

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

экспертной комиссии диссертационного совета 24.1.086.01 на базе ИНХ СО РАН по диссертации на соискание ученой степени кандидата химических наук **Оробьёвой Анастасии Сергеевны** «Разделение и определение химических форм хрома, мышьяка и селена в водах с использованием кремнезема, модифицированного полиаминами» по специальности 1.4.2. Аналитическая химия

Комиссия диссертационного совета 24.1.086.01 на базе ФГБУН Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН в составе: председателя – доктора химических наук, доцента **Шуваевой Ольги Васильевны**, членов комиссии – доктора химических наук, профессора **Миронова Игоря Витальевича**, доктора химических наук, профессора **Сидельникова Владимира Николаевича** и в соответствии с п. 31 Положения о совете по защите диссертаций на соискание ученой степени кандидата наук, на соискание ученой степени доктора наук, утвержденного приказом Минобрнауки России от 10 ноября 2017 г. № 1093 (в ред. от 07.06.2021 г.), на основании ознакомления с диссертацией на соискание ученой степени кандидата химических наук **Оробьёвой Анастасии Сергеевны** и состоявшегося обсуждения приняла следующее заключение.

1. Соискатель ученой степени кандидата химических наук соответствует требованиям п.п. 2-4 Положения о присуждении ученых степеней (утв. Постановлением Правительства Российской Федерации от 24.02.2013 г. № 842 в ред. от 20.03.2021 г.), необходимым для допуска его диссертации к защите.
2. Диссертация на тему «Разделение и определение химических форм хрома, мышьяка и селена в водах с использованием кремнезема, модифицированного полиаминами» в полной мере соответствует паспорту специальности 1.4.2. Аналитическая химия, к защите по которой представлена работа.
3. Основные положения и выводы диссертационного исследования отражены в 3 статьях, опубликованных Оробьёвой Анастасией Сергеевной в международных журналах, входящих в Перечень рецензируемых научных изданий, в которых должны быть опубликованы основные научные результаты диссертаций на соискание ученой степени кандидата наук, и индексируемых в международных информационно-библиографических системах Web of Science и Scopus, а также в тезисах 12 докладов на российских и международных научных конференциях. Представленные соискателем сведения об опубликованных им работах, в которых изложены основные научные результаты диссертации, достоверны.
4. Оригинальность текста диссертации составляет около 90 % от общего объема текста; цитирование оформлено корректно по всему тексту; заимствованного материала, использованного в диссертации без ссылки на автора либо источник заимствования, не обнаружено; научных работ, выполненных соискателем ученой степени в соавторстве, но без ссылок на соавторов, не выявлено. Текст диссертации, представленной в диссертационный совет, идентичен тексту диссертации, размещенному на официальном сайте ИНХ СО РАН.
5. Для разделения и определения химических форм хрома, мышьяка и селена предложены сорбенты на основе кремнезема, нековалентно модифицированного полимерными полиаминами. Методами термогравиметрического и дифференциально-термического анализа, ИК-спектроскопии, элементного анализа, электронной микроскопии

определены физико-химические характеристики сорбентов. Методом капиллярного электрофореза установлено преимущественное закрепление на поверхности кремнезема молекул полиаминов с максимальной молекулярной массой.

Показано, что кремнезем, модифицированный полиаминами количественно (степень извлечения $\geq 90\%$) извлекает Cr(VI), As(V) и Se(VI) в диапазоне pH 3-7 в виде анионов соответствующих кислот по анионообменному механизму. В данном диапазоне pH Cr(III) и As(III) не извлекаются, что позволяет отделить от них Cr(VI) и As(V). Для концентрирования Cr(III), As(III) и Se(IV) предложено использование сульфопроизводных комплексообразующих органических реагентов. Для концентрирования Cr(III) предложен кремнезем, последовательно модифицированный полиаминами и Арсеназо I. Для концентрирования As(III) использована сорбция его комплекса с унитиолом модифицированным полиаминами кремнеземом. Для отделения Se(IV) от Se(VI) предложены кремнеземы, химически модифицированные серосодержащими группами, а также 2,3-диаминонафталин, образующий с Se(IV) 4,5-пиазоселенол, количественно извлекающийся на обращено-фазовых сорбентах.

Изучены условия динамического концентрирования химических форм хрома, мышьяка и селена на соответствующих сорбентах. Показано, что на концентрирование анионных форм Cr(VI), As(V) и Se(VI) значительное влияние оказывают сульфат-ионы, тогда как однозарядные хлорид-, дигидрофосфат-, гидрокарбонат- и нитрат-ионы не оказывают заметного влияния до их концентраций 100 мг/л. Установлено, что динамическому концентрированию Cr(III) кремнеземом, последовательно модифицированным полиаминами и Арсеназо I, не мешают 10^6 -кратные количества катионов щелочных, щелочноземельных и 10^5 -кратные количества цветных металлов, а также анионы. Концентрированию As(III) в виде комплексов с унитиолом в динамическом режиме не мешают, как минимум, 100-кратные количества цветных и тяжелых металлов и 20-кратные количества Zn(II), Cu(II), Pb(II).

Показано, что количественная десорбция Cr(VI), As(V) и Se(VI), а также As(III) и Se(IV) в виде их комплексов с унитиолом с поверхности кремнезема, модифицированного полиаминами, достигается при комнатной температуре с использованием в качестве десорбирующего раствора 2 М HNO₃. Количественная десорбция Cr(III) с поверхности сорбента SiO₂-ПГМГ-Al достигается 5 мл 2 М HNO₃ при 90°C, а Se(IV) с поверхности сорбента МФС – 0,25 М раствором унитиола при 50°C.

На основе проведенных исследований предложена двухколоночная система для последовательного разделения, концентрирования и последующего определения в десорбирующих растворах Cr(VI) и Cr(III), As(V) и As(III), Se(IV) и Se(VI) методами атомно-эмиссионной и масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой. Возможность практического применения результатов исследования и двухколоночной системы продемонстрированы при определении химических форм хрома в техногенных, а мышьяка и селена в природных водах.

Комиссия рекомендует:

1. Принять к защите на диссертационном совете 24.1.086.01 на базе ИНХ СО РАН диссертацию на соискание ученой степени кандидата химических наук **Оробьевой**

Анастасии Сергеевны «Разделение и определение химических форм хрома, мышьяка и селена в водах с использованием кремнезема, модифицированного полиаминами».

2. Утвердить официальными оппонентами:

– **Цизина Григория Ильича**, доктора химических наук, профессора, Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова»;

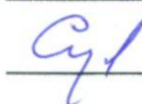
– **Романову Тамару Евгеньевну**, кандидата химических наук, Федеральное государственное бюджетное учреждение науки «Институт неорганической химии им. А.В. Николаева» Сибирского отделения Российской академии наук, г. Новосибирск.

3. Утвердить в качестве ведущей организации **Федеральное государственное бюджетное учреждение науки «Институт водных и экологических проблем Сибирского отделения Российской академии наук»**, г. Барнаул.

 д.х.н., доцент Шуваева Ольга Васильевна

28.02.2023

 д.х.н., профессор Миронов Игорь Витальевич

 д.х.н., профессор Сидельников Владимир Николаевич

Подписи Шуваевой О.В., Сидельникова В.Н.,
Миронова И.В. заверяю
Ученый секретарь
ИНХ СО РАН
д.х.н. Герасько О.А.



