

Отзыв на автореферат диссертации Марковой Екатерины Сергеевны на тему
«ПАССИВНАЯ СОРБЦИЯ ЛЕГКОЛЕТУЧИХ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ
НА НОВЫХ УГЛЕРОДСОДЕРЖАЩИХ МАТЕРИАЛАХ
И ИХ ПОСЛЕДУЮЩАЯ ИДЕНТИФИКАЦИЯ
МЕТОДОМ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ С ТЕРМОДЕСОРБЦИЕЙ»,
представленной на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности
1.4.2 – Аналитическая химия (химические науки)

В настоящее время **актуален** поиск альтернативных материалов для пассивной сорбции легколетучих веществ, в частности, при решении задач геологии и разработки способа идентификации нефтяных маркеров в почвенном воздухе. Преобладающее число работ по пассивной сорбции углеводородов при оценке нефтегазоносности территории основано на использовании полимера Tenax-TA. Однако, существуют ограничения по использованию данного сорбента для решения поставленной задачи. Кроме того, Tenax-TA производится не в РФ, нет возможности влиять на его структуру в процессе синтеза для получения оптимального сорбента для площадной геохимической съемки, есть зависимость от сроков поставки полимера, его стоимость достаточно высока. В связи с этим особый интерес представляют монолитные сорбенты на основе вспененного графита и карбида кремния. Эти материалы никогда ранее не применяли для решения задач аналитической химии или нефтепоисковой геохимии.

В качестве метода анализа целесообразно использовать газовую хроматографию (ГХ). Применение термодесорбционного (ТД) способа ввода пробы позволяет сконцентрировать аналиты, избежать наложения пиков некоторых матричных компонентов, а иногда даже ускорить пробоподготовку. Такой вариант не требует применения токсичных веществ, является экологичным и безопасным для оператора.

Научная новизна состоит в том, что в данной работе материалы на основе вспененного графита, резорцина, а также SiC-БНК-композиты предложены и исследованы для обнаружения легколетучих органических соединений (ЛОС) в воздухе. Определены ТД и ГХ условия определения *n*-алканов, аренов и циклоалканов на поверхностях предложенных сорбентов, при которых достигается наибольшая интенсивность пиков. Продемонстрирована сходимость получаемых результатов на сорбентах из вспененного графита, композита из SiC (марки М4) и бутадиен-нитрильного каучука (БНК). Установлена степень десорбции соединений с поверхностей материалов за 1 анализ: 87–100% для Tenax-TA, 92–96% для SiC-БНК-композита и 64–69% для монолита из вспененного графита. Показана возможность применения монолитов не только для обнаружения *n*-алканов в различных объектах, но и для их количественного определения. Указана минимальная необходимая длительность пассивного пробоотбора: 1–2 дня для Tenax-TA, 2 дня для SiC-БНК-композита и 3–4 дня для монолита из вспененного графита. На нескольких реальных объектах показаны преимущества новых углеродсодержащих материалов для решения задач нефтепоисковой геохимии по сравнению с порошком Tenax-TA. Показано отсутствие значимых различий между Tenax-TA и SiC-БНК-композитом в диапазоне идентифицированных в почвенном воздухе УВ, сходимости пиков, полноте десорбции УВ за один анализ, скорости сорбции при комнатной температуре. Продемонстрирована возможность повторного применения предложенных сорбентов (до 10 раз).

Практическая значимость состоит в предложении альтернативных импортному сорбенту Tenax-TA сорбционных материалов для обнаружения нефтяных маркеров в почвенном воздухе.

Изучены монолиты из вспененного графита и резорцина и композиционные материалы из бутадиен-нитрильного каучука и карбида кремния (марок М4 и М40).

Подобраны условия термической обработки сорбентов перед проведением анализа с целью удаления с их поверхности различных примесей – температура отжига, при которой не разрушается материал (250°C для Тенак, 300°C для SiC-БНК-композитов и 400°C для монолитов из вспененного графита и резорцина), а также длительность процедуры (4 часа).

Разработан способ транспортировки материалов, а также их хранения. Предложено применение стеклянных емкостей для защиты сорбентов от загрязнений. Показана невозможность использования полипропиленовых и полистирольных пробирок из-за сорбции фталатов, тетрагидрофурана и фенола.

Продемонстрированы результаты пассивной сорбции углеводородов из сырой нефти Уренгойского месторождения, а также из 2-х образцов почвенного воздуха (в Оренбурге и Барнауле).

Степень достоверности проведенных исследований обеспечивалась применением современного хроматографического и спектрального оборудования. На момент проведения измерений все используемое оборудование имело актуальное свидетельство о периодической проверке.

По результатам проведенного исследования **опубликовано** 9 печатных работ: 4 статьи и 5 тезисов докладов, из них 4 статьи в рецензируемых научных журналах, индексируемых в базах данных Web of Science, Scopus и рекомендованных для публикации результатов диссертационных работ.

Структура и объем работы традиционны. Диссертация состоит из введения, 4 глав, заключения, выводов и списка цитируемой литературы (131 наименование). Работа изложена на 134 страницах машинописного текста и содержит 62 рисунка и 34 таблицы.

Наряду с очевидными достоинствами работы, имеют место некоторые неточности.

1. На странице 3, в пункте 2 раздела «Положения, выносимые на защиту» написано «монолит из графена», хотя, вероятно, автор имел в виду «монолит из вспененного графита».
2. При обсуждении рисунка 1 (страница 7) имеет место несогласованность описания состава модельной смеси нефтяных маркеров: на рисунке 1 указан маркер аббревиатурой «МАУ», однако ни в тексте, ни в подписи под рисунком данный маркер не приводится и не расшифровывается его название.
3. На странице 10 автор описывает этап исследования материала тары, используемой для транспортировки образцов анализируемого сорбента, называя данный этап оптимизацией, хотя более корректно было бы характеризовать этот этап как выбор материала тары.

Сделанные замечания не снижают общей, безусловно, положительной оценки диссертационного исследования. Рассмотренная диссертационная работа актуальна, общие выводы логично вытекают из содержания работы, являются научно обоснованными, достоверными и объективно отражают научную новизну диссертации.

На основании вышеизложенного считаю, что работа Марковой Е. С. по объему материала, актуальности, научной новизне и практической значимости полностью соответствует всем требованиям «Положения о присуждении ученых степеней в Московском государственном университете имени М. В. Ломоносова», предъявляемым к кандидатским диссертациям.

Ее автор - Маркова Екатерина Сергеевна - заслуживает присуждения ученой степени кандидата химических наук по специальности 1.4.2 – Аналитическая химия.

Филичкина Вера Александровна

119049, Москва, Ленинский проспект, д. 4, стр. 1

+7 916 905 70 23.

Filichkina.va@misis.ru

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС»
Заведующий кафедрой


06.03.2023 г.



Подпись Филичкиной В.А.
Завещаю
Зам. начальника Кузнецова А.Е.
отдела кадров
« 06 » 03 2023 г.