

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА Д 212.101.16
НА БАЗЕ ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО БЮДЖЕТНОГО
ОБРАЗОВАТЕЛЬНОГО УЧРЕЖДЕНИЯ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
«КУБАНСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ» МИНИСТЕРСТВА
НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РФ ПО ДИССЕРТАЦИИ НА
СОИСКАНИЕ УЧЕНОЙ СТЕПЕНИ КАНДИДАТА НАУК

аттестационное дело № _____

Решение диссертационного совета от 30.05.2019 № 5

о присуждении Магомедову Курбану Эдуардовичу, гражданину Российской Федерации, ученой степени кандидата химических наук.

Диссертация «Поливинилхлоридные пластифицированные мембранны, чувствительные к ионам цинка, кадмия и ртути» по специальности 02.00.02 – аналитическая химия (химические науки) принята к защите 26 марта 2019 г., протокол № 2, диссертационным советом Д 212.101.16 на базе федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Кубанский государственный университет» Министерства науки и высшего образования РФ, 350040, г. Краснодар, ул. Ставропольская, 149, приказ о создании № 420-368 от 14.03.2008 г, о подтверждении полномочий № 714/НК от 02.11.2012 г.

Магомедов Курбан Эдуардович, 1987 года рождения, в 2010 году окончил федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Дагестанский государственный университет»; в 2013 году окончил аспирантуру на кафедре аналитической и фармацевтической химии федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Дагестанский государственный университет», в настоящее время работает преподавателем кафедры аналитической и фармацевтической химии в федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего образования «Дагестанский государственный университет» Министерства науки и высшего образования РФ.

Диссертация выполнена на кафедре аналитической и фармацевтической химии, химического факультета федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Дагестанский государственный университет» Министерства науки и высшего образования РФ.

Научный руководитель – доктор химических наук, профессор, профессор кафедры аналитической и фармацевтической химии химического факультета федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Дагестанский государственный университет» Рамазанов Арсен Шамсудинович.

Официальные оппоненты:

Михельсон Константин Николаевич – доктор химических наук, профессор, профессор кафедры физической химии Института химии федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Санкт-Петербургский государственный университет»;

Фалина Ирина Владимировна – кандидат химических наук, доцент кафедры физической химии факультета химии и высоких технологий федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Кубанский государственный университет», дали положительные отзывы на диссертацию.

Ведущая организация – **Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Казанский (Приволжский) государственный университет»** (г. Казань) Министерства науки и высшего образования РФ в своем положительном заключении, подписанным заведующим кафедрой аналитической химии, д.х.н., профессором Евтюгиным Геннадием Артуровичем указала, что диссертационная работа является завершенной научно-квалификационной работой по специальности 02.00.02 – аналитическая химия, выполненной на актуальную тему. Работа соответствует критериям, предъявляемым к кандидатским диссертациям, установленным п. 9 "Положения о порядке присуждения ученых степеней", утвержденного постановлением Правительства РФ от 24 сентября 2013 года № 842, а ее автор заслуживает присуждения ученой степени по специальности 02.00.02 – аналитическая химия (химические науки).

Соискатель имеет 20 опубликованных работ, все по теме диссертации, в том числе 4 статьи в рецензируемых научных изданиях, входящих в Перечень ВАК РФ, и 1 патент РФ.

Наиболее значимыми опубликованными работами являются:

1. Потенциометрический сенсор, обратимый по ионам цинка, меди и кадмия, на основе пластифицированного 1-(2-пиридиназо)-2-нафтола / С. Д. Татаева, А. Ш. Рамазанов, **К.Э. Магомедов**, В.С. Горячая // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. – 2013. – Т. 79, № 8. – С. 16–19.
2. A membrane electrode reversible to zinc ions based on a polymer chelating adsorbent / S.D. Tataeva, A.Sh. Ramazanov, **K.E. Magomedov**, A.G.Bakhmudova // Journal of Analytical Chemistry. – 2014. – Vol. 69, no. 1. – P. 45–50.
3. Tataeva, S. D. Determination of lead ions using an diantipyrylmethane-based electrode / S.D.Tataeva, V. S.Magomedova, **K.E. Magomedov** // Journal of Analytical Chemistry. – 2016. – Vol. 71, №. 11. – P. 1115–1119.
4. Проточно-инжекционное определение ионов ртути электродом на основе дантонипирилпропилметана потенциометрическим методом / С.Д. Татаева, А.Ш. Рамазанов, **К.Э. Магомедов**, Р.З. Зейналов // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. – 2018. – Т. 84, №9. – С. 28-33.

На диссертацию и автореферат поступило 7 отзывов. Все отзывы положительные, в них отмечена актуальность темы, научная новизна и практическая значимость работы.

В отзыве заведующего аналитическим центром коллективного пользования Дагестанского научного центра Российской академии наук, доктора физико-математических наук Гафурова Малика Магомедовича имеется вопрос:

на стр. 15 автореферата приведен ряд селективности ионселективного электрода: « $\text{Br}^- > [\text{HgCl}_3]^- > \text{SCN}^- > \text{ClO}_4^- > \text{IO}_4^- > \text{NO}_3^- > \text{SO}_4^{2-} > \text{H}_2\text{PO}_4^-$ », с чем автор связывает отклонение для бромид- и роданид-ионов от Гофмейстеровского ряда?

В отзыве профессора кафедры химии ФГБОУ ВО «Дагестанского государственного педагогического университета», доктора химических наук, профессора Гусейнова Ризвана Меджидовича, имеются замечания:

- 1) на стр. 10, 13 использует такой термин, как «время жизни», при этом не раскрывая его сущность и как его рассчитывали;
- 2) на стр. 12. «Рисунок 5 – Спектры поглощения ...» приводятся формулы ионных ассоциатов с диантипирилпропилметаном в непротонированной форме.

В отзыве профессора кафедры аналитической химии, химического факультета МГУ имени М. В. Ломоносова, доктора химических наук, профессора Дмитриенко Станиславы Григорьевны и старшего научного сотрудника кафедры аналитической химии, химического факультета МГУ имени М. В. Ломоносова Апяри Владимира Владимировича, доктора химических наук имеется вопрос:

1. Чем обусловлен выбор электродно-активных веществ, изученных в работе?

В отзыве заведующего кафедрой неорганической и физической химии ФГБОУ ВО «Кабардино-Балкарский государственный университет им. Х.М. Бербекова», доктора химических наук, профессора Кушхова Хасби Биляловича имеются замечания:

1. В работе соискатель использует такой термин, как «время жизни» (с. 10 и 13), при этом, не раскрывая его сущность и как его рассчитывали.
2. В тексте автореферата в некоторых формулах ионных ассоциатов с октадециламином указана его непротонированная форма, например $[ОДА]^+[CdI_3]^-$ (с. 12).
3. В работе приводятся формулы ионных ассоциатов с диантипирилпропилметаном в непротонированной форме (с. 12).

В отзыве профессора кафедры аналитической химии Института химии ФГБОУ ВО «Санкт-Петербургский государственный университет», доктора химических наук, Кирсанова Дмитрия Олеговича имеются замечания:

1. По ходу изложения материалов автореферата очень часто встречаются не вполне удачные и не всегда понятные речевые обороты. Например, в разделе посвященном изложению научной новизны работы, говорится об изучении «ионофоров на основе поливинилхлоридных мембран», что разумеется, должно быть изложено наоборот.

2. В автореферате не представлена мотивация выбора конкретных соединений, использованных в работе в качестве ионофоров, также не приведены из названия согласно номенклатуре ИЮПАК.

3. Из автореферата не вполне понятно, для чего необходим предложенный автором итерационный метод расчета масс компонентов сенсорных мембран. Чем не устраивают существующие тривиальные способы расчета?

4. В тексте автореферата не приведено термодинамического обоснования для возможности определения коэффициентов селективности в парах катион/анион (Таблица 4, стр. 13). Подобное представление результатов выглядит несколько необычно.

В отзыве зам. зав. кафедры аналитической химии, химико-технологического института ФГАОУ ВО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина», доктора химических наук, профессора по кафедре аналитической химии, Козициной Алисы Николаевны и доцента кафедры аналитической химии, химико-технологического института ФГАОУ ВО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина», кандидата химических наук Малаховой Наталии Александровны имеется ряд вопросов и желаний:

1. Чем можно объяснить разную продолжительность времени жизни мембранных ИСЭ (табл. 3) от 1 до 6 месяцев?

2. Было бы полезно поместить в текст автореферата таблицу по сравнению оптимальных вариантов разработанных ИСЭ на цинк-, кадмий- и ртуть с описанными в литературе и коммерчески доступными электродами, если таковые имеются, по пределу обнаружения, диапазону линейности и, что особенно важно, времени жизни. Последний параметр очень важен для практического использования ИСЭ.

В отзыве химика-эксперта лаборатории физико-химических исследований ФБУЗ «Федеральный центр гигиены и эпидемиологии» Роспотребнадзора кандидата химических наук Алияровой Гюлсемлем Рамисовны имеется замечание:

1. Продолжительность срока эксплуатации следовало бы характеризовать не в днях и месяцах, числом проводимых измерений.

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается их компетентностью в области научных исследований, выполненных соискателем, и подтверждается сферой их профессиональной деятельности, наличием публикаций в данной сфере, в том числе профильных монографий и статей в соответствующих рецензируемых журналах, а также их согласием выступить в качестве ведущей организации и официальных оппонентов.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

разработаны

- методики потенциометрического определения Zn(II), Cd(II) в различных объектах с использованием электродов на основе $[\text{НОДА}]^+[\text{ZnCl}_3]^-$, $[\text{НОДА}]^+[\text{CdI}_3]^-$;
- потенциометрическая проточная система для определения Zn(II), Cd(II), Hg(II) в реальных объектах с использованием ИСЭ на основе модифицированных мембран.

предложены:

- ионофоры пиридилазонафтоля (ПАН), октадециламина (ОДА), диантипирилметан (ДАПМ), диантипирилпропилметан (ДАППМ), тионалид (ТНЛ) и полимерный хелатный сорбент на основе анионита амберлит-IRA400, модифицированный реагентом класса 2,7-бис-азопроизводных хромотроповой кислоты – антипирин-2COOH (АМБ-АНТ-2COOH);

- методический подход выявления и выбора электродноактивных веществ – ионофоров мембран ионоселективных электродов, характеризующих отклик сенсора, с учетом липофильности и константы протонизации, а также возможности образования анионных ацидокомплексов определяемых металлов;

доказана:

- возможность применения в качестве ионофоров пиридилазонафтоля, октадециламина, диантипирилметана, диантипирилпропилметана, тионалида и полимерного хелатного сорбента на основе анионита амберлит-IRA400, модифицированного реагентом класса 2,7-бис-азопроизводных хромотроповой кислоты – антипирин-2COOH;

– правильность определения Zn(II), Cd(II) и Hg(II) с использованием ионоселективных электродов в различных объектах в стационарном и проточном режимах;

введены:

– новые ионофоры для изготовления мембран Zn(II)–, Cd(II)– и Hg(II) – селективных электродов

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:

доказаны

– перспективность аналитических форм определения Hg(II), Cd(II) и Zn(II) в аналитах - ионные ассоциаты в виде тригалогенидных анионных комплексов: $[\text{НОДА}]^+[\text{CdI}_3]^-$; $\text{НДАПМ}^+\times[\text{HgCl}_3]^-$ и $[\text{НОДА}]^+[\text{ZnCl}_3]^-$;

– возможность применения в качестве ионофоров ПАН, ОДА, ДАПМ, ДАПГМ, ТНЛ и АМБ-АНТ-2СООН;

применительно к проблематике диссертации результативно использованы методы потенциометрии, атомной и молекулярной спектрометрии, газовой хромато-масс-спектрометрии, а также методы математической статистики;

изложены:

– взаимосвязи между кислотно-основными свойствами ионофоров и константами комплексообразования галогенидных ацидокомплексов металлов, характеризующими отклик ионоселективных электродов;

– на основе изучения электронных спектров компонентов мембран и их кислотно-основных свойств установлены механизмы функционирования мембран;

раскрыты:

– возможность использования предложенных ионофоров для изготовления потенциометрических сенсоров на ионы цинка (II), кадмия (II) и ртути (II);

изучены:

– механизмы функционирования мембран на основе АМБ-АНТ-2СООН, ПАН, ТНЛ – катионный; для ОДА, ДАПМ, ДАПГМ – анионный;

– особенности образования отклика ионоселективных электродов от кислотности среды и концентрации галогенид-ионов;

– селективность модифицированных мембран к ионам цинка, кадмия и ртути;

проведена модернизация условий потенциометрического разделения и определения кадмия (II) и ртути (II) в различных реальных объектах с использованием проточных ионоселективных электродов.

Значение полученных соискателем результатов исследования для практики подтверждается тем, что:

разработаны

– методики измерения массовых концентраций цинка (II), кадмия (II) и ртути (II) в различных реальных объектах с использованием предложенных ионоселективных электродов;

определенны

– электрохимические характеристики разработанных ионоселективных электродов;

– условия получения оригинальных ионофоров пиридилазонафтола (ПАН), октадециламин (ОДА), диантипирилметан (ДАПМ), диантипирилпропилметан (ДАПГМ), тионалид (ТНЛ) и полимерного хелатного сорбента на основе анионита амберлит-IRA400 с удовлетворительными рабочими характеристиками.

созданы

– оригинальные ионоселективные электроды на основе поливинилхлоридных пластифицированных мембран модифицированных ионофорами;

– алгоритм процедуры расчета количеств компонентов для получения мембран заданных составов;

представлены

– экспресс-методики ионометрического определения цинка (II), кадмия (II) и ртути (II) в различных объектах.

Оценка достоверности результатов исследования выявила:

для экспериментальных работ результаты получены с использованием сертифицированного и поверенного научного оборудования, а также стандартных образцов, обоснованы калибровки, показана воспроизводимость и правильность результатов исследования;

теория базируется на фундаментальных принципах и методах современной электрохимии, известных подходах по синтезу и изготовлению полимерных пластифицированных поливинилхлоридных мембран для целей электроанализа, что подтверждено полученными экспериментальными данным и согласуется с опубликованными данными по теме диссертационного исследования;

идея базируется на современных подходах современной электроаналитической химии, в частности, применения возможностей теории и практики потенциометрии;

использовано сравнение авторских и литературных данных, полученных ранее другими исследователями по рассматриваемой тематике;

установлено, что результаты, полученные в ходе выполнения работы, не противоречат независимым литературным данным, относящимся к области потенциометрического определения анализов в различных объектах;

использованы компьютеризированные методики сбора и обработки экспериментальных данных.

Личный вклад соискателя состоит в непосредственном участии на всех этапах подготовки диссертации; получении исходных экспериментальных данных, их обработке, обсуждении и интерпретации; апробации результатов исследования, подготовке публикаций по выполненной работе.

На заседании 30 мая 2019 года диссертационный совет принял решение присудить Магомедову К.Э. ученую степень кандидата химических наук. При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 16 человек, из них 9 докторов наук по специальности защищаемой диссертации, участвующих в заседании, из 19 человек, входящих в состав совета, проголосовали: за 16, против 0, недействительных бюллетеней нет.

Председателя диссертационного совета
д-р хим. наук, профессор

3.А. Темердашев

Ученый секретарь
канд. хим. наук, доцент

диссертационного совета,

Н.В. Киселева

