

Отзыв

об автореферате диссертации Марковой Екатерины Сергеевны

«Пассивная сорбция летучих 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 посвящено использованию полимера Тенах-ГА. Однако, данный сорбент не универсален и не разрабатывался специально для решения такой геологической и химико-аналитической задачи. Кроме того, Тенах-ГА 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 сорбентов целесообразно использовать газовую хроматографию (ГХ), поскольку определяют летучие вещества. Применение термодесорбционного (ТД) способа ввода пробы позволяет сконцентрировать аналиты, избежать наложения пиков некоторых матричных компонентов, а иногда даже ускорить пробоподготовку. Такой вариант экологичнее и безопаснее для человека, проводящего анализ, так как не требуется применение токсичных веществ.

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 веществ (ЛОС) в воздухе. Оптимизированы 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 бутadiен-нитрильного каучука (БНК). Установлена степень десорбции соединений с поверхностей материалов за 1 анализ: 87–100% для Тенах-ГА, 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 Тенах-ГА, 2 дня для SiC-БНК-композита и 3–4 для монолита из вспененного графита. На нескольких реальных объектах показаны преимущества новых углеродсодержащих материалов для решения задач нефтепоисковой геохимии по сравнению с порошком Тенах-ГА. Показано отсутствие значимых различий между Тенах-ГА 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 Тенах-ГА сорбционных материалов для обнаружения нефтяных маркеров в почвенном воздухе. Изучены монолиты из вспененного графита и резорцина и композиционные материалы из бутadiен-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 Тенах, 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 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 работы, 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. Работа изложена на 134 страницах машинописного текста и содержит 62 рисунка и 34 таблицы. Список цитируемой литературы содержит 131 наименование.

Автореферат оставляет хорошее впечатление благодаря четкому и ясному изложению основных положений диссертации, хорошим оформлением, логичным построением и внутренней непротиворечивостью полученных результатов и выводов. Вместе с тем, по автореферату имеется **несколько вопросов**: 1) какой механизм сорбции реализуется на композитном адсорбенте SiC(M4)-БНК? Как объяснить его относительно большую ёмкость по декану в сравнении с данными для адсорбента Терах-ТА, который имеет в 17 раз большую величину удельной поверхности (табл.4, 16 стр. автореф.)? Как влияет закрытая пористость SiC(M4)-БНК (или речь идёт о пористости чистого SiC?) на его сорбционную ёмкость? Обнаружены ли какие-либо селективные свойства поверхности изученного композита SiC(M4)-БНК в отношении молекул различной геометрии и функциональности?

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.

Профессор кафедры аналитической и физической химии ФГБОУ ВО «Самарский государственный технический университет», доктор химических наук (специальности 02.00.04 – физическая химия, и 02.00.02 – аналитическая химия), член НСАХ РАН 443100, г. Самара, ул. Молодогвардейская, 244, Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Самарский государственный технический университет»; snvashkin@mail.ru; тел. (846) 3322251

Подпись

удостоверяю, начальник управления

по персоналу и делопроизводству ФГБОУ ВО «Сам

Лисин С.Л.



Яшкин Сергей Николаевич
1 марта 2023 г.