

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА Д 003.051.01
на базе Федерального государственного бюджетного учреждения науки
Института неорганической химии им. А.В. Николаева
Сибирского отделения Российской академии наук, ФАНО
ПО ДИССЕРТАЦИИ **Жданова Артёма Александровича**
НА СОИСКАНИЕ УЧЕНОЙ СТЕПЕНИ КАНДИДАТА ХИМИЧЕСКИХ НАУК

аттестационное дело № _____
решение диссертационного совета от 18 ноября 2015 г. Протокол № 16

О присуждении *Жданову Артёму Александровичу*, гражданину Российской Федерации, ученой степени кандидата химических наук.

Диссертация «*Применение методов ВЭЖХ и капиллярного электрофореза для изучения полиоксометаллатов в растворах*» в виде рукописи по специальности 02.00.02 – аналитическая химия (химические науки) принята к защите *27 мая 2015 г., протокол № 9*, диссертационным советом Д 003.051.01 на базе Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института неорганической химии им. А.В. Николаева Сибирского отделения Российской академии наук (ИНХ СО РАН) (630090, г. Новосибирск, пр. Ак. Лаврентьева, д. 3, действующего на основании приказа Минобрнауки РФ от 11.04.2012 г. № 105/нк).

Соискатель *Жданов Артём Александрович*, 1989 года рождения, работает в должности инженера 1 категории в аналитической лаборатории ИНХ СО РАН. В 2014 году закончил обучение в очной аспирантуре на базе ИНХ СО РАН. В 2011 году окончил ГОУ ВПО «Новосибирский государственный университет» по специальности – химия.

Диссертация выполнена в аналитической лаборатории Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института неорганической химии им. А.В. Николаева Сибирского отделения Российской академии наук.

Научный руководитель – доктор химических наук, доцент *Шуваева Ольга Васильевна*, работает в аналитической лаборатории Института неорганической химии им. А.В. Николаева Сибирского отделения Российской академии наук в должности старшего научного сотрудника.

Официальные оппоненты:

– *Карцова Людмила Алексеевна*, гражданка России, доктор химических наук, профессор кафедры органической химии Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Санкт-Петербургский государственный университет», г. Санкт-Петербург;
– *Патрушев Юрий Валерьевич*, гражданин России, кандидат химических наук, научный сотрудник аналитической лаборатории Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института катализа им. Г.К. Борескова Сибирского отделения РАН, г. Новосибирск – дали **положительные отзывы** на диссертацию.

Ведущая организация, Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Сибирский федеральный университет», г. Красноярск, дала свое **положительное заключение**, подписанное доктором химических наук, профессором Кузнецовым Борисом Николаевичем, заведующим кафедрой органической и аналитической химии ФГАОУ ВПО «Сибирский федеральный университет», и утверждённое ректором Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего профессионального образования «Сибирский федеральный университет» академиком РАН

Вагановым Евгением Александровичем. В заключении указано, что: «...по объему, актуальности, уровню научных и практических результатов представленная диссертационная работа... соответствует критериям п.9 «Положения о порядке присуждения ученых степеней», утвержденного постановлением Правительства РФ от 24.09.2013 г. № 842, предъявляемым к кандидатским диссертациям, а её автор – Жданов А.А., заслуживает присвоения ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 – аналитическая химия». Отзыв на диссертацию обсужден на расширенном заседании кафедры аналитической и органической химии Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего профессионального образования «Сибирский федеральный университет» (протокол № 1 от 22 сентября 2015 г.).

По теме диссертации соискатель имеет 3 опубликованных статьи: из них 1 – в российском рецензируемом издании, входящем в перечень ВАК РФ, и 2 статьи в международных научных журналах. Все статьи входят в систему цитирования Web of Science, 5 работ опубликованы в материалах всероссийских конференций и симпозиумов.

Наиболее значимые научные работы по теме диссертации:

1. Zdanov A.A., Shuvaeva O.V. The study of polyoxometalates formation processes using capillary zone electrophoresis // *Electrophoresis*. – 2014. – V. 35. – P. 2566-2572.

2. Жданов А.А., Шуваева О.В. Применение методов капиллярного электрофореза и высокоэффективной жидкостной хроматографии для изучения комплексных полиоксометаллатов // *Журн. структур. химии*. – 2014. – Т. 55. – С. 1239-1244.

3. Abramov P.A., Sokolov M.N., Floquet S., Haouas M., Taulelle F., Cadot E., Perepyrkina E.V., Virovets A.V., Vicent C., Kompankov N.B., Zhdanov A.A., Shuvaeva O.V. and Fedin V.P. Coordination-Induced Condensation of $[\text{Ta}_6\text{O}_{19}]^{8-}$: Synthesis and Structure of $[\{(\text{C}_6\text{H}_6\text{Ru})_2\text{Ta}_6\text{O}_{19}\}]^{4-}$ and $[\{(\text{C}_6\text{H}_6\text{RuTa}_6\text{O}_{18}\}_2(\mu\text{-O})\}]^{10-}$ // *Inorg. Chem.* – 2014. – V. 53. – P. 12791-12798.

На автореферат диссертации поступило 5 отзывов. Все отзывы положительные, все отзывы – с замечаниями. Отзывы поступили: от д.т.н., доцента **В.М. Грузнова**, заместителя директора по научной работе ФГБУН Института нефтегазовой геологии и геофизики им. А.А. Трофимука СО РАН, и к.х.н. **И.И. Науменко**, старшего научного сотрудника лаборатории систем мониторинга ФГБУН Института нефтегазовой геологии и геофизики им. А.А. Трофимука СО РАН, г. Новосибирск; от к.х.н. **Л.А. Кожановой**, химика-эксперта ЗАО Института хроматографии ЭкоНова, г. Новосибирск; от д.х.н., профессора **В.И. Вершинина**, заведующего кафедрой аналитической химии ФГБОУ ВПО «Омский государственный университет им. Ф.М. Достоевского», г. Омск; от д.х.н., профессора **М.Ю. Бурылина**, профессора кафедры аналитической химии ФГБОУ ВПО «Кубанский государственный университет», г. Краснодар; от д.х.н. **В.М. Шкинева**, ведущего научного сотрудника ФГБУН Института геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН, г. Москва.

Замечания к автореферату касаются, в основном, терминологии, уточнений и рекомендаций по вопросу идентификации компонентов смеси. В отношении выводов диссертации и положений, выносимых на защиту, замечания отсутствуют. Все отзывы заканчиваются выводом, что диссертационная работа А.А. Жданова **полностью соответствует** требованиям, предъявляемым к кандидатским диссертациям ВАК РФ, а ее автор А.А. Жданов заслуживает присуждения ученой степени кандидата химических наук по специальностям 02.00.02 – аналитическая химия.

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается компетентностью оппонентов в области аналитической химии, в особенности в области разделительных методов анализа, в частности методов капиллярного электрофореза и высокоэффективной жидкостной хроматографии, что подтверждается наличием публикаций оппонентов и ведущей организации в данной области исследований.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

разработаны и оптимизированы подходы к исследованию растворов полиоксометаллатов (ПОМ) разделительными методами капиллярного зонного электрофореза (КЗЭ) и высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ), для идентификации компонентов применен комплекс методов, включающий ВЭЖХ, КЗЭ и метод ядерного магнитного резонанса (ЯМР) на ядрах ^{51}V ;

изучены с применением гибридного метода, основанного на сочетании ион-парной обращено-фазовой ВЭЖХ с атомно-эмиссионной спектрометрией с индуктивно-связанной плазмой (ИП-ОФ-ВЭЖХ-ИСП-АЭС), смеси фосфованадомолибдатов состава $[\text{PV}_x\text{Mo}_{12-x}\text{O}_{40}]^{-(3+x)}$. Результаты, полученные с применением ВЭЖХ-ИСП-АЭС, ЯМР и КЗЭ удовлетворительно согласуются между собой.

исследованы при помощи метода КЗЭ ранее не изученные растворы полиоксометаллатов различных типов, показана возможность применения данного метода для изучения широкого круга полиоксометаллатов на примерах:

- гетерополисоединений (ГПС) на основе ниобия,
- ГПС на основе молибдена,
- смешанных ГПС на основе W/V,
- ГПС на основе Ta с металлорганическим фрагментом.

*исследованы процессы образования фосфомолибдата $[\text{PMo}_{12}\text{O}_{40}]^{3-}$ и фосфованадомолибдатов состава $[\text{PVMo}_{11}\text{O}_{40}]^{4-}$ непосредственно внутри капилляра в режиме *in-capillary*, оптимизированы условия, при которых достигаются высокая эффективность, симметрия пика и приемлемое время анализа;*

*предложен подход для расчета электрофоретических подвижностей в режиме *in-capillary*, с применением которого проведена идентификация компонентов смеси, образующихся при синтезе фосфованадомолибдата состава $[\text{PVMo}_{11}\text{O}_{40}]^{4-}$.*

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:

установлены составы продуктов синтеза ранее не исследовавшихся ПОМ на основе вольфрама, ниобия и тантала с применением метода КЗЭ.

показано, что методы ВЭЖХ и КЗЭ применимы для изучения сложной смеси полиоксометаллатов состава $[\text{PV}_x\text{Mo}_{12-x}\text{O}_{40}]^{-(3+x)}$, что подтверждается результатами ^{51}V ЯМР и гибридного метода ИП-ОФ-ВЭЖХ-ИСП-АЭС;

показано, что применительно к полиоксометаллатам метод ион-парной обращено-фазовой ВЭЖХ (ОФ-ИП-ВЭЖХ) демонстрирует более высокую селективность по сравнению с КЗЭ, однако имеет существенное ограничение, связанное с использованием ион-парного реагента, ассоциаты которого с исследуемыми комплексными анионами склонны к образованию нерастворимых соединений.

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

показана принципиальная возможность применения разделительных методов ВЭЖХ и КЗЭ для изучения состава сложных реакционных смесей, формирующихся в процессе синтеза ПОМ различного состава;

оптимизированы условия применения гибридного метода ВЭЖХ-ИСП-АЭС для определения качественного и количественного состава продуктов синтеза комплексных ПОМ на примере фосфованадомолибдатов состава $[PV_xMo_{12-x}O_{40}]^{-(3+x)}$;

получены данные по составу растворов, формирующихся в процессе образования полиоксометаллатов, что важно для разработки методик синтеза новых комплексов и материалов на их основе, а также подходов к изучению ПОМ. Результаты исследования реакции в режиме *in-capillary* могут лечь в основу развития этого подхода для исследования протекания реакций различных типов.

Оценка достоверности результатов исследования выявила:

что все экспериментальные результаты получены на сертифицированном оборудовании с привлечением набора современных инструментальных методов (системы капиллярного электрофореза, высокоэффективной жидкостной хроматографии, атомно-эмиссионной спектроскопии, ЯМР-спектроскопии) и базируются на комплексном подходе к изучению подобных систем. Полученные данные хорошо согласуются между собой, дополняют и не противоречат друг другу.

Личный вклад соискателя состоит в том, что:

самостоятельно проведены все эксперименты, связанные с применением сепарационных методов для анализа исследуемых объектов, проведена обработка всех результатов (хроматограмм/электрофореграмм). Автор принимал непосредственное участие в разработке планов исследований, анализе полученных результатов и формулировке выводов. Подготовка публикаций и докладов по теме диссертации осуществлялась совместно с научным руководителем и соавторами.

Диссертационный совет Д 003.051.01 на заседании 18 ноября 2015 г., протокол №16 пришел к выводу о том, что диссертация соответствует п. 9 «Положения о присуждении ученых степеней» от 24 сентября 2013 г. № 842, т.е. представляет собой законченную научно-квалификационную работу, в которой решена задача использования разделительных методов капиллярного электрофореза и ион-парной обращено-фазовой ВЭЖХ для изучения растворов ПОМ, и принял решение присудить *Жданову Артёму Александровичу* ученую степень кандидата химических наук по специальности 02.00.02 – аналитическая химия.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 26 (двадцати шести) человек, из них 7 докторов наук по специальности 02.00.02 – аналитическая химия, участвовавших в заседании и голосовании, из 33 человек, входящих в состав совета, проголосовали: за присуждение учёной степени – 26 (двадцать шесть), против присуждения учёной степени – 0 (*нет*), недействительных бюллетеней – 0 (*нет*).

Председатель диссертационного совета
чл.-к. РАН

Ученый секретарь диссертационного совета
д.ф.-м.н.
18.11.2015г.

Федин Владимир Петрович

Надолинный Владимир Акимович