

Отзыв

официального оппонента на диссертационное исследование Магомедова Курбана Эдуардовича «Поливинилхлоридные пластифицированные мембраны чувствительные к ионам цинка, кадмия и ртути», представленную на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 – аналитическая химия

Актуальность темы исследования

Актуальной задачей современной аналитической химии является разработка экспресс методик определение загрязняющих компонентов различной природы в реальных объектах, при этом к возможностям методики предъявляются такие требования как высокая селективность по отношению к определяемым компонентам, широкий диапазон определяемых концентраций, в том числе на уровне ПДК, воспроизводимость результатов анализа в течение длительного периода. Перспективным методом для определения ионов d-элементов является ионометрия, развитие которой требует создания высокоселективных мембран. Такие мембраны, как правило, содержат электродноактивные органические соединения, обеспечивающие селективность, ионную добавку для снижения омического сопротивления мембраны, и инертное связующее. Основное внимание исследователей направлено на поиск новых электродноактивных веществ, использование которых позволило бы расширить возможности потенциометрии. Так, представленные в современной литературе ионофоры для определения ионов тяжелых металлов охватывают широкий круг органических соединений различных классов: сопряженные полимеры, макроциклические соединения, в том числе производные каликсаренов, и т.д., многие из которых отличаются дороговизной. Оптимизации свойств ионселективных электродов для определения ионов тяжелых металлов посвящено значительное число работ, однако многие вопросы, связанные с разработкой надежных мембран для селективного потенциометрического определения ионов цинка, кадмия и ртути остаются открытыми.

Общая характеристика работы

Диссертационная работа Магомедова К.Э., выполненная в ФГБОУ ВО "Дагестанский государственный университет", по содержанию и структуре полностью отвечает научно-квалификационной работе на соискание ученой степени кандидата химических наук.

Диссертационная работа изложена на 136 страницах, состоит из введения, аналитического обзора, главы «Объекты исследования, оборудование и техника эксперимента», обсуждения результатов. В диссертации (без учета литературного обзора) 53 рисунка, 12 таблиц, список использованных источников содержит 170 наименований.

Диссертационная работа представляет собой логически выстроенное и завершенное научное исследование.

Актуальность темы исследования подтверждается поддержкой данной работы грантом Фонда содействию малых форм предприятий программы УМНИК «Разработка сенсоров на основе ионофоров чувствительных к ионам некоторых тяжелых металлов».

Основные научные результаты

Во введении сформулированы цель и задачи исследования, его актуальность, научная новизна, практическая значимость и положения, выносимые на защиту.

В первой главе представлен обзор литературы, посвященной поиску ионофоров для селективного определения ионов кадмия, цинка и ртути. Отмечена низкая селективность и время жизни электродов, представленных в литературе, а также необходимость поиска недорогих ионофоров с высокой селективностью. Для подтверждения актуальности исследования представлен анализ научных публикаций в области разработки потенциометрических сенсоров согласно базе данных Scopus.

Во второй главе приведены использованные в работе вещества с указанием их происхождения и чистоты, описаны методы изготовления ион-селективных электродов, методики определения электрохимических и аналитических характеристик электродов и селективности мембран. Отдельное внимание уделено итеративному методу расчета компонентного состава мембран. Представлено приборное оформление экспериментальной работы и использованное специализированное ПО.

Третья глава посвящена обсуждению результатов. На основе детального анализа диаграмм распределения ионных форм исследованных ионофоров от рН и ионных форм определяемых элементов от рН и концентрации галогенид-анионов обоснованы механизмы функционирования мембран и аналитические формы определения ионов цинка, кадмия и ртути. Предложены механизмы взаимодействия ионофоров с определяемыми ионами, которые подтверждены независимыми методами. Выполнена оптимизация состава мембран на основании изучения электрохимических характеристик электродов различного состава.

Степень обоснованности и достоверности научных положений, выводов и заключений соискателя, сформулированных в диссертации

Научные положения и выводы диссертационной работы представляются обоснованными. Они хорошо соотносятся с литературными данными и в некоторых моментах развивают таковые. Так, например, ряд исследованных ионофоров, предложенный на основании анализа совокупности потенциометрических характеристик мембран на их основе, в целом качественно правильно коррелирует с их липофильностью и обсуждаемыми в литературе подходами к разработке ион-селективных мембран. Выполнена «паспортизация» электродов, полученных с использованием полученных мембран, которая включала определение крутизны электродной функции, диапазона линейности, предела обнаружения, времени отклика, селективности, оптимального диапазона рН и концентрации внутреннего

раствора и фонового электролита. Достоверность экспериментальных результатов не вызывает сомнений.

Новизна полученных результатов

Новизна результатов исследования, в первую очередь, связана с новизной изученных ионофоров, которые являются более дешевыми по сравнению с описанными в литературе. Полученный массив экспериментальных результатов позволил автору не только ранжировать исследованные ионофоры по совокупности потенциометрических характеристик, но и предложить электрод для определения ионов цинка, характеристики которого выше, по сравнению с коммерческим цинк-селективным электродом отечественного производства и представленными в литературе экспериментальными образцами.

Практическая значимость работы

Полученные Магомадовым К.Э. результаты имеют большое практическое значение, что подтверждается правоохранным документом на изобретение, соавтором которого он является. Они существенно расширяют возможности потенциометрии для определения ионов цинка, кадмия и ртути. Предложенная проточная потенциометрическая система определения кадмия и ртути в водных растворах минеральных компонентов с применением разработанных мембран, включающая сорбционное концентрирование, открывает возможность выполнять поточные анализы в автоматическом режиме. Достоинством работы является апробация предложенных методик определения на реальных объектах с высоким и низким содержанием определяемого компонента (на уровне ПДК).

Рекомендации по практическому использованию результатов и выводов, приведенных в диссертации

Полученные Магомедовым К.Э. научные результаты могут быть рекомендованы для использования в Институте физической химии и электрохимии им. А.Н. Фрумкина РАН, на химическом факультете Московского государственного университета им. М.В. Ломоносова, РХТУ имени Д.И. Менделеева, а также в организациях и на предприятиях, деятельность которых связана с разработкой и изучением потенциометрических сенсорных систем.

Замечания, дискуссионные положения и спорные вопросы:

Несмотря на высокий уровень работы, она не лишена некоторых недостатков:

1. В положениях, выносимых на защиту обозначен «синтез и исследование кислотно-основных свойств...», но сам синтез в работе не освещен.

2. Согласно утверждению автора, «для определения тяжелых и токсичных металлов в объектах окружающей среды» перспективным является введение «в мембрану электроактивных веществ с N-, S-, O-содержащие функционально-аналитическими группами...». Указанный перечень гетероатомов охватывает чрезвычайно широкий круг органических

соединений. В работе не пояснено, присутствие каких гетероатомов и/или функциональных групп обеспечивает селективность к определенному катиону и чем обоснован выбор ионофоров для диссертационного исследования.

3. В работе недостаточно подробно описаны расчеты состава мембраны итеративным методом. Так, не указан физический смысл величин n и m , не обозначены варьируемые параметры и критерий сходимости решения.

4. На стр. 69 диссертационного исследования приведены результаты оценки статической обменной емкости комплексного сорбента АМБ-АНТ-2СООН по иону натрия. Поскольку приведенные значения кажутся завышенными, необходимы пояснения к методике определения обменной емкости.

5. Хотелось бы понять, с чем связано влияние состава мембраны на крутизну электродной функции, представленное в таблице 3.8.

6. На стр. 86 диссертационного исследования не объяснено, чем обусловлено увеличение потенциала электрода с увеличением концентрации иодид-анионов, должно же наблюдаться его уменьшение ввиду нарастания концентрации двухзарядных комплексов.

7. В работе также имеются грамматические ошибки, несогласованные предложения, ошибки в нумерации рисунков и таблиц, что, в определенной степени, затрудняет ее восприятие.

Вместе с тем, высказанные замечания не меняют общей положительной оценки рецензируемой работы.

Заключение о соответствии диссертационной работы требованиям ВАК Минобрнауки России

Диссертация написана грамотным научным языком, оформлена с использованием широкого набора первичных экспериментальных данных и их графического представления. Выдержана логическая последовательность изложения экспериментальных и теоретических результатов исследования.

Результаты исследования опубликованы в журналах, рекомендуемых ВАК РФ (4 статьи), и в сборниках трудов международных и Всероссийских конференций (13 тезисов докладов).

Диссертационная работа Магомедова К.Э. отвечает всем требованиям, предъявляемым ВАК РФ к кандидатским диссертациям. Материалы диссертации достаточно полно представлены в опубликованных статьях и апробированы на Международных и Всероссийских конференциях. Полученные результаты полностью соответствуют заявленным целям и задачам, отличаются новизной. Автореферат и опубликованные автором работы полно и правильно отражают основное содержание диссертации.

Диссертационная работа Магомедова Курбана Эдуардовича «Поливинилхлоридные пластифицированные мембраны чувствительные к ионам цинка, кадмия и ртути» выполнена в рамках паспорта специальности ВАК 02.00.02 – аналитическая химия. По объему исследований, актуальности, научной новизне и практической значимости соответствует требованиям пп. 9-14 «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденного

Постановлением правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 г № 842 (в редакции Постановления правительства РФ от 21 апреля 2016 г. № 335) как научно-квалифицированная работа, направленная на решение задачи, имеющей существенное значение для развития аналитической химии, а ее автор заслуживает присуждения искомой ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 – аналитическая химия.

Официальный оппонент,
кандидат химических наук,
доцент кафедры физической химии
ФГБОУ ВО «Кубанский государственный
университет»,
г. Краснодар, ул. Ставропольская, 149
89284224858, irina_falina@mail.ru

 И.В. Фалина



ВЕРНО:
Ученый секретарь совета
университета
 Е.М. Касьянова