

ОТЗЫВ ОФИЦИАЛЬНОГО ОППОНЕНТА

на диссертационную работу Маховой Татьяны Михайловны

«Сорбционное концентрирование и определение некоторых фенолов с применением глауконита и синтетических нановолокон», представленную к защите на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности 1.4.2 Аналитическая химия

Широкое применение фенольных соединений в различных промышленных процессах является вызывает серьезные загрязнения водных объектов, в том числе природных и сточных вод. Опасность этих загрязнителей для здоровья человека связана разнообразными токсическими эффектами и плохой биоразлагаемостью. В связи с этим необходимым быстро и точно оценивать содержание фенолов в водных объектах. Аналитические системы, разрабатываемые для решения этой задачи, активно используют предварительное концентрирование, которое способствует достижению низких пределов количественного определения. Несмотря на существующее разнообразие сорбентов, как природных, так и синтетических, по-прежнему востребован поиск более экономичных и безопасных сорбционных материалов, адаптированных к свойствам целевых аналитов. В связи с этим несомненна **актуальность** диссертационной работы Т.М. Маховой, направленной на разработку и сравнение способов сорбционного концентрирования фенольных соединений природным сорбентом (глауконитом) и синтетическими нановолокнами. Выбор фенола, а также его нитро- и хлорзамещенных производных, в качестве изучаемых целевых аналитов вполне оправдан. Пригодность традиционных сорбентов (активированных углей, нановолокон и др.) для концентрирования данных соединений ограничена из-за сложности количественной десорбции и низких степеней извлечения. В данной ситуации разработка современных сорбентов с улучшенными характеристиками и создание на их основе новых подходов сорбционного концентрирования и цветометрического детектирования не только представляют научный интерес, но и востребованы с практической точки зрения. Диссертация Т.М. Маховой и ее публикации отражают успешное достижение поставленной цели и решение всех необходимых для этого задач.

Диссертационная работа Т.М. Маховой построена по традиционной схеме. Она состоит из введения, трех основных разделов (обзор литературы, экспериментальная часть, результаты и их обсуждение), выводов и списка литературы (97 ссылок). Работа изложена на 120 страницах машинописного текста, содержит 48 рисунков и 31 таблицу.

Во вводной части диссертации характеризуются основные тенденции в разработке твердофазных сорбентов для органических загрязнителей, обосновываются выбор цели и объекта исследования.

Обзор литературы состоит из двух подразделов. Наиболее подробно автор характеризует твёрдофазные сорбенты на основе нановолокон. Описаны особенности, преимущества и ограничения различных методов получения синтетических нановолокон. Диссертант подробно рассматривает различные подходы к использованию твердофазных сорбентов на основе нановолокон для извлечения и концентрирования органических аналитов. Представлены данные о результатах применения нановолоконных структур для сорбционного концентрирования органических соединений, полученных за последние 10 лет. Охарактеризованы существующие методы сорбционного концентрирования фенолов и проанализированы данные о новых разработках аналитических систем. Анализ литературы проведен Т.М. Маховой на высоком уровне и дает адекватное представление как об объектах исследования, так и о разнообразии подходов, реализуемых в тематической области проекта мировым научным сообществом. Наглядно систематизированы и детально проанализированы публикации последних лет, что позволяет аргументированно судить о динамике развития исследований.

В экспериментальной части диссертации представлены методики, оборудование и материалы, использованные при проведении работ. Т.М. Маховой освоены и успешно применены несколько методик спектрофотометрического определения нитрофенолов, фотометрическая и флуориметрическая методики определения фенола, а также методы сорбции фенолов в статических условиях. Данный ряд методов полностью соответствует поставленным задачам, и, кроме этого, позволяет провести комплексную характеристику полученных диссертантом сорбционных материалов на основе синтетических нановолокон. В целом раздел «Экспериментальная часть» отражает высокую квалификацию соискателя.

Раздел «Результаты и обсуждение» демонстрирует полноту и успешность проведенного исследования. Эксперименты для решения всех поставленных задач корректно спланированы и реализованы. Т.М. Маховой изучены закономерности и сорбции фенола, его нитро- и хлорзамещенных в статическом режиме, установлены оптимальные условия проведения этих процессов. На основании полученных экспериментальных данных рассчитаны основные количественные характеристики процессов сорбции: статические сорбционные емкости, степени извлечения, коэффициенты концентрирования и распределения. Успешно проведена дериватизация фенолов посредством реакций азосочетания с 4-нитрофенилдиазонием и окислительной конденсации с 4-

аминоантипирином. Методом бескапиллярного электроформования получены нановолокна на основе полиамида-6, полиакрилонитрила и полиуретана, с использованием которых разработаны новые подходы к сорбционному концентрированию фенолов. Т.М. Маховой впервые предложена модификация нитрофенолов наночастицами меди, обеспечивающая их эффективное концентрирование нановолокнами. Разработаны методики сорбционного концентрирования нановолокнами фенолов с последующим цветометрическим тест-определением на уровне ПДК.

Диссертационное исследование Т.М. Маховой соответствует уровню наиболее успешных современных аналитических разработок. Реализованная система, сочетающая сорбционное концентрирование фенолов новыми материалами на основе нановолокон и последующую быструю колориметрическую детекцию, является уникальным решением, конкурентные преимущества которого определяют **научно-практическую значимость** разработки. Диссертационная работа Т.М. Маховой – полностью **оригинальное** исследование, удовлетворяющее всем требованиям по новизне и значимости полученных результатов.

При ознакомлении с диссертацией возникли некоторые вопросы и замечания.

1. В диссертационной работе успешно реализован и подробно описан синтез наночастиц меди, а также приведены электронные микрофотографии глауконита (рис. 3.18) и нетканого материала на основе поливинилового спирта, содержащего наночастицы меди (рис. 3.19). Однако из текста работы неясно, каким образом проводилось внедрение наночастиц меди в матрицу исследуемых сорбентов. Сравнивались ли различные методы внедрения? Оценивалось ли распределение наночастиц меди в матриксе сорбентов?
2. При описании получения наночастиц меди приведены спектры поглощения как реакционной системы в процессе синтеза (рис. 3.17), так и полученного продукта (рис. 3.20). Чем можно объяснить высокий фон на спектре поглощения синтезированных наночастиц меди (рис. 3.20)?
3. Рассматривая направленную модификацию нитрофенолов наночастицами меди, диссертант исследовав влияние 4-х концентраций ионов меди (стр. 71, рис. 3.22), рекомендует для восстановления 2-нитрофенола наименьшую из охарактеризованных концентраций ($2 \cdot 10^{-7}$ М) как оптимальную. Однако в диссертации отсутствует полное обоснование выбора оптимума. Изучался ли процесс восстановления при более низких концентрациях ионов меди?

4. При описании влияния концентрации NaOH на десорбцию магнезона I (стр. 92-93, таблица 4.8) приведены изображения и окраска нетканых материалов. Однако остается неясной обратная зависимость интенсивности окраски материала от концентрации магнезона I в четвертом цикле, отличающая его от других циклов.

5. При рассмотрении экспериментов со смесью фенола и 2-нитрофенола (стр. 106, таблица 5.10) диссертант утверждает о возможности селективно определять содержание фенола. При каких концентрациях фенола и 2-нитрофенола это возможно? Чем обоснован выбор именно этих двух соединений? Исследовалась ли селективность по отношению к другим производным фенола?


Вышеизложенные соображения носят частный и дискуссионный характер, не влияют на обоснованность положений, выносимых на защиту, и не снижают общую положительную оценку диссертационной работы.

Содержание работы в полной мере соответствует специальности 1.4.2. Аналитическая химия. Результаты диссертационного исследования представлены научному сообществу на 10 российских и международных конференциях. Основные положения и выводы работы опубликованы в четырех статьях в журналах, рекомендованных ВАК РФ, – «Бутлеровские сообщения» (2 статьи), «Известия Саратовского университета. Новая серия. Серия Химия. Биология» и «Сорбционные и хроматографические процессы». Содержание автореферата соответствует основным идеям и выводам диссертационной работы, полно и адекватно отражает результаты исследования.

Диссертационная работа Маховой Татьяны Михайловны «Сорбционное концентрирование и определение некоторых фенолов с применением глауконита и синтетических нановолокон» является законченной работой высокого теоретического и экспериментального уровня, в полной степени удовлетворяющей требованиям к кандидатским диссертациям по актуальности поставленной проблемы, полноте и качеству ее решения, научной новизне, достоверности и практической значимости полученных результатов. Диссертационная работа имеет существенное значение для развития новых методов сорбционного концентрирования фенольных соединений, соответствует паспорту научной специальности 1.4.2. Аналитическая химия (химические науки), а также удовлетворяет предъявленным к кандидатским диссертациям требованиям пп. 9-11,13,14 «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденного постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 г. № 842 (в действующей

редакции), а ее автор, Махова Татьяна Михайловна, заслуживает присуждения искомой степени кандидата химических наук по специальности 1.4.2 – Аналитическая химия.

Научный сотрудник лаборатории иммунобиохимии
ФГУ «Федеральный исследовательский центр
«Фундаментальные основы биотехнологии» Российской академии наук»,
кандидат химических наук (специальность 02.00.02 - аналитическая химия)


(Надежда Сергеевна Комова)
«21» 11 2022 г.

Федеральное государственное учреждение «Федеральный исследовательский центр
«Фундаментальные основы биотехнологии» Российской академии наук» (ФИЦ
Биотехнологии РАН), лаборатория иммунобиохимии.

Почтовый адрес: Ленинский проспект, д. 33, стр. 2, 119071, Москва, Россия.

ФИЦ Биотехнологии РАН.

Телефон: (495)954-28-04.

Адрес электронной почты: nad4883@yandex.ru

