

Отзыв официального оппонента

на диссертацию Киселевой Марии Сергеевны
«Синтез новых магнитных сорбционных материалов
и подготовка проб

с использованием микроволнового излучения
для определения некоторых экотоксикантов различной природы»,
представленной на соискание ученой степени кандидата химических наук по
специальности 02.00.02 – Аналитическая химия

Микроволновые системы (МВ) можно реализовать в различных аналитических приложениях, в частности, в традиционной пробоподготовке, а также в значительно менее исследованном синтезе соединений, используемых в анализе, включая синтез наночастиц различного состава. Рецензируемая работа М.С. Киселевой посвящена актуальной тематике дальнейшего развития обоих направлений: изучения новых технических возможностей микроволновых методов для пробоподготовки сложных объектов и развитие методов синтеза новых высокодисперсных модифицированных сорбентов, необходимых для комплексного аналитического контроля.

Основные усилия работы, о чём свидетельствует и её название, направлены на синтез и модификацию под воздействием МВ новых магнитных сорбционных материалов и исследование их свойств применительно к методам определения следовых содержаний загрязнителей экосистем различной химической природы. На фоне активного увлечения исследователей синтезом сложных, зачастую небезопасных и дорогих сорбентов, М.С. Киселева обратилась к изучению достаточно простых, эффективных и удобных в работе их магнитных аналогов на основе экономичного и доступного магнетита, что можно только приветствовать. Диссертантом удачно использована способность магнетита к активному поглощению энергии МВ излучения для эффективного формирования

магнитных наночастиц (МНЧ) заданного размера и строения. При этом несомненный интерес представляет разработка способа получения полифункционального материала со структурой «ядро–многослойная оболочка», пригодного для одновременного или последовательного концентрирования неорганических и органических загрязнителей (тяжелые металлы, ароматические соединения). Известно, что основными параметрами различных видов синтеза МНЧ, определяющими их многие свойства, являются соотношение исходных реагентов, температура и время реакции. К сожалению, этот важный фактор взаимосвязи условий синтеза со свойствами конечного продукта исследователями не всегда принимается во внимание, что является причиной разногласий в описании различных свойств полученного продукта. К достоинствам работы М.С. Киселевой можно отнести детальное исследование влияния условий МВ синтеза на строение, состав, физико-химические свойства и количественный выход полученного композита. В результате синтезированы новые магнитные сорбционные материалы со структурой «ядро - мезопористая оболочка» состава $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{ТЭОС}@\text{ЦТАБ}@\text{ТЭОС}$ и $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{ТЭОС}@\text{ЦТАБ}@\text{ТЭОС}\cdot\text{МПТЭОС}$, оптимизированы условия их синтеза. Интерес представляет установленный факт существенного увеличения количества нековалентно закрепленного поверхностно-активного модификатора (ЦТАБ) после предварительного модифицирования магнетита силанами. Всесторонне охарактеризованы физико-химические и сорбционные свойства $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{ТЭОС}@\text{ЦТАБ}@\text{ТЭОС}\cdot\text{МПТЭОС}$, а также продемонстрированы его преимущества по сравнению со многими известными сорбентами для аналитических применений, заключающиеся в первую очередь в пригодности к одновременному или последовательному концентрированию неорганических и органических компонентов.

На основе полученных результатов диссертанту удалось решить также ряд практических задач. С использованием современных технических возможностей МВ в подготовке образцов к атомно-спектроскопическому

определению макро- и микрокомпонентов сложных природных объектов (руд, пород, донных отложений, растительных и биологических тканей) подтверждена перспективность применения новых конструкций сосудов для разложения и способов контроля температуры реакционной смеси. Разработан и апробирован комплекс методик определения содержаний некоторых экотоксикантов различной природы. С использованием полученного композита для концентрирования токсичных компонентов в водных образцах различного состава оптимизированы условия атомно-спектроскопического и хроматографического методов анализа.

Выполнение логичной и хорошо продуманной работы потребовало от М.С. Киселевой обширных знаний и экспериментальных навыков в смежных областях науки и практики: синтезе, характеристике и современных методах анализа, которые она успешно освоила и реализовала в работе. Представленные в диссертации грамотно оформленные результаты, вносящие ощутимый вклад в дальнейшее развитие МВ методов как с точки зрения пробоподготовки, так и синтеза высокодисперсных материалов для аналитической химии характеризуют диссертанта как сложившегося, высококвалифицированного исследователя. Ею ещё раз продемонстрировано, что особенности МВ воздействия важны в большей степени для синтеза, чем для разложения образца, поскольку обеспечивают высокую однородность продуктов реакции, в частности, наноматериалов.

Замечания по работе могут быть отражены в виде нижеследующих соображений:

1. Представляется более логичным перемещение п.1.3 (гл.1) в главу 2, в качестве разновидности методов синтеза МНЧ под воздействием МВ, с более детальным рассмотрением цитируемых работ [29,30].

2. Хотелось бы получить более чёткую формулировку научной новизны работы (стр.8), в частности, конкретной формулировки

предлагаемого подхода, относящейся к синтезу и модификации. Как она согласуется с вышеупомянутыми работами [29,30]?

3. Диссертация хорошо изложена и оформлена, поэтому немногочисленные грамматические ошибки и погрешности вызывают досаду (например, в списке литературы под разными номерами (сс. 37 и 97) повторяется одна и та же ссылка, в сс. 103 отсутствует название статьи в монографии, в сс.114 изменён порядок авторов).


4. Понятно стремление автора по возможности охватить в заглавии работы все её важные аспекты, однако представленный заголовок выглядит несколько громоздко.

В целом диссертация производит хорошее впечатление как актуальностью задач, так и новизной, содержательностью, практическим применением результатов. В связи с этим, вышеизложенные замечания не носят принципиального характера и являются скорее рекомендательными. Автореферат полностью соответствует содержанию диссертации. По результатам работы опубликованы статьи в высоко рейтинговых журналах, сделаны доклады на конференциях.

Таким образом, по актуальности, научной новизне, объёму выполненных исследований, практической значимости полученных результатов представленная рецензируемая работа «Синтез новых магнитных сорбционных материалов и подготовка проб с использованием микроволнового излучения для определения некоторых экотоксикантов различной природы» отвечает паспорту специальности «02.00.02 – Аналитическая химия» и требованиям ВАК и соответствует критериям, предъявляемым к кандидатским диссертациям, установленным п. 9 и п. 14 "Положения о порядке присуждения учёных степеней", утверждённого Постановлением Правительства РФ от 24 сентября 2013 года № 842 (в редакции Постановления Правительства РФ от 21 апреля 2016 года № 335), а её автор – М.С. Киселева заслуживает присуждения ей учёной степени

кандидата химических наук по специальности «02.00.02 – Аналитическая химия».

Главный научный сотрудник
Федерального государственного
бюджетного учреждения науки
Института проблем технологии микроэлектроники
и особочистых материалов Российской академии наук (ИПТМ РАН),
доктор химических наук (специальность 02.00.02 – Аналитическая химия)
Я, Гражулене Светлана Степановна, даю согласие на включение своих
персональных данных в документы, связанные с работой диссертационного
совета и их дальнейшей обработкой.

 С.С.Гражулене

23.08.18


Подпись главного научного сотрудника экспериментально-технологической лаборатории Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов Российской академии наук (ИПТМ РАН), доктора химических наук Светланы Степановны Гражулене, Почтовый адрес: 142432, г. Черноголовка, Московская область, ул. Ак. Осипьяна д.6; e-mail grazhulene@mail.ru, тел. +7 903 2590751

Заверяю

Зам. директора по научной работе ИПТМ РАН

к.ф.-м.н.



 Д.В. Иржак