

УТВЕРЖДАЮ

И.о. ректора ФГБОУ ВО «Астраханский
государственный университет»,
проф., д.э.н. Лунев А. П.



«__» _____ 20 __ г.

ОТЗЫВ

ведущей организации – Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Астраханский государственный университет» на диссертационную работу Есмаила Гамила Касима Мохаммедаа «Са-монтмориллонитовая глина и ее модификации для очистки вод и определения тяжелых металлов», представленную на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальностям 03.02.08 – экология (химические науки) и 02.00.02 – аналитическая химия.

Оценка актуальности темы диссертационной работы

Охрана окружающей среды, в частности, природных вод, от загрязнений является актуальной проблемой современности. В этой связи вопросы очистки сбросов в гидросферу, совершенствование способов и сооружений, применяемых для этих целей, а также определение токсикантов на уровне и ниже предельно-допустимых концентраций приобрели особое значение. Наиболее перспективным и эффективным методом химической очистки и снижения пределов обнаружения методик анализа природных и сточных вод является сорбция, преимущества которой – хорошая управляемость процессом, относительная простота конструкции установки, надежность и высокая степень очистки. Однако, несмотря на интенсивные исследования в области сорбционного концентрирования, многие вопросы, связанные с поиском новых эффективных сорбентов, их доступностью, стоимостью, технологичностью применения и возможности сочетания с различными методами определения, до конца не решены. В тоже время, сорбционные материалы на основе глинистых пород находят все большее применение для группового

концентрирования при анализе и очистке природных и сточных вод от токсичных неорганических и органических примесей, в том числе от радиоактивных изотопов. Использование таких сорбентов обусловлено достаточно высокой емкостью, избирательностью, ионообменными свойствами некоторых из них, сравнительно низкой стоимостью и доступностью. Таким образом, рассматриваемая диссертационная работа является актуальной и перспективной как в теоретическом, так и в практическом плане.

Объем и структура диссертации

Диссертационная работа состоит из введения, литературного обзора (Глава 1), экспериментальной части (Глава 2) и обсуждения результатов (Глава 3), выводов, списка цитируемой литературы (138 наименований) и приложения. Работа изложена на 110 страницах печатного текста, содержит 24 рисунка, 19 таблиц.

Во введении автор дает обоснование актуальности проводимых исследований, формулирует цель и основные задачи.

В выполненном диссертантом обзоре литературы анализируются известные способы концентрирования и разделения тяжелых металлов из природных вод и технологических растворов. Особое внимание уделено применению для этих целей природных и модифицированных минеральных сорбентов. Рассмотрены возможности комбинированных методик сорбционно-атомно-абсорбционного и твердофазно-спектроскопического определения тяжелых металлов в водах. Обзор заканчивается кратким заключением, констатирующим состояние вопроса и позволяющим автору сделать вывод об актуальности развитого в диссертации подхода.

Во второй главе приводится описание объектов исследования, методики и средства измерений, описаны условия и методики эксперимента. Методики эксперимента описаны исчерпывающе, приведенные сведения позволяют детально воспроизвести полученные в диссертационной работе результаты.

Третья глава является основной в диссертации, в ней представлено обсуждение результатов. Автором исследован фазовый и химический состав глины и сорбентов полученных на ее основе. Было продемонстрировано, что обработка глины разбавленной соляной кислотой приводит к увеличению емкости, за счет растворения карбонатной фазы и увеличения содержания монтмориллонитовой.

Далее автором детально исследованы условия сорбции-десорбции элементов из водных растворов. Построены изотермы сорбции при различных температурах, на основании которых рассчитаны сорбционные и термодинамические константы. Также изучены кинетические характеристики сорбции, которые позволили установить

смешано-диффузионный характер процесса и наиболее адекватную кинетическую модель сорбции.

В связи с поставленной задачей по очистке сточных вод, автором изучены сорбционные возможности глины, обработанной 1 М соляной кислотой, по отношению к ионам Cu^{2+} , Zn^{2+} , Cd^{2+} , Pb^{2+} , Ni^{2+} , Co^{2+} , Cr^{3+} и Fe^{3+} , водные растворы которых моделируют сточные воды гальванического производства. Установленные условия сорбции данным материалом позволили разработать технологическую схему очистки и апробировать ее на хромсодержащих сточных водах ОАО «Завод Дагдизель» г. Каспийск. Результаты свидетельствуют об эффективности применения данного способа очистки, который обеспечивает снижение концентрации тяжелых металлов ниже требований ПДК.

Так как сорбированные глиной тяжелые металлы количественно десорбируются 1 М соляной кислотой, автор использовал ее в сорбционно-атомно-абсорбционном определении меди, цинка, кадмия и свинца в воде централизованной системы питьевого водоснабжения г. Махачкала. Описанная методика метрологически охарактеризована, правильность подтверждена методом введено-найденно и сравнением с результатами, полученными независимым методом и по ряду характеристик превосходит известные методы прямого определения микроколичеств этих элементов.

С целью повышения сорбционной способности Са-монтмориллонитовой глины изучены условия иммобилизации родамина Б. На основании полученных результатов разработан способ получения модифицированного сорбента.

Далее автором исследованы оптимальные условия сорбции полученного материала по отношению к Cu^{2+} , Zn^{2+} , Cd^{2+} , Pb^{2+} , а также в присутствии мешающих макрокомпонентов и маскирующих агентов. Было отмечено значительное увеличение емкости Са-монтмориллонитовой глины после модифицирования родамином Б. На основании полученных данных предложена методика определения меди, цинка, кадмия и свинца в питьевой воде спектроскопией диффузного отражения. Правильность методики подтверждена методом введено-найденно и сравнением с результатами, полученными независимым методом. Представленные сравнительные характеристики некоторых известных методик указывают на превосходство методики, предложенной на основе Са-монтмориллонитовой глины модифицированной родамином Б.

Цели и задачи, поставленные в диссертации, выполнены полностью. Положения, выносимые на защиту, не вызывают возражений и хорошо экспериментально обоснованы в тексте диссертации. Диссертант показал хорошее владение материалом исследований, базирующееся на современных публикациях по тематике работы. Работа Есмаила Г. К. выполнена на достаточно высоком научном уровне и является законченным на

определенном этапе исследованием, результаты которого изложены четко и ясно. Выводы, сделанные диссертантом, сомнений не вызывают.

Новизна исследований и полученных результатов

Диссертантом изучен состав и некоторые физико-химические свойства природной Са-монтмориллонитовой глины, получены данные по ее структурным характеристикам, фазовому и химическому составу. Установлены закономерности сорбции ионов тяжелых металлов из водных растворов природной Са-монтмориллонитовой глиной и ее модифицированными формами. Разработаны методики сорбционно-спектроскопического определения тяжелых металлов в водах с применением Са-монтмориллонитовой глины и ее модифицированных форм. Таким образом, **достоверность**, научная новизна выполненных исследований и научная ценность полученных результатов не вызывают сомнения и однозначно свидетельствуют о высоком уровне выполненной диссертационной работе.

Практическая значимость работы

Автором получены сорбционные материалы на основе природной Са-монтмориллонитовой глины, а также разработаны методики их применения:

- предложена и апробирована технологическая схема очистки хромсодержащих сточных вод от тяжелых металлов с использованием исследуемой глины, показано, что данный материал обеспечивает доочистку сточных вод по всем изученным тяжелым металлам до требований ПДК;
- предложена методика определения меди, цинка, кадмия и свинца в питьевой воде спектроскопией диффузного отражения.
- предложена методика сорбционно-атомно-абсорбционного определения меди, цинка, кадмия и свинца в водах.

Действенность разработанных методик подтверждена анализом большого количества реальных образцов вод различных типов. Важно отметить, что диссертант выполнил большую часть исследований с использованием относительно недорогих реактивов и оборудования, что делает перспективным внедрение разработанных методик в практику экологических лабораторий и систем очистки сточных вод.

Замечания

Несмотря на высокую оценку диссертационной работы, мы считаем необходимым сделать следующие замечания:

1. В начале третьей главы представлены результаты химического состава только исходной глины промытой водой. Работа существенно выиграла бы, если автор также представил и сравнил результаты химического анализа глины обработанной 1 М соляной кислотой, который используется в дальнейших исследованиях.

2. В разделе 3.4 имеется указание на возможность регенерации насыщенного тяжелыми металлами Са-монтмориллонитовой глины можно осуществить 1 М соляной кислотой. В связи с этим хотелось бы уточнить, какое количество циклов сорбции-десорбции способен выдержать сорбент без потери заявленного уровня эффективности.

3. В разделе 3.5 автором не приводится сравнение, обсуждение достоинств и недостатков разработанной в работе методики сорбционно-атомно-абсорбционного определения меди, цинка, кадмия и свинца в водах и описанных ранее в литературе, что несколько осложняет понимание перспектив использования данной методики.

4. В разделе 3.5 приводится сравнение результатов анализа проб, полученных разработанной методикой и в ходе прямого определения атомно-абсорбционным спектрометром с электротермическим атомизатором. На наш взгляд для оценки точности методики не совсем корректно сравнивать результаты, полученные одним и тем же прибором хоть и с разными методами атомизации, так как систематическая погрешность прибора при этом учитываться не будет.

Указанные замечания не снижают общую положительную оценку работы, выполненной на высоком профессиональном уровне. Основные результаты диссертационной работы опубликованы в виде 12 работ, в том числе 4 статьи в журналах, включенных в перечень ВАК, а также получен патент РФ. Статьи и автореферат в полной мере отражают сущность диссертационной работы. Оформление автореферата соответствует существующим требованиям. Диссертация Есмаила Гамила Касима Мохаммеда является цельным, завершенным научным исследованием, результаты и выводы могут найти применение, как в лабораториях государственного аналитического контроля, в лабораториях экологического мониторинга, в ведущих научных и учебных центрах, так и на предприятиях химической и легкой промышленности.

Заключение

На основании изложенного выше можно сделать заключение, что по своей актуальности, новизне, объему и достигнутым результатам диссертационная работа Есмаила Гамила Касима Мохаммеда «Са-монтмориллонитовая глина и ее модификации для очистки вод и определения тяжелых металлов» представляет собой

научно-квалификационную работу, выполненную на высоком уровне, и соответствует требованиям п. 9 «Положения о порядке присуждения ученых степеней» утвержденного постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 г., №842, а ее автор Есмаил Гамил Касим Мохаммед заслуживает присуждения ученой степени кандидата химических наук по специальностям 03.02.08 – экология (химические науки) и 02.00.02 – аналитическая химия.

Настоящий отзыв заслушан и утвержден на заседании кафедры аналитической и физической химии химического факультета Астраханского государственного университета, протокол заседания №11 от 07 апреля 2016 г. Присутствовало на заседании 7 человек профессорско-преподавательского состава; результаты открытого голосования: "за" – 7 чел., "против" – нет, воздержавшихся – нет.

И.о. заведующего кафедрой аналитической и физической химии, к.х.н., доцент



Л.А. Джигола

Адрес: г.Астрахань, ул.Татищева, 20а
Телефон: (8512) 52-49-95 (доб. 129).
E-mail: djegola@mail.ru

Секретарь заседания



В.В. Шакирова

Декан химического факультета,
д.х.н., профессор



А. Г. Тырков

Период с 1.11.2015 по 1.11.2016 г.г. Шакирова, А.Т. Морозова
завершено:
и.о. начальника ОК 

