

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА 24.2.379.04,
СОЗДАННОГО НА БАЗЕ ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО
АВТОНОМНОГО ОБРАЗОВАТЕЛЬНОГО УЧРЕЖДЕНИЯ ВЫСШЕГО
ОБРАЗОВАНИЯ «САМАРСКИЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
УНИВЕРСИТЕТ ИМЕНИ АКАДЕМИКА С.П. КОРОЛЕВА» МИНИСТЕРСТВА
НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РФ, ПО ДИССЕРТАЦИИ НА
СОИСКАНИЕ УЧЕНОЙ СТЕПЕНИ КАНДИДАТА НАУК

аттестационное дело № _____
решение диссертационного совета от 26 декабря 2024 г. № 5

О присуждении Карсункиной Алесе Сергеевне, гражданство Российской Федерации, ученой степени кандидата химических наук.

Диссертация «Сорбционные системы блочно-порозного типа для определения летучих и малолетучих органических соединений в воздушных средах» по специальности 1.4.2. Аналитическая химия принята к защите 24 октября 2024 года (протокол заседания № 3) диссертационным советом 24.2.379.04, созданным на базе федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королева» Министерства науки и высшего образования РФ, 443086, г. Самара, ул. Московское шоссе, д. 34, утвержден приказом Министерства науки и высшего образования РФ № 857/нк 24 сентября 2019.

Карсункина Алеся Сергеевна, 8 августа 1996 года рождения, в 2018 году соискатель освоила программу бакалавриата по направлению подготовки Наноинженерия федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королева», в 2020 году освоила программу магистратуры по направлению подготовки 04.04.01 Химия федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королева» в 2024 году освоила программу подготовки научно-педагогических кадров в аспирантуре по направлению подготовки 04.06.01 Химические науки федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королева», в настоящее время работает в должности инженера кафедры химии федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королева» Министерства науки и высшего образования Российской Федерации.

Диссертация выполнена на кафедре химии федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королева» Министерства науки и высшего образования Российской Федерации.

Научный руководитель – кандидат химических наук, Новикова Екатерина Анатольевна, федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королева», кафедра химии, доцент.

Официальные оппоненты:

Ульяновский Николай Валерьевич, доктор химических наук, федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Северный (Арктический) федеральный университет им. М.В. Ломоносова», лаборатория «Химия природных соединений и биоаналитики», ведущий научный сотрудник;

Шашков Михаил Вадимович, кандидат химических наук, Самарский филиал федерального государственного бюджетного учреждения науки «Федеральный исследовательский центр «Институт катализа им. Г.К. Борескова Сибирского отделения Российской академии наук», отдел исследования катализаторов, старший научный сотрудник,

дали положительные отзывы на диссертацию.

Ведущая организация – федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Воронежский государственный университет», г. Воронеж, в своем положительном отзыве, подписанном Елисейевой Татьяной Викторовной, кандидатом химических наук, доцентом, кафедра аналитической химии, заведующий кафедрой, указала, что диссертационная работа Карсункиной Алеси Сергеевны отвечает всем требованиям предъявляемым ВАК к кандидатским диссертациям. Диссертация Карсункиной Алеси Сергеевны является актуальным завершённым научным исследованием. Полученные результаты полностью соответствуют заявленным целям и задачам по разработке оригинального подхода к сорбционной пробоподготовке образцов для анализа органических микропримесей в воздушных средах с использованием методов газовой хроматографии. Решение данных задач имеет важное теоретическое и практическое значение, вносит весомый вклад в аналитическую химию сорбционных и хроматографических процессов.

Диссертационная работа Карсункиной А.С. по выбранной теме, характеру проведенных исследований, полученным результатам, их достоверности и обоснованности соответствует паспорту научной специальности 1.4.2. Аналитическая химия. Диссертационная работа Карсункиной Алеси Сергеевны «Сорбционные системы блочно-порозного типа для определения летучих

и малолетучих органических соединений в воздушных средах» удовлетворяет требованиям п. 9 действующего «Положения о присуждении ученых степеней» от 24.09.2013 № 842 (в действующей редакции), а ее автор заслуживает присуждения ученой степени кандидата химических наук по специальности 1.4.2. Аналитическая химия.

Соискатель имеет 31 опубликованную работу, в том числе по теме диссертации опубликована 31 работа, из них в рецензируемых научных изданиях опубликовано 4 работы.

Работы посвящены разработке методик изготовления сорбционных систем блочно-порозного типа на основе различных адсорбционных слоев и использованию таких сорбционных систем при анализе органических соединений в воздухе.

Общий объем научных изданий по теме диссертации составляет 5,16 п/л, авторский вклад соискателя составляет 2,6 п/л.

Наиболее значимые научные работы по теме диссертации:

1. Платонов И.А., Новикова Е.А., Карсункина А.С., Тупикова Е.Н., Лебедев А.Н. Определение высококипящих органических соединений с использованием блочно-порозных сорбционных систем / Сорбционные и хроматографические процессы. – 2021. – Т. 21, № 5. – С. 623-629, 0,46 п/л.

2. Платонов И.А., Новикова Е.А., Карсункина А.С. Поверхностно-слойные блочно-порозные сорбционные системы на основе полиметилсилоксана / Сорбционные и хроматографические процессы. – 2021. – Т. 21, № 5. – С. 623-629, 0,4 п/л.

3. Платонов И.А., Новикова Е.А., Карсункина А.С., Колесниченко И.Н., Маргарян А.Э. Исследование сорбционных процессов в хромато-десорбционных системах на основе наноструктурированного полимерного сорбента Полисорб-1 / Сорбционные и хроматографические процессы. – 2023. – Т. 23, № 4. – С. 495-503, 0,52 п/л.

4. Платонов И.А., Новикова Е.А., Карсункина А.С. Модифицирование блочно-порозных систем сорбционно-активными материалами / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. – 2024. – Т. 90, №4. – С. 12-18, 0,4 п/л.

В диссертации отсутствуют недостоверные сведения об опубликованных соискателем ученой степени работах. Изложены достоверные данные об авторском вкладе и объеме научных изданий. Материалы и результаты научных работ других исследователей использованы со ссылками на автора и (или) источник заимствования.

На диссертацию и автореферат поступили следующие отзывы:

Ведущей организации - федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Воронежский государственный университет». В отзыве содержатся следующие замечания и вопросы: 1. Как

меняется механизм удерживания аналитов при адсорбции металлической основой без обработки и с обработкой (химической и/или термической), при использовании полимерных модификаторов (связующим для пористых адсорбентов), различных типов адсорбентов? 2. В работе сравнивается эффективность различных сорбентов на стадии пробоподготовки для газохроматографического анализа по массе сорбированных и десорбированных аналитов, степени извлечения аналита при десорбции, при этом не приводится принятая количественная характеристика эффективности концентрирования органических микропримесей (в частности, не рассчитывается коэффициент концентрирования). 3. В качестве характеристик сорбционных свойств исследуемых систем к диоктилфталату (ДОФ), принимается только массу десорбированного ДОФ, однако, характеристикой сорбционных свойств является, прежде всего, величина адсорбции (масса сорбированных ДОФ), степень извлечения при сорбции из одинакового объема и т.п., которые в данном разделе не определяются. 4. Происходят ли значимые потери (унос) модификаторов (активированный уголь, «Полисорб-1») при непрерывной (циклической) работе рассматриваемых сорбционных систем, приводящие к соответствующему снижению эффективности процессов извлечения аналитов? Каковы условия хранения блочно-порозных сорбционных систем, влияет ли влажность окружающего воздуха на их характеристики? 5. При оценке метрологических характеристик определения веществ не всегда приводится количество параллельных определений и доверительная вероятность, с которой оцениваются соответствующие доверительные интервалы. В таблицах 7-10 автореферата и таблицах 19-22 главы 5 не указаны ошибки определения представленных характеристик. 6. Основа сорбентов представляет собой проволочную спираль, уложенную и спрессованную в виде блока, которую затем подвергали определенным воздействиям: химическому, термическому, нанесению полимерной пленки, модификации твердыми адсорбентами. Возможна ли оценка полноты и равномерности покрытия внутренней площади поверхности в блоке? Возможен ли другой подход к получению разных образцов с первоначальным проведением заданной стадийной обработки стальной или алюминиевой проволоки с последующей укладкой и прессованием блока? 7. В тексте диссертации есть некоторые стилистические неточности и опечатки: с.53, 54, 63 (Рис.14), 67, 76, 77, 79, ссылка 29 в Списке литературы, подпись к Рис.10.

Официального оппонента доктора химических наук Ульяновского Николая Валерьевича. В отзыве содержатся следующие замечания: 1. Ввиду того, что работа посвящена сорбционным системам для концентрирования органических соединений из воздушных сред, соискателю следовало в литературном обзоре сделать больший упор на характеристику существующих подходов. 2. На чем основан выбор десорбирующих растворителей (гексан, толуол, изопропанол)? 3. Предпринимались ли попытки сравнить предложенные сорбционные системы с такими популярными

сорбентами для мониторинга воздуха как Tenax, Carbograph, Carborack и другими? 4. Есть ли перспектива применения разработанных сорбционных систем не только в режиме элюирования сорбционных аналитов органическими растворителями, но и в варианте термодесорбции? Имеются ли данные об их применимости и стабильности при повышенных температурах (300-350°C.)? 5. В работе иногда встречаются опечатки и несогласованные предложения. Например, на странице 77 написано: «Таким образом, можно заключить, что сорбционные свойства необработанных стальных и алюминиевых образцов сопоставимы, но масса ДОФ, десорбированного с оксидированного образца из алюминия».

Официального оппонента кандидата химических наук Шашкова Михаила Вадимовича. В отзыве содержатся следующие замечания: 1. Одной из главных мотивов в выборе металлорезины и основных преимуществ в отношении сорбции веществ из воздуха является низкое газосопротивление таких систем. Тем не менее, уже достаточно широко известны и применяются монолитные сорбенты, которые также обладает высокой проницаемостью при достаточно высокой сорбционной селективности. Поэтому хотелось бы чтобы полученные в работе материалы на «металлорезине» были сравнены не только с заведомо проигрышными материалами типа порошковых сорбентов, но и с монолитными сорбентами. 2. Ряд некорректных фраз и выражений: стр 10 «что взаимодействие между матрицей и измеряемыми элементами», как понимаю под элементами подразумевается «компоненты», «вещества», «аналиты». Стр 10 – «Многие токсины в окружающей среде присутствуют в минимальных концентрациях». Минимальных корректнее заменить на «низких». Стр. 11, «Хромато-масс-спектральный анализ», все же верно «хроматомасс-спектрометрический». Стр 22 «Вид экстракции перспективен для извлечения карбоновых кислот». В предложении, видимо не хватает слова. 3. Стр. 77, непонятное заключение «Таким образом, можно заключить, что сорбционные свойства необработанных стальных и алюминиевых образцов сопоставимы, но масса ДОФ, десорбированного с оксидированного образца алюминия». 4. При нанесении полимера на металлорезину или при нанесении сорбента суспензионным методом не до конца понятна методика. Сколько раствора, каким образом, и как долго пропускалось через материал. 5. Главы 4 и 5 чрезвычайно короткие, буквально по 5 страниц. Целесообразно было бы представить в виде одной главы. Кроме того, описание результатов слишком сжатое, возможно было бы описать подробнее. 6. Стоило изучить максимальную загрузочную емкость сорбента (мг аналита на грамм сорбционного слоя) и сравнить с традиционными сорбционными материалами.

На автореферат поступили отзывы от:

1. Доктора химических наук, доцента, и.о. заведующего кафедрой аналитической химии федерального государственного бюджетного

образовательного учреждения высшего образования «Уфимский университет науки и технологий» Гуськова Владимира Юрьевича. В отзыве были отражены следующие замечания. Место Полисорба-1 было бы правильнее использовать разрабатанный Вадимом Александровичем Даванковым сверхсхитый полистирол, обладающей большей адсорбционной активностью. Для поверхностей блочно-порозных сорбционных систем, модифицированных полимерным сорбентом Полисорб-1 и активным углем, следовало оценить процент поверхности, покрытый модификатором.

2. Доктора химических наук, профессора, ведущего научного сотрудника кафедры аналитической химии федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова» Пирогова Андрея Владимировича. В отзыве отражены следующие замечания. Алюминий и сталь, используемые в качестве матрицы сорбционных материалов, являются достаточно реакционно-способными веществами. В атмосферном воздухе (особенно, рабочих зон) могут присутствовать кислые газы, способные взаимодействовать с материалом. В этом случае возможно значительное ухудшение воспроизводимости результатов анализа. Нет ли данных о таких исследованиях. Известно, что активированные угли и Полисорб могут плохо десорбировать поларные органические вещества (например, ДФФ и этанол). И, конечно, совсем плохо для этого силикагель. Может быть, для сравнения стоило бы использовать Лорпаки или Тенаксы? В табл. 11 и 12 следовало указать число параллельных экспериментов и уровень вероятности. В названии диссертации указан термин «маломолекулярные органические соединения», однако диоктилфталат, гексан и этанол, строго говоря, не могут быть отнесены к этому типу.

3. Доктора химических наук, профессора, профессора кафедры аналитической химии федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Санкт-Петербургский государственный университет» Родникова Олега Васильевича. В отзыве были отмечены следующие вопросы. Каковы были скорости потока воздуха в работе, и как эта скорость влияет на степень извлечения аналитов на стадии сорбции? Позволяют ли предположенные в работе сорбционные системы проводить определение высоко опасного диоктилфталата на уровне ПДК атмосферного воздуха населенных мест, и какова при этом продолжительность стадии концентрирования?

4. Доктора химических наук, ведущего научного сотрудника кафедры аналитической химии федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова» Статкуса Михаила Александровича. В отзыве отмечены следующие замечания. Во введении желательнее пояснить термин «блочно-порозный». Для ряда исследований были использованы образцы

сорбционных систем с наиболее равномерным нанесением сорбционно-активного материала – какая существует связь между равномерностью нанесения сорбционно-активного материала и газодинамическим сопротивлением? Для корректного сравнения масс извлеченного аналита желательно привести доверительные интервалы. Возможно ли, что предложенная методика для определения малолетучих органических соединений дает завышенные результаты по сравнению с традиционным абсорбционным концентрированием?

5. Доктора химических наук, профессора, профессора кафедры физической и аналитической химии федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Воронежский государственный университет инженерных технологий» Суханова Павла Тихоновича. В отзыве отражены следующие вопросы. Как достигается равномерность нанесения адсорбционных слоев на поверхность материала основы? Чем обусловлен выбор конкретной марки стали и алюминия для решения поставленных задач? На примере какого абсорбционного слоя изучена многократность применения сорбционных систем и почему для оценки кратности циклов сорбции-десорбции сорбции применили гексан, а не диоктилфталат?

6. Доктора химических наук, профессора, профессора кафедры аналитической химии федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Кубанский государственный университет» Темердашева Азамата Зауалевича. В отзыве отражены следующие замечания. Из текста автореферата не представляется возможным понять, сколько раз проводили эксперименты для установления отдельных метрологических характеристик. Не представляется возможным понять количество циклов применения материалов. Насколько целесообразнее применение данных материалов по сравнению с коммерчески доступными? В автореферате отсутствуют сведения о сорбционных характеристиках, в частности, емкости до проскока. Чем обусловлен выбор аналитов для оценки эффективности материала? Почему при проведении исследований не опирались на наиболее распространенные показатели мониторинга тех же летучих органических соединений? Каковы предельные параметры условия десорбции с предложенных материалов?

Все отзывы положительные и содержат высокую оценку результатов диссертационного исследования. Во всех отзывах указывается, что диссертационное исследование отвечает требованиям Положения о присуждении ученых степеней, что автором решена научная задача по разработке методик изготовления сорбционных систем блочно-порозного типа на основе различных сорбционно-активных материалов, позволяющих определять летучие и малолетучие органические соединения в воздушных средах, имеющая значение для развития аналитической химии и методов концентрирования.

Выбор Ульяновского Н.В. в качестве официального оппонента по диссертации обосновывается тем, что он является специалистом в области аналитической химии, экологии и анализа объектов окружающей среды.

Выбор Шашкова М.В. в качестве официального оппонента по диссертации обосновывается тем, что он является специалистом в области аналитической химии и хроматографического анализа.

Выбор ведущей организации обосновывается достижениями ее специалистов в области аналитической химии.

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается их компетентностью, широко известными достижениями в научных исследованиях со схожей тематикой, наличием у оппонентов и сотрудников ведущей организации современных публикаций в рецензируемых журналах.

Диссертационный совет отмечает, что в основании выполненных соискателем исследований:

разработаны методики изготовления сорбционных систем блочно-порозного типа для определения летучих и малолетучих органических соединений,

предложено использование материала с варьируемой порозностью для изготовления сорбционных систем блочно-порозного типа,

доказано, что полученные сорбционные системы блочно-порозного типа позволяют повысить эффективность десорбции летучих органических соединений в статических условиях по сравнению с аналогичными сорбционно-активными материалами в порошкообразной форме в 1,2-2 раза в зависимости от природы сорбента и аналита,

введены методические рекомендации для использования сорбционных систем блочно-порозного типа для определения летучих и малолетучих органических соединений.

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:

доказан факт влияния порозности сорбционных систем блочно-порозного типа на эффективность проведения десорбции в статическом режиме,

применительно к проблематике диссертации результативно (эффективно, то есть с получением обладающих новизной результатов) использованы данные газохроматографического анализа, сканирующей электронной микроскопии,

изложены доказательства гипотезы о закономерностях влияния порозности сорбционных систем блочно-порозного типа на эффективность проведения десорбции в статическом режиме,

раскрыты возможности применения полученных сорбционных систем блочно-порозного типа для решения конкретных аналитических задач при определении летучих и малолетучих органических микропримесей в газовых средах,

изучено влияние порозности и способа формирования слоя сорбционно-активного материала на поверхности материала-основы на параметры получаемых сорбционных систем блочно-порозного типа,

проведена модернизация сорбционных систем, позволяющая снизить газодинамическое сопротивление за счет использования блочно-порозной основы и расширить диапазон определяемых органических соединений за счет формирования на поверхности различных адсорбционных слоев.

Значение полученных соискателем результатов исследования для практики подтверждается тем, что:

разработаны и внедрены методики изготовления сорбционных систем блочно-порозного типа и методические рекомендации для их использования при определении летучих и малолетучих органических соединений в учебный процесс, в лекционные курсы дисциплин «Аналитическая химия», «Методы маскирования и концентрирования»,

определены зависимости влияния порозности и способа формирования адсорбционного слоя на параметры сорбционных систем,

представлены результаты сравнительной оценки сорбционных свойств сорбционных систем блочно-порозного типа, в том числе с аналогичными по природе порошкообразными сорбентами.

Оценка достоверности результатов исследования выявила:

установлена воспроизводимость результатов, а также их достоверность, основанная на использовании современного сертифицированного оборудования и разносторонних методов исследования,

теория построена на достоверных, проверяемых данных и согласуется с ранее опубликованными в литературе результатами по теме диссертации,

идея базируется на использовании материала «металлорезина» в качестве основы для изготовления сорбционных систем блочно-порозного типа,

использованы методы газохроматографического анализа, обеспечившие получение новых оригинальных результатов и выводов,

установлена хорошая корреляция между теоретическими выводами и экспериментальными данными,

использованы классические и современные методы исследования полученных соединений, такие как газохроматографический анализ, сканирующая электронная микроскопия.

Личный вклад соискателя состоит в разработке методик изготовления сорбционных систем блочно-порозного типа с различными адсорбционными слоями на поверхности, проведении исследований сорбционных систем по отношению к летучим и малолетучим органическим соединениям, участии в обсуждении и обобщении полученных результатов при подготовке публикаций.

Диссертация охватывает основные вопросы поставленной научной задачи (проблемы) и соответствует критерию внутреннего единства, что подтверждается наличием обоснованного и целенаправленного плана исследований, формулировки цели работы и выводов на основании полученных данных.

Результаты исследования могут быть включены как фундаментальные характеристики в специализированные справочники, базы данных и использоваться в учебном процессе, в частности, в лекционных курсах «Аналитическая химия» (разделы «Физико-химические методы анализа», «Способы пробоотбора и пробоподготовки»), некоторых спецдисциплин. Результаты исследования могут быть востребованы в практике научных центров и институтов РАН (Института геохимии и аналитической химии имени В.И. Вернадского, Института физической химии и электрохимии имени А.Н. Фрумкина), в Самарском национальном исследовательском университете имени академика С.П. Королева, Воронежском государственном университете, Белгородском национальном исследовательском университете, Липецком техническом университете и других организациях. Впервые обосновано применение блочно-порозного материала «металлорезины» как основы для определения органических микропримесей в воздушных средах, за счет чего можно повысить эффективность при десорбции в статических условиях.

Диссертация Карсункиной Алеси Сергеевны соответствует научной специальности 1.4.2. Аналитическая химия (химические науки) и отвечает требованиям, предъявляемым к диссертациям на соискание ученой степени кандидата наук (пп. 9-11, 13, 14 Положения о присуждении ученых степеней).

В ходе защиты были высказаны следующие критические замечания:

Доктор химических наук, профессор Амосов А.П. указал, что в докладе и автореферате следовало бы пояснить понятия «металлорезина», «порозность» и удельная поверхность.

Доктор химических наук, профессор Яшкин С.Н., отметил, что непонятны границы применения данного материала – в отношении агрессивных сред, в отношении групп органических и неорганических соединений, возможность модифицирования и равномерности нанесения модификатора на поверхность материала-основы. В работе не сказано, как определены погрешности.

Соискатель Карсункина А.С. согласилась с замечаниями, и поблагодарила членов совета за ценные рекомендации.

На заседании 26 декабря 2024 года диссертационный совет принял решение за решение научной задачи по разработке методик изготовления сорбционных систем блочно-порозного типа на основе различных сорбционно-активных материалов, позволяющих определять летучие и малолетучие органические соединений в воздушных средах, имеющей значение для развития аналитической химии и

методов концентрирования, присудить Карсункиной Алесе Сергеевне ученую степень кандидата химических наук по специальности 1.4.2. Аналитическая химия.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 14 человек, из них 5 докторов наук по специальности 1.4.2. Аналитическая химия, участвовавших в заседании, из 19 человек, входящих в состав совета, проголосовали: за – 14, против – нет, недействительных бюллетеней – нет.

Председатель
диссертационного совета

Пушкин Денис Валериевич

Ученый секретарь
диссертационного совета

Савченков Антон Владимирович

26.12.2024г.

