

## ОТЗЫВ ОФИЦИАЛЬНОГО ОППОНЕНТА

на диссертационную работу Ленинского Михаила Александровича на тему «ВЭЖХ-МС/МС определение маркеров контаминации конструкционных материалов фосфорорганическими химикатами» на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности 1.4.2 – Аналитическая химия (химические науки)

### **Актуальность темы диссертационной работы.**

Известно, что наибольшую долю в бывшем арсенале химического оружия Российской Федерации составляли фосфорорганические токсичные химикаты (ФТХ) G-типа. В связи с уничтожением всех запасов химического оружия в Российской Федерации и перепрофилированием предприятий по уничтожению химического оружия, необходимо проведение первичных и мониторинговых исследований определения остаточного содержания ФТХ.

Диссертационная работа Ленинского Михаила Александровича посвящена разработке многоцелевых высокочувствительных процедур аналитического контроля поверхностного и глубинного загрязнения различных конструкционных материалов ФТХ с использованием выявленных ретроспективных маркеров. В работе рассматриваются аспекты необходимости создания новых эффективных процедур аналитического контроля загрязненности конструкционных материалов, так как практически отсутствуют методики определения продуктов конверсии ФТХ, а использованные ранее хроматографические методики определения остаточных количеств реализовать весьма проблематично, поскольку ряд расходных материалов в настоящее время не выпускаются. Все вышесказанное позволяют заключить, что тема данного исследования является весьма **актуальной**.

### **Степень обоснованности научных положений, выводов и рекомендаций, сформулированных в диссертационной работе.**

Автором выполнен большой по объему, грамотно, логично спланированный и тщательно выполненный эксперимент. Объем проведенных теоретических и экспериментальных исследований в полной мере позволил соискателю обосновать выносимые на защиту положения. Использованное научное оборудование, реактивы и методы исследований, в целом, адекватны намеченной цели и задачам.

Положения, выносимые на защиту, соответствуют цели и задачам работы, имеют научную новизну, теоретически обоснованы, и экспериментально доказаны. Выводы по работе следуют из представленных экспериментальных результатов, обоснованы, логичны, и представляются достоверными.

**Научная новизна** диссертационной работы заключается в том, что соискателем разработана оригинальная методика ВЭЖХ-МС/МС обнаружения 11 маркеров контаминации ФТХ, позволяющей определять полярные и неполярные соединения.

Получены хроматографические и масс-спектрометрические характеристики «несимметричных» эфиров метилфосфоновых кислот. Показана возможность определения VR и S-[(2-диэтиламино)этил] метилфосфонотиоата в смывах с поверхностей и измельченных твердых пробах конструкционных материалов с диапазонами измерений от  $5 \times 10^{-7}$  до  $5 \times 10^{-4}$  мг/дм<sup>2</sup> для смывов и от  $25 \times 10^{-6}$  до  $25 \times 10^{-4}$  мг/кг для фрагментов строительных конструкций.

**Надежность** представленных результатов исследований обеспечена применением различных современных методов аналитической химии.

#### **Практическая значимость результатов работы.**

Практическая значимость диссертационного исследования не вызывает сомнений. Разработана, аттестована и внесена в Федеральный информационный фонд методика количественного определения веществ с использованием ВЭЖХ-МС/МС. Подготовлен сборник рабочих процедур для оценки контаминации конструкционных материалов ФТХ и реакционными массами от их уничтожения в режиме ретроспективного анализа.

К практически значимому результату также можно отнести систему химико-аналитического контроля, позволяющую выявлять объекты, ранее находившиеся в контакте с ФТХ.

#### **Объем и структура диссертационной работы.**

Диссертация Ленинского М.А. имеет традиционную структуру и включает введение, обзор литературы, экспериментальную часть и обсуждение результатов, выводы, список цитируемой литературы, состоящий из 163 наименований и приложений. Работа содержит 28 рисунков и 20 таблиц, что облегчает понимание и анализ полученных результатов.

Во **введении** приведены обоснование актуальности выбранной тематики исследования, изложены положения, выносимые на защиту и составляющие научную новизну, теоретическую и практическую значимость. Кратко охарактеризована методология проведенного исследования, структура диссертации, апробация полученных результатов.

**В литературном обзоре**, содержащем 6 разделов, приведены сведения о физико-химических характеристиках ФТХ и продуктов их конверсии, рассмотрены существующие методы определения ФТХ G и V типа, а также продуктов их конверсии в различных объектах, в том числе в образцах с повышенной сорбционной активностью. Отмечено, что конструкционные материалы способны разлагать или удерживать ФТХ. Анализ литературных данных показывает, что основным методом исследования, охватывающим определение всех маркеров ФТХ в рамках одной процедуры, является высокоэффективная жидкостная хроматография с масс-спектрометрическим детектированием.

**В экспериментальной части** описаны объекты, материалы, реактивы, методы и методики проводимых исследований.

Можно отметить хорошо спланированные экспериментальные исследования с методической точки зрения.

Соискателем проведена сравнительная оценка информативности анализа смывов с поверхностей и глубинных проб конструкционных материалов при проведении санитарно-химического обследования элементов инженерной инфраструктуры бывших предприятий УХО при их подготовке к перепрофилированию. Также представлены результаты разработки, метрологической оценки и подготовки к аттестации методики количественного определения наиболее токсичных маркеров ФТХ в смывах с поверхностей и глубинных пробах конструкционных материалов.

#### **Апробация работы.**

Отдельно отмечу, что диссертационная работа Ленинского М.А. прошла **надежную апробацию**. Основные результаты представлены и обсуждены на всероссийских и международных конференциях. По материалам диссертации опубликованы 5 статей в журналах, рекомендованных ВАК РФ и индексируемых в

Web of Science и Scopus, глава книги, опубликованной издательством Elsevier, Academic Press, а также 6 тезисов докладов конференций.

**Соответствие диссертационной работы заявленной научной специальности.**

Диссертационная работа Ленинского Михаила Александровича по научной концепции, содержанию и результатам реализованной области исследований соответствует пунктам 2,5,7 и 13 паспорта научной специальности 1.4.2 – Аналитическая химия (химические науки).

**Соответствие содержания автореферата основным положениям и выводам диссертационной работы.**

Автореферат диссертации в целом отражает основные положения диссертационного исследования.

**Замечания по диссертационной работе.**

Характеризуя диссертацию Ленинского Михаила Александровича необходимо отметить, что она представляет собой завершенную квалификационную научную работу. Достоверность полученных соискателем результатов не вызывает сомнений.

Вместе с тем, к работе имеются замечания, требующие пояснений, но принципиально не влияющие на общую положительную оценку:

1. На стр. 74 диссертации автор указывает, что исходные растворы аналитов и внутреннего стандарта готовились в хроматографических виалах. Насколько это допустимо, ведь для приготовления растворов с аналитическими концентрациями необходимо использование мерной посуды.

2. Из текста диссертации непонятно, проводилась ли оптимизация условий ультразвуковой обработки анализируемых образцов? Насколько применяемые условия ультразвуковой обработки являются лучшими?

3. Рассматривался ли автором вариант применения гидрофильной хроматографии при детектировании малых полярных молекул?

4. При определении аналитов соискатель использовал только 2 MRM-перехода. ВАДА для такого рода анализов рекомендует использовать 3 MRM-перехода. Насколько меняется надежность и селективность метода с использованием двух переходов?

5. Использование англицизма «энергия коллизии» выглядит излишне (стр. 93, табл. 11).

6. В пункте «научная новизна» автор пишет о разработке оригинальной процедуры совместного ВЖЭХ-МС/МС обнаружения 11 ретроспективных маркеров контаминации ФТХ, а в выводе 1 указывается установление 12 маркеров, надо бы уточнить.

### **Заключение.**

Сделанные замечания не умаляют научную значимость и не влияют на основные практические результаты работы.

По объему и качеству проделанной теоретической и экспериментальной работы, уровню обсуждения полученных результатов диссертационная работа соответствует требованиям «Положения о порядке присуждения ученых степеней ВАК РФ» к диссертациям, представленным на соискание ученой степени кандидата наук, а автор, Ленинский Михаил Александрович, заслуживает присуждения ученой степени кандидата химических наук по специальности 1.4.2 – Аналитическая химия (химические науки) (п. 2,5,7 и 13 паспорта научной специальности).

канд. хим. наук, доцент кафедры  
аналитической химии  
федерального государственного бюджетного  
образовательного учреждения высшего  
образования  
"Кубанский государственный университет"

 Азарян Алиса Андреевна

350040, г. Краснодар, ул. Ставропольская, 149,  
Тел.: +7(861) 219-95-72,  
e-mail: alisa\_azaryan@mail.ru

« 15 » сентября 2022 г.

Подпись А.А. Азарян заверяю  
Ученый секретарь Ученого совета  
ФГБОУ ВО «Кубанский государственный  
университет»

  
 Касьянова Е.М.