

официального оппонента на диссертационную работу **КУЗИВАНОВА Ивана Михайловича** по теме: «ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТИЛЗАМЕЩЕННЫХ ФЕНОЛОВ В ВОДНЫХ СРЕДАХ В ВИДЕ ИХ ЙОДПРОИЗВОДНЫХ», представленной на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности: 02.00.02 — аналитическая химия.

#### **Актуальность работы**

Анализ объектов окружающей среды практически всегда сопряжен с необходимостью измерения содержания микро концентраций аналитов. В связи с этим к используемым методам анализа предъявляются повышенные требования и в части предварительной пробоподготовки, включая стадии концентрирования, и в части последующего инструментального анализа, в первую очередь к селективности и чувствительности детектирования. Фенол и его производные относятся к категории приоритетных загрязнителей окружающей среды и подлежат обязательному контролю в различных объектах. Существующие разнообразные методы измерений ориентированы, как правило, на определение отдельных представителей группы фенолов, и не всегда удовлетворяют условиям требуемой чувствительности. Возможность создания унифицированных методик определения фенолов затрудняет то обстоятельство, что в ряду замещенных фенолов их физико-химические характеристики существенно отличаются.

Таким образом, предпринятая в настоящей работе попытка создания новых унифицированных способов определения фенолов для группы метилфенолов безусловно **заслуживает интереса и является актуальной**. Также следует отметить направленность работы на нужды сетевых лабораторий, располагающих, главным образом, сравнительно недорогим аналитическим оборудованием. В основу разрабатываемых подходов

положены методы газовой хроматографии широко используемые в современной экоаналитической практике.

Представленная на отзыв работа Кузиванова И.М. состоит из введения, литературного обзора, 4-х глав с результатами и их обсуждением, выводов, списка цитируемой литературы (131 источник) и 3-х приложений. Диссертация написана хорошим литературным языком, оформлена в соответствии с принятыми требованиями, литературный обзор дает представление о состоянии вопроса, связанного с физико-химическими свойствами фенолов, их токсичностью и источниками загрязнения окружающей среды фенолами. Достаточно подробно представлена информация по методам определения фенолов в водных средах, включая методы экстракции, дериватизации, хроматографического и других видов анализа. Методики проведения эксперимента, способы обработки результатов, методы расчета различных физико-химических показателей и т.п. представлены, я бы сказал, наилучшим образом. Используемое оборудование, материалы, средства проведения основных и вспомогательных экспериментальных работ соответствуют современному техническому уровню. Диссертантом также выполнена статистическая обработка всех получаемых результатов, оценены все составляющие погрешностей, метрологическая обработка результатов выполнена на хорошем профессиональном уровне. Все изложенное позволяет сделать однозначный вывод, что **достоверность полученных и представленных в диссертации экспериментальных и расчетных данных не вызывает никаких сомнений.**

**Научная новизна работы.** Целью диссертационной работы Кузиванова И.М. являлось разработка новых способов химической модификации, экстракционного концентрирования и газохроматографического определения метилфенолов в водных средах. Все поставленные для достижения указанной

цели задачи были успешно решены. Предложенный и разработанный подход, основанный на получении йодпроизводных фенолов, позволил не только обеспечить эффективное извлечение фенолов из водных сред, но и многократно увеличить чувствительность их определения за счет использования электронно-захватного детектора. Автором в полной мере охарактеризованы как сами метилированные йодфенолы, так и различные их производные по гидроксильной группе (индексы удерживания, масс-спектры электронной ионизации). Полученная информация представляет интерес не только в контексте разрабатываемых методик определения конкретных целевых соединений, но и может быть использована для идентификации неизвестных веществ при реализации процедур анализа пробы неизвестного состава. Рассчитанные коэффициенты распределения фенолов и йодпроизводных также могут быть использованы при разработке альтернативных специализированных методов анализа фенолов.

#### **Практическая значимость результатов работы**

Важнейшим практическим выходом представленной на защиту диссертации является разработка методики измерения массовой концентрации метилфенолов методом капиллярной газовой хроматографии. Разработанная методика применима к различным типам вод (включая снежный покров) прошла метрологическую аттестацию и, таким образом, может быть использована и для целей государственного контроля.

Выполненные в рамках представленной работы исследования могут быть положены в основу разработки методического обеспечения для контроля других групп ароматических соединений (например, анилина, толуидины, алкиланилины) в воде и стоках различных предприятий.

### Замечания и вопросы

- В литературном обзоре отмечено, что хромато-масс-спектрометрия не вполне подходящий метод для сетевых лабораторий (стоимость приборов и т.д.). Однако, никак не прокомментированы возможности ВЭЖХ. Известно, что простая отгонка с водяным паром оказывается достаточной для определения фенолов в воде на очень низком уровне концентраций при использовании ВЭЖХ с электрохимическим детектором.
- Уменьшение величины сигнала ДЭЗ, в сравнении с ожидаемым, при переходе от моноiod- к триiodпроизводным может быть обусловлено не столько реакцией детектора, сколько ухудшением хроматографических характеристик этих, существенно более тяжелых компонентов. Об этом может свидетельствовать и существенный рост чувствительности анализа при переходе к от фенолов к трифторацетатам.
- Вывод №8 на наш взгляд целесообразно было бы сформулировать корректнее. Вероятно, можно догадаться, что имелось ввиду, когда приводились погрешности измерений. Однако, фразу «Относительные погрешности измерений массовых концентраций фенолов составляют  $19 \pm 2\%$ » можно трактовать как погрешность погрешности.

Указанные выше замечания существенно не влияют на общее положительное впечатление от представляемой к защите работы. Необходимо отметить, что автор вполне квалифицированно владеет и основами органической химии, и аналитической химии (в частности хроматографии), и метрологическим обеспечением измерений. По каждому из перечисленных направлений в диссертации представлены вполне убедительные материалы, свидетельствующие о способности диссертанта к планированию, постановке эксперимента, правильному осмыслению

результатов и т.д. К каждой части работы можно применить термин «продумана и выполнена досконально».

### **Заключение**

В целом диссертационная работа Кузиванова И.М. является завершенным научным исследованием. Положения, выносимые на защиту, обоснованы, а выводы, сделанные автором, в целом 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-х статей в периодической печати и 1 изобретение). Диссертация Кузиванова И.М. может рассматриваться как квалификационная работа и, с точки зрения актуальности, научной новизны, практической значимости, объема проведенных исследований, полностью 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.

24 ноября 2014 г.

Подпись А.И.Крылова "ЗАВЕРЯЮ"

Зам. директора ФГУП

«ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»

