

ОТЗЫВ

официального оппонента,
доктора химических наук Проскурнина Михаила Алексеевича,
профессора ФГБОУ ВО «Московский государственный университет имени
М.В.Ломоносова» на диссертационную работу
Роговой Ирины Валерьевны на тему
«МЕМБРАННО-ОКСИТЕРМОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ИССЛЕДОВАНИЯ
РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ОРГАНИЧЕСКОГО ВЕЩЕСТВА ПРИРОДНЫХ ВОД
ПО ФРАКЦИЯМ»,
представленной на соискание ученой степени кандидата химических наук
по специальности 02.00.02 - аналитическая химия

Определение органического вещества в объектах окружающей среды и в производстве в биологических образцах является важной и актуальной задачей аналитической химии. Традиционно определение органических веществ основывается на хорошо развитых спектральных и других инструментальных методах разделения и определения вещества. К ним относятся методы хроматографии, хромато-масс-спектрометрии, ИК-спектроскопии, люминесцентной спектроскопии и ряд других. Как правило, эти методы дороги, трудоемки, требуют сравнительно больших временных затрат и реагентов.

Однако существует значительное число аналитических задач, в которых необходимо определять не количественный состав исследуемого объекта, а обобщенные характеристики исследуемого объекта или наличие определенных групповых свойств (функциональных групп). Наиболее часто это требуется при исследовании сложных природных объектов (вода, почва — химическое потребление кислорода (ХПК), общий органический углерод и ряд других). Подобные обобщенные показатели, как правило, очень важны и востребованы, так как они определяют принципиальные свойства объекта, его качество, и на их основе принимается решение о ситуации, очистке, ценности, опасности объекта и т.д. В результате, разработка новых подходов определения обобщенных показателей является актуальной задачей аналитической химии.

Актуальным также является определение фракционного состава органических веществ, присутствующих в природных водах. Это принципиально новый уровень информации, который позволяет исследовать миграционные процессы переноса вещества в природных экосистемах.

Цель диссертационной работы И.В. Роговой, состоящая в разработке методов анализа органического вещества в воде по обобщенным показателям и оценка их фракционного состава, **обоснованна и актуальна**. Исследования выбранных систем характеризуются подробным и тщательным описанием и исполнением, и в **достоверности** результатов сомнений не возникает.

Научной новизной работы Роговой И.В. является то, что она предложила метод окситермографии, разработанный в том числе и при ее участии для

достоверной оценки обобщенного показателя окисляемости и оценила его аналитические характеристики. Автором обоснованно сделан акцент именно на определение интегрального показателя окисляемости, аналогичного ХПК в оценке гидрохимических показателей и использовано сочетание окситермографического метода определения окисляемости с современным вариантом предварительного разделения — мембранной фильтрацией природной воды. Это позволило реализовать метод получения фракционного распределения органических веществ из малых объемов пробы.

Практическая значимость работы заключается в разработке экспрессных методик определения потребления кислорода во фракциях природной воды с достаточно высокой чувствительностью. Для достижения практических целей диссертант использовал важное преимущество окситермографии – возможность проводить анализ, используя малый объем анализируемой воды, 10–20 мкл. Это дало возможность проведения анализа отдельных фракций после мембранной фильтрации. Кроме этого важным преимуществом окситермографии является экспрессность выполнения анализа (время определения 3-6 минут). Это позволяет практически одновременно проводить фракционирование с использованием размерных мембран и сразу же определять значение окисляемости в отдельных фракциях. Применение стандартных методов определения ХПК, например дихроматного, требует значительного объема воды и времени для выполнения анализа и практически невозможно их сочетание с мембранной фильтрацией.

В целом работа написана достаточно логично и помимо аналитической части включает некоторые экологические аспекты (методические исследования проблемы водосброса и его влияния на показатели качества питьевой воды на примере реки Волги в районе города Дубны). Работа представляет собой **цельное и завершенное исследование**.

Структура и объем работы отвечает требованиям, предъявляемым к кандидатским диссертациям. Диссертация Роговой И.В. представлена на 114 страницах печатного текста, включает 17 табл. и 35 рис. Работа содержит введение, литературный обзор, экспериментальную часть, включающую описание установки, создание методики определения высокомолекулярных органических веществ в воде, методики подготовки полимерных мембран, и результатов фракционного анализа природной воды. Список литературы включает 110 наименований.

Как правило, использование методов ультрафильтрации требует наличие дорогой аппаратуры и значительного времени. Диссертант обратил внимание на сочетание метода предварительного разделения с помощью мембран и последующего определения интегрального показателя, характеризующего данную фракцию. Значительное внимание в работе уделено разработке методики определения трудноокисляемых природных высокомолекулярных органических веществ методом окситермографии. Тот факт, что автор пришел к пониманию некорректности применения обычных подходов к определению таких веществ, говорит о понимании сложности анализа реальных водных систем.

Следует отметить большую экспериментальную работу, выполненную диссертантом по созданию методики определения общей окисляемости высокомолекулярных органических веществ при помощи окситермографии (Глава 4). Важным моментом методики определения фракционного распределения является подготовка мембран перед их использованием. Автор предложил и доказал эффективный метод отмывки органических веществ, первоначально присутствующих в материале мембраны.

Полученные результаты **представляют интерес и могут быть использованы** в научно-исследовательских организациях, выполняющих работы в рамках Приоритетных направлений развития науки, технологий и техники, в первую очередь, приборостроительного, биологического и медицинского профиля, а также организациях и лабораториях, занимающихся развитием методов химического анализа. В частности, среди них Институт общей и неорганической химии им. Н.С.Курнакова РАН, ФГБОУ ВО Московский государственный университет имени М.В.Ломоносова, ФГБУН Институт цитологии РАН, ФГБОУ ВПО СПб Академический университет – научно-образовательный центр нанотехнологий РАН, ФГБУН Институт биоорганической химии им. М.М. Шемякина и Ю.А. Овчинникова РАН, Институт химии высокочистых веществ РАН, ФГБУН Научно-технологический центр уникального приборостроения РАН, ФГУП Экспериментальный завод научного приборостроения со Специальным конструкторским бюро РАН, Институт фундаментальной биологии и биотехнологии СО РАН, и др. Кроме того, полученные в диссертационной работе результаты представляют определенный интерес для коммерческих организаций и приборостроительных предприятий, например, ООО «Лазерный центр», ООО «Научные приборы», ЗАО «Светлана-полупроводники», ООО «Биоаналитика» и т.д.

В целом, И.В. Роговая выбрала весьма сложную как по цели, так и по объему работу и добилась успеха в ее реализации. Диссертант выполнил законченное исследование по разработке и применению метода определения фракционного распределения вещества природных вод. Создан надежный базис, который позволит использовать предложенные подходы в аналитической химии и практике химического анализа.

По работе **И.В. Роговой** можно сделать несколько замечаний:

1. Обзор литературы занимает три главы. Это весьма справедливо, поскольку разработка нового подхода к анализу требует рассмотрения всего имеющегося базиса. Тем не менее, на мой взгляд, следовало бы сделать общие выводы из глав обзора литературы (Постановку задачи работы), которые сейчас отсутствуют, что позволило бы изложить задачи экспериментальной части работы. Главу же 3, посвященную методу окситермографии, следовало бы, возможно, несколько сократить и изложить в экспериментальной части, поскольку этот метод используется в работе как основной (аналогично тому, как автор сделал при обсуждении методов анализа гуминовых веществ).

2. Работа посвящена демонстрации возможностей окситермографии для решения задач определения органического вещества, и, учитывая сложность задачи, совершенно оправданно говорить о первом, начальном этапе работы, что автор и указывает в тексте. Тогда более корректно в выводе 1 было бы говорить о том, что «Для определения интегрального показателя окисляемости возможно применять разработанный метод окситермографии за счет возможности работать с пробами малого объема, экспрессности и отсутствия реагентов».
3. В работе отсутствует раздел «Материалы и методы» или аналогичный, и детали эксперимента представлены по всему тексту, от обзора литературы до изложения в тексте экспериментальных глав (Глава 4) и сводных таблиц (Глава 5). Это несколько затрудняет чтение работы. Разумнее было бы, если все методики (приготовления, анализа, исследования), описания приборов и вспомогательного оборудования и т.п. были сведены в одну главу.
4. На мой взгляд, раздел, посвященный гуминовым веществам, и выбору ПЭГ как модельного вещества исходя из их структуры, несколько противоречив. На мой взгляд, это раздел решает две отдельные задачи — подбор модельного вещества с близкими к природным веществам окситермографическими характеристиками, и здесь единственным критерием может быть только экспериментальная проверка (что и было сделано автором). Вторая же задача заключается в проверке близости окситермографических параметров гуминовых веществ и ПЭГ. Для этого, вероятно, стоило провести исследования с существующими стандартами (гуматом и фульватом натрия) или выделенными гуминовыми препаратами.
5. В главе 5 описаны методы анализа природной воды при помощи микроэлементного анализа и окситермографического метода, и сделан ряд предварительных заключений об их взаимосвязи. Однако более корректным решением было бы определение фракционного состава микроэлементов и распределения органического вещества по фракциям в одних и тех же пробах, что позволило бы сопоставить данные в полном объеме.
6. Автор в большинстве случаев в тексте использует не совсем корректное утверждение, что окситермография позволяет определить ХПК. Напротив, в результате работы автор показал, что возможно использовать *другой* параметр окисляемости органического вещества, коррелирующий с ХПК (и, вполне возможно, более предпочтительный). Это корректно изложено в выводе 1 автореферата, но следовало бы придерживаться этого и в тексте глав.
7. В работе имеется ряд погрешностей представления результатов. Так, список литературы не цитируется последовательно, и уже во введении после ссылки 3 идет ссылка 75, а в главах обзора литературы порядок цитирования весьма непоследователен. В некоторых таблицах, в которых приведена статистическая обработка, не указано число параллельных изменений и (или) уровень доверительной вероятности.

Эти недостатки не затрагивают существа выносимых на защиту положений и сделанных автором выводов и не изменяют общей высокой оценки работы.

Основные результаты диссертации опубликованы автором как 7 статей в изданиях, входящих в «Перечень ведущих рецензируемых научных журналов и изданий, в которых должны быть опубликованы основные научные результаты диссертации на соискание ученой степени доктора и кандидата наук» и в «Список зарубежных научных журналов и изданий, в которых могут быть опубликованы основные научные результаты диссертации на соискание ученой степени доктора и кандидата наук». Результаты диссертации неоднократно докладывались на 38 Российских и Международных конференциях и хорошо известны специалистам.

Автореферат диссертации правильно и полностью отражает ее содержание. Как текст диссертации, так и автореферат дают полное представление о вкладе автора и полученных результатах.

Заключение. Таким образом, по актуальности, научной новизне, целостности, законченности, практической значимости и публикациям диссертационная работа Роговой Ирины Валерьевны отвечает паспорту специальности 02.00.02 – аналитическая химия и соответствует критериям п. 9 «Положение о порядке присуждения ученых степеней», утвержденного Постановлением Правительства РФ от 24.09.2013 № 842 (ред. от 21.04.2016 № 335).

Автор диссертации — **Роговая Ирина Валерьевна** — заслуживает присуждения ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 – аналитическая химия.

Официальный оппонент:

Профессор кафедры аналитической химии
химического факультета
ФГБОУ ВО «Московский государственный
университет имени М.В.Ломоносова»,
д.х.н.

 М.А. Проскурнин

Почтовый адрес:

Кафедра аналитической химии
Химический факультет
Московский государственный университет
имени М.В.Ломоносова
119991 Ленинские горы д. 1 стр. 3
Москва, Россия
+7-495-939-4648
proskurnin@gmail.com

Телефон:

E-mail:

Подпись Проскурнина М.А. заверяю

Декан химического факультета
ФГБОУ ВО «Московский государственный
университет имени М.В.Ломоносова»,
академик РАН



 В.В. Лунин