

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА

РХТУ.1.4.02 РХТУ им. Д.И. Менделеева
по диссертации на соискание ученой степени кандидата наук

аттестационное дело № 1/22
решение диссертационного совета
от 29 марта 2022 г. протокол № 5

О присуждении ученой степени кандидата химических наук Поляковой Анастасии Сергеевны, представившей диссертационную работу на тему «Экстрагент-содержащие микроэмульсии на основе ди-(2-этилгексил)фосфата натрия и додецилсульфата натрия» по научной специальности 1.4.10 Коллоидная химия, принята к защите 15 февраля 2022 года, протокол № 2 диссертационным советом РХТУ.1.4.02 РХТУ им. Д.И. Менделеева.

Состав диссертационного совета утвержден в количестве 21 человека приказом и.о. ректора РХТУ им. Д.И. Менделеева № 532 А от «30» декабря 2021 г.

Соискатель Полякова Анастасия Сергеевна 1993 года рождения. В 2015 году с отличием окончила Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева», диплом серия 107718 номер 0608738.

В 2021 году окончила аспирантуру федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева», диплом серия 107718 номер 1137942.

Соискатель работает специалистом по учебно-методической работе в Детском технопарке «Менделеев центр» РХТУ им. Д.И. Менделеева.

Диссертация на соискание ученой степени кандидата химических наук по научной специальности 1.4.10 (02.00.11) Коллоидная химия выполнена на кафедре наноматериалов и нанотехнологии федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева».

Тема диссертационной работы «Экстрагент-содержащие микроэмульсии на основе ди-(2-этилгексил)фосфата натрия и додецилсульфата натрия» утверждена на заседании Ученого совета (протокол от «25» ноября 2020 года № 4). Научный руководитель доцент кафедры наноматериалов и нанотехнологии Российского химико-технологического университета имени Д.И. Менделеева, кандидат химических наук Мурашова Наталья Михайловна.

Официальные оппоненты:

доктор химических наук, профессор **Матвеевко Владимир Николаевич**, профессор кафедры коллоидной химии химического факультета ФГБОУ ВО «Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова»;

доктор химических наук, доцент **Шкинев Валерий Михайлович**, ведущий научный сотрудник лаборатории концентрирования ФГБУН Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского Российской академии наук;

кандидат химических наук, доцент **Киенская Карина Игоревна**, доцент кафедры коллоидной химии ФГБОУ ВО «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева».

Основные положения и выводы диссертационного исследования в полной мере изложены в 24 научных работах, опубликованных соискателем, в том числе в 4 публикациях в изданиях, индексируемых в международных базах данных, из них 3 – индексируемых в Scopus/Web of Science.

Опубликованные работы общим объемом 92 страницы полностью отражают результаты, полученные в диссертации.

Опубликовано 20 научных работ на российских и международных конференциях.

Все работы опубликованы в соавторстве. Личный вклад автора составляет от 50 до 85%, заключается в непосредственном участии в планировании работ, проведении экспериментов, анализе и обсуждении полученных результатов, написании работ.

Наиболее значимые работы по теме диссертации:

1. Мурашова Н.М., Полякова А.С., Юртов Е.В. Влияние ди-(2-этилгексил)фосфорной кислоты на свойства микроэмульсии в системе ди(2-этилгексил)фосфат натрия–ди(2-этилгексил)фосфорная кислота–декан–вода // Коллоидный журнал. – 2018. – Т. 80, № 5. – С. 541–550. (Web of Science, Scopus).

2. Полякова А.С., Мурашова Н.М., Юртов Е.В. Микроэмульсии в системах додецилсульфат натрия–бутанол-1–экстрагент–керосин–вода для извлечения цветных металлов из оксидного сырья // Журнал прикладной химии. – 2020. – Т. 93, вып. 2. – С. 249–256. (Web of Science, Scopus).

3. Полякова А.С., Мурашова Н.М. Диаметр капель обратных микроэмульсий ди-(2-этилгексил)фосфата натрия и додецилсульфата натрия: экспериментальные данные и методы расчета шова // Известия высших учебных заведений. Химия и химическая технология. – 2021. – Т. 64, вып. 2. – С. 66-72. (Scopus).

На диссертацию и автореферат поступили отзывы:

1. **Официального оппонента, доктора химических наук, профессора Матвеевко Владимира Николаевича**, профессора кафедры коллоидной химии химического факультета ФГБОУ ВО «Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова».

В отзыве отражены актуальность темы, научная новизна, практическая значимость работы, достоверность полученных данных, общий обзор работы. Отзыв положительный. Имеются следующие замечания:

1. В диссертационной работе представлен расчёт диаметров капель микроэмульсии додецилсульфата натрия и ди-(2-этилгексил)фосфата натрия на основе величины площади посадочной площадки ПАВ, определённой по изотерме межфазного натяжения, однако недостаточно чётко сказано, для чего проводится такой расчёт.

2. В таблице 3.7 на стр. 102 и 103, а также в таблице 4.9 на стр. 129 приводятся значения электропроводности микроэмульсий при температуре 80°C, а диаметра капель микроэмульсии – при 60°C. Почему не приведены данные для гидродинамического диаметра капель микроэмульсии при 80°C (температура, при которой проводилось выщелачивание цветных металлов).

3. Из текста диссертационной работы не понятно, чем обоснован выбор CuO в качестве модельной системы для изучения кинетики микроэмульсионного выщелачивания.

4. По результатам изучения свойств микроэмульсий додецилсульфата натрия предложены составы, подходящие для выщелачивания металлов, выраженные в виде молярных концентраций. Было бы полезно указать эти составы в массовых процентах и привести их на фазовой диаграмме.

Высказанные замечания носят частный характер, не снижают значимости полученных результатов и не оказывают существенного влияния на общую положительную оценку диссертационного исследования.

В заключении указано, что диссертационная работа Поляковой Анастасии Сергеевны на тему: «Экстрагент-содержащие микроэмульсии на основе ди-(2-этилгексил)фосфата натрия и додецилсульфата натрия», представленная на соискание ученой степени кандидата химических наук, является законченной научно-квалификационной работой в области исследования экстрагент-содержащих микроэмульсий на основе ди-(2-этилгексил)фосфата натрия и додецилсульфата натрия и их применения для выщелачивания металлов из твёрдого сырья. Диссертация соответствует требованиям, установленным Положением о порядке присуждения ученых степеней в Федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего образования «Российский химико-технологический

университет имени Д.И. Менделеева», утвержденным приказом ректора № 1523ст от 17.09.2021 г., предъявляемым к диссертационным работам на соискание ученой степени кандидата наук, а ее автор Полякова Анастасия Сергеевна заслуживает присуждения ученой степени кандидата химических наук по специальности 1.4.10 Коллоидная химия.

2. **Официального оппонента, доктора химических наук, доцента Шкинева Валерия Михайловича**, ведущего научного сотрудника лаборатории концентрирования ФГБУН Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского Российской академии наук.

В отзыве отражены актуальность темы, научная новизна, практическая значимость работы, достоверность полученных данных, общий обзор работы. Отзыв положительный. Имеются следующие замечания:

1. Известно, что при МЭ выщелачивании часто наблюдается значительный унос эмульсии на твердой фазе. Изучали ли потери МЭ?

2. Для извлечения металлов из МЭ используют кислоты. Изучали ли, как распадается МЭ, и повторное её применение?

3. Время проведения процесса выделения металлов довольно значительное, около 5 часов. Как его сократить?

Высказанные замечания носят частный характер, не снижают значимости полученных результатов и не оказывают существенного влияния на общую положительную оценку диссертационного исследования.

В заключении указано, что диссертационная работа Поляковой Анастасии Сергеевны на тему: «Экстрагент-содержащие микроэмульсии на основе ди-(2-этилгексил)фосфата натрия и додецилсульфата натрия», представленная на соискание ученой степени кандидата химических наук, является законченной научно-квалификационной работой в области исследования экстрагент-содержащих микроэмульсий на основе ди-(2-этилгексил)фосфата натрия и додецилсульфата натрия и их применения для выщелачивания цветных металлов. Диссертация соответствует требованиям, установленным Положением о порядке присуждения ученых степеней в Федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего образования «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева», утвержденным приказом ректора № 1523ст от 17.09.2021 г., предъявляемым к диссертационным работам на соискание ученой степени кандидата наук, а ее автор Полякова Анастасия Сергеевна заслуживает присуждения ученой степени кандидата химических наук по специальности 1.4.10 Коллоидная химия.

3. **Официального оппонента, кандидата химических наук, доцента Киенской Карины Игоревны**, доцента кафедры коллоидной химии ФГБОУ ВО «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева».

Отзыв положительный, в отзыве отражены актуальность темы, научная новизна, практическая значимость работы, достоверность полученных данных, общий обзор работы.

По диссертационной работе и автореферату имеются следующие замечания:

1. При определении солубилизационной емкости обратных микроэмульсий не указано содержание воды в исходных компонентах, в частности, в органических растворителях – декане, керосине и пр. Нет также информации о том, удалялась ли предварительно их вода. Данное обстоятельство не может не вносить определенную погрешность в полученные результаты.

2. Было бы логично графически сопоставить изменение радиуса капель и изменение электропроводности при переходе от обратной микроэмульсии к перколяционной. Попытка автора сопоставить эти данные в таблицах (например, таблица 3.7. – ДЭГФК как со-ПАВ) вызывает дополнительные вопросы – почему, например, диаметр капель практически не меняется при переходе от обратной м/э к перколяционной (4,0 нм и 5,8 нм, соответственно), а электропроводность возрастает почти в 5 раз (от 6,1 мСм/см до 30,0 мСм/см)?

3. Не совсем понятен введенный автором термин «второй растворитель» для

Д2ЭГФК (рис.3.7). Что значит «второй»? Избыток Д2ЭГФК растворим в органической фазе, образуя смешанный растворитель. Но сам термин «растворитель», если речь идет о дисперсных системах, в частности, микроэмульсиях, на мой взгляд, вообще не корректен, т.к. есть «дисперсная фаза» и «дисперсионная среда».

4. На рисунке 4.5 приведена изотерма межфазного натяжения на границе с деканом в присутствии смеси ПАВ – ДНС, бутанол-1 и Д2ЭГФК. Какой физический смысл с данным случае имеет величина s_0 в таблице 4.3? «Чья» это посадочная площадка $0,5 \text{ нм}^2$? Общая для всех трех ПАВ площадь полярной группы?

Высказанные замечания носят частный характер, не снижают значимости полученных результатов и не оказывают существенного влияния на общую положительную оценку диссертационного исследования.

В заключении указано, что диссертационная работа Поляковой Анастасии Сергеевны на тему: «Экстрагент-содержащие микроэмульсии на основе ди-(2-этилгексил)фосфата натрия и додецилсульфата натрия», представленная на соискание ученой степени кандидата химических наук, является законченной научно-квалификационной работой в области исследования экстрагент-содержащих микроэмульсий на основе ди-(2-этилгексил)фосфата натрия и додецилсульфата натрия и их применения для выщелачивания цветных металлов. Диссертация соответствует требованиям, установленным Положением о порядке присуждения ученых степеней в Федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего образования «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева», утвержденным приказом ректора № 1523ст от 17.09.2021 г., предъявляемым к диссертационным работам на соискание ученой степени кандидата наук, а ее автор Полякова Анастасия Сергеевна заслуживает присуждения ученой степени кандидата химических наук по специальности 1.4.10 Коллоидная химия.

4. К.х.н., доцента кафедры технологии косметических средств КНИТУ **Саутиной Натальи Викторовны**.

В отзыве на автореферат отмечены перспективность выбранного направления исследований, практическая и научная важность работы. Отзыв положительный.

В качестве пожелания отмечено, что для исследования структуры микроэмульсий в дальнейшем стоит воспользоваться более прямыми методами, такими как ЯМР или рентгеноструктурный анализ.

В заключении отзыва отмечено, что диссертационная работа является законченной квалификационной работой, а ее автор заслуживает присуждения ученой степени кандидата химических наук по специальности 1.4.10 – Коллоидная химия.

5. К.х.н., доцента кафедры химии и материаловедения ФГБОУ ВО «Академия гражданской защиты МЧС России» **Гордовой Анны Фирсовны**.

В отзыве на автореферат отмечается актуальность темы, практическая значимость, научная новизна и достоверность экспериментального материала. Отзыв положительный.

В качестве замечания отмечено следующее: в работе предложен состав микроэмульсии для извлечения меди из природного и техногенного сырья, в которой концентрация Д2ЭГФК составляет $0,25 \text{ моль/л}$, концентрация ПАВ $0,32 \text{ моль/л}$, а величина соотношения концентраций воды и ПАВ (W) равна 40. При этом для выщелачивания цинка предлагается эмульсия с такими же концентрациями ПАВ и экстрагента, но величина W равна 20 (С.12), а присутствующий во влажном шламе в виде Zn(OH)_2 цинк извлекается из влажного шлама эмульсией с $W=10$ (С.13). Является ли микроэмульсия с $W=20$ перколированной, или в силу каких-либо причин цинк более эффективно извлекается эмульсией с изолированными каплями? Становится в процессе выщелачивания из влажного шлама эмульсия с изолированными каплями ($W=10$) перколированной или нет? Отсутствие ответов на эти вопросы в автореферате можно отметить как замечания.

Высказанные замечания, безусловно, не снижают общего положительного значения диссертационной работы. Диссертационная работа Поляковой Анастасии Сергеевны является законченной квалификационной работой, а ее автор заслуживает присуждения

ученой степени кандидата химических наук по специальности 1.4.10 – Коллоидная химия.

6. Д.х.н., начальника научно-исследовательской части Новомосковского института (филиала) РХТУ им. Д.И. Менделеева **Голубиной Елены Николаевны**.

В отзыве на автореферат отмечены актуальность выбранной темы, научная новизна и практическая значимость. Отзыв положительный.

По содержанию авторефераты высказаны некоторые замечания и пожелания.

1. Часть полученных закономерностей автор объясняет изменением мольного процента ионосвязанной и объёмной воды, как находились эти величины?

2. На рис. 4 представлены кинетические кривые выщелачивания меди с помощью микроэмульсии и автор утверждает, что скорости выщелачивания в течение первого часа одинаковы для исследуемых систем, а затем различаются. Чем это обусловлено?

3. На рис. 7 кривая 1 при изменении концентрации экстрагента от 0 до 2 моль/л гидродинамический диаметр капли изменился примерно с 5 до 6 нм. Планки погрешностей, установленные на рисунке, скорее всего, указывают не на увеличение размера капли, а на его постоянство.

Указанные замечания не влияют на общую положительную оценку диссертации, которая выполнена на высоком научном уровне. Диссертационная работа Поляковой Анастасии Сергеевны является законченной квалификационной работой, а ее автор заслуживает присуждения ученой степени кандидата химических наук по специальности 1.4.10 Коллоидная химия.

Выбор официальных оппонентов обосновывается компетентностью, достижениями в научных исследованиях с близкой тематикой, наличием у оппонентов публикаций в рецензируемых журналах и высоким профессиональным уровнем.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

определено влияние экстрагентов на физико-химические свойства микроэмульсий на основе ди-(2-этилгексил)фосфата натрия и додецилсульфата натрия;

продемонстрирована возможность применения экстрагент-содержащих микроэмульсий на основе ди-(2-этилгексил)фосфата натрия и додецилсульфата натрия для извлечения цветных металлов из оксидного сырья.

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:

показано разнонаправленное, в зависимости от её концентрации, влияние Д2ЭГФК на следующие свойства микроэмульсии в системе Д2ЭГФNa – Д2ЭГФК – декан – вода: солюбилизационную ёмкость по воде, удельную электропроводность, распределение воды в каплях микроэмульсии по типам ассоциатов, гидродинамический диаметр капель.

определены области существования и размеры капель микроэмульсии в системе додецилсульфат натрия – бутанол-1 – экстрагент – керосин – вода в присутствии экстрагентов ди-(2-этилгексил)фосфорной кислоты, капроновой кислоты, а также смеси трибутилфосфата и уксусной кислоты.

установлено влияние структуры микроэмульсии в системах Д2ЭГФNa – Д2ЭГФК – декан – вода и додецилсульфат натрия – бутанол-1 – Д2ЭГФК – декан – вода на выщелачивание меди на модельной системе с оксидом меди (II).

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

предложены составы экстрагент-содержащих микроэмульсий на основе Д2ЭГФNa и додецилсульфата натрия для извлечения ионов меди и цинка из оксидного сырья.

показана возможность извлечения ионов цинка из промышленного гальванического шлама микроэмульсией в системе додецилсульфат натрия – бутанол-1 – Д2ЭГФК – керосин – вода; при времени выщелачивания 15 минут степень извлечения цинка составила 97,6 %.

Оценка достоверности результатов исследования выявила:

для экспериментальных работ достоверность полученных результатов обеспечивалась применением современных методов анализа (метод динамического

светорассеяния, ИК-Фурье спектроскопия, кондуктометрия, определение межфазного натяжения методом Вильгельми и т.д.), реализованных с использованием современного сертифицированного оборудования, и воспроизводимостью полученных экспериментальных данных;

теория основана на известных и опубликованных данных и согласуется с опубликованными экспериментальными данными по теме диссертации в области влияния добавок (соПАВ, экстрагентов) на физико-химические свойства микроэмульсий ди-(2-этилгексил)фосфата натрия и додецилсульфата натрия.

Выводы диссертации обоснованы, не вызывают сомнений и согласуются с современными представлениями о структуре и физико-химических свойствах микроэмульсий ди-(2-этилгексил)фосфата натрия и додецилсульфата натрия и вопросами их применения для извлечения цветных металлов.

Личный вклад соискателя состоит в разработке и планировании исследования, постановке цели и задач (совместно с научным руководителем), выборе подходов к их решению, разработке методик эксперимента, выполнении экспериментов, анализе результатов и их обобщении, а также в личном участии в апробации результатов исследования и подготовке публикаций.

По своему содержанию диссертационная работа соответствует паспорту специальности научных работников 1.4.10 Коллоидная химия по п.10 Теоретические основы действия поверхностно-активных веществ (ПАВ) на границах раздела фаз. Теория мицеллообразования и солюбилизации в растворах ПАВ. Микроэмульсии. Практическое использование ПАВ в технологических процессах.

Диссертационный совет пришел к выводу о том, что диссертация представляет собой законченную научно-квалификационную работу, в которой решена актуальная задача разработки и исследования свойств экстрагент-содержащих микроэмульсий для извлечения цветных металлов из твердого сырья.

По актуальности, новизне, практической значимости диссертация соответствует требованиям, установленным Положением о порядке присуждения ученых степеней в федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего образования «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева», утвержденном приказом ректора РХТУ им. Д.И. Менделеева № 1523ст от 17.09.2021 г.

На заседании диссертационного совета РХТУ.1.4.02 РХТУ им. Д.И. Менделеева 29 марта 2022 года принято решение о присуждении ученой степени кандидата химических наук Поляковой Анастасии Сергеевны.

Присутствовало на заседании 17 членов диссертационного совета, в том числе в режиме видеоконференции 6, в том числе докторов наук по научной специальности, отрасли науки рассматриваемой диссертации 7

При проведении голосования члены диссертационного совета по вопросу присуждения ученой степени проголосовали.

Результаты тайного голосования:

«за» - 11,

«против» - нет,

«воздержались» - нет.

Проголосовали 6 членов диссертационного совета, присутствовавшие на заседании в режиме видеоконференции

«за» - 6,

«против» - нет,

«воздержались» - нет.

Итоги голосования:
«за» - 17,
«против» - нет,
«воздержались» - нет.

Председатель
диссертационного совета



д.х.н., проф. Назаров В.В.

Ученый секретарь
диссертационного совета



к.х.н., доц. Мурашова Н.М.

Дата «29» марта 2022г.