

ОТЗЫВ

на автореферат диссертации Журавлёвой Галины Александровны «Поверхностно-слойные 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

Исследования по анализу атмосферного воздуха всегда актуальны. Таких задач много. Автор диссертации Г.А. Журавлёва выбрала задачу определения полярных органических соединений, для решения которой существует дефицит пригодных аналитических методик. Естественно, что объектом исследования стала газовая хроматография, обладающая наибольшими потенциальными возможностями определения органических соединений в воздухе. Однако достижение этих потенциальных возможностей реально только при использовании высокоэффективных сорбентов для разделения и концентрирования аналитов. С этой целью соискателем предложен оригинальный подход – создание и применение сорбентов на основе непористых неорганических солей щелочных, щелочноземельных и переходных металлов путём их нанесения на поверхность пористого носителя, т.е. в виде поверхностно-слойных сорбентов. Г.А. Журавлёва на высоком научно-экспериментальном уровне выполнила комплекс исследований, направленных на достижение поставленной цели.

Автором предложены и изучены обладающие уникально высоким сорбционным сродством к низкомолекулярным полярным органическим соединениям сорбенты, содержащие сорбционно-активные неорганические соли. Установлены закономерности удерживания микроконцентраций паров

органических соединений различной полярности на поверхностно-слойных сорбентах. Разработаны и обоснованы процедуры получения поверхностно-слойных сорбентов, проведена оценка их аналитических возможностей применительно к сорбционному концентрированию и газохроматографическому определению летучих органических веществ различной полярности. Установлено, что по способности к удерживанию низших спиртов и кетонов разработанные сорбенты значительно превосходят известные.

Предложен селективный твердофазный осушитель на основе фторида калия, избирательно поглощающий водяной пар из потока воздуха и не удерживающий полярные органические соединения.

Разработана схема сорбционного концентрирования полярных органических соединений из влажного воздуха с использованием этого осушителя и проведена оценка ее аналитических возможностей.

В результате разработана методика хроматографического анализа влажного воздуха с двухколоночным сорбционным концентрированием (с осушителем и сорбентом), которую автор по-скромности называет схемой. По сравнению с известными методиками Минздрава разработка автора диссертации позволяет снизить пределы обнаружения низших спиртов и кетонов в несколько раз. Правильность анализа подтверждена с помощью модельных газовых смесей.

Таким образом, в диссертации дано новое оригинальное решение важной научно-практической задачи – создание и исследование метода газохроматографического определения полярных органических соединений в воздухе с использованием поверхностно-слойных сорбентов. Диссертация соответствует требованиям Положения о присуждении учёных степеней, а ее автор Журавлева Галина Александровна заслуживает присуждения ученой

степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 –
аналитическая химия.

Руководитель испытательного
аналитико-сертификационного
центра института «Гиредмет»,
доктор химических наук,
член-корр.РАН



Handwritten signature of Y.A. Karpov

Ю.А. Карпов

Подпись Ю.А. Карпова заверяю
учёный секретарь ОАО «Гиредмет»

Handwritten signature of Y.V. Antonova

Ю.В. Антонова

Адрес: 119017, г.Москва,
Б.Толмачевский пер., дом 5, стр. 1,
Тел. +7(495) 953-87-91,
E-mail: karpov@giredmet.ru

ОТЗЫВ

на автореферат диссертации Журавлевой Галины Александровны
**«ПОВЕРХНОСТНО-СЛОЙНЫЕ 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

При газохроматографическом мониторинге в воздушной среде экотоксикантов, таких как летучие органические полярные соединения - спирты, кетоны, актуальной остается проблема пробоподготовки, высокоэффективным способом концентрирования из воздуха этих веществ, находящихся в среде на уровне ПДК является динамическая сорбция. Мешающим фактором при аналитическом контроле воздуха является влага. Журавлевой Г.В. для решения проблемы предложено использование поверхностно-слойных сорбентов (ПСС). Автор исследования разработала научно-методические подходы получения ПСС, изучила закономерности удерживания на них метанола и ацетона, как представителей класса спиртов и кетонов, разработала твердофазный осушитель, селективный к парам воды и практически не сорбирующий низшие спирты и кетоны, предложила двухколоночную схему сорбционного концентрирования для анализа влажного воздуха.

По результатам работы опубликовано 4 статьи в профильных журналах из перечня ВАК, они апробированы в 9 докладах на научных конференциях. Автореферат написан ясно и понятно, стилистически грамотно, без каких-либо грамматических и орфографических ошибок, опечаток. Вместе с тем, по оформлению автореферата, описанию эксперимента и его интерпретации имеются некоторые замечания, которые не портят общего впечатления о высоком уровне работы:

1. Не продемонстрированы данные электронной микроскопии о структуре поверхностного солевого слоя, он охарактеризован только качественно. Нет доказательств, что слой непористый.
2. При оценке степени достоверности не указаны ПО, на котором выполнялся статистический анализ, методы этого анализа, не приведены марки приборов, в том числе весов и их класс точности, не указано с какой точностью поддерживается температура в термостате. Метрологические характеристики выполненных измерений зачастую не приводятся (доверительный интервал, количество измерений, СКО и пр.), Возможно, они есть в самой диссертации. В связи с этим, например, на рис. 1 одна точка выпадает по не ясной причине из

использованной аппроксимации.

3. Метанол и ацетон являются первыми членами гомологических рядов спиртов и кетонов, их физическо-химические свойства скачкообразно отличаются от свойств других гомологов, поэтому делать широкие обобщения по спиртам и кетонам на основе данных только по поведению этих соединений следует осторожно.
4. Полярность аналитов в работе описывается качественно, хотя известен не один десяток шкал полярности, начиная от диэлектрической постоянной и заканчивая сольватохромным параметром Димрота-Райхардта.
5. Высокое сорбционное сродство метанола и ацетона с солями щелочных металлов и переходных металлов, образующих многозарядные катионы, увязано феноменологически с высокой растворимостью этих солей в сорбатах. Было бы неплохо дать теоретическую интерпретацию найденному эмпирически эффекту, увязать со склонностью, например, переходных металлов к образованию лигандов, комплексов, гипервалентных, обменных взаимодействий, провести квантово-химические расчеты предполагаемых поверхностных комплексов. Никак не затронута роль анионов в сорбционных процессах.
6. Отправленную заявку на выдачу патента на изобретение преждевременно относить к публикации, разве что по факту выдачи положительного решения.

Считаю, что диссертационная работа Журавлевой Г.А. по актуальности, объему выполненных автором научных исследований, теоретической и практической значимости работы, степени обоснованности научных положений, выводов и рекомендаций, достоверности полученных результатов, уровню апробации и опубликованию основных положений диссертации в печати соответствует требованиям п. 7 «Положения о порядке присуждения ученых степеней», а ее автор заслуживает присвоения ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 – аналитическая химия.

Рудаков Олег Борисович, доктор химических наук (02.00.02 – аналитическая химия), профессор, проректор по научной работе ФБГОУ ВПО «Воронежский государственный архитектурно-строительный университет», 394006, г. Воронеж, ул. 20-летия Октября, д. 84.



[Handwritten signature]

ОТЗЫВ

на автореферат диссертации Журавлевой Галины Александровны,
«Поверхностно-слоистые сорбенты на основе непористых солей для газодсорбционного
концентрирования и разделения полярных органических соединений»,
представленной на соискание ученой степени кандидата химических наук
по специальности 02.00.02 – Аналитическая химия

Новые решения в области концентрирования примесей несомненно представляют практический интерес для определения примесей в газовых средах.

Диссертационная работа Г.А.Журавлевой содержит новые решения, особенно в области концентрирования и разделения полярных органических соединений; она полностью отвечает требованиям, которые предъявляются к кандидатским диссертациям, а ее автор, Г.А.Журавлева, несомненно, заслуживает присуждения искомой ученой степени кандидата химических наук.

« » сентября 2014г.

Главный научный сотрудник
Института нефтехимического синтеза
им.А.В.Топчиева Российской академии наук,
Профессор, доктор химических наук

Подпись руки В.Г.Березкина заверяю



В.Г.Березкин

В.Г.Березкин

И.С.Калашникова

к.х.н. И.С.Калашникова

ОТЗЫВ

на автореферат диссертации на соискание ученой степени кандидата химических наук
Журавлёвой Галины Александровны

«Поверхностно-слоиные сорбенты на основе непористых солей для газадсорбционного концентрирования и разделения полярных органических соединений»

02.00.02 — аналитическая химия

Диссертационная работа Журавлёвой Г.А. посвящена актуальной аналитической задаче определения микропримесей полярных органических соединений во влажном воздухе, в частности направлена на решение проблемы поиска эффективных сорбентов, позволяющих селективно концентрировать микропримеси полярных низкомолекулярных соединений.

Поставленные задачи весьма актуальны, поскольку позволяют определять микропримеси метанола и ацетона на уровне микропримесей более эффективно по сравнению с традиционными способами, и в несколько раз снизить пределы обнаружения низших спиртов и кетонов, что в свою очередь, открывает широкие возможности для практического применения.

Итогом выполненного исследования явилась система концентрирования для газохроматографического анализа влажного воздуха, схема которой включает в себя колонку с осушителем и колонку с сорбентом. Интересным решением представляется предложенный Журавлёвой Г.А. в качестве осушителя сорбента на основе фторида кальция, который, как убедительно доказывает автор, обладает селективной сорбцией по отношению к водяному пару, при этом его сорбционная активность по отношению к анализам минимальна. В качестве материала для концентрирования низших спиртов и кетонов автор предлагает обладающие уникально высоким сорбционным сродством к низшим спиртам и кетонам сорбенты, содержащие сорбционно-активные неорганические соли. По совокупности достоинств после детального анализа из многообразия непористых неорганических солей автором был выбран хлорид кобальта (II).

В качестве достоинства работы можно выделить тот факт, что автор не просто постулирует выявленные закономерности и эффекты, но аргументированно и последовательно анализирует их причины и следствия. С практической точки зрения, предлагаемые решения представляют интерес не только для аналитиков-экологов, но и могут быть полезны в любой сфере химического анализа, где необходимо селективное концентрирование микропримесей низших спиртов и кетонов.

Отдельно необходимо отметить четкость, последовательность и изложения материала, что создает крайне позитивное впечатление о работе.

Однако по тексту автореферата есть вопросы:

1. Из текста автореферата не ясно, почему при работе с модельными газовыми смесями для расчетов пользовались параметром высоты пика, не смотря на то, что автор (далее по тексту) отмечает, что хроматографический профиль сильно зависит от присутствия паров воды.
2. Из текста автореферата остается не ясным, каким образом контролировали количество нанесенной неподвижной фазы на сорбенте.
3. На основании чего подбирались условия пробоотбора – температура, скорость аспирируемого воздуха, геометрические параметры системы с сорбентом и пр.
4. В силу того, что лимитирующим фактором, определяющим скорость сорбции,

