

Соискатель: **КИСЕЛЕВА МАРИЯ СЕРГЕЕВНА**

Тема диссертационной работы: **СИНТЕЗ НОВЫХ МАГНИТНЫХ СОРБЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ И ПОДГОТОВКА ПРОБ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ МИКРОВОЛНОВОГО ИЗЛУЧЕНИЯ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ НЕКОТОРЫХ ЭКОТОКСИКАНТОВ РАЗЛИЧНОЙ ПРИРОДЫ**

Шифр и наименование научной специальности и отрасли науки, по которым выполнена диссертация: **02.00.02 – АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ, ХИМИЧЕСКИЕ НАУКИ**

На заседании **27 СЕНТЯБРЯ 2018 ГОДА** ДИССЕРТАЦИОННЫЙ СОВЕТ Д 002.109.01 на базе Федерального государственного бюджетного учреждения науки Ордена Ленина и Ордена Октябрьской Революции Института геохимии и аналитической химии им. В.И.Вернадского Российской академии наук **ПРИНЯЛ РЕШЕНИЕ ПРИСУДИТЬ КИСЕЛЕВОЙ МАРИИ СЕРГЕЕВНЕ УЧЕНУЮ СТЕПЕНЬ КАНДИДАТА ХИМИЧЕСКИХ НАУК** ПО СПЕЦИАЛЬНОСТИ АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ.

На заседании из **29** человек, входящих в состав диссертационного совета, присутствовали **20** человек, из них **14** докторов наук по специальности аналитическая химия, в том числе **4** доктора наук, обеспечивающих химические науки. Результаты голосования: за - **19**, против - **нет**, недействительных бюллетеней – **1** (Протокол № 4)

1. Мясоедов Борис Федорович, д.х.н., академик РАН (председатель)
2. Захарченко Елена Александровна, к.х.н. (ученый секретарь)
3. Баранов Виктор Иванович, д.ф.-м..н., профессор
4. Волынский Анатолий Борисович, д.х.н
5. Дементьев Василий Александрович, д.ф.-м.н., профессор
6. Долгоносов Анатолий Михайлович, д.х.н., профессор
7. Зуев Борис Константинович, д.т.н., профессор
8. Калмыков Степан Николаевич, д.х.н., член-корр. РАН
9. Карпов Юрий Александрович, д.х.н., академик РАН
10. Кубракова Ирина Витальевна, д.х.н.
11. Куляко Юрий Михайлович, д.х.н.
12. Марютина Татьяна Анатольевна, д.х.н.
13. Мясоедова Галина Владимировна, д.х.н
14. Новиков Александр Павлович, д.х.н.
15. Носов Виктор Николаевич, д.т.н.
16. Романовская Галина Ивановна, д.х.н.
17. Севастьянов Вячеслав Сергеевич, д.т.н.
18. Федотов Петр Сергеевич, д.х.н.
19. Филиппов Михаил Николаевич, д.ф.-м.н., профессор
20. Хамизов Руслан Хажсетович, д.х.н.

**ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА Д 002.109.01,**  
созданного на базе Федерального государственного бюджетного  
учреждения науки Ордена Ленина и Ордена Октябрьской Революции  
Института геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского  
Российской академии наук по диссертации на соискание ученой степени  
кандидата наук

аттестационное дело № \_\_\_\_\_  
решение диссертационного совета от 27.09.2018 № 4

О присуждении Киселевой Марии Сергеевне, гражданке России, ученой степени кандидата химических наук.

Диссертация **СИНТЕЗ НОВЫХ МАГНИТНЫХ СОРБЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ И ПОДГОТОВКА ПРОБ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ МИКРОВОЛНОВОГО ИЗЛУЧЕНИЯ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ НЕКОТОРЫХ ЭКОТОКСИКАНТОВ РАЗЛИЧНОЙ ПРИРОДЫ** по специальности 02.00.02 - аналитическая химия принята к защите 18 июля 2018 года протокол № 3 диссертационным советом Д.002.109.01, созданным на базе Федерального государственного бюджетного учреждения науки Ордена Ленина и Ордена Октябрьской Революции Института геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского Российской академии наук, 119991, ГСП-1, Москва В-334, ул. Косыгина, 19. Приказ о создании совета № 75/нк от 15.02.2013.

Соискатель **Киселева Мария Сергеевна**, 1990 года рождения, в 2013 г. окончила Московский государственный университет тонких химических технологий имени М.В. Ломоносова (МИТХТ) по направлению «Химия». В 2016 году соискатель окончила очную аспирантуру Федерального государственного бюджетного учреждения науки Ордена Ленина и Ордена Октябрьской Революции Института геохимии и аналитической химии имени В.И. Вернадского Российской академии наук (ГЕОХИ РАН) по специальности аналитическая химия. Работает и.о. научного сотрудника в лаборатории геохимии и аналитической химии благородных металлов в Федеральном государственном бюджетном учреждении науки Ордена Ленина и Ордена Октябрьской Революции Институте геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского Российской академии наук (ГЕОХИ РАН).

Диссертация выполнена в лаборатории геохимии и аналитической химии благородных металлов Федерального государственного бюджетного учреждения науки Ордена Ленина и Ордена Октябрьской Революции Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского Российской академии наук (ГЕОХИ РАН).

Научный руководитель - доктор химических наук, главный научный сотрудник И.В. Кубракова является заведующей лабораторией геохимии и аналитической химии благородных металлов ГЕОХИ РАН.

Официальные оппоненты:

Дмитриенко Станислава Григорьевна доктор химических наук, профессор кафедры аналитической химии химического факультета Московского государственного университета имени М.В. Ломоносова (МГУ),

Гражулене Светлана Степановна доктор химических наук, главный научный сотрудник экспериментально-технологической лаборатории Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института проблем технологии микроэлектроники и особо чистых материалов Российской академии наук (ИПТМ РАН) дали положительные отзывы на диссертацию.

Ведущая организация Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Кубанский государственный университет» в своем положительном отзыве, подписанном заведующим кафедрой «Аналитической химии», д.х.н. профессором Темердашевым Зауалем Ахлоовичем, указала, что к основным достижениям диссертационной работы следует отнести: создание эффективных схем определения следовых содержаний экотоксикантов (4-нонилфенола, 2,4-динитрофенола, бисфенола А, а также Cd (II) и Pd (II)) в природных водных средах с использованием новых нетоксичных дешевых сорбентов на основе модифицированного наноразмерного магнетита и новых способов экспрессной микроволновой (МВ) подготовки проб в сочетании с инструментальным определением следов других компонентов экосистем. Приведенные в диссертации научные результаты свидетельствуют о перспективности применения МВ излучения как для синтеза магнитных сорбционных материалов, так и для пробоподготовки компонентов экосистем. Разработанные с использованием новых подходов экспрессные методики определения различных приоритетных загрязнителей представляют несомненную практическую ценность при анализе объектов

окружающей среды.

Соискатель имеет 9 опубликованных работ, все они по теме диссертации, из них 7 статей опубликованы в рецензируемых научных изданиях из списка ВАК. Основное содержание диссертации изложено в следующих работах:

1. Кубракова И.В., Кошечева И.Я., Пряжников Д.В., Мартынов Л.Ю., Киселева М.С., Тютюнник О.А. Микроволновый синтез, свойства и аналитические возможности наноразмерных сорбционных материалов на основе магнетита // Журн. аналит. химии. 2014. Т. 69. № 4. С. 378 – 389.

2. Pryazhnikov D.V., Kubrakova I.V., Kiseleva M.S., Martynov L.Yu., Koshcheeva I.Ya. Preparation and structural characterization of nanosized magnetic solid-phase extractants // Mend. Comm. 2014. V. 24. No. 2. P. 130 – 132.

3. Киселева М.С., Тютюнник О.А., Никулин А.В., Кубракова И.В. Микроволновая подготовка природных объектов с использованием новых технических решений // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2014. Т. 80. №6. С. 7 – 11.

4. Пряжников Д.В., Киселева М.С., Кубракова И.В. Поверхностно-модифицированный магнитный наноразмерный сорбент для МТФЭ-ВЭЖХ-УФ определения 4-нонилфенола в природных водных объектах // Аналитика и контроль. 2015 . Т. 19. № 3. С. 220 – 229.

5. Кубракова И.В., Тютюнник О.А., Киселева М.С. Микроволновая подготовка проб в решении геоэкологических задач // Аналитика. 2015. № 2. С.100-105.

6. Kubrakova I.V., Kiseleva M.S. Microwave synthesis of nanosized model substances and sorption materials. Application to geochemical research // Geochemistry Int. 2016. V. 54. No. 13. P. 1261–1269.

7. Pryazhnikov D. V., Efanova O. O., Kiseleva M.S., Kubrakova I. V. Microwave synthesis of core–shell nanosize materials on the basis of magnetite functionalized with gold and doxorubicine // Nanotechnologies in Russia. 2017. V. 12. No. 3–4.

8. Киселева М.С., Пряжников Д.В., Кубракова И.В. Магнитный сорбент с мезопористой оболочкой для одновременного концентрирования экотоксикантов различной природы // Журн. аналит. химии. 2018. Т. 73. № 1. С. 14 – 21.

9. Tyutyunnik O.A., Kiseleva M.S., Kubrakova I.V. Analytical solutions for the environmental control of sulfide ore deposit areas // Experiment in Geosciences. 2018 (in press).

В работах представлены результаты развития микроволновых методов пробоподготовки, включая синтез и исследование свойств магнитных сорбционных материалов, и предложены схемы определения следовых количеств различных экотоксикантов в объектах окружающей среды. Недостоверные сведения об опубликованных соискателем ученой степени работах в диссертации отсутствуют. Требования к публикациям (пп. 13 и 14 Положения о порядке присуждения ученых степеней, утвержденного Постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 года № 842 в ред. Постановления № 335 от 21 апреля 2016 года) выполнены полностью. Наиболее значимые научные работы по теме диссертации входят в российские и международные базы данных и хорошо цитируются.

На диссертацию и автореферат поступило 6 отзывов. Все отзывы положительные. Положительных отзывов без замечаний — 3. Отзывы поступили от:

1. Жарниковой Татьяны Владимировны, к.б.н., химика-эксперта лаборатории подготовки специалистов Ставропольского противочумного института Роспотребнадзора.
2. Колотова Владимира Пантелеймоновича, д.х.н., член-корреспондента РАН, зам.директора ГЕОХИ РАН.
3. Беклемишева Михаила Константиновича, д.х.н., профессора, ведущего научного сотрудника кафедры аналитической химии химического факультета МГУ им. М.В. Ломоносова.

Положительных отзывов с замечаниями – 3. Отзывы поступили от:

1. Штыкова Сергея Николаевича, д.х.н., профессора кафедры аналитической химии Саратовского национального государственного университета.
  - в чем состоит новизна конструкций сосудов для разложения и способов контроля реакционной смеси?
  - какова сохранность во времени магнитного сорбента с многослойной оболочкой и возможно ли его повторное использование после десорбции аналитов?
2. Лосева Владимира Николаевича, д.х.н., профессора, старшего научного сотрудника научно-исследовательской части Сибирского федерального университета (Красноярск).
  - не совсем логично соединение в одной работе двух совершенно разных исследований, первое направлено на синтез и исследование сорбционных свойств сорбционных материалов по отношению к ряду фенолов и тяжелых металлов, второе – на использование микроволновой

пробоподготовки для определения элементов в почвах и донных отложениях?

- при определении фенолов и тяжелых металлов в реальных природных водах, имеющих различное содержание макрокомпонентов, проверку правильности желательного бы провести методом введено-найдено.

3. Шеховцовой Татьяны Николаевны, д.х.н. профессора кафедры аналитической химии химического факультета МГУ им. М.В. Ломоносова.

- в работе вряд ли оправдано многократное употребление слова «оптимальное». Для реальной оптимизации параметров необходима серьезная метрологическая обработка данных. Величины, которые приводит диссертант, являются «наиболее подходящими», «наиболее приемлемыми».

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается их научными и практическими достижениями в области аналитической химии.

**Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:**

- предложен синтез сорбционных материалов с использованием микроволнового (МВ) излучения путем нековалентного и ковалентного закрепления слоев реагентов на поверхности магнитного носителя;
- получен новый магнитный материал с многослойной оболочкой, пригодный для одновременного или последовательного концентрирования из водных растворов экотоксикантов различной природы;
- разработаны методики атомно-спектрального и хроматографического определения следов приоритетных загрязнителей – соединений класса фенолов и тяжелых металлов – в природных водах;
- предложены способы пробоподготовки различных экологических проб (донные отложения, почвы, биологические и растительные материалы) для последующего инструментального определения широкого круга токсичных элементов (серы, ртути, кадмия, мышьяка и т.д.).

**Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что** для повышения эффективности комплексного аналитического исследования объектов окружающей среды соискателем предложено использовать МВ излучение как для синтеза магнитных сорбционных материалов, так и для пробоподготовки компонентов экосистем. Такой подход позволяет разрабатывать методики химического анализа с улучшенными метрологическими характеристиками и повышает экспрессность анализа. Показана возможность выделения и дальнейшего количественного

определения приоритетных загрязнителей органической и неорганической природы из водных растворов с использованием магнитного сорбента с многослойной оболочкой. Получены данные о физико-химических и сорбционных свойствах этого материала.

Применительно к проблематике продемонстрированы возможности повышения эффективности и качества комплексного анализа природных объектов с использованием современных способов МВ пробоподготовки на основе новых технических решений (система «двойного» контроля температуры DuoTemp – с помощью ИК и оптоволоконных датчиков, а также новых конструкций сосудов с частичным удалением газовой фазы) и синтезированных новых магнитных моно- и полифункциональных сорбционных материалов со структурой «ядро - мезопористая оболочка». Сорбенты такой структуры сохраняют магнитные свойства носителя, устойчивы в водных средах различного состава и перспективны для одновременного или последовательного концентрирования и количественного элюирования токсичных элементов (Pb, Cd), а также некоторых органических производных ароматического ряда.

**Значение полученных соискателем результатов исследования для практики подтверждается тем,** что в ходе проведенных исследований разработаны эффективные схемы определения следовых содержаний экотоксикантов в природных водных средах с использованием новых эффективных нетоксичных дешевых сорбентов и предложены методики исследования других компонентов экосистем (донные отложения, почвы, биологические и растительные материалы) на основе новых способов экспрессной МВ подготовки проб в сочетании с инструментальным определением следов приоритетных загрязнителей.

#### **Оценка достоверности результатов исследования:**

Достоверность представленных в диссертационной работе результатов обеспечена совпадением данных, полученных независимыми инструментальными методами, методом «введено-найдено», анализом стандартных образцов состава, а также подтверждена оценками погрешности экспериментов с использованием статистической обработки.

**Личный вклад автора.** Автор принимал непосредственное участие в постановке задач исследования, планировании и проведении всех аналитических экспериментов. Автор лично занимался синтезом магнитных сорбционных материалов и изучением их свойств, разрабатывал способы МВ подготовки различных экологических объектов к последующему инструментальному определению элементов, а также принимал непосредственное участие в получении, обработке, интерпретации и обсуждении результатов, представлении их на научных конференциях и в



подготовке публикаций по теме диссертационной работы.

Диссертационная работа Киселевой М.С. СИНТЕЗ НОВЫХ МАГНИТНЫХ СОРБЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ И ПОДГОТОВКА ПРОБ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ МИКРОВОЛНОВОГО ИЗЛУЧЕНИЯ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ НЕКОТОРЫХ ЭКОТОКСИКАНТОВ РАЗЛИЧНОЙ ПРИРОДЫ на соискание ученой степени кандидата химических наук представляет собой научно-квалификационную работу, которая соответствует критериям п.9 Положения о порядке присуждения ученых степеней, утвержденного Постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 года № 842 в ред. Постановления № 335 от 21 апреля 2016 года. Работа содержит решение важной задачи аналитической химии – разработки скрининговых аналитических исследований экосистем на основе развития микроволновых методов пробоподготовки, способов получения новых магнитных сорбционных материалов и применения полученных результатов для определения следовых содержаний приоритетных загрязнителей различной химической природы. Содержание работы соответствует специальности 02.00.02 — аналитическая химия.

На заседании 27 сентября 2018 года диссертационный совет принял решение **присудить** Киселевой Марии Сергеевне, ученую степень кандидата химических наук. При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве **20** человек, из них **14** докторов наук по специальности аналитическая химия, в том числе **4** доктора, обеспечивающих химические науки, участвовавших в заседании, из **29** человек, входящих в состав совета, проголосовали за — **19**, против - **нет**, недействительный бюллетень - **1**.

Председатель

диссертационного совета,

академик РАН,

доктор химических наук



Мясоедов Борис Федорович

Ученый секретарь

диссертационного совета

кандидат химических наук



Захарченко Елена Александровна

27 сентября 2018 года

