

«Утверждаю»

Директор Федерального государственного
бюджетного учреждения

«Гидрохимический институт»

М.М. Трофимчук

« 01 » 11 2022 г



Отзыв

ведущей организации ФГБУ «Гидрохимический институт» на диссертационную работу Абакумовой Дарьи Дмитриевны « Особенности суммарного определения различных форм (неорганической и органической) нахождения олова в водах Азовского и Чёрного морей», представленной на соискание учёной степени кандидата химических наук по специальности 1.5.15 – Экология (химические науки).

Актуальность

Основными антропогенными поставщиками различных соединений олова в водные объекты являются производства органических красок, стекольной продукции, гидроизоляционных покрытий для ткани, бумаги и древесины, пестицидов, противообрастающих агентов и металлургическая отрасль. Встречающиеся в водах оловоорганические соединения являются продуктами метилирования неорганического олова и именно они являются наиболее токсичными.

Неорганические и некоторые органические соединения олово представлены в списках приоритетных загрязнителей, и их содержание в водах нормируется.

Развитие методологии аналитических работ с использованием сложных современных средств измерений, позволяет расширить перечень загрязняющих токсичных веществ, определяемых при выполнении

экологического мониторинга водных объектов. В связи с этим актуальность поставленных в диссертации задач не вызывает сомнений.

Структура и объём диссертации

Диссертация Абакумовой Д.Д. изложена на 168 страницах, состоит из введения, обзора литературы, экспериментальной части и заключения, содержит 33 таблицы и 40 рисунков.

Список литературных источников включает 233 наименований в основном на английском языке, что, по-видимому, свидетельствует о редком использовании газовой хроматографии с тандемным масс-спектрометрическим детектированием для определения органических соединений олова в практических лабораториях.

В литературном обзоре подробно рассмотрены источники поступления олова в природные воды, характеристика различных форм олова и методы их определения: газовая хроматография и высокоэффективная жидкостная хроматография для органических соединений олова, ИСП – спектрометрия для неорганических и суммарного содержания олова

В экспериментальной части показана возможность прямого спектрометрического определения концентраций олова в водах Азовского и Чёрного морей, характеризующихся разной степенью солёности, от 0,33 мкг/дм³ (ИСП-МС), 0,37 мкг/дм³ (ИСП-АС).

Разработана методика определения концентраций монобутилолова и монофенилолова в морской воде, включающая дериватизацию, экстракцию дериватов гексаном и последующем детектированием на газовом хроматографе с тандемным масс-спектрометрическим детектированием. Диапазон определения обоих соединений от 1 до 100 нг/дм³, пределы обнаружения – 0,3 нг/дм³.

Рассмотрена схема ИСП-спектрометрического определения суммарного содержания олова в водах Азовского и Чёрного морей с СВЧ-минерализацией проб, а также возможность определения суммарного содержания олова методам ИСП-АЭС и ИСП-МС с использованием техники

генерации гидридов. Разработанные методики апробированы на водах Азовского и Чёрного морей. Предложена также схема ИСП-спектрометрического определения суммарного, а также отдельных форм олова с помощью твердофазного отделения органической формы сорбентом. Такая схема позволяет определять концентрации органического олова ниже установленных ПДК.

Научная новизна диссертации

Изучены особенности количественного определения концентраций органических и неорганических соединений олова в водных объектах, характеризующихся разной степенью солёности (р. Кубань, Азовское и Чёрное моря). Разработаны аналитические схемы ИСП-спектрометрического и хроматомасс-спектрометрических методов определения концентраций неорганических и органических форм и суммарного содержания олова в Азовском и Черном морях, позволяющие определять эти вещества на уровне низких концентраций.

Предложена методика хроматомасс-спектрометрического определения монобутилолова и монофенилолова в исследуемых водных объектах.

Работа выполнена на хорошем уровне, на сложных аналитических объектах и современных непростых средствах измерения.

Практическая значимость

Выполненная работа имеет большое значение для развития теоретических представлений о поведении загрязняющих веществ в воде и расширения сферы практического применения ИСП-спектрометрических и хроматомасс-спектрометрических методов определения низких концентраций оловоорганических веществ.

Предложенная методика определения суммарного содержания олова в водах Азовского и Черного морей с использованием техники генерации гидридов, позволяющая определять олово в водах различной солёности, на уровне 0,05 и 0,03 мкг/дм³ для ИСП-АЭС и ИСП-МС, может служить

основой для разработки в будущем соответствующего нормативного документа в соответствии с требованиями ГОСТ 8.563 и использоваться в экологическом мониторинге.

Достоверность полученных в диссертации результатов

Достоверность полученных результатов, научных положений и выводов, содержащихся в работе, **подтверждается:**

- использованием современных методов исследования: газовой хроматографии с тандемным масс-спектрометрическим детектированием, атомно-эмиссионной спектрометрии и масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой;

- соответствием разработанных методик целевому назначению;

- обеспечением прослеживаемости измерений за счёт использования аттестованных стандартных образцов, поверенных средств измерений

По содержанию диссертационной работы Абакумовой Д.Д. имеются следующие замечания:

- нет обоснования выбора именно монобутиллола и монофениллола для разработки методики их определения, веществ, редко применяемых и не самых токсичных (ПДК на них отсутствует);

- не показано преимущество разработанных методов определения неорганического олова по сравнению с гостированными;

- условия хроматографирования для определения монобутиллола и монофениллола использованы, вероятно, стандартные и не являются оптимальными по времени выполнения этого анализа;

- отсутствует оценка погрешности разработанных методик в соответствии с требованиями нормативных документов (например, РМГ 61). В таблицах 29, 30, 33 приведено, по-видимому, только относительное стандартное отклонение в условиях сходимости (повторяемости) результатов анализа;

- есть замечания по перечню ГОСТов: приведены некоторые уже не действующие (ГОСТ 6709-72, ГОСТ 19700-74) или с ошибками (ГОСТ на серную кислоту).

Перечисленные замечания не снижают общей положительной оценки работы, выполненной диссертантом. Абакумова Д.Д. своими исследованиями подтвердила свою высокую квалификацию и широкий научный кругозор.

Рекомендации по использованию результатов диссертации

Проведённые исследования позволяют далее провести аттестацию методик в соответствии с требованиями РМГ 61 -2010 «ГСИ. Показатели точности, правильности методик количественного химического анализа. Методы оценки» или РМГ 43-2001 ГСИ Применение «Руководства по выражению неопределённости измерений», разработать нормативные документы на методики и использовать их в мониторинге загрязнения водных объектов.

Заключение

Результаты исследований, представленные в выполненной работе, вносят вклад в расширение перечня аналитических определений токсических соединений олова, являющихся приоритетными загрязнителями водных объектов.

Вынесенные на защиту научные положения обоснованны и соответствуют поставленным целям и задачам.

Выполненная работа соответствует требованиям, установленным в п. 9 Постановления Правительства РФ от 24.09.2013 г № 842 «О Порядке присуждения учёных степеней» ВАК РФ (в действующей редакции от 11.09.2021 г.), и предъявляемым к диссертационным работам на соискание учёной степени кандидата химических наук по специальности 1.5.15 – Экология (химические науки).

В рецензируемой научно-квалификационной работе решены научные задачи по количественному определению различных форм оловосодержащих соединений в водных объектах различной минерализации.

Содержание выполненной работы подтверждает соответствие критериям, предъявляемым к диссертациям на соискание учёной степени кандидата химических наук (пункты 9-11, 13,14 Положения о присуждении учёных степеней, утверждённое Постановлением Правительства РФ от 24.09.2013 г № 842 в действующей редакции).

Диссертационная работа и отзыв обсуждены и одобрены на заседании Учёного совета Федерального государственного бюджетного учреждения «Гидрохимический институт» (ФГБУ «ГХИ»), протокол № 6 от 27.10.2022.

Главный метролог, зав.лабораторией
стандартизации и метрологии, ФГБУ «ГХИ»,
кандидат химических наук
(МХМ №004545-аналитическая химия)

А.А. Назарова

А.А. Назарова



Почтовый адрес: 364090, г.Ростов-на-Дону, пр.Стачки, д.198.

e-mail: info@gidrohim.com.

телефон: 8(863)222-44-70;

8(863)219-87-73.