

ОТЗЫВ

на автореферат диссертационной работы
Статкуса Михаила Александровича на тему
«НОВЫЕ СПОСОБЫ ДИНАМИЧЕСКОГО СОРБЦИОННОГО КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ
Веществ в ГИБРИДНЫХ И КОМБИНИРОВАННЫХ МЕТОДАХ ХИМИЧЕСКОГО
АНАЛИЗА», представленной на соискание ученой степени доктора химических наук по
специальности 1.4.2 – Аналитическая химия.

Говоря в широком плане, диссертационное исследование Статкуса М.И. выполнено в области инструментального анализа сложных многокомпонентных смесей с малым содержанием целевых компонентов. Как справедливо указывает автор, из-за недостаточной чувствительности, а иногда – и селективности прямых инструментальных методов токсичные вещества во многих важнейших объектах непосредственно с помощью этих методов часто определены быть не могут. Для решения таких задач необходимо использовать концентрирование на сорбентах с последующим извлечением целевых веществ. Объекты исследования - многокомпонентные сложные смеси чрезвычайно многообразны, а требования к определению в их составе токсичных веществ становятся все более жесткими как в отношении списка веществ, так и пределов их обнаружения. Поэтому решаемая в диссертационной работе проблема, которую можно сформулировать как разработку эффективных сорбционных методов, обеспечивающих быстрое, высокочувствительное селективное или групповое извлечение аналитов различной природы с последующим их инструментальным определением, представляется весьма актуальной. Автор аргументированно полагает, что наиболее технологичен динамический вариант сорбционного метода, устраняющий необходимость разделения фаз после концентрирования и открывающий возможность автоматизации всего цикла определения веществ в растворах, включая стадию пробоподготовки.

Цель работы сформулирована как разработка комплекса высокочувствительных гибридных и комбинированных методов определения органических и неорганических компонентов растворов, основанных на использовании специфики динамического сорбционного концентрирования

Сильное впечатление производит объем и многообразие объектов исследования. Автором разработаны методы группового определения тяжелых металлов в водах различных типов, следовых количеств редкоземельных элементов в морской воде, полициклических ароматических углеводородов, фенолов, фталатов и фосфорсодержащих органических веществ в водах и пищевых продуктах.

При обсуждении **научной новизны** хотелось бы отметить следующее. Как вытекает из текста автореферата, результаты многолетних исследований привели автора к формированию собственного подхода к решаемой проблеме, который заключается в том, что в основу разработки эффективных приемов концентрирования и разделения веществ, а также высокочувствительных гибридных и комбинированных методов химического анализа должна быть положена нестационарная природа динамического варианта

сорбционного концентрирования. Этому подходу автор придерживается на всех этапах своей работы, при создании методов определения всех веществ.

В диссертационной работе найдены условия группового извлечения тяжелых металлов (As (III), Bi, Co(II), Cu, Fe(III), Ni, Pb, Se(IV), V(V) и Zn на целлюлозных и обработанных парафином целлюлозных фильтрах в виде комплексов с пирролидиндителиокарбаминатом (ПДТК), полученных в потоке. Исследован механизм извлечения таких комплексов.

Для концентрирования редкоземельных элементов из растворов предложены новые сорбенты на основе малополярных матриц (гексадецилсиликагеля, сверхсшитого полистирола, поливинилиденфторида Ф2М, активного угля, непористого графитированного углеродного сорбента ENVI-Carb) с нековалентно иммобилизованными β -дикетонами. Установлено, что сорбенты, модифицированные извлечением реагента из водной среды, более устойчивы в динамических условиях и извлекают редкоземельные элементы существенно лучше, чем сорбенты, полученные импрегнированием. Интересным и обоснованным представляется приведенное автором объяснение этого явления. Согласно результатам исследования поверхностей сорбентов методом ИК спектроскопии с нарушенным полным внутренним отражением в случае сорбции реагента из раствора его молекулы проникают глубоко в поры сорбента и не вымываются растворителем, в то время как при так называемом импрегнировании реагент оседает на поверхности сорбента. При этом его поверхность, взаимодействующая с аналитом, значительно меньше и он может смываться растворителем.

Для концентрирования гидрофобных органических веществ в проточных системах анализа впервые были использованы фторопластовые сорбенты, в частности фторопластовые капилляры, которые показали высокую эффективность

Показано, что динамические условия проведения сорбции открывают возможности для использования субкритической воды в гибридных сорбционно-хроматографических схемах анализа растворов. Установлено, что субкритическая вода обеспечивает эффективную десорбцию аналитов после сорбционного концентрирования. Найдены условия количественного извлечения и десорбции субкритической водой некоторых фенолов а также фталатов.

Оригинальный градиентный режим элюирования предложен для увеличения удерживания полярных фосфорсодержащих веществ (алкилфосфоновых и О-алкилалкилфосфоновых кислот и др.) на сорбента Нуресcarb при использовании растворов муравьиной кислоты в качестве подвижной фазы.

Практическая значимость работы, на наш взгляд заключается в существенном расширении возможностей качественного и количественного химического анализа сложных многокомпонентных смесей с малым содержанием целевых веществ благодаря использованию разработанных автором новых способов динамического сорбционного концентрирования веществ и последующего их определения инструментальными методами.

Здесь можно отметить, что прямое ВЭЖХ-МС определение алкилфосфоновых, кислот и некоторых фосфорсодержащих пестицидов, имеет пределы обнаружения 3–30

нг/мл, а чувствительность разработанного автором сорбционно-ВЭЖХ-МС способа определения тех же аналитов выше на порядок и более (пределы обнаружения 0,04–0,29 нг/мл).

Важно также подчеркнуть, что большинство представленных в диссертации разработок в той или иной степени могут быть использованы не только для совершенствования способов и приемов химического анализа, но и при разработке новых технологических процессов. Например, эффективное извлечение компонентов в виде неравновесных форм может быть использовано для сорбционной очистки вод от радионуклидов, образующих трудно извлекаемые инертные и полимерные формы в равновесных условиях.

Положения, выносимые нам защиту, судя по материалам автореферата, являются обоснованными и отражают основные моменты диссертации.

Достоверность полученных в ходе исследования результатов обеспечивается достаточным количеством экспериментальных наблюдений, проведенных современными методами исследования. Обработка и статистический анализ данных, а также интерпретация полученных результатов проведены с использованием современного программного обеспечения.

Работа прошла широкую **апробацию**. Основные результаты работы были представлены на многочисленных международных и российских конференциях. По материалам диссертации опубликовано 37 печатных работ, в том числе 30 статей в рецензируемых научных изданиях, индексируемых международными базами данных (Web of Science, Scopus, RSCI) и рекомендованных в диссертационном совете МГУ по специальности 1.4.2 – «Аналитическая химия». Также опубликована монография, получено 2 патента РФ на изобретение.

Автореферат написан хорошим языком и в целом легко воспринимается.

По материалам автореферата можно сделать несколько замечаний.

В пункте «Практическая значимость» автор кратко описывает разработанные им способы и указывает достигнутые им пределы обнаружения анализируемых веществ. К сожалению, эти результаты не сравниваются с результатами других авторов. По этой причине читатель не получает полного представления о том, какой прогресс достигнут автором в исследуемой области.

В пункте «Научная новизна» автор пишет, что показана возможность использования модели Абрахама для расчета времен удерживания веществ в системе «пористый графитированный углерод – субкритическая вода», однако в автореферате (глава 4), каких-либо сведений о точности прогнозирования времен удерживания не содержится.

Автор несколько злоупотребляет сокращениями, что заметно затрудняет чтение материала.

Вышеперечисленные замечания не ставят под сомнение полученные автором научные результаты, теоретические выводы и практические рекомендации. Диссертация Статкуса М.А. является завершённым исследованием, выполненным на высоком научном уровне.

Диссертационная работа по своему содержанию, актуальности, научной новизне и практической значимости полученных в ней результатов соответствует требованиям пункта 2.1-2.5 «Положения о присуждении ученых степеней в Московском государственном университете имени М.В. Ломоносова», предъявляемым к докторским диссертациям, а ее автор Статкус Михаил Александрович заслуживает присуждения ученой степени доктора химических наук по специальности – 1.4.2 – Аналитическая химия.

Профессор кафедры отравляющих веществ иностранных армий и токсикологии, доктор химических наук, профессор

 Морозик Юрий Иванович

156011, г. Кострома, ул. Магистральная, д.41а, кв.85

Телефон +79159136295

Адрес электронной почты: morozik_y@mail.ru

Подпись Морозика Ю.И. «удостоверяю»

Начальник отдела кадров



Изотенков Алексей Александрович

Федеральное государственное казённое военное образовательное учреждение высшего образования (ФГКВОУ ВО) «Военная академия радиационной, химической и биологической защиты имени Маршала Советского Союза С.К.Тимошенко» (г. Кострома) Министерства обороны Российской Федерации. 156013, г. Кострома, ул. Горького, д.16.

«31» октября 2022 г.