

«Утверждаю»

Проректор Федерального государственного
бюджетного образовательного учреждения
высшего образования «Московский государственный
университет имени М.В.Ломоносова»



Андрей Анатольевич Федянин

«14» ноября 2022 г.

Отзыв

ведущей организации ФГБОУ ВО «Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова» на диссертационную работу Маховой Татьяны Михайловны на тему «Сорбционное концентрирование и определение некоторых фенолов с применением глауконита и синтетических нановолокон», представленную на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности: 1.4.2. Аналитическая химия

Актуальность темы диссертационной работы. Вследствие высокой токсичности фенол и его хлор- и нитропроизводные относят к группе приоритетных загрязнителей окружающей среды, содержание которых в водах различных типов регламентировано предельно-допустимыми концентрациями (ПДК). Низкие значения ПДК фенолов, необходимость постоянного контроля их содержания в различных объектах предъявляют повышенные требования к методикам определения этих соединений. Как правило, фенолы определяют после предварительного концентрирования, которое все чаще осуществляют методом твердофазной экстракции. Несмотря на интенсивные исследования в этой области, по-прежнему актуальными остаются вопросы поиска и выбора новых сорбционных систем для количественного выделения и концентрирования фенолов, отыскание новых способов сочетания сорбционного концентрирования и определения. Наряду с современными методами определения фенолов, главным образом хроматографическими, возрастает интерес к простым и недорогим методам концентрирования рассматриваемых соединений в сочетании с чувствительными и доступными методами их определения. Актуальной остается разработка тест-методов определения фенолов, позволяющих при благоприятных условиях осуществлять скрининг этих соединений в водах и тем

самым уменьшать объем рутинных анализов. В связи с вышесказанным вполне современной является проработанная в диссертационной работе Т.М. Маховой идея о возможности применения для сорбционного концентрирования и последующего тест-определения некоторых фенолов и их 4-нитрофенилазопроизводных экологически безопасного и широко распространенного глинистого минерала глауконита и синтетических нановолокон. Изучение сорбции фенолов и их 4-нитрофенилазопроизводных на названных сорбентах, применение таких сорбентов для сорбционного концентрирования и последующего спектрофотометрического и цветометрического определения указанных токсикантов в водных объектах определяют актуальность и научно-практическую значимость диссертационной работы Т.М. Маховой.

Научная новизна представленной работы определяется тем, что в ней впервые изучены особенности сорбции фенола и некоторых его нитро- и хлорзамещенных на глауконите и синтезированных автором нановолокнах на основе полиамида-6, полиакрилонитрила и полиуретана, найдены способы повышения эффективности сорбционного концентрирования на этих сорбентах, основанные на предварительной дериватизации аналитов по реакциям азосочетания с 4-нитрофенилдиазонием и окислительной конденсации с 4-аминоантипирином. Показано, что наночастицы меди можно использовать в качестве катализатора в реакции восстановления нитрофенолов до аминифенолов боргидридом натрия. Реализовано сочетание сорбционного концентрирования исследованных фенолов нановолокнами с их последующим тест-определением в матрице сорбента с применением колориметрии окрашенных зон сорбентов и математической обработки данных.

Практическая значимость работы определяется тем, что в ней продемонстрирована возможность и разработаны методики отдельного или суммарного спектрофотометрического и колориметрического определения фенолов с предварительным концентрированием их дериватизатов на глауконите и синтетических нановолокнах на уровне ПДК и ниже.

Объем и структура диссертационной работы. Диссертационная работа изложена на 120 страницах текста, содержит 49 рисунков и 32 таблицы и состоит из введения, 5 глав, включая обзор литературы, экспериментальную часть и 3 главы, где излагаются и обсуждаются основные полученные в работе результаты, а также заключения и списка литературы (97 наименований). Приведенные в работе сведения позволяют детально воспроизвести полученные результаты. Сами результаты грамотно и полно обсуждены с привлечением специальных знаний из области аналитической химии и других областей химии.

Достоверность результатов диссертации подтверждена применением современных методов исследования (электронная микроскопия, спектрофотометрия, ИК-спектроскопия, цветометрия), приведенным большим набором статистических экспериментальных данных, а также согласованностью полученных результатов между собой и с литературными данными.

Представленные в диссертационной работе результаты исследований прошли широкую апробацию на профильных конференциях Всероссийского и международного уровня. Основные результаты диссертационного исследования изложены в 4 публикациях в журналах, рекомендуемых ВАК, и 10 тезисах докладов.

Вместе с тем, к работе имеются следующие **замечания**:

1. На наш взгляд, ссылки на цитируемую литературу должны присутствовать не только в таблицах, но и в тексте. Между тем, в тексте обзора литературы (например, стр. 29 – 34) вместо ссылок на цитируемую литературу даются ссылки на номера строк из табл. 1.2 и 1.3. Чтобы ознакомиться с соответствующим первоисточником, необходимо вернуться к таблице, найти там по номеру строки соответствующий номер ссылок и только после этого обратиться к списку литературы, что, на наш взгляд, нерационально. Более того, по-видимому, такой вариант представления ссылок привел к отдельным ошибкам в цитировании. Так, например, при обсуждении в тексте извлечения азосоединений, отсылка на статью «*Qi F. и др. ... (табл. 1.2, №21)*» в итоге приводит к статье [28] Bagheri H. и др., вместо которой должна была бы фигурировать работа [32].

2. Автор называет изотермами сорбции зависимости сорбционной емкости от исходной концентрации фенолов или их 4-азопроизводных (раздел 4.3.3, рис. 3.9 диссертации). Строго говоря, изотермами называют зависимости адсорбционной емкости от равновесной, а не от исходной концентрации.

3. Непонятно, почему раздел 3.4, в котором описано восстановление нитрофенолов до аминофенолов боргидридом натрия в присутствии катализатора – наночастиц меди и последующее азосочетание аминофенолов с 4-нитрофенилдиазонием, назван «*Направленная модификация наночастицами меди нитрофенолов*».

4. На рис. 3.28 приведена зависимость степени извлечения 4-нитрофенилазофенола на глауконите от pH исходных растворов. Между тем такая зависимость слабо отражает реальную картину, так как после контакта глауконита с водными растворами pH водной вытяжки равен ~ 8 (с. 55), что может оказывать большое влияние на равновесные значения pH.

5. Ряд вопросов требует своего пояснения по материалу, представленному в главе 4 «*Сорбционное концентрирование фенолов неткаными материалами*».

Хотелось бы узнать, насколько воспроизводимы сорбционные свойства синтезированных автором наноматериалов от партии к партии? Насколько оправдано применение кислотно-основного индикатора магнезона I в качестве модельного соединения при изучении десорбции 4-нитрофенилазосоединений с поверхности нетканых материалов – что помешало изучить десорбцию на примере сорбированных 4-нитрофенилазосоединений?

6. В тексте диссертации встречаются неудачные предложения и опечатки. В качестве примера можно привести название табл. 1.2 и 1.3, в которых представлены не только «Некоторые физико-химические характеристики, способы и условия получения и модификации НВ-сорбентов» но и сведения об их сорбционных свойствах по отношению к фенолам и другим органическим соединениям, что необходимо было отразить в названии. Требуется пояснения фраза «Однако существуют некоторые ограничения применения этого сорбента, связанные с тем, что при повторном проведении реакции азосочетания фенолов с 4-нитрофенилдиазонием результаты воспроизводятся с погрешностями порядка 15 % и более.» (с. 11. автореферата). Что означает «Повторное проведение реакции азосочетания фенолов с 4-нитрофенилдиазонием»?

Следует при этом подчеркнуть, что сделанные замечания не влияют на общую положительную оценку диссертационной работы Т.М. Маховой и не снижают ее научной и прикладной значимости. Результаты диссертационного исследования представляют интерес для специалистов, выполняющих исследования в области аналитической химии и занимающихся проблемами экологического мониторинга объектов окружающей среды, а также могут быть рекомендованы для проведения научных исследований в Московском государственном университете имени М.В. Ломоносова (г. Москва), Санкт-Петербургском государственном университете (г. Санкт-Петербург), Казанском государственном университете (г. Казань), Саратовском государственном университете им. Н.Г. Чернышевского (г. Саратов), Воронежском государственном университете (г. Воронеж), Самарском государственном университете и Самарском государственном техническом университете (г. Самара), ГЕОХИ имени В.И. Вернадского РАН и др., а также в учебных курсах по аналитической химии, методам разделения и концентрирования, гибридным методам анализа. Таким образом, диссертационная работа Маховой Татьяны Михайловны является законченной научно-квалификационной работой, в которой содержится решение научной задачи, имеющей значение для развития аналитической химии. Диссертация соответствует требованиям п. 9-11, 13, 14 «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденного Постановлением Правительства РФ от 24 сентября 2013 г. № 842 (с изменениями, внесенными

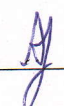
Постановлением Правительства РФ от 21 апреля 2016 г. № 335), предъявляемым к диссертациям на соискание ученой степени кандидата наук, а ее автор, Махова Татьяна Михайловна, заслуживает присуждения ученой степени кандидата химических наук по специальности 1.4.2 Аналитическая химия.

Отзыв подготовили:

профессор кафедры аналитической химии
химического факультета МГУ имени М.В. Ломоносова,
доктор химических наук (специальность 02.00.02 – аналитическая химия)

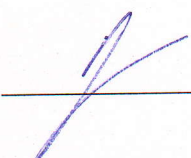
 (Станислава Григорьевна Дмитриенко)

главный научный сотрудник кафедры аналитической химии
химического факультета МГУ имени М.В. Ломоносова,
доктор химических наук (специальность 02.00.02 – аналитическая химия)

 (Владимир Владимирович Апяри)

Отзыв заслушан и утвержден на заседании кафедры аналитической химии химического факультета Московского государственного университета имени М.В. Ломоносова, протокол заседания № 16 от 19 октября 2022 г.

Заведующий кафедрой аналитической химии
химического факультета
МГУ имени М.В. Ломоносова,
д.х.н., проф.

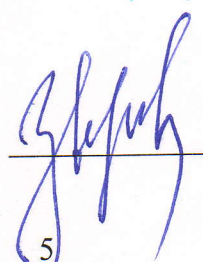
 (Михаил Алексеевич Проскурнин)

Почтовый адрес: 119991 Москва, Ленинские горы, д.1, стр.3, Химический факультет МГУ имени М.В. Ломоносова, каф. аналитической химии

Телефон: (495)939-46-08

Электронная почта: dmitrienko@analyt.chem.msu.ru, apyari@mail.ru

Зам. декана химического факультета
МГУ имени М.В. Ломоносова
по научной работе
д.х.н., проф.

 (Мария Эмильевна Зверева)