

2

**РЕШЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА УрФУ 2.6.02.07
ПО ДИССЕРТАЦИИ НА СОИСКАНИЕ УЧЕНОЙ СТЕПЕНИ
КАНДИДАТА НАУК**

от «21» марта 2023 г. № 5

о присуждении Штин Татьяне Николаевне, гражданство Российской Федерации, ученой степени кандидата химических наук.

Диссертация «Определение кремния в воде методом электротермической атомно-абсорбционной спектрометрии высокого разрешения с источником непрерывного спектра» по специальности 1.4.2. Аналитическая химия принята к защите диссертационным советом УрФУ 2.6.02.07 «08» февраля 2023 г. протокол № 3.

Соискатель, Штин Татьяна Николаевна, 1977 года рождения, в 2000 г. окончила Уральский государственный университет им. А.М. Горького по специальности «Химия»;

с 01.12.2018 г. по 30.11.2021 г. была прикреплена к ФГАОУ ВО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина» для подготовки диссертации на соискание ученой степени кандидата наук по направлению 04.06.01 Химические науки (Аналитическая химия);

работает в должности заведующего отдела физико-химических методов исследования в Федеральном бюджетном учреждении науки «Екатеринбургский медицинский – научный центр профилактики и охраны здоровья рабочих промпредприятий».

Диссертация выполнена на кафедре аналитической химии и химии окружающей среды Института естественных наук и математики ФГАОУ ВО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина», Минобрнауки России.

Научный руководитель – кандидат химических наук, доцент, Неудачина Людмила Константиновна, ФГАОУ ВО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина», Институт естественных наук

и математики, кафедра аналитической химии и химии окружающей среды, заведующий кафедрой.

Официальные оппоненты:

Первова Инна Геннадьевна – доктор химических наук, доцент, ФГБОУ ВО «Уральский государственный лесотехнический университет», г. Екатеринбург, Химико-технологический институт, директор института;

Стожко Наталия Юрьевна – доктор химических наук, профессор, ФГБОУ ВО «Уральский государственный экономический университет», г. Екатеринбург, кафедра физики и химии, заведующий кафедрой;

Дегтев Михаил Иванович – доктор химических наук, профессор, ФГАОУ ВО «Пермский государственный национальный исследовательский университет», г. Пермь, кафедра аналитической химии, профессор

дали положительные отзывы на диссертацию.

Соискатель имеет 20 опубликованных работ, в том числе по теме диссертации опубликовано 15 научных работ, из них 3 статьи в рецензируемых научных журналах, определенных ВАК РФ и Аттестационным советом УрФУ и входящих в международную базу цитирования Scopus; 2 патента РФ. Общий объем опубликованных работ по теме диссертации – 12,39 п.л., авторский вклад – 8,22 п.л.

Основные публикации по теме диссертации

статьи, опубликованные в рецензируемых научных изданиях, определенных ВАК РФ и Аттестационным советом УрФУ:

1. Штин, Т. Н. Определение растворенных форм кремния в природной питьевой воде методом электротермической атомно-абсорбционной спектроскопии высокого разрешения с источником непрерывного спектра / **Т.Н. Штин**, Л. К. Неудачина, С. А. Штин // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. – 2021. – Т. 87. – № 3. – С. 11–19; 0,56 п.л./0,38 п.л. (Scopus)

2. Штин, Т. Н. Определение полиорганосилоксанов (по кремнию) в воде методом экстракционно-атомно-абсорбционной спектроскопии высокого разрешения с источником непрерывного спектра м электротермической атомизацией / **Т. Н. Штин**, В. Б. Гурвич, О. Е. Галашева, И. Г. Шеломенцев,

Л. К. Неудачина, С. А. Штин // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. – 2022. – Т. 88. – № 1. – Ч. 1. – С. 14–24; 0,69 п.л./0,46 п.л. (Scopus)

3. Штин, Т. Н. Изучение влияния матричных компонентов природной минеральной воды на определение растворенных форм кремния методом электротермической атомно-абсорбционной спектроскопии высокого разрешения с источником непрерывного спектра / **Т. Н. Штин**, В. Б. Гурвич, О. Е. Галашева, Л. К. Неудачина, С. А. Штин // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. – 2022. – Т. 88. – № 6. – С. 5–14; 0,63 п.л./0,42 п.л. (Scopus)

Патенты

4. Патент № 2749071 Российская Федерация, МПК G 01 N 21/71. Способ определения кремния методом электротермической атомно-абсорбционной спектроскопии : № 2020127544: заявл. 18.08.2020 : опубл. 03.06.2021 / **Т. Н. Штин**, О. Е. Галашева, В. Б. Гурвич ; заявитель ФБУН ЕМНЦ ПОЗРПП Роспотребнадзора; 0,63 п.л./0,42 п.л.

5. Патент № 2774152 Российская Федерация, МПК G 01 N 21/31. Способ определения полиорганосилоксанов методом атомно-абсорбционной спектроскопии высокого разрешения с источником непрерывного спектра в режиме электротермической атомизации проб : № 2021113733: заявл. 14.05.2021, опубл. 15.06.2022 / **Т. Н. Штин**, О. Е. Галашева, В. Б. Гурвич ; заявитель ФБУН ЕМНЦ ПОЗРПП Роспотребнадзора; 2,00 п.л./1,33 п.л.

На автореферат поступили отзывы:

1. **Смирновой Татьяны Дмитриевны**, доктора химических наук, профессора, профессора кафедры аналитической химии и химической экологии ФГБОУ ВО «Саратовский национальный исследовательский государственный университет имени Н.Г. Чернышевского», г. Саратов. Содержит вопросы, связанные с уточнением коэффициента детерминации для градуировочной зависимости $A_{int}=f(C_{Si(IV)})$ и методами оценки правильности определения кремния в исследуемых объектах.

2. **Евтюгина Геннадия Артуровича**, заведующего кафедрой аналитической химии Химического института им. А.М. Бутлерова ФГАОУ ВО «Казанский (Приволжский) федеральный университет», г. Казань. Содержит замечания, связанные с уточнением: в части косвенного определения

полиорганосилоксанов (по кремнию); определения ионов Si (IV) в условиях внутрилабораторной прецизионности (по показателю воспроизводимости); представлении результатов при определении макрокомпонентов в анализируемых образцах различных видов вод; использования термина применительно к ионам макроэлектролитов, как к части «сложной термодинамической системы» и рекомендации для дальнейшего методического развития метода ВР-НИ-ЭТААС с использованием результатов термогравиметрии полученных при пробоподготовке с измерением аналитического сигнала методом АЭС.

3. Печищевой Надежды Викторовны, кандидата химических наук, ведущего научного сотрудника лаборатории аналитической химии ФГБУН Институт металлургии Уральского отделения Российской академии наук, г. Екатеринбург. Содержит вопросы, связанные с: уточнением методик селективного определения полиорганосилоксанов в воде; сопоставлением метрологических характеристик различных методик определения кремния в воде и водных растворах; уточнением форм кремния, содержащегося в виде его коллоидных форм, в воде; оценкой себестоимости анализа кремния методом НИ-ВР-ЭТААС с другими методами.

4. Собина Егора Павловича, доктора технических наук, директора Уральского научно-исследовательского института метрологии – филиала ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева», г. Екатеринбург. Содержит вопросы, связанные с: уточнением применения разработанных методик в рамках участия в межлабораторных сличительных исследованиях (МСИ) при их метрологической аттестации; уточнением источников погрешностей и их вкладов в норматив контроля точности ($\pm \Delta$, %) для разработанных методик определения кремния; оценкой влияния состава стандартных образцов на вид градуировочной зависимости при определении кремния в водных растворах спектральными методами; анализом базы данных стандартных образцов (СО) с содержанием кремния в виде кремнийорганических соединений как отечественных, так и зарубежных производителей.

5. **Яшкина Сергея Николаевича**, доктора химических наук, профессора кафедры аналитической и физической химии ФГБОУ ВО «Самарский государственный технический университет», г. Самара. Содержит вопрос, связанный с целесообразностью подробного описания полученных результатов в выводах по работе.

6. **Карцовой Людмилы Алексеевны**, доктора химических наук, профессора, профессора кафедры органической химии Института химии ФГБОУ ВО «Санкт-Петербургский государственный университет», г. Санкт-Петербург. Содержит вопросы, связанные с уточнением различия сигнала атомного поглощения кремния для рассмотренных индивидуальных кремнийсодержащих веществ; степенью извлечения полиорганосилоксанов (ПОС) из водных растворов в бензол и устранением фонового поглощения после разбавления раствора анализируемой пробы.

Выбор официальных оппонентов обоснован их компетентностью в области аналитической химии, что подтверждено соответствующими публикациями в российских и зарубежных рецензируемых научных изданиях. Первова И.Г. является специалистом в области создания и внедрения ресурсосберегающих, экологически безопасных технологий по обезвреживанию промышленных отходов, оборудования материалов с широким диапазоном практического использования (сорбенты, ингибитор коррозии, композиты, матрицы-носители и тест-средства для контроля качества объектов окружающей среды). Научная работа Стожко Н.Ю. связана с определением электрохимическими методами анализа ряда элементов в объектах окружающей среды, пищевых продуктах и продовольственном сырье, созданием электрохимических сенсоров с использованием наночастиц и наноматериалов, электрохимией наночастиц. Дегтев М.И. является специалистом в области органических реагентов и их комплексных соединений; экстракции ионов металлов в органический растворитель и без него; вопросов комплексообразования, состава и механизма экстракции; расчета количественных характеристик, разработки экспрессных методов определения макро- и микроколичеств ионов металлов.

Диссертационный совет отмечает, что представленная диссертация на соискание ученой степени кандидата химических наук соответствует п. 9 Положения о присуждении ученых степеней в УрФУ, является научно-квалификационной работой, в которой на основании выполненных автором исследований решена научная задача по определению кремния в воде методом электротермической атомно-абсорбционной спектроскопии высокого разрешения с источником непрерывного спектра (НИ-ВР-ЭТААС), имеющая существенное значение для развития аналитической химии кремния.

Диссертация представляет собой самостоятельное законченное исследование, обладающее внутренним единством. Положения, выносимые на защиту, содержат новые научные результаты и свидетельствуют о личном вкладе автора в науку:

- при построении градуировочных зависимостей с использованием государственных стандартных (ГСО) утвержденного типа с содержанием кремния в форме $\text{Na}_2[\text{SiF}_6]$ и в форме Na_2SiO_3 **установлено** влияние состава стандартных образцов на вид градуировочной зависимости. Прецизионность (по показателю воспроизводимости) результатов исследования не соответствует установленным в электротермической атомизации нормам. При изучении термохимического поведения кремния в графитовом атомизаторе наибольшая термическая устойчивость кремния зарегистрирована при его нахождении в форме Na_2SiO_3 . Сделано предположение о дестабилизации кремния в электротермической печи в форме $\text{Na}_2[\text{SiF}_6]$ за счет образования летучего соединения (SiF_4) на стадии пиролиза в атомизаторе. В дальнейшем принято решение использовать ГСО с содержанием кремния в форме Na_2SiO_3 . Установлена линия атомного поглощения Si 251,611 нм при атомизации кремния из водных растворов с его содержанием в форме Na_2SiO_3 ;

- **изучено** поглощение вокруг аналитической линии кремния при анализе минеральной воды методом НИ-ВР-ЭТААС. Зарегистрирован низкий сигнал атомного поглощения кремния и мощный фоновый сигнал, вызванный неустановленными соединениями матричных компонентов пробы. Доказано, что прямой анализ кремния в минеральной воде методом НИ-ВР-ЭТААС невозможен;

8

- **предложены** способы химической модификации водных растворов. Удовлетворительные результаты получены при совместном присутствии вольфрама, железа, магния и палладия в качестве химических модификаторов. Улучшено действие этих модификаторов в результате предварительно разделения матричных компонентов пробы и определяемого аналита. Сульфат-ионы удалены из водных растворов путем их осаждения в виде $BaSO_4 \downarrow$;

- **установлена** зависимость сигнала атомного поглощения определяемого элемента от общей жесткости водных растворов. Экспериментально доказано, что при определении кремния из водных растворов с общей жесткостью более 15 °Ж наблюдается увеличение сигнала атомного поглощения кремния при неизменной его концентрации. После разбавления пробы высокочистой водой достигнуты условия десольватации водных растворов с разной общей жесткостью и градуировочными растворами;

- **подобраны** условия концентрирования кремнийорганических соединений из водных объектов методом экстракции. В качестве экстрагента выбран бензол.

Показана возможность определения растворенных форм кремния в природной воде водоисточников питьевого водоснабжения методом НИ-ВР-ЭТААС. Впервые в практике аналитической химии предложена методика количественного определения полиорганосилоксанов (по кремнию) методом НИ-ВР-ЭТААС с их предварительной экстракцией. При анализе различных образцов природных вод эта методика показала перспективность данного подхода для идентификации и селективного определения кремнийорганических соединений. Разработанные методики имеют важное практическое значение для мониторинга водных объектов и повышения качества бутилированной воды, в том числе воды питьевой для детского питания. Созданы алгоритмы определения растворенных и коллоидных форм кремния в воде методом НИ-ВР-ЭТААС.

Разработанные методики определения кремния, содержащегося в его различных формах в воде методом НИ-ВР-ЭТААС, аттестованы, что подтверждается свидетельствами об аттестации от 04 июня 2020 г.: № 88-16207-

9

013-RA.RU.310657-2020 (определение растворенных форм кремния в воде); № 88-16207-014-RA.RU.310657-2020 (определение коллоидных форм кремния в воде). Методики внесены в единый реестр аттестованных методик на территории РФ, им присвоены уникальные номера: ФР.1.31.2020.37835 – определение растворенных форм кремния в воде; ФР.1.31.2020.37836 – определение коллоидных форм кремния в воде. Документы рекомендованы к утверждению Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации А. Ю. Поповой. Методики нашли применение в рамках реализации государственной программы, утвержденной Указом президента РФ от 11 марта 2019 г. № 97 «Об основах государственной политики Российской Федерации в области обеспечения химической и биологической безопасности на период до 2025 года и дальнейшую перспективу».

Способы определения растворенных и коллоидных форм кремния в воде методом НИ-ВР-ЭТААС защищены двумя патентами РФ.

На заседании 21 марта 2023 г. диссертационный совет УрФУ 2.6.02.07 принял решение присудить Штин Т.Н. ученую степень кандидата химических наук.

При проведении тайного голосования диссертационный совет УрФУ 2.6.02.07 в количестве 21 человека, в том числе 5 докторов наук по специальности рассматриваемой диссертации, участвовавших в заседании, из 26 человек, входящих в состав совета, проголосовали: за – 21, против – нет, недействительных бюллетеней – нет.

Председатель
диссертационного совета
УрФУ 2.6.02.07

✓

Рычков Владимир Николаевич

Ученый секретарь
диссертационного совета
УрФУ 2.6.02.07



✓

Семенищев Владимир Сергеевич

21.03.2023 г.