

ОТЗЫВ ОФИЦИАЛЬНОГО ОППОНЕНТА

о диссертации **Ивановой Юлии Анатольевны**

«Хроматографическое и спектрометрическое определение функциональных присадок в смазочных маслах различных видов и дизельном топливе»

представленной на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности 1.4.2 — Аналитическая химия

При эксплуатации современного технологического оборудования достаточно широко применяют смазочные масла различных видов на полусинтетической и синтетической основах, обладающие высоким индексом вязкости, большей экологической безопасностью, отсутствием нагаров и твердых отложений. Использование таких масел требует своевременного и качественного аналитического контроля, существующие методики анализа углеводородных масел не в полной мере обеспечивают полноту оценки качества современных смазочных масел. Новые смазочные материалы с аналитической точки зрения малоизучены, требуют всестороннего анализа, например, установление взаимосвязи компонентного состава с качеством смазочного материала, возможность его регенерации. В связи с этим, работа Ивановой Ю.А. бесспорно, является **актуальной**.

Научная новизна проведенных исследований и полученных результатов определяется совокупностью новых полученных данных об условиях анализа присадок. Разработаны условия скрининга и методики хроматографического и спектрометрического определения основных функциональных присадок в образцах смазочных масел различных видов и дизельного топлива. Разработаны аналитические схемы контроля качества смазочных материалов различных видов в процессе их практического использования.

Практически значимым результатом работы является, в частности, методика определения неуглеводородной смазочно-охлаждающей жидкости (НСОЖ) в сжатом технологическом воздухе методом ИК-спектрометрии валидирована, метрологически аттестована (МИ 02067847.06-2018 Методика измерений ИК-спектрометрическим методом с Фурье-преобразованием “Массовая концентрация неуглеводородной смазочно-охлаждающей жидкости в сжатом технологическом

воздухе”) и внесена в Федеральный реестр аттестованных методик (методы) измерений ФР.1.31.2019.34590.

Разработанные методики определения функциональных присадок в НСОЖ, турбинном масле ТП-22С и дизельном топливе могут быть использованы для контроля качества смазочных материалов на предприятиях нефте- и газоперерабатывающей промышленности.

Схема аналитического контроля загрязненности силикагелевого адсорбента компонентами турбинного масла в процессе очистки природного газа, а также методика ИК-спектрометрического определения НСОЖ в сжатом технологическом воздухе нашли применение на предприятии на ООО “Газпром трансгаз Краснодар”.

Диссертация Ивановой Ю.А. имеет **традиционную структуру**, соответствует требованиям ВАК и ГОСТ Р 7.0.11-2011 по оформлению диссертационных работ, и состоит из введения, обзора литературы, экспериментальной части, обсуждения результатов общих выводов, списка цитируемой литературы и приложения. Материал диссертации изложен на 153 страницах машинописного текста, содержит 51 рисунок и 9 таблиц, в списке цитируемой литературы 177 источников.

Обстоятельный, аналитический **обзор литературы** в полной мере отражает современное, актуальное состояние проблем, задач, методов, используемых в диссертационной работе. Автором рассмотрены основные типы смазочных материалов и дизельных топлив, их состав и классификация. Обсуждаются проблемы определения качества смазочных материалов и дизельных топлив. Показана необходимость контроля содержания функциональных присадок в составе смазочных материалов и дизельных топлив, так как было отмечено, что от качественного и количественного состава присадки напрямую зависят их основные эксплуатационные характеристики. Обсуждаются проблемы, связанные с определением присадок: неизвестный состав, который является ноу-хау производителя, сложная многокомпонентная матрица, высокие молекулярные массы и вязкость (для полимерных присадок) и другие. Изучены состояние и аспекты определения функциональных присадок в смазочных маслах и дизельных топливах. Проведен анализ методик исследования анализируемых объектов, который показал, что основной проблемой определения присадок в составе смазочных масел и дизельных топливах является их извлечение из базовой основы, для которого преимущественно используют ЖЖЭ и ТФЭ.

Качество выполненного обзора литературных данных подтверждается большим числом цитированных в нём работ (177 ссылки, актуальные работы, включая работы вышедшие к моменту рассылки автореферата и публикации текста диссертации на сайте организации — середина 2021г).

В экспериментальной части описаны объекты исследования, реактивы и материалы, основное и вспомогательное научное оборудование, а также методики исследования смазочных материалов и дизельного топлива.

Третья глава посвящена детальному **обсуждению полученных результатов**.

Резюмируя выполненный анализ основных частей диссертации Ивановой Ю.А., можно заключить, что все представленные на защиту **положения и результаты являются новыми** и представляют большой **теоретический и практический интерес**.

Достоверность результатов настоящей работы подтверждается приемлемой прецизионностью и правильностью полученных результатов. Представленные в работе результаты исследований, их обсуждение и аргументированность выводов свидетельствуют о высоком научно-методическом уровне работы. Поставленная в диссертационной работе цель достигнута и задачи работы решены полностью. Обсуждение полученных результатов выполнено с использованием классических подходов, что свидетельствует о высоком уровне проведенного научного исследования. Иванова Ю.А. является сложившимся специалистом в области аналитической химии.

Работа прошла **надежную апробацию**. Результаты и выводы диссертации доложены и обсуждены на российских конференциях и конференциях с международным участием. По результатам проведенных исследований получены **1 патент РФ** на изобретение и решение на выдачу патента РФ, опубликованы **6 статей** в рецензируемых научных изданиях, рекомендованных ВАК РФ и индексируемом в Web of Science и Scopus, а также **10 тезисов** докладов в материалах научных конференций.

Автореферат и публикации полностью отражают содержание диссертации, соответствующей паспорту научной специальности 1.4.2 — Аналитическая химия.

Автором поставлены цели и решены задачи теоретического, методического, экспериментального и прикладного характера. Проведена обработка полученных экспериментальных данных. Интерпретация полученных результатов проведена также лично автором.

Несмотря на, безусловно, положительное впечатление, диссертационная работа не лишена отдельных недостатков.

К работе имеется ряд вопросов и замечаний.

1. На Стр.91. автор пишет: «Бензойная кислота, связываясь с остаточными силанольными группами...». Каким представляется механизм этого? рН, как я понял – близкий к нейтральному. Кислота находится в виде аниона. Силанольные группы – диссоциированы. Тут скорее ион-парный механизм БК с аминогруппами аналита.
2. Рис28. стр. 86. Почему тут для определения алкилированных дифениаминов не использовать ГХ-МС? Они летучи, заодно и структуру, вероятно, можно было бы определить.
3. Стр. 108. К объяснениям в тексте такой вопрос. Если в каком либо объекте анализа изменятся соотношение Пропиленгликоль/Сложные эфиры, не приведет ли это к ошибкам измерения концентрации НСОЖ? Возможно, для этой цели лучше бы измерять соотношения сигналов на 1100 и 2925 см и использовать их? Т.е. разработать и применить составной критерий.
4. Там же. Почему при растворимости, отличающейся на 2 порядка (гексан и вода) плюс-минус одинаков?
5. Табл.4 стр77. Что такое $N=0.51$? Какой физический смысл этого числа? Число ТТ по определению, во-первых – целое число (число актов сорбции-десорбции на ед. длины. Если меньше одного, то должен быть - ноль). И второе- как может быть еще и плюс-минус 0.05!
6. Рис 7. стр.60. В качестве «оптимального» элюент выбран 100% ацетон. А по рис, например, 60% обеспечивает лучшую селективность! По-видимому, здесь в тексте уместно было бы пояснение.

7. Рис.41 стр. 102. Это раствор аналита в CCl_4 . Непонятно, где сигнал от четыреххлористого углерода, который дает большой сигнал на 2100 см⁻¹? (как и представлено на рис. 42)
8. В диссертации есть ряд неудачных выражений, жаргонизмов. Например, Стр.80 «вз-е....сорбента с карбоксильной группой аналита». Строго говоря, карбоксильной группы в составе аналита нет. Это сложный эфир. Может частично образовываться только в результате гидролиза. Выражение – «литературный обзор» (стр.46) неудачно. Обычно используют термин «обзор литературы». Стр. 54. Здесь это не диаметр частиц, а средний диаметр пористого слоя. Стр.57. «Индивидуальный дифениламин» - неудачное выражение. и другие.
9. Есть некоторые претензии и к оформлению рисунков и таблиц: принято писать в подписях большую информацию, условия анализа, концентрации веществ и т.п. Во многих таблицах: каково n, Р-? Если пишете плюс-минус должны это указывать.

Сделанные замечания не снижают общей, безусловно, положительной оценки диссертационного исследования Ивановой Ю.А. и могут по ряду позиций рассматриваться как элемент научной дискуссии.

Результаты работы могут быть использованы при проведении научных исследований в ведущих вузах страны, например, Московском государственном университете имени М.В.Ломоносова (г. Москва), Санкт-Петербургском государственном университете (г. Санкт-Петербург) и других. Спектр потенциальных областей применения результатов работы весьма широк. Предложенные автором диссертации идеи и приемы могут быть использованы в заводских и специализированных лабораториях, занимающихся контролем качества присадок.

По мнению оппонента, диссертационная работа Ивановой Юлии Анатольевны «Хроматографическое и спектрометрическое определение функциональных присадок в смазочных маслах различных видов и дизельном топливе» по объему и качеству выполненных исследований, актуальности поставленной задачи, новизне, достоверности и научной обоснованности полученных результатов, выводов полно-

стью соответствует требованиям пункта 9 "Положения о присуждении ученых степеней", утвержденного постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 года №842, а сам диссертант заслуживает присуждения ученой степени кандидата химических наук по специальности 1.4.2 — Аналитическая химия.

Официальный оппонент:

д.х.н., ведущий научный сотрудник, профессор
химического факультета Московского государственного
университета имени М.В. Ломоносова
119991, г. Москва, Ленинские горы, д.1, стр.3
Pirogov@analyt.chem.msu.ru,
тел. раб.: +7(495) 939-46-87



Андрей Владимирович Пирогов
3 декабря 2021 года

Я, Пирогов Андрей Владимирович, даю согласие на включение своих персональных данных в документы, связанные с работой диссертационного совета, и их дальнейшую обработку.

Подпись А.В. Пирогова заверяю
Декан химического факультета
Член-корр. РАН, профессор



С.Н.Калмыков

