

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА 24.2.320.05,  
СОЗДАННОГО НА БАЗЕ ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО  
БЮДЖЕТНОГО ОБРАЗОВАТЕЛЬНОГО УЧРЕЖДЕНИЯ ВЫСШЕГО  
ОБРАЗОВАНИЯ "КУБАНСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ"  
МИНИСТЕРСТВА НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ  
ФЕДЕРАЦИИ, ПО ДИССЕРТАЦИИ НА СОИСКАНИЕ УЧЕНОЙ СТЕПЕНИ  
КАНДИДАТА НАУК

аттестационное дело N \_\_\_\_\_

решение диссертационного совета от 23 декабря 2021 г. N 9

О присуждении Ивановой Юлии Анатольевне, гражданке Российской Федерации, ученой степени кандидата химических наук.

Диссертация «Хроматографическое и спектрометрическое определение функциональных присадок в смазочных маслах различных видов и дизельном топливе» по специальности 1.4.2–Аналитическая химия (химические науки) принята к защите 30 сентября 2021 г. (протокол заседания № 8) диссертационным советом 24.2.320.05, созданным на базе федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Кубанский государственный университет» Министерства науки и высшего образования Российской Федерации, 350040, Краснодар, ул. Ставропольская, д. 149, приказ о создании № 420-368 от 14.03.2008 г., об установлении полномочий №561/НК от 03.06.2021.

Соискатель, Иванова Юлия Анатольевна, 1993 года рождения, в 2017 году окончила магистратуру в ФГБОУ ВО «Кубанский государственный университет» по направлению подготовки 04.04.01 Химия, в 2021 году окончила аспирантуру по направлению подготовки 04.06.01 – Химические науки, профиль – Аналитическая химия; работает преподавателем кафедры аналитической химии в ФГБОУ ВО «Кубанский государственный университет» Министерства науки и высшего образования Российской Федерации.

Диссертация выполнена на кафедре аналитической химии ФГБОУ ВО «Кубанский государственный университет» Министерства науки и высшего образования Российской Федерации.

Научный руководитель – доктор химических наук, профессор Темердашев Зауаль Ахлоович, заведующий кафедрой аналитической химии ФГБОУ ВО «Кубанский государственный университет».

Официальные оппоненты:

**Новиков Вячеслав Федорович** – доктор химических наук, профессор, профессор кафедры «Энергообеспечение предприятий, строительство зданий и сооружений», заведующий «Центральной аналитической лабораторией хроматографических методов анализа» ФГБОУ ВО «Казанский государственный энергетический университет»;

**Пирогов Андрей Владимирович** – доктор химических наук, профессор, ведущий научный сотрудник кафедры аналитической химии химического факультета МГУ им. М.В. Ломоносова дали положительные отзывы на диссертацию.

Ведущая организация – федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Башкирский государственный университет» (г. Уфа), в своем положительном отзыве, подписанном Майстренко Валерием Николаевичем, доктором химических наук, профессором, заведующим кафедрой аналитической химии и Гуськовым Владимиром Юрьевичем, кандидатом химических наук, доцентом, доцентом кафедры аналитической химии указала, что диссертация соответствует паспорту специальности 1.4.2–Аналитическая химия, отвечает предъявляемым к кандидатским диссертациям требованиям и соответствует критериям пп. 9–14 «Положения о присуждении учёных степеней», утвержденного постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 г. № 842 с изменениями, утвержденными постановлением Правительства РФ от 20 марта 2021 г. № 426, а её автор, Иванова Юлия Анатольевна, заслуживает присуждения учёной степени кандидата химических наук.

Соискатель имеет 16 опубликованных работ, все по теме диссертации, из них 6 статей опубликованы в рецензируемых научных изданиях,

рекомендованных ВАК РФ и индексируемых в наукометрических базах данных Web of Science и Scopus, а также 10 тезисов докладов в материалах научных конференций, получены 2 патента РФ на изобретение. Недостоверные сведения об опубликованных соискателем ученой степени работах в диссертации отсутствуют. Все выносимые на защиту положения аргументированы и подтверждены экспериментальными данными соискателя. В публикациях и патентах соискателя рассмотрены методические особенности определения функциональных присадок в турбинном масле (Темердашев, З.А. Хроматографическое разделение и определение функциональных присадок в турбинном масле / З.А. Темердашев, Ю.А. Иванова [и др.] // Журнал аналитической химии. – 2019. – Т. 74. – № 12. – С. 922–929); неуглеводородной смазочно-охлаждающей жидкости (Иванова, Ю.А. Спектрофлуориметрическое определение антиокислительной присадки (алкилированного дифениламина) в неуглеводородной смазочно-охлаждающей жидкости / Ю.А. Иванова, З.А. Темердашев, И.А. Колычев // Аналитика и контроль. – 2019. – Т. 23. – № 4. – С. 563-569); дизельном топливе (Иванова, Ю.А. Определение полимерных функциональных присадок в дизельном топливе методом гель-проникающей хроматографии / Ю.А. Иванова, З.А. Темердашев, И.А. Колычев, Н.В. Киселева // Аналитика и контроль. – 2021. – Т. 25. – № 1. – С. 53-62; Иванова, Ю.А. Сорбционные материалы для твердофазной экстракции вязкостных присадок на основе полиалкилметакрилата из смазочных материалов / Ю.А. Иванова, З.А. Темердашев, Н.В. Киселева, Д.А. Махоткина // Сорбционные и хроматографические процессы. – 2021. – Т. 21. – № 3. – С.297-306); аналитического контроля загрязнения силикагелевого адсорбента компонентами турбинного масла в процессе очистки природного газа в установках подготовки и транспорта природного газа (Иванова, Ю.А. Аналитический контроль загрязненности силикагелевого адсорбента компонентами турбинного масла в процессе очистки природного газа / Ю.А. Иванова, З.А. Темердашев, И.А. Колычев, А.В. Руденко // Аналитика и

контроль. – 2020. – Т. 24. – № 3. – С. 195-200; Патент РФ на изобретение № 2756706. Иванова Ю.А., Темердашев З.А., Колычев И.А., Киселева Н.В. Способ определения депрессорно-диспергирующих присадок в дизельном топливе) и методика определения НСОЖ в сжатом технологическом воздухе (Темердашев, З.А. ИК-спектрометрическое определение неуглеводородной смазочно-охлаждающей жидкости в сжатом технологическом воздухе // З.А. Темердашев, И.А. Колычев, Ю.А. Иванова // Аналитика и контроль. – 2018. – Т. 22. – № 1. – С. 61-68; Патент РФ № 2670726. Темердашев З.А., Колычев И.А., Иванова Ю.А. ИК-спектрометрический способ определения неуглеводородной смазочно-охлаждающей жидкости в сжатом воздухе). Основные результаты диссертационного исследования обсуждены на 9 профильных научно-технических мероприятиях международного, Всероссийского и регионального уровня. Анализ литературных данных, экспериментальная часть работы выполнены соискателем самостоятельно, научная интерпретация результатов исследований проводилась совместно с соавторами. Все работы опубликованы в соавторстве, на все статьи по теме работы в тексте диссертации имеются ссылки.

На диссертацию и автореферат поступили отзывы, все положительные, в ряде из них имеются замечания и вопросы по:

- интерпретации результатов твердофазной экстракции функциональных присадок из турбинного масла и дизельного топлива; обоснованию применения немодифицированного силикагеля, гексана и его смеси с ацетоном без сравнительной характеристики с другими способами извлечения; выбору ацетона в качестве элюента для извлечения компонентов присадок; воспроизводимости степени извлечения аналитов патронами с силикагелем (ведущая организация, официальные оппоненты д-р хим. наук Пирогов А.В. и д-р хим. наук Новиков В.Ф., д-р хим. наук Савельева Е.И., д-р хим. наук Доронин С.Ю.);

- идентификации присадки Д-157 в экстракте при ТФЭ, пиков на хроматограммах, а также алкилированных дифениламинов методом ГХ-МС (ведущая организация, официальный оппонент д-р хим. наук Пирогов А.В.);

- точности результатов определения растворимости НСОЖ в средах с различной полярностью (официальный оппонент д-р хим. наук Пирогов А.В.);

- выбору использованных сорбентов для ТСХ и ТФЭ, хроматографической колонки для гель-проникающей хроматографии, оценке эффективности патрона для ТФЭ (официальный оппонент д-р хим. наук Новиков В.Ф., канд. хим. наук Ставрианиди А.Н., д-р хим. наук Платонов И.А.);

- оптимизации условий хроматографического и ИК-спектрометрического анализа (ведущая организация, официальный оппонент д-р хим. наук Пирогов А.В., д-р хим. наук Иванова А.В., д-р хим. наук Алексенко С.С., д-р хим. наук Дейнека В.И.);

- механизму разделения присадок на модифицированной бензойной кислотой колонке и модификации ТСХ-пластины летучей муравьиной кислотой (официальный оппонент д-р хим. наук Пирогов А.В., канд. хим. наук Ставрианиди А.Н., д-р хим. наук Дейнека В.И., д-р хим. наук Доронин С.Ю.);

- влиянию воды на содержание присадок в смазочных материалах и моторном топливе и их извлечению жидкость-жидкостной экстракцией (официальный оппонент д-р хим. наук Новиков В.Ф.);

- метрологическим характеристикам разработанных методик (д-р хим. наук Белых Л.И., д-р хим. наук Платонов И.А., д-р хим. наук Мокшина Н.Я.);

- замечаниям терминологического, стилистического и оформительского характера (официальные оппоненты д-р хим. наук Пирогов А.В. и д-р хим. наук Новиков В.Ф., д-р хим. наук Платонов И.А., д-р хим. наук Дейнека В.И., д-р хим. наук Доронин С.Ю.).

Соискатель ответила на вопросы и замечания по диссертации и автореферату, сделанные ведущей организацией, официальными оппонентами и специалистами в данной области, привела собственную аргументацию в

интерпретации полученных результатов, а также согласилась с замечаниями терминологического, стилистического и оформительского характера.

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обоснован их высокой компетентностью в области аналитической химии топлив и масел, исследованиями по определению качества целевых компонентов этих объектов хроматографическими и спектрометрическими методами, сферой их профессиональной деятельности, наличием профильных публикаций в высокорейтинговых научных изданиях, а также их согласием выступить в качестве ведущей организации и официальных оппонентов.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

**разработан** комплекс методик определения функциональных присадок различной природы в смазочных материалах и дизельном топливе, позволяющий с высокой точностью и надежностью оценивать их качество;

**предложены**

- методика скрининга функциональных присадок турбинного масла ТП-22С, НСОЖ и дизельного топлива методом ТСХ и унифицированный подход к их твердофазному извлечению;

- схема аналитического контроля загрязненности силикагелевого адсорбента компонентами турбинного масла в процессе очистки природного газа;

**доказана**

- эффективность применения гель-проникающей хроматографии с рефрактометрическим детектированием для определения молекулярно-массовых характеристик полимерных функциональных присадок в составе ГСМ;

- эффективность сорбентов на основе немодифицированного силикагеля для твердофазной экстракции функциональных присадок, позволяющих контролировать качество смазочных материалов различных видов и дизельного топлива;

**введены** критерии выбора схем определения функциональных присадок в современных смазочных материалах и дизельном топливе.

**Теоретическая значимость** исследования обоснована тем, что

**доказаны**

- низкая эффективность немодифицированного силикагеля при твердофазном извлечении высокомолекулярных слабо полярных функциональных присадок;

- эффективность ТФЭ для отделения слабо полярных функциональных присадок от компонентов базовой основы масел;

- устойчивость компонентов турбинного масла, присадок Д-157 и В-15/41 в технологических условиях подготовки природного газа к транспорту;

**применительно к проблематике диссертации результативно использован** комплекс современных аналитических методов – газовая и высокоэффективная жидкостная хроматография с диодно-матричным и рефрактометрическим детектированием, ИК-Фурье-спектрометрия, спектрофлуориметрия, обеспечившие надежную интерпретацию получаемых результатов;

**изложены**

- особенности извлечения функциональных присадок в ГСМ методом твердофазной экстракции, обеспечившие отделение целевых компонентов от базовой основы масел;

- особенности построения схемы анализа ГСМ, включающей ТСХ скрининг компонентов и их извлечение методом ТФЭ с последующим хроматографическим определением;

**раскрыты**

- условия твердофазной экстракции на немодифицированных силикагелях при извлечении полимерных функциональных присадок;

- особенности хроматографического поведения высокомолекулярных присадок в гель-проникающих системах;

**изучены**

- процессы извлечения и определения антиокислительных, деэмульгирующих, антикоррозионных и депрессорно-диспергирующих присадок в горюче-смазочных материалах;

- процессы извлечения и определения функциональных присадок различной природы в смазочных материалах;

**проведена модернизация** методологии анализа масел с учетом природы их происхождения (турбинное масло ТП-22С, неуглеводородная смазочно-охлаждающая жидкость (НСОЖ)).

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

**разработаны и внедрены**

- методика определения неуглеводородной смазочно-охлаждающей жидкости (НСОЖ) в сжатом технологическом воздухе методом ИК-спектрометрии, которая валидирована, метрологически аттестована, внесена в Федеральный реестр аттестованных методик (методы) измерений – ФР.1.31.2019.34590, которая внедрена на ООО “Газпром трансгаз Краснодар”;

- схема аналитического контроля загрязненности силикагелевого адсорбента компонентами турбинного масла в процессе очистки природного газа;

**определены перспективы** использования на практике схемы аналитического контроля загрязненности силикагелевого адсорбента компонентами турбинного масла в процессе его эксплуатации;

**созданы:**

– методики ОФ ВЭЖХ определения функциональных присадок в турбинном масле ТП-22С;

– методика спектрофлуориметрического определения алкилированного дифениламина в НСОЖ;

– методика ИК-спектрометрического определения НСОЖ в сжатом технологическом воздухе;



**представлены:**

- Методика измерений ИК-спектрометрическим методом с Фурье-преобразованием МИ 02067847.06-2018 “Массовая концентрация неуглеводородной смазочно-охлаждающей жидкости в сжатом технологическом воздухе”, внесенная в Федеральный реестр аттестованных методик (методы) измерений ФР.1.31.2019.34590;

- методики скрининга и определения ряда функциональных присадок в горюче-смазочных материалах, отвечающие требованиям экспрессности и точности;

- способы определения НСОЖ в сжатом технологическом воздухе методом ИК-спектрометрии и депрессорно-диспергирующих присадок в дизельном топливе.

Оценка достоверности результатов исследования выявила:

**для экспериментальных работ** результаты получены с использованием современного сертифицированного и поверенного аналитического оборудования, валидированных методик, методов статистической обработки данных и анализа значительного количества модельных и реальных образцов; показана воспроизводимость результатов исследования в различных условиях и средах.

**Теория** основана на известной, проверяемой информации о составе и свойствах анализируемых веществ, а также определении функциональных присадок в смазочных материалах и ГСМ на основе данных об их структурных элементах хроматографическими и спектрометрическими методами, способах обработки получаемой аналитической информации, что подтверждено экспериментальными результатами и согласуется с опубликованными данными по теме диссертации.

**Идея** базируется на применении теории хроматографических процессов и передового опыта использования методов хроматографии и спектрометрии для анализа смазочных материалов и горюче-смазочных материалов;

**использовано** сравнение авторских данных с литературными, полученными ранее другими исследователями по рассматриваемой тематике;

**установлено**, что полученные в диссертационном исследовании результаты не противоречат данным, представленным в независимых источниках по данной тематике;

**использованы** современные методы сбора исходных данных с применением программно-аппаратных комплексов обработки аналитической информации, методики математической и статистической обработки экспериментальных результатов, экспертные системы для идентификации компонентов.

Личный вклад соискателя состоит в участии на всех этапах планирования и проведения эксперимента – хроматографических и спектрометрических анализах топлива и масел, обосновании и разработке аналитических схем определения функциональных присадок в смазочных материалах (в турбинном масле на уровне 0,008 – 0,017 % масс., НСОЖ – 0.02 мг/л) и дизельном топливе (0,02 %), определении НСОЖ в сжатом технологическом воздухе; апробации результатов при анализе реальных объектов – синтетических и минеральных смазочных масел, дизельного топлива. Интерпретация полученных соискателем данных и подготовка публикаций по результатам работы выполнены совместно с научным руководителем.

В ходе защиты диссертации были высказаны следующие критические замечания по технике выполнения эксперимента, интерпретации, обработке и представлению экспериментальных данных (д-р техн. наук Халафян А.А., д-р хим. наук Буков Н.Н., д-р хим. наук Шельдешов Н.В., д-р хим. наук Бехтерев В.Н., д-р хим. наук Бурьлин М.Ю.); перспективам использования разработанных методик в реальном секторе экономики (д-р техн. наук Боковой Т.Н., д-р хим. наук Панюшкин В.Т.); необходимости подробных пояснений к приведенным в автореферате рисункам и таблицам (д-р хим. наук Буков Н.Н.); уточнению терминологических формулировок (д-р хим. наук Панюшкин В.Т.).

Соискатель, Иванова Юлия Анатольевна, ответила на заданные ей в ходе заседания вопросы, привела собственную аргументацию в интерпретации данных, а также согласилась с рядом замечаний.

На заседании 23.12.2021 г. диссертационный совет принял решение за выполнение важной научной задачи в аналитической химии топлив и масел по разработке методик определения функциональных присадок, аналитических схем контроля качества различных смазочных масел и топлив, имеющих важное практическое значение для предприятий нефтяной и газовой промышленности, присудить Ивановой Юлии Анатольевне ученую степень кандидата химических наук.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 17 человек, из них 8 докторов наук по специальности 1.4.2 – Аналитическая химия (химические науки), участвовавших в заседании, из 21 человека, входящего в состав совета, проголосовал: за – 17, против – 0, недействительных бюллетеней нет.

Заместитель председателя  
диссертационного совета



В.Т. Панюшкин

Ученый секретарь  
диссертационного совета



Н.В. Киселева

23.12.2021