

УТВЕРЖДАЮ

И.о. директора ГЕОХИ РАН,

д.х.н. Р. Х. Хамизов



«13 мая» 2022 г.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Ордена Ленина и Ордена Октябрьской Революции Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского Российской академии наук

Диссертационная работа **«Суспензионные колонки с удерживаемыми ультразвуковым полем мелкозернистыми сорбентами для концентрирования при определении различных веществ»** выполнена в Федеральном государственном бюджетном учреждении науки Ордена Ленина и Ордена Октябрьской Революции Институте геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского Российской академии наук (далее – ГЕОХИ РАН).

В период подготовки диссертации **Дженлода Рустам Харсанович** являлся научным сотрудником лаборатории концентрирования ГЕОХИ РАН.

В 2007 г. Дженлода Р.Х. окончил РХТУ им. Д.И. Менделеева по специальности Химическая технология наноматериалов и нанотехнология с присвоением степени магистра техники и технологии.

Дженлода Р.Х. был прикреплен к лаборатории концентрирования ГЕОХИ РАН в качестве соискателя для выполнения работы с 3.12.2012 по 02.12.2015. Справки о сдаче кандидатских экзаменов выданы ГЕОХИ РАН 30.04.2021 г., РХТУ им. Д.И. Менделеева 11.05.2021 г.

Дженлода Р.Х. работает в ГЕОХИ РАН с 11.04.2012 г. по настоящее время в должности научного сотрудника лаборатории концентрирования.

Научный руководитель – член-корреспондент РАН, доктор химических наук **Спиваков Борис Яковлевич**; доктор химических наук Шкинев Валерий Михайлович, в.н.с. лаборатории концентрирования ГЕОХИ РАН.

(выписка из протокола межлабораторного семинара лаборатории концентрирования и лаборатории радиохимии от 13 мая 2022 года)

Присутствовали 29 человек: акад. РАН, д.х.н. Мясоедов Б.Ф. (Президиум РАН), чл.-кор. РАН, д.х.н. Колотов В.П., д.х.н. Хамизов Р.Х., д.ф.-м.н. Дементьев В.А., д.ф.-м.н. Прудсковский А.Г., д.х.н. Долгоносков А.М., к.х.н. Захарченко Е.А., к.х.н. Широкова В.И., к.х.н. Михайлова А.В., к.х.н. Куликова С.А., к.х.н. Шкинев

В.М., к.х.н. Винокуров С.Е., к.х.н. Догадкин Д.Н., к.х.н. Казаков А.Г., к.х.н. Куликова С.А., к.х.н. Ротманов К.В. (НИИАР), к.х.н. Дину М.И., м.н.с. Родионова А.А., н.с. Пряжников Д.В., м.н.с. Максимова В.В., м.н.с. Бабеня Ю.С., н.с. Данилова Т.В., Аксенов Н.В. (ОИЯИ), н.с. Жилкина А.В., н.с. Белова К.Ю., н.с. Буткалюк И.Л. (НИИАР), м.н.с. Хлуднева А.О., м.н.с. Набиуллина С.Н., н.с. Дженлода Р.Х.

Председатель: чл.-корр. РАН, д.х.н. Колотов В.П.

Слушали: доклад Дженлоды Р.Х. по диссертационной работе на тему: **«Суспензионные колонки с удерживаемыми в ультразвуковом поле зернистыми сорбентами как инструмент пробоподготовки в анализе различных объектов»** представленной на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности 1.4.2 – Аналитическая химия.

Краткое содержание доклада:

Основная цель исследования заключалась в разработке способа концентрирования (выделения веществ из различных образцов), основанного на удерживании сорбентов в суспензионных ультразвуковых колонках специальной конструкции и оценки его применимости для решения аналитических задач.

Основные задачи работы:

- изучение закономерностей удерживания сорбентов в суспензионной ультразвуковой колонке под действием стоячих ультразвуковых волн;
- разработка оптимальной конструкции суспензионной ультразвуковой колонки для удерживания сорбционного материала и увеличения скорости массопереноса;
- оценка возможностей использования суспензионной ультразвуковой колонки для выделения и концентрирования ионов металлов из водных растворов;
- применение суспензионной ультразвуковой колонки для концентрирования РЗЭ при анализе вин;
- использование суспензионной ультразвуковой колонки для концентрирования ДНК (микобактерий туберкулеза) из почвы и воды.

В докладе приведено решение поставленных задач. Проведено теоретическое описание баланса сил, возникающих в суспензионной колонке с удерживаемыми ультразвуковым полем частицами сорбента. Предложенная математическая модель использована для оптимизации условий удерживания частиц в суспензионной колонке. Определена масса сорбента, удерживаемого в суспензионных колонках в зависимости от рабочих (скорости потока, интенсивности ультразвука) и конструкционных (объем колонки, геометрические размеры) параметров.

На основании оптимизации условий удерживания суспензий различных микрогранулированных сорбентов в ультразвуковых проточных колонках и исследования возможностей выделения и концентрирования аналитов из растворов различной природы разработан способ их концентрирования с использованием сорбентов с размерами 5-6 микрон.

Выбраны условия концентрирования аналитов в суспензионных колонках в зависимости от скорости потока, интенсивности ультразвука, массы и степени дисперсности сорбента. Показано, что увеличение массы сорбента более 20 мг, дисперсности сорбента и скорости потока более 2 мл/мин в суспензионной колонке приводит к вымыванию сорбента, а в случае с полидисперсными сорбентами происходит их фракционирование по размеру с удерживанием ультразвуковым полем частиц размером 3-10 мкм. На основе экспериментальных и теоретических данных предложены оптимальные параметры работы суспензионной колонки для эффективного концентрирования веществ (масса сорбента (10-50 мг) с размером частиц не менее 5 мкм, объемная скорость потока в суспензионной колонке (1 мл/мин), интенсивность ультразвука (10 Вт/см²), частота ультразвука (2,65 МГц).

Показано, что суспензионные ультразвуковые колонки могут быть использованы для концентрирования в динамическом режиме ионов металлов из водных растворов и природных вод, а также редкоземельных металлов из вин с последующим спектрометрическим определением.

Установлена возможность использования колонок для выделения в динамическом режиме и последующего определения ДНК *M.tuberculosis* в сточных водах и почвах методом ПЦР-РВ. Сравнение со стандартными методами выделения ДНК (статический режим-«ручной», с применением поликапиллярных колонок) выявило, что использование суспензионных колонок позволяет сократить количество стадий выделения, увеличить объем анализируемого раствора до 200 мл, автоматизировать процесс выделения. Использование комбинированного действия ультразвукового и магнитного полей в суспензионных колонках при выделении ДНК позволяет увеличить массу магнитного сорбента, что повышает степень извлечения аналита по сравнению с существующими методами. Систематизированы данные о способах получения, структуре, физико-химических и сорбционных свойствах наиболее перспективных видов материалов «ядро-оболочка» на основе наноразмерного магнетита. Выявлена ключевая роль структурных характеристик в получении поверхности с заданными сорбционными свойствами.

После доклада Дженлоды Р.Х. были заданы следующие вопросы:

д.ф.-м.н. Дементьев В.А.

Представленная на слайде схема демонстрирует статический процесс удерживания частиц, но происходят ли в вашей колонке динамические процессы? Стоит ли для Ваших аналитических целей так подробно рассматривать физический процесс?

акад. РАН, д.х.н. Мясоедов Б.Ф. (ИФХЭ РАН)

Почему вы ограничились в названии пробоподготовкой? Вопрос про распределение сорбента в колонке - это просто равномерное распределение сорбента в колонке или все же внутри стоит какой-то фильтр? Можете ли Вы привести яркий пример применения суспензионных колонок для решения задач, которые не могут быть решены другими методами?

д.х.н. Долгоносов А.М.

Оценивали ли вы длину ультразвуковой волны, которая реализуется в колонке? Каково расстояние между узлами стоячей волны? Могли ли вы создать сотни-сотни слоев из частиц сорбента в колонке? Сами частицы сорбента мелкие, поэтому внутренняя диффузия в зерне достаточно быстрая, но между частицами большое расстояние. Рассматривали ли вы вопросы внешней диффузии? Изучали ли этот вопрос?

к.х.н. Широкова В.И.

Стандартные растворы вы готовили сами или это были готовые? Растворы были объемного или весового приготовления? При определении РЗЭ в винах вы приводите разные варианты извлечения металлов, был ли у вас для сравнения стандартный образец вина? Определяли ли РЗЭ в винах независимым методом?

чл.-кор. РАН, д.х.н. Колотов В.П.

Какие металлы могут быть извлечены указанным сорбентом кроме РЗЭ? У вас удерживается фракция сорбента при указанных параметрах ультразвука, как можно влиять на устойчивость систем, возможно ли удерживать сорбенты более мелкие? Можете ли по вашей модели предсказать и экспериментально подтвердить какие частицы могут удерживаться?

к.х.н. Винокуров С.Е.

Прокомментируйте, пожалуйста, задачу исследования номер два «разработка оптимальной конструкции суспензионной ультразвуковой колонки для удерживания сорбционного материала и увеличения скорости массопереноса». На слайде 11 на левой таблице объем исходной пробы 10 и 100 мл, как влияет это на извлечение?

м.н.с. Родионова А.А.

Возможно ли вместо степени извлечения использовать для характеристики концентрирования величины коэффициентов распределения?

При обсуждении работы выступили:

д.х.н. Шкинев В.М. (научный руководитель) – отметил, что Дженлода Р.Х. достоин искомой степени кандидата наук, он развивает «пионерское» направление в аналитической химии. Работа должна вызвать отклик, связанный с аналитическим применением.

д.х.н. Хамизов Р.Х. (ГЕОХИ РАН) (рецензент, рецензия прилагается) – отметил, что большая часть замечаний, высказанных в рецензии, была в докладе учтена. Дженлоде Р.Х. удалось, используя теорию, смоделировать параметры сорбентов, которые могут быть удержаны ультразвуковой волной. Ранее при общении со Спиваковым Б.Я. и Долгоносовым А.М. о развитии данного способа концентрирования, были проведены некоторые расчеты. Поэтому с точки зрения теории в работе все хорошо. Рецензент подчеркнул, что данный способ - один из лучших методов концентрирования на сегодня. Высказал мнение, что диссертационная работа отвечает всем требованиям ВАК к кандидатским

диссертациям, представляет собой завершённое исследование и может быть представлена на совет для защиты по специальности 1.4.2 – Аналитическая химия.

д.х.н. Булычев Н.А. (МАИ) (рецензент, рецензия зачитана секретарем семинара Е.А.Захарченко, рецензия прилагается) – отметил, что в целом, актуальность темы не вызывает сомнений, т.к. работа направлена на решение одной из фундаментальных проблем аналитической химии – повышение эффективности извлечения и концентрирования веществ – и связана с созданием новых сорбционных методов, основанных на использовании ультразвуковых полей. Научная новизна работы состоит в том, что впервые предложен способ сорбционного концентрирования веществ в динамическом режиме с использованием суспензионных ультразвуковых колонок. Оценена возможность применения данного способа для выделения и концентрирования металлов и биоорганических соединений перед их последующим определением. Несомненна практическая значимость работы. Полученные Дженлодой Р.Х. результаты открывают новые возможности для фундаментальных исследований в области химического и биохимического анализа, а также для разделения частиц в суспензиях. Рецензент сообщает, что диссертационная работа Дженлоды Р.Х. является завершённой научно-квалификационной работой, содержание которой, в том числе, актуальность и практическая значимость, отвечает паспорту специальности 1.4.2 – аналитическая химия и требованиям ВАК, соответствует критериям, предъявляемым к кандидатским диссертациям и рекомендовал работу к защите в диссертационном совете ГЕОХИ РАН.

чл.-корр. РАН, д.х.н. Колотов В.П.

Высказал мнение, что диссертационная работа отвечает всем требованиям, представляет собой завершённое исследование и может быть представлена для защиты по специальности 1.4.2 – Аналитическая химия.

академик РАН, д.х.н. Мясоедов Б.Ф. (ИФХЭ РАН) – отметил актуальность и практическую значимость диссертационной работы. Рекомендовал улучшить представление полученных результатов. Предложил изменить название диссертационной работы на «Суспензионные колонки с удерживаемыми ультразвуковым полем мелкозернистыми сорбентами для концентрирования при определении различных веществ». В заключении отметил, что замечания к докладу являются устранимыми и рекомендовал работу к защите в диссертационном совете ГЕОХИ РАН.

По итогам обсуждения принято следующее **заключение**: диссертационная работа Дженлоды Р.Х. «Суспензионные колонки с удерживаемыми ультразвуковым полем мелкозернистыми сорбентами для концентрирования при определении различных веществ» может быть представлена к защите в диссертационном совете 24.1.195.01 в ГЕОХИ РАН на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности 1.4.2 – Аналитическая химия.

Постановили:

1. Диссертационная работа Дженлоды Р.Х. «Суспензионные колонки с удерживаемыми в ультразвуковом поле зернистыми сорбентами как инструмент пробоподготовки в анализе различных объектов» на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности 1.4.2 – Аналитическая химия выполнена с соблюдением требований, предъявляемых к кандидатским диссертациям, установленным в п. 9-11, 13-14 "Положения о порядке присуждения ученых степеней» (вместе с "Положением о присуждении ученых степеней"), Постановление Правительства РФ № 842 от 24 сентября 2013 г. с изменениями и дополнениями. Работа вносит вклад в решение задачи направленного получения, характеристики и применения магнитных сорбционных наноматериалов для аналитических, технологических и биомедицинских приложений, и имеет важное значение для аналитической химии.

Содержание диссертации соответствует специальности 1.4.2 – Аналитическая химия, а именно следующим областям исследований, предусмотренным паспортом этой специальности: 2. Методы химического анализа (химические, физико-химические, атомная и молекулярная спектроскопия, хроматография, рентгеновская спектроскопия, масс-спектрометрия, ядерно-физические методы и др.); 4. Методическое обеспечение химического анализа; 7. Теория и практика пробоотбора и пробоподготовки в аналитической химии; 8. Методы маскирования, разделения и концентрирования; 12. Анализ объектов окружающей среды; 13 - Анализ пищевых продуктов; 16 - Клинический анализ.

Актуальность темы. Сорбционные методы широко используют в науке и технологии для выделения и концентрирования растворенных веществ. Для сорбционного разделения веществ в большинстве случаев применяют зерна сорбента диаметром от 40 до 100 мкм. Сорбционные колонки или патроны, заполненные такими сравнительно большими частицами, позволяют проводить сорбционные процессы при низком давлении.

Эффективность сорбционной колонки может быть увеличена за счет уменьшения размера зерен сорбента. Поскольку общая удельная поверхность, а значит, и поверхность контакта фаз у мелкозернистых сорбентов больше, скорость массопереноса аналитов между жидкой фазой и фазой сорбента может быть выше. В связи с этим в колонках для высокоэффективной жидкостной хроматографии применяют материалы с размером частиц от 2 до 10 мкм. Перспективным является применение колонок, заполненных сорбентом в виде суспензии, что позволяет, с одной стороны, использовать мелкозернистые сорбенты и, с другой стороны, обойтись без использования насосов, кранов и линий высокого давления.

Сорбент в виде суспензии может удерживаться в колонке в потоке жидкой фазы без применения каких-либо фильтров. Для создания таких колонок необходимо добиться устойчивого удерживания сорбента в ограниченном объеме проточной системы под действием силового поля. При этом могут быть созданы условия, при которых разделяются не сами частицы, а растворенные аналиты, взаимодействующие с частицами сорбента, удерживаемыми в виде суспензии.

Ультразвуковое излучение успешно применяют в аналитической химии при пробоподготовке. Значительно реже акустические поля используют в процессах разделения и анализа частиц, хотя эта область представляется весьма перспективной для неорганического и биологического анализа. Комбинация ультразвукового источника и соответствующей проточной системы позволила разработать схемы разделения частиц, частично или полностью удерживаемых в поле стоячей ультразвуковой волны.

Возникающие в ультразвуковом поле микроакустические течения создают необходимые условия для ускоренного протекания сорбционного процесса благодаря интенсификации массопереноса в системе сорбат-сорбент. Известно также, что ультразвуковое воздействие может оказывать значительное влияние на кинетику сорбции ионов металлов из водных растворов комплексообразующими и ионообменными материалами, используемыми в аналитической химии и технологии.

Таким образом, стоячие ультразвуковые волны могут играть две роли в сорбционных процессах: удерживать мелкие зерна сорбента в суспензионной ячейке в динамическом режиме и одновременно ускорять сорбционный процесс. Следовательно, развитие нового способа -концентрирования, основанного на применении суспензионных ультразвуковых колонок, является весьма актуальным и перспективным.

Научная новизна. Разработан способ сорбционного концентрирования веществ в динамическом режиме с использованием суспензионной ультразвуковой колонки. Оценена возможность применения данного способа для выделения и концентрирования металлов и биологических соединений перед их последующим определением.

Предложен способ выделения и концентрирования элементов из водных сред, в том числе вин с использованием суспензионной ультразвуковой колонки. Показано преимущество данного способа пробоподготовки перед существующими методиками, используемыми для элементного анализа вин.

Впервые показана перспективность применения комбинированного действия акустического и магнитного полей на выделение ДНК из образцов и их последующего качественного и количественного определения методом ПЦР-РВ.

Практическая значимость работы. Предложен оригинальный способ концентрирования с использованием суспензионных ультразвуковых колонок в динамическом режиме при действии стоячих ультразвуковых волн, позволяющие использовать сорбент размером 3-10 мкм.

Предложен способ динамического концентрирования ионов металлов из сложных водных растворов и вин, нуклеиновых кислот на примере плазмидной ДНК *Mycobacterium tuberculosis* из почвенных вытяжек и воды с использованием ультразвукового поля.

Апробация работы. Основные результаты работы были представлены на Всероссийских и Международных конференциях: 2-й и 3-й Съезды аналитиков

России (Москва, 2013, 2017); 4-й, 5-й и 6-й Всероссийские симпозиумы «Разделение и концентрирование в аналитической химии и радиохимии» (Краснодар, 2014, 2018, 2021); 1st International conference on ultrasonic-based applications: from analysis to synthesis «ULTRASONICS-2014» (Лиссабон, Португалия, 2014); The European Conference on Analytical Chemistry «EUROANALYSIS XVIII» (Бордо, Франция, 2015); I Всероссийская конференция «Химический анализ и медицина» (Москва, 2015); The International Conference on Environmental Analytical Chemistry and Food Monitoring «ISEAC 39», (Гамбург, Германия, 2019); X Всероссийская конференция по анализу объектов окружающей среды «Экоаналитика-2016» (Углич, 2016); 10th International Conference on Instrumental Methods of Analysis: Modern Trends and Application (Ираклион, Греция, 2017); XIII Международная научная конференции «Актуальные вопросы биологической физики и химии БФФХ – 2018» (Севастополь, 2018); XV Международный Российско-Китайский Симпозиум «Новые материалы и технологии» (Сочи, 2019).

Личный вклад автора. Автор диссертации принимал непосредственное участие в планировании исследований, проведении экспериментальных работ, обработке и обсуждении полученных результатов и подготовке публикаций. Результаты, представленные в работе, получены лично автором либо при его участии.

Вклад соавторов печатных работ. д.х.н. Шкинев В.М., чл.-корр. РАН, д.х.н. Спиваков Б.Я. – постановка цели и задач исследования, обсуждение полученных результатов; к.х.н. Карандашев В.К. – определение содержания элементов в растворах методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой; к.т.н. Князьков Н.Н. (ИАП РАН) – помощь в теоретическом описании физических сил; Данилова Т.В. – помощь в проведении экспериментов; Петров Д.Г. – помощь в постановке ПЦР-РВ.

Публикации. По материалам диссертации опубликовано 5 статей, входящих в перечень рецензируемых научных изданий, рекомендованных ВАК, и 16 тезисов докладов.

2. Изменить название диссертационной работы Дженлоды Р.Х. на «Суспензионные колонки с удерживаемыми ультразвуковым полем мелкозернистыми сорбентами для концентрирования при определении различных веществ».

3. Внести изменения в доклад с учетом замечаний и комментариев, сделанных участниками семинара.

4. Рекомендовать диссертационную работу Дженлоды Р.Х. «Суспензионные колонки с удерживаемыми ультразвуковым полем мелкозернистыми сорбентами для концентрирования при определении различных веществ» на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности 1.4.2 – Аналитическая химия к защите в диссертационном совете 24.1.195.01 в Федеральном государственном бюджетном учреждении науки Ордена Ленина и

Ордена Октябрьской Революции Институте геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского Российской академии наук (ГЕОХИ РАН).

5. Рекомендовать в качестве официальных оппонентов:

Булычева Николая Алексеевича, д.х.н., и.о. зав.кафедрой, кафедра физической химии, ФГБОУ ВО «Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет)», г. Москва

Мокшину Надежду Яковлевну, д.х.н., проф., кафедра физики и химии, ВУНЦ ВВС «Военно-воздушная академия им. профессора Н.Е. Жуковского и Ю.А. Гагарина», г. Воронеж

6. Рекомендовать в качестве ведущей организации:

ФГБОУ ВО "Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева", г. Москва.

Председатель семинара,
чл.-корр. РАН, д.хим.н.



Колотов В.П.

Секретарь семинара, к.хим.н.



Захарченко Е.А.

Отзыв рецензента

на диссертацию Дженлоды Рустама Харсановича «СУСПЕНЗИОННЫЕ УЛЬТРАЗВУКОВЫЕ КОЛОНКИ КАК ИНСТРУМЕНТ ДЛЯ ПРОБОПОДГОТОВКИ ПРИ АНАЛИЗЕ РАЗЛИЧНЫХ ОБЪЕКТОВ», представленную для обсуждения возможности принятия к защите на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности 1.4.2.- аналитическая химия

Диссертация Дженлоды Р.Х. посвящена актуальной теме, связанной с созданием высокоэффективных динамических систем массообмена с сорбентами микронных размеров для использования в комбинированных схемах анализа растворов с целью пробоподготовки. В представленной работе развивается новое направление исследований, начатое в лаборатории концентрирования ГЕОХИ РАН, а именно, создание и использование проточных ультразвуковых суспензионных колонок (УСК), в которых удерживается кипящий слой микрогранул сорбента и одновременно осуществляется выделение и концентрирование аналитов из проходящих через колонки растворов.

Автором проведены систематические исследования эффекта удержания сорбентов в УСК в зависимости от варьируемых условий: размера частиц, скорости пропускания растворов, интенсивности и других характеристик ультразвукового воздействия. Им всесторонне изучены возможности выделения и концентрирования аналитов из растворов различной природы разработан способ пробоподготовки с использованием сорбентов с размерами в единицы микрон». Им успешно апробирован способ с использованием ультразвуковых суспензионных колонок для выделения и концентрирования микрокомпонентов металлов из водных растворов и вин с последующим анализом полученных жидких концентратов и определением метрологических характеристик. Возможности способа успешно продемонстрированы также на примере концентрирования дезоксирибонуклеиновых кислот из модельных растворов природной воды и почвенных вытяжек с последующим определением ДНК с помощью анализа методом полимеразной цепной реакции (ПЦР).

Замечания к автореферату и диссертации

1. Общая характеристика работы, которая является важнейшей частью автореферата и диссертации, требует, на наш взгляд, определенного редактирования. Например, из поставленной цели работы не следует необходимость решения задач анализа вин или выделения ДНК из почв в использованных формулировках. «Рассмотрена возможность использования...» не лучшая формулировка для научной новизны. В этом же подразделе следовало бы уделить больше внимания закономерностям, слишком большой акцент сделан на выделении ДНК.

2. Кажется, что следовало бы привести во введении и остановиться в литературном обзоре на самой близкой к теме диссертации работе по концентрированию и разделению веществ в колонках с ультразвуковым удерживанием микрочастиц сорбента в колонке. Имеется ввиду статья Спивакова Б.Я., Шкинева В.М. и др. «Суспензионная колонка для выделения и разделения веществ с использованием ультразвукового удерживания сорбентов в форме шариков», опубликованная в журнале Таланта в 2012 г.

В диссертации, в основной части литературного обзора нет ссылки на эту работу. Единственная ссылка и комментарии даны сразу в выводах к литобзору (что само по себе представляется неправильным). В них говорится о том, что в работе была только сделана попытка извлечения ионов металлов из растворов, но не была показана возможность извлечения других аналитов из растворов, содержащих высокомолекулярные вещества. Это тоже неверно, так как в указанной работе проводилась сорбция иммуноглобулинов и др. веществ на сорбентах на основе агарозы.

На наш взгляд с этой статьи следует начинать обсуждение темы, но не создавать впечатление, что автор стремится ее не слишком «выставлять». В этом нет необходимости. Значение представленной диссертационной работы и вклад автора в развитие темы от этого не уменьшатся.

3. В автореферате и разделе 3 диссертации не очень понятно описан механизм удерживания частиц сорбента в колонне. Схемы сил, приведенные на соответствующих рисунках, не до конца объясняют содержание последующих комментариев. Говоря о силах Стокса, автор говорит о различных течениях их порождающих, но не упоминает о том, что эти силы являются вязкостными и определяются не скоростью течения, а разницей скоростей частицы и среды. Автор пишет, что «ультразвуковая стоячая волна накладывается параллельно направлению потока, под действием которого может удерживаться суспензия частиц сорбента». При этом не совсем понятно объяснено, каким образом формируются «узлы стоячей волны, расположенные перпендикулярно направлению действия ультразвука и оси камеры». Одна из статей автора посвящена теоретическому описанию удерживания частиц в УСК, но автор дает только качественные комментарии и не приводит описание модели балансов всех сил, хотя в диссертации для этого достаточно мест.

4. Ультразвуковое воздействие с энергиями в 10 Вт/см^2 и выше, являющееся весьма интенсивным и представляющее собой (по многим литературным источникам) пороговые значения энергии кавитации в воде), может, в принципе, привести к дроблению частиц сорбента при длительном воздействии. В диссертации обсуждаются вопросы агрегации частиц под действием УЗИ, но вопросы потенциального разрушения частиц следует, по крайней мере, обсудить.

5. Для демонстрации возможности разрабатываемого метода автор выполнил работу по определению РЗЭ в винах. Полученные результаты, действительно,

свидетельствуют о хороших возможностях метода. Однако обоснование возможностей практической значимости такой работы в автореферате и диссертации требует на наш взгляд, определенного редактирования: вряд ли по содержанию только РЗЭ можно проводить территориальную идентификацию исходного винного материала. Особенно, с учетом того, что это зависит от источников завозимых фосфорных удобрений, с которыми в возделываемую почву попадает много редкоземельных элементов. И действительно, никто из авторов цитируемых в диссертации статей по этой проблеме не опирается на микроэлементный состав только по РЗЭ.

6. Последняя 5-я глава диссертации посвящена сорбционному концентрированию и последующему ПЦР определению ДНК из модельных растворов и почвенных вытяжек. Сама процедура полимеразной цепной реакции (ПЦР) предусматривает многократное увеличение малых концентраций нуклеиновых кислот, в этих условиях непонятно, какую роль играет степень концентрирования ДНК на сорбенте в ультразвуковой суспензионной колонне.

7. В выводах. На наш взгляд, 1-ый и 2-ый выводы лучше поменять местами (и одновременно привести основные положения результатов теоретического исследования в тексте диссертации). Вместо формулировки «предложен оригинальный способ...» лучше: «На основании оптимизации условий удерживания суспензий различных микрогранулированных сорбентов в ультразвуковых проточных колонках и исследования возможностей выделения и концентрирования аналитов из растворов различной природы разработан способ пробоподготовки и использованием сорбентов с размерами в единицы микрон». Вывод 4 лучше дополнить какими-то количественными характеристиками.

8. Рис. 4, приведенный в автореферате, отсутствует в представленном тексте диссертации, чего не должно быть.

9. Тексты автореферата и диссертации требуют тщательного вычитывания и исправления стилистических и других ошибок.

Сделанные замечания могут быть легко учтены, тексты автореферата и диссертации отредактированы без ущерба для содержания работы.

Представленная диссертация является научной-квалификационной работой, в которой содержится решение научной задачи разработки нового для лабораторной практики эффективного способа пробоподготовки, имеющего значение для развития аналитической химии. По своему содержанию, научной новизне и сделанным выводам представленная диссертационная работа соответствует необходимым требованиям к диссертациям на соискание степени кандидата наук и с учетом необходимости внесения соответствующих исправлений может быть рекомендована к защите по специальности 1.4.2 – аналитическая химия.


Хамизов Руслан Хажсетович

доктор химических наук,

И.О. директора Федерального государственного бюджетного учреждения науки Ордена Ленина и Ордена Октябрьской Революции Института геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского Российской академии наук

www.geokhi.ru

E-mail: khamiz@mail.ru

Я, Хамизов Руслан Хажсетович, даю согласие на включение своих персональных данных в документы, связанные с работой диссертационного совета, и их дальнейшую обработку.


04/04/22

РЕЦЕНЗИЯ

на диссертацию Дженлоды Рустама Харсановича
«Суспензионные ультразвуковые колонки как инструмент для пробоподготовки при
анализе различных объектов»,
представленной на соискание ученой степени кандидата химических наук
по специальности 1.4.2 – аналитическая химия

Диссертационная работа Дженлоды Рустама Харсановича посвящена разработке способа выделения и концентрирования аналитов из различных образцов с использованием суспензионной ультразвуковой колонки при использовании стоячих ультразвуковых волн. Актуальность темы не вызывает сомнений, т.к. работа направлена на решение одной из фундаментальных проблем аналитической химии – повышения эффективности извлечения и концентрирования веществ, – и связана с созданием новых сорбционных методов, основанных на использовании ультразвуковых полей для получения суспензионных колонок, содержащих сорбенты микронного размера. Предлагаемый способ основан на удерживании мелкозернистых сорбентов, которые в ультразвуковом поле могут обладать высокими сорбционными свойствами. В литературном обзоре автор описал использование ультразвуковых полей для интенсификации процессов пробоподготовки в растворах и обосновал необходимость применения динамического режима при действии ультразвуковых полей.

Научная новизна работы сформулирована следующим образом:

1. Впервые предложен способ сорбционного концентрирования веществ в динамическом режиме с использованием суспензионных ультразвуковых колонок. Оценена возможность применения данного способа для выделения и концентрирования металлов и биоорганических соединений перед их последующим определением.
2. Показана перспективность применения комбинированного действия акустического и магнитного полей для выделения ДНК из образцов и последующего качественного и количественного определения методом ПЦР.
3. Рассмотрена возможность использования суспензионных ультразвуковых колонок для выделения и концентрирования элементов из водных образцов и вин. Показано преимущество данного способа пробоподготовки перед существующими методиками, используемыми для элементного анализа вин.
4. Предложен способ извлечения элементов и ДНК из сложных по составу водных растворов при воздействии стоячей ультразвуковой волны, удерживающей частицы сорбента во взвешенном состоянии.

Несомненна практическая значимость работы. Полученные Дженлодой Р.Х. результаты открывают новые возможности для фундаментальных исследований в области химического и биохимического анализа, а также для разделения частиц в суспензиях для их последующего применения в различных приложениях.

Поставленная цель и задачи выполнены, выводы работы полностью обоснованы, автореферат и публикации отражают содержание диссертации.

В качестве замечаний можно отметить следующее:

1. Автором работы указано на удерживание частиц определенного размера и вымывание мелких частиц в суспензионной ультразвуковой колонке. Однако остается неясным, возможно ли в данном случае организовать процесс разделения частиц различной плотности.
2. Нет сведений о том, может ли ультразвуковое поле с интенсивностью, используемой в работе влиять на разрушение сорбционного материала.
3. В главе 5 рассматривается выделение ДНК в суспензионных ультразвуковых колонках. Было бы правильным проверить, сохраняется ли целостность выделяемой ДНК при воздействии на нее ультразвукового поля.

Сделанные замечания не влияют на общую положительную оценку диссертационной работы Дженлоды Р.Х.

Считаю, что диссертационная работа Дженлоды Р.Х. является завершенной научно-квалификационной работой, содержание которой, в том числе актуальность и практическая значимость, полностью отвечает паспорту специальности 1.4.2 (02.00.02 – по старой номенклатуре) – аналитическая химия и требованиям ВАК, соответствует критериям, предъявляемым к кандидатским диссертациям, установленным пп. 9-14 "Положения о порядке присуждения ученых степеней" ("Положения о присуждении ученых степеней"), согласно Постановлению Правительства РФ от 24.09.2013 N 842 с изменениями и дополнениями, и может быть представлена к защите по специальности 1.4.2 – Аналитическая химия, химические науки.

Булычев Николай Алексеевич

доктор химических наук,

и.о. заведующего кафедрой Физической химии

Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет)» (МАИ).

<https://mai.ru/>

E-mail: nbulychev@mail.ru

Тел. +7-916-137-65-86.

Я, Булычев Николай Алексеевич, даю согласие на включение своих персональных данных в документы, связанные с работой диссертационного совета, и их дальнейшую обработку.



«24» 04 2022 г.

Подпись Булычева Н.А. удостоверяю:

Заместитель начальника Управления по работе с персоналом

М.А. Иванов

