

ОТЗЫВ

Официального оппонента **Новикова Вячеслава Федоровича** на диссертационную работу **Ивановой Юлии Анатольевны** на тему: «Хроматографическое и спектрометрическое определение функциональных присадок в смазочных маслах различных видов и дизельном топливе»

В современных отраслях промышленности широко применяются смазочные масла на синтетической или полусинтетической основе. Эти масла характеризуются высоким индексом вязкости, отсутствием нагаров при их эксплуатации и экологической безопасностью. Для оценки качества смазочных масел необходим их аналитический контроль. В то же время известные методики анализа смазочных масел и дизельного топлива устарели и не обеспечивают объективную оценку качества современных смазочных материалов. Следует отметить, что в последнее время синтезируются новые смазочные материалы, которые недостаточно изучены и требуют аналитического контроля.

С целью улучшения физико-химических и эксплуатационных свойств горюче-смазочных материалов в них, как правило, добавляют функциональные присадки, которые в процессе эксплуатации расходуются и могут претерпевать различные изменения.

Для аналитического контроля качества функциональных присадок обычно используют инструментальные методы анализа, к которым относятся спектрометрические и хроматографические методы. В этом случае к одной из важнейших стадий при проведении анализа относится пробоподготовка горюче-смазочных материалов, так как необходимо извлечь присадки из базовой основы масла. Это извлечение, как правило, осуществляется с использованием жидкость-жидкостной или твердофазной экстракции. В то же время известные методики извлечения функциональных присадок являются малоэффективными и требуют совершенствования. В этой связи создание новых и усовершенствование известных методик контроля качества горюче-смазочных материалов представляется актуальной задачей, направленной на улучшение аналитического контроля.

Диссертационная работа Ивановой Ю.А. представляет собой обширное экспериментальное исследование и посвящено развитию хроматографических и спектрометрических методов определения функциональных присадок, добавляемых в горюче-смазочные материалы для улучшения их эксплуатационных характеристик и продления срока работы.

Цель настоящей работы заключалась в скрининге и определении функциональных присадок, которые способствуют улучшению качества смазочных масел и дизельного топлива в процессе их эксплуатации.

Научная новизна диссертационной работы состоит в разработке условий скрининга и методик хроматографического и спектрометрического определения основных функциональных присадок, а также аналитических схем контроля в образцах смазочных масел различных видов и дизельных топлив, что позволило соискателю установить научные закономерности, связывающие аналитические характеристики исследуемых объектов с их химическим составом и физико-химическими свойствами.

Диссертационная работа Ивановой Юлии Анатольевны изложена на 153 страницах машинописного текста, содержит 51 рисунок и 9 таблиц, в списке цитируемой литературы содержится 177 источников.

Во введении раскрыта актуальность выбранной тематики, поставлены цель и задачи диссертационного исследования, сформированы научная новизна и практическая значимость работы, а также положения, выносимые на защиту.

В первой главе приведен литературный обзор, в котором детально рассмотрены основные типы смазочных материалов и дизельных топлив, а также рассмотрен их химический состав и классификация. Достаточно подробно обсуждаются проблемы определения качества смазочных материалов и дизельных топлив. Показана необходимость контроля содержания функциональных присадок в составе смазочных материалов и дизельных топлив. Обсуждаются проблемы, связанные с определением присадок неизвестного состава в сложной многокомпонентной матрице. Рассмотрены аналитические методики исследования анализируемых объектов и показана важная роль процедуры пробоподготовки при контроле функциональных присадок в горюче-смазочных материалах.

Во второй главе приводится экспериментальная часть работы. Достаточно полно описаны объекты исследования, материалы и реактивы, основное и вспомогательное научное оборудование, а также аналитические методики исследования смазочных материалов и дизельных топлив. Для калибровки аналитической аппаратуры были использованы государственные стандартные образцы нефтяных присадок. В качестве объектов исследования были использованы образцы свежей и отработанной неуглеводородно смазочно-охлаждающей жидкости, образцы свежего и отработанного турбинного масла, включающие антиокислительную, антикоррозионную и деэмульгирующую присадки. В работе были использованы также образцы адсорбентов, в качестве которых использовали модифицированные оксидом алюминия силикагели. Исследование проводили с использованием

жидкостного микроколоночного хроматографа «Милихром 5-3» с ультрафиолетовым детектором, хроматографа GC-2010 Shimadzu с масс-спектрометрическим детектором, флуориметра RF-5301 PC Shimadzu, ИК-спектрометра IR-Prestige-21.

В третьей главе приводится обсуждение полученных результатов. Анализируются экспериментальные данные скрининга исследуемых объектов, а также условия извлечения функциональных присадок из турбинного масла и дизельного топлива. Показана эффективность извлечения функциональных присадок из смазочных материалов с использованием твердофазной экстракции. Рассмотрены проблемы хроматографического и спектрометрического определения функциональных присадок в исследуемых образцах. Разработана методика определения неуглеводородной смазочно-охлаждающей жидкости в сжатом технологическом воздухе, а также схема аналитического контроля загрязненности силикагелевого адсорбента компонентами турбинного масла в процессе очистки природного газа.

Большое внимание в диссертационной работе отводится скринингу образцов турбинного масла, неуглеводородной смазочно-охлаждающей жидкости и дизельного топлива. С этой целью использовали вариант тонкослойной хроматографии в восходящем режиме, а идентификацию функциональных присадок проводили как с использованием химических реакций, так и в ультрафиолетовом свете и инфракрасном излучении. Для подтверждения процедуры идентификации функциональных групп присадки дизельного топлива проводили их ИК-спектрометрическое исследование. Для определения присадок в маслах использовали также метод высокоэффективной жидкостной хроматографии с предварительным их извлечением из матрицы с помощью твердофазной экстракции.

В заключении диссертационной работы сформулированы основные результаты и выводы, которые в полной мере соответствуют проведённому исследованию и адекватно описывают полученные экспериментальные результаты.

По теме диссертации опубликовано 18 научных работ, из них 6 статей, входящих в перечень ВАК по специальности диссертации и индексируемых в международных базах данных, 10 – в материалах докладов международных и всероссийских научных конференций, получены два патента РФ на предполагаемые изобретения.

Достоверность полученных данных подтверждается их апробацией на большом количестве авторитетных научных мероприятий, где были представлены результаты диссертационного исследования.

Практическая значимость работы заключается в том, что разработана методика определения неуглеводородной смазочно-охлаждающей жидкости в сжатом технологическом воздухе методом ИК-спектromетрии, которая метрологически аттестована и внесена в реестр аттестованных методик.

Разработаны методики определения функциональных присадок в неуглеводородной смазочно-охлаждающей жидкости, турбинном масле и дизельном топливе, которые могут быть использованы для контроля качества смазочных материалов на предприятиях нефте- и газоперерабатывающей отраслях промышленности.

Методика аналитического контроля загрязненности силикагелевого адсорбента компонентами турбинного масла в процессе очистки природного газа от сопутствующих примесей, а также методика ИК-спектрометрического определения неуглеводородной смазочно-охлаждающей жидкости в сжатом технологическом воздухе нашли применение на промышленных предприятиях ООО «Газпром трансгаз Краснодар».

Принципиальных недостатков, затрагивающих суть диссертации, у оппонента не возникло, однако к работе имеется ряд **вопросов и замечаний**.

1. В работе отсутствует информация об аналитических характеристиках тонкослойных пластинок, используемых для контроля качества присадок в горюче-смазочных материалах. Непонятно, тонкослойные пластинки были изготовлены автором или произведены в производственных условиях. Необходимо иметь информацию о материале подложки и адсорбента, величине зерен твердого носителя, наличии люминофора и др.

2. На стр.115 в табл.9 приведены результаты аналитического сигнала, а в тексте указано, что экстракты с адсорбента анализировали по разработанной методике, на которую в настоящей работе нет ссылок. Поэтому непонятно, какую методику соискатель использовал для анализа присадок и в каких единицах приведен аналитический сигнал в таблице 9.

3. В литературном обзоре стр.38, ссылка [97] указывается, что Тагировым Т.К. разработана методика комплексного исследования смазочных материалов с помощью тонкослойной хроматографии. Однако под этим номером в литературном обзоре указан рабочий документ (РД 34.43. 209-97).

4. В процессе эксплуатации смазочных материалов и моторного топлива в них образуется вода, концентрация которой соизмерима с содержанием функциональных присадок. Как влияет вода на процесс извлечения присадок с использованием жидкостной экстракции и на процедуру аналитического контроля?

5. При разработке методик анализа функциональных присадок соискателем использовали в качестве элюэнта неполярный гексан, который добавляли в ацетон. Непонятно, на каком основании был выбран ацетонЮ так как в качестве элюэнтов можно использовать более полярные органические жидкости, например, ацетонитрил, метанол и др.

6. На стр.77, табл.4 непонятно, в каких единицах было определено число теоретических тарелок. Может быть, это значение высоты теоретической тарелки?

Приведенные замечания и возникшие у оппонента вопросы не затрагивают основных положений и выводов представленной диссертации, которая в целом производит хорошее впечатление как по актуальности решаемых проблем, так и по уровню применяемых подходов и не ставит под сомнение достоверность полученных экспериментальных данных.

Автореферат и научные публикации Ивановой Юлии Анатольевны полностью отражают основное содержание диссертации.

По своей актуальности, научной новизне, теоретической и практической значимости диссертационная работа полностью соответствует требованиям п.9 «Положения о присуждении ученых степеней» , утвержденных постановлением Правительства РФ №842 от 24.09.2013г (в ред. Постановления Правительства РФ от 01.10.2018, с изм. От 26.05.2020), предъявляемым к кандидатским диссертациям.

Автор диссертационной работы Иванова Юлия Анатольевна заслуживает присуждения искомой ученой степени кандидата химических наук по специальности 1.4.2. – Аналитическая химия.

Официальный оппонент
Доктор химических наук, профессор кафедры
«Энергообеспечение предприятий,
строительство зданий и сооружений», зав.
«Центральная аналитическая лаборатория
хроматографических методов анализа»
ФГБОУ ВО Казанский государственный
энергетический университет

Новиков Вячеслав
Федорович

Novikov 11.11.2021г.

ФГБОУ ВО Казанский государственный энергетический университет
г.Казань, ул.Красносельская, д.51
тел.+7(843)519-43-21
e-mail: npo_aist@mail.ru



Новикова В.Ф.
Специалист У:
О.А. Хабирова