложены

научно обоснованные аналитические решения, имеющие существенное значение для аналитической химии. Диссертация соответствует критериям, установленным п. 9 «Положения о порядке присуждения ученых степеней», утвержденного Постановлением Правительства Российской Федерации от 24.09.2013 г. № 842.

На заседании 18 сентября 2014 г. диссертационный совет принял решение присудить М.В. Филипповой ученую степень кандидата химических наук по специальности 02.00.02 - аналитическая химия.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 15 человек, из них 14 докторов наук по специальности рассматриваемой диссертации, участвовавших в заседании, из 22 человек, входящих в состав совета, проголосовали: за **15**, против **НЕТ**, недействительных бюллетеней **НЕТ**.

Председатель диссертационного
совета Д 212.232.37



Москвин Леонид Николаевич

Ученый секретарь
диссертационного совета
Д 212.232.37



Панчук Виталий Владимирович

« 18 » сентября 2014 г.