

ОТЗЫВ

официального оппонента на диссертационную работу **ЖУРАВЛЕВОЙ Галины Александровны** по теме: «**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.

Актуальность работы

Концентрирование микропримесей органических веществ из газовых сред, в первую очередь из воздуха, является неотъемлемой частью многих методик измерений в экологическом мониторинге, биомедицинских исследованиях, оценке качества воздуха помещений и др. К настоящему времени разработан и используется широкий ассортимент сорбентов, пригодных для решения подобного рода задач. Тем не менее, для определенных групп веществ, как правило, низкомолекулярных кислородсодержащих — спиртов, карбонильных соединений, карбоновых кислот разработка оптимальных сорбентов остается еще актуальной. В особенности, это относится к тем случаям, когда речь идет о необходимости отбора и концентрирования проб из высоко увлажненных газов (воздуха). В этих условиях сорционная емкость известных сорбентов по отношению к целевым анализам существенно и непрогнозируемо снижается, что приводит к ухудшению характеристик применяемых методик измерений.

Существующие данные об использовании некоторых непористых солей щелочных и щелочноземельных металлов для газоадсорбционного разделения позволили автору работы сделать предположение об их

перспективности и как сорбентов для концентрирования. В целом, поиск новых материалов, пригодных для дальнейшего развития методов концентрирования полярных органических аналитов из воздуха, остается крайне важным для модернизации методического обеспечения экоаналитических измерений, что позволяет говорить об актуальности диссертационной работы Журавлевой Г.А.

Представленная на отзыв работа Журавлевой Г.А. состоит из введения, литературного обзора, описания материалов и методов, четырех глав с обсуждением результатов, выводов, списка цитируемой литературы (117 источников). Диссертация написана хорошим литературным языком, оформлена в соответствии с принятыми требованиями, литературный обзор дает представление о состоянии вопроса, связанного с основными свойствами и методическими особенностями определения используемых в работе модельных веществ. В соответствующих главах 2 и 3 достаточно подробно представлены материалы и методы, используемые при выполнении диссертационной работы, позволяющие говорить, что все исследования проводились на высоком техническом и инструментальном уровне. Диссертантом также выполнена статистическая обработка всех получаемых результатов. Таким образом, достоверность полученных и представленных в диссертации Журавлевой Г.А. экспериментальных данных не вызывает сомнений.

Научная новизна работы. Целью диссертационной работы Журавлевой Г.А. являлась разработка поверхностно-слоистых сорбентов, пригодных для газоадсорбционного концентрирования и разделения низкомолекулярных органических соединений. В первую очередь речь идет о низших спиртах и карбонильных соединениях. И если проблема их газохроматографического разделения в различных вариантах газовой хроматографии в основном решена, то вопросы концентрирования при измерении их содержания в

газовых средах требуют поиска оптимальных решений. Автором работы на основании проведенных исследований для целей концентрирования низкомолекулярных органических соединений предложено использовать сорбенты на основе сорбционно-активных неорганических солей. Установлены общие закономерности удерживания ряда органических соединений на поверхностно-слойных сорбентах с активной непористой солью как на гидрофильных, так и на гидрофобных носителях. Впервые установлено, что модификация микро- и мезопористых гидрофобных сорбентов неорганическими солями не влияет на их сорбционные характеристики по отношению к неполярным органическим соединениям, но одновременно с этим существенно увеличивает параметры удерживания для полярных веществ.

Практическая значимость результатов работы

Важнейшим практическим выходом представленной на защиту диссертации является разработка способа изготовления поверхностно-слойных сорбентов, содержащих неорганические соли. Разработанные сорбенты по своим сорбционным характеристикам для низкомолекулярных полярных органических веществ превосходят применяемые в настоящее время традиционные сорбенты. Продемонстрированы возможности разработанных сорбентов при концентрировании метанола, этанола, ацетона и родственных соединений из воздуха. Важным, с практической точки зрения, элементом работы является исследование возможных вариантов осушителей, пригодных для концентрирования низших спиртов и карбонильных соединений при отборе проб влажного воздуха. Эта проблема особенно актуальна, когда проводится отбор проб газовых выбросов при повышенных температурах и высокой влажности, например, выбросы предприятий целлюлозно-бумажной промышленности, предприятий по сжиганию иловых осадков и др.

Выполненные в рамках представленной работы исследования могут быть положены в основу методического обеспечения при контроле кислородсодержащих органических соединений в выбросах упомянутых выше предприятий. Также, на наш взгляд, при определенных методических доработках разработанные алгоритмы пробоотбора и анализа могут быть использованы в методическом обеспечении контроля как воздуха рабочей зоны, так и атмосферного воздуха в интересах надзорных служб Роспотребнадзора.

Замечания

- При обсуждении закономерностей удерживания сорбентами на основе непористых солей в табл.4.1 представлены данные о растворимости солей и удельных объемах удерживания на соответствующих сорбентах. При этом размерность объемов удерживания приведена в л/г, а растворимость в моль/л. Вероятно, более отчетливо эти закономерности были бы видны, если бы представленные характеристики были приведены к одной размерности.
- Из приведенных на рис. 4.1 — 4.4 кривых удерживания метанола и ацетона видно, что при концентрациях на уровне $0,05 \text{ мг/м}^3$, объемы до проскока на сорбенте с CoCl_2 составляют 0,7 и 0,2 л, соответственно. Это хорошо или плохо?
- В качестве объектов для экспериментов при исследовании вариантов осушения воздуха были выбраны исключительно соли. Поскольку в контексте выполняемой работы речь идет о концентрировании низкомолекулярных полярных органических соединений, остается неясным, почему в этот перечень не попали сорбенты на основе молекулярных сит. Тем более, в литературном обзоре они упомянуты как эффективные.
- В табл. 6.3 и 6.4 представлены сравнительные характеристики известных методик и методики разработанной диссертантом. Отмечено, что разработанная методика имеет существенно более низкие пределы

обнаружения. Зачем устремляться к снижению этой характеристики, если нормативы (ПДК) и так на порядок или два порядка выше?

Заключение

В целом, с точки зрения актуальности, научной новизны, практической значимости, объема проведенных исследований работа Журавлевой Г.А. удовлетворяет требованиям, предъявляемым к диссертациям на соискание ученой степени кандидата химических наук. Указанные выше замечания существенно не влияют на общее впечатление от представляемой к защите работы, которая является завершенным научным исследованием. Положения, выносимые на защиту, вполне обоснованы, а выводы, сделанные автором, убедительно подтверждены экспериментальным материалом. Автореферат в полной мере отражает содержание диссертации, основные результаты которой апробированы в виде сообщений на международных симпозиумах и конференциях и опубликованы в периодической печати (4 статьи в периодической печати — журналы из списка ВАК). Диссертационная работа Журавлевой Г.А. может рассматриваться как квалификационная работа и удовлетворяет критериям, предъявляемым к кандидатским диссертациям п.9 «Положения о порядке присуждения ученых степеней» Правительства РФ №842 от 24 сентября 2013г.", а ее автор заслуживает присуждения искомой ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 — «Аналитическая химия».

Зав. лаборатории ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»

доктор хим. наук, ст. научн. сотр.

28 августа 2014 г.

Подпись А.И.Крылова "ЗАВЕРЯЮ"

Зам. директора ФГУП

«ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»

