

**Протокол № 255**

заседания диссертационного совета 24.2.288.07 по защите  
от 29.06.2022 г.

Состав диссертационного совета утвержден в количестве 27 человек.  
Присутствовали на заседании 19 человек.

**Председатель:** д.хим.наук, профессор Семенов Виктор Николаевич.

**Присутствовали:** д.хим.наук, профессор Семенов Виктор Николаевич, д.хим.наук, профессор Шихалиев Хидмет Сафарович, к.хим.наук, доцент Столповская Надежда Владимировна, д.хим.наук, профессор Бобрешова Ольга Владимировна, д.хим.наук, профессор Бутырская Елена Васильевна, д.хим.наук, доцент Завражнов Александр Юрьевич, д.хим.наук, доцент Зяблов Александр Николаевич, д.хим.наук, доц. Кострюков Виктор Федорович, д.хим.наук, доц. Крысин Михаил Юрьевич, д.хим.наук Потапов Андрей Юрьевич, д.хим.наук, профессор Рудаков Олег Борисович, д.хим.наук, профессор Селеменев Владимир Федорович, д.хим.наук, профессор Семенова Галина Владимировна, д.хим.наук, доц. Томина Елена Викторовна, д.хим.наук, доцент Тутов Евгений Анатольевич, д.хим.наук, профессор Шапошник Алексей Владимирович, д.хим.наук, профессор Шапошник Владимир Алексеевич, д.хим.наук, профессор Шаталов Геннадий Валентинович, д.хим.наук, доцент Шестаков Александр Станиславович.

Официальные оппоненты по диссертации:

**Цюпко Татьяна Григорьевна** – доктор химических наук, профессор, федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Кубанский государственный университет», факультет химии и высоких технологий, кафедра аналитической химии – присутствует;

**Нифталиев Сабухи Илич-оглы** – доктор химических наук, профессор, федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Воронежский государственный университет инженерных технологий», кафедра неорганической химии и химической технологии, заведующий кафедрой – отсутствует по уважительной причине – есть официальное письмо, положительный отзыв получен.

**Ведущая организация:**

федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Саратовский национальный исследовательский государственный университет имени Н.Г. Чернышевского», г. Саратов – положительный отзыв получен.

**Слушали:** защиту диссертационной работы Сауд Али Мунир «Разделение и определение фенилаланина и хлорида натрия при нейтрализационном диализе и электродиализе с использованием мембран с разной массовой долей сульфокатионообменной смолы», представленной на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности 1.4.2. Аналитическая химия. Стенограмма прилагается.

В обсуждении диссертационной работы приняли участие: д.хим.н., проф. Шапошник В.А., д.хим.н., проф. Селеменев В.Ф.

Вопросы задали: д.хим.н., проф. Бутырская Е.В., д.хим.н., проф. Бобрешова О.В., д.хим.н., проф. Шапошник В.А.

**Постановили:** на основании протокола № 1 счетной комиссии считать, что диссертация Сауд Али Мунир отвечает всем требованиям, предъявляемым ВАК РФ к кандидатским диссертациям, а ее автор заслуживает присуждения степени кандидата химических наук по специальности 1.4.2. Аналитическая химия.

Результаты голосования:

«за» – 19,

«против» – нет,

«недействительных бюллетеней» – нет.

По результатам обсуждения работы принято следующее заключение:

### ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА

24.2.288.07, СОЗДАННОГО НА БАЗЕ ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО  
БЮДЖЕТНОГО ОБРАЗОВАТЕЛЬНОГО УЧРЕЖДЕНИЯ ВЫСШЕГО  
ОБРАЗОВАНИЯ «ВОРОНЕЖСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»  
МИНОБРНАУКИ РОССИИ ПО ДИССЕРТАЦИИ НА СОИСКАНИЕ УЧЕНОЙ  
СТЕПЕНИ КАНДИДАТА НАУК

аттестационное дело № \_\_\_\_\_

решение диссертационного совета от 29.06.2022 г. № 255

О присуждении Сауд Али Мунир, гражданину Сирийской арабской республики, ученой степени кандидата химических наук.

Диссертация «Разделение и определение фенилаланина и хлорида натрия при нейтрализационном диализе и электродиализе с использованием мембран с разной массовой долей сульфокатионообменной смолы» по специальности 1.4.2. Аналитическая химия принята к защите 27 апреля 2022 г. (протокол заседания № 251) диссертационным советом 24.2.288.07, созданным на базе федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Воронежский государственный университет» Минобрнауки России, 394018, Россия, г. Воронеж, Университетская площадь, д. 1, в соответствии с приказом Минобрнауки России № 105/нк от 11.04.2012 г.

Соискатель Сауд Али Мунир, 01 января 1988 года рождения, прикреплен к кафедре аналитической химии химического факультета федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Воронежский государственный университет» Министерства науки и высшего образования Российской Федерации для подготовки кандидатской диссертации.

В 2017 г. окончил с отличием магистратуру химического факультета федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Воронежский государственный университет».

В 2021 году окончил очную аспирантуру химического факультета федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Воронежский государственный университет»

Диссертация выполнена на кафедре аналитической химии химического факультета федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Воронежский государственный университет» Министерства науки и высшего образования Российской Федерации.

Научный руководитель – доктор химических наук, доцент, Васильева Вера Ивановна, федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Воронежский государственный университет», химический факультет, кафедра аналитической химии, профессор.

Официальные оппоненты:

1. Цюпко Татьяна Григорьевна, доктор химических наук, профессор, федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего

образования «Кубанский государственный университет», факультет химии и высоких технологий, кафедра аналитической химии, профессор.

2. Нифталиев Сабухи Илич-оглы, доктор химических наук, профессор, Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Воронежский государственный университет инженерных технологий», факультет экологии и химической технологии, кафедра неорганической химии и химической технологии, заведующий кафедрой

- дали положительные отзывы на диссертацию.

Ведущая организация, федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Саратовский национальный исследовательский государственный университет имени Н.Г. Чернышевского», г. Саратов, в своем положительном отзыве, подписанном Русановой Татьяной Юрьевной, доктором химических наук, доцентом, заведующей кафедрой аналитической химии и химической экологии, указала, что диссертация Сауд Али Мунир является научно-квалификационной работой, в которой на основании проведенных автором исследований получены результаты, совокупность которых можно квалифицировать как решение научной задачи, направленной на усовершенствование способов мембранного разделения и совместного спектроскопического определения нейтральных аминокислот и минеральных компонентов в водных растворах. Диссертация соответствует критериям, установленным пунктами 9-11, 13, 14 «Положения о присуждении ученых степеней» (утверждено постановлением Правительства Российской Федерации от 24.09.2013 г. № 842), предъявляемым к диссертациям на соискание ученой степени кандидата наук, а её автор – Сауд Али Мунир – заслуживает присуждения ученой степени кандидата химических наук по специальности 1.4.2. Аналитическая химия.

Соискатель имеет 19 опубликованных работ, в том числе по теме диссертации опубликовано 19 работ, из них в рецензируемых научных изданиях опубликовано 5 работ. Работы посвящены разработке способа совместного определения фенилаланина и хлорида натрия и изучению закономерностей их разделения нейтрализационным диализом и электродиализом с использованием мембран с разной массовой долей сульфокатионообменной смолы. В диссертации отсутствуют недостоверные сведения об опубликованных соискателем работах. Вклад автора 80 %, объем – 5 п.л.

Наиболее значительные работы:

1. Features of sodium determination in dilute mixed solutions with phenylalanine by flame photometry / A. M. Saud, M. A. Smagin, V. I. Vasil'eva // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. – 2020. – Т. 86, № 1. – С. 13–18.
2. Влияние массовой доли ионообменной смолы в катионообменной мембране Ralex CM на деминерализацию водно-солевых растворов фенилаланина методом нейтрализационного диализа / В. И. Васильева, А. М. Сауд, Э. М. Акберова // Мембраны и мембранные технологии. – 2021. – Т. 11, № 2. – С. 110–118.
3. Разделение водно-солевых растворов фенилаланина электродиализом при использовании мембран с разной массовой долей сульфокатионообменной смолы / В. И. Васильева, А. М. Сауд, Э. М. Акберова // Сорбционные и хроматографические процессы. – 2021. – Т. 21, № 4. – С. 498–509.

На диссертацию и автореферат поступило 6 отзывов: 1) Иванов В.А., д.х.н., проф., ст.н.с. кафедры физической химии химического факультета ФГБОУ ВО «Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова»; 2) Платонов И.А., д.т.н, проф., зав. кафедрой химии ФГАОУ ВО «Самарский государственный национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королева»; 3) Буряк А.К., д.х.н., чел.-корр. РАН, проф., зав. лабораторией физико-химических основ хроматографии и хромато-масс-спектрометрии, директор ИФХЭ РАН; 4) Рудакова Л.В., д.х.н., доц., зав. кафедрой фармацевтической химии и фармацевтической технологии Воронежской государственной медицинской академии им. Н.Н. Бурденко; 5) Заболоцкий В.И., д.х.н., проф., зав. кафедрой физической химии ФГБОУ ВО «Кубанский государственный университет»; 6) Новицкий Э.Г., к.х.н., внс лаборатории полимерных мембран ИНХС РАН.

Все отзывы положительные. Замечания носят рекомендательный характер.

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается наличием публикаций в области аналитической химии и способностью определить актуальность, достоверность, научную новизну и значимость результатов диссертационной работы.

**Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:**

- разработаны способы совместного определения фенилаланина и ионов натрия спектроскопическими методами в разбавленных водных растворах без предварительной коррекции pH растворов и применения вспомогательных химических реагентов;

- **предложены** мембранные методы разделения фенилаланина и хлорида натрия в водных растворах при использовании экспериментальных мембран с разным содержанием ионообменной смолы для решения задач пробоподготовки и повышения аналитических свойств компонентов;
- **доказана** эффективность электродиализа как непрерывного метода разделения и пробоподготовки смешанных растворов нейтральной аминокислоты и минеральной соли при применении высокоинтенсивных токовых режимов и мембран с массовой долей сульфокатионообменной смолы 70%;
- **введены** представления о влиянии массовой доли сульфокатионообменной смолы в гетерогенных мембранах на особенности транспорта, характеристики разделения и аналитические свойства компонентов в процессе нейтрализационного диализа и электродиализа смешанных растворов нейтральной аминокислоты и минеральной соли.

**Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:**

- **доказана** роль кислотности среды и явления электроконвекции в увеличении потерь аминокислоты при высокоинтенсивных токовых режимах электродиализного разделения водно-солевых растворов фенилаланина;
- **применительно к проблематике диссертации результативно использован** комплекс современных физико-химических методов исследования и способов обработки аналитических сигналов, в том числе абсорбционная молекулярная спектроскопия в УФ-области, атомно-эмиссионный метод фотометрии пламени, ионометрия, лазерная интерферометрия, растровая электронная микроскопия, фликкер-шумовая спектроскопия, вейвлет-анализ.
- **изложены** закономерности переноса и разделения компонентов в системах, содержащих водно-солевые растворы фенилаланина и гетерогенные мембраны разной природы и технологии изготовления, в том числе с варьируемой массовой долей ионообменной смолы;
- **раскрыт** механизм влияния содержания сульфокатионообменной смолы в мембранах на характеристики (фактор разделения, степень извлечения, потери целевого продукта) процесса разделения фенилаланина и хлорида натрия методами нейтрализационного диализа и электродиализа, заключающийся в смещении равновесия реакций протонирования-депротонирования биполярных ионов аминокислоты вследствие изменения кислотности деминерализуемого раствора;

- **изучены** и типизированы погрешности при определении натрия атомно-эмиссионным методом фотометрии пламени в разбавленных смешанных растворах с фенилаланином, вызванные уменьшением эмиссии фототока натрия в присутствии аминокислоты;
- **проведена модернизация** методики спектрофотометрического определения фенилаланина, заключающаяся в учете влияния фактора кислотности среды на положение максимума абсорбции и величину молярного коэффициента поглощения, позволяющая без предварительной коррекции pH раствора повысить чувствительность и уменьшить систематическую относительную погрешность определения.

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

- **разработаны** рациональные режимы и условия разделения нейтральной аминокислоты и минеральной соли в водных растворах на основе полученных количественных характеристик эффективности методов нейтрализационного диализа и электродиализа;
- **определены** перспективы использования экологически целесообразного метода высокоинтенсивного электродиализа для разделения ароматической нейтральной аминокислоты и минеральной соли, характеризующегося выделением целевого компонента в наиболее подходящей для последующего определения форме и отсутствием вторичных выбросов в окружающую среду;
- **создана** система рекомендаций по проведению приводящей к минимизации систематической погрешности процедуры пламенно-фотометрического определения натрия в разбавленных смешанных с фенилаланином растворах, заключающейся в учете вклада в аналитический сигнал отклика аминокислоты, концентрация которой предварительно определена методом абсорбционной молекулярной спектроскопии;
- **представлены и обоснованы** преимущества мембраны с содержанием сульфокатионообменной смолы 70%, заключающиеся в достижении максимальных значений фактора разделения компонентов и степени извлечения минеральных ионов при потерях целевого продукта не более 1%, для решения задач разделения и пробоподготовки мембранными методами

**Оценка достоверности результатов исследования выявила:**

достоверность полученных результатов, обоснованность научных положений и выводов диссертации обеспечены системностью исследования, применением

современных физико-химических методов анализа, использованием сертифицированного оборудования. Использованы метод абсорбционной молекулярной спектроскопии в УФ-области для определения ароматической аминокислоты, атомно-эмиссионный метод фотометрии пламени для определения натрия, метод лазерной интерферометрии для локально-распределительного динамического анализа компонентов в растворе, метод растровой электронной микроскопии для визуализации поверхности мембран и определения структурных параметров микрофаз, фликкер-шумовая спектроскопия для исследования оптических шумов в электромембранной системе, стандартизированные методики определения физико-химических характеристик ионообменных мембран, а также статистические методы исследования при обработке полученных результатов. Для обработки данных использовалось лицензионное программное обеспечение: Microsoft Excel, расчет преобразования Фурье производился с использованием системы компьютерной математики MATLAB 6.5, Вейвлет-преобразование осуществляли с помощью программного комплекса Wavelet Toolbox (Complex Continuous Wavelet 1-D), входящего в систему MATLAB 6.5. Результаты соответствуют современным представлениям по рассматриваемой тематике и коррелируют с другими экспериментальными данными, представленными в литературе.

**Личный вклад соискателя состоит в участии в общей постановке задач исследования, систематизации литературных данных, подготовке, планировании и проведении экспериментальных исследований, обработке и интерпретации полученных результатов, их практической апробации, подготовке основных публикаций по выполненной работе.**

В ходе защиты были высказаны следующие критические замечания и заданы вопросы: 1) В работе исследовались мембраны с содержанием сульфокатионообменной смолы от 45 до 70%. Почему был выбран именно такой диапазон массовой доли смолы? Какое содержание ионообменной смолы в промышленных образцах мембран? 2) Используется ли для объяснения результатов своих исследований информация о структуре поверхности мембран? 3) Положительная или отрицательная роль электроконвекции в процессах разделения? 4) В чём новизна и особенность применения в работе хорошо изученного метода спектрофотометрии? Как учитывают другие исследователи изменение pH при определении аминокислот? 5) Можно ли предложенные методы использовать в



промышленности или в работе стояла только аналитическая задача? Ставили ли Вы задачу объяснить причину батохромного сдвига?

Соискатель Сауд Али Мунир ответил на задаваемые ему в ходе заседания вопросы и привел собственную аргументацию: 1) Был выбран именно такой диапазон массовой доли смолы потому, что мембрана с содержанием смолы меньше 45% содержит много полиэтилена, что приводит к ухудшению её транспортных характеристик из-за уменьшения электропроводности. Увеличение содержанием смолы в мембране выше 70% приводит к ухудшению механических характеристик и мембрана становится более хрупкой, т.е. уменьшается прочность на разрыв. В настоящее время содержание ионообменной смолы в промышленных мембранах составляет 60-65%. 2) Изучение поверхности мембран методом РЭМ позволяет оценить взаимосвязь структурных и транспортных характеристик. К структурным характеристикам относятся пористость, размер пор и доля ионообменника на поверхности мембраны. К транспортным характеристикам относятся поток вещества и проницаемость мембраны. Например, чем больше пористость поверхности, тем больше влагосодержание мембраны и поток компонентов через неё. 3) С одной стороны электроконвекция играет отрицательную роль, так как увеличивает потери аминокислоты. Однако, в нашем случае потери аминокислоты не превышают 1%. С другой стороны, электроконвекция играет положительную роль, так как увеличивает поток минеральных ионов через мембраны, т.е. деминерализация растворов возрастает. Поэтому, в целом, явление электроконвекции играет положительную роль при разделении компонентов. 4) Недостатком применения известных методик спектрофотометрического определения аминокислот являются несистематизированный подход к учету влияния кислотности растворов на результаты определения. При определении аминокислот многие исследователи для построения градуировочных графиков обычно применяют модельные растворы при нейтральных значениях pH. Это требует дальнейшей предварительной пробоподготовки и использования химических реактивов. В работе получены регрессионные уравнения, которые позволяют сделать выбор аналитической длины волны и определить величину молярного коэффициента поглощения фенилаланина при любой произвольной величине pH раствора. 5) Предлагаемые методы разделения можно использовать и как аналитические методы пробоподготовки, и в промышленном масштабе. Вероятной причиной батохромного сдвига является

индуктивный эффект и эффект сопряжения. Индуктивный эффект проявляется в изменении электронной плотности на хромофорной группе.

На заседании 29 июня 2022 г. диссертационный совет принял решение за решение научной задачи по развитию и усовершенствованию непрерывных мембранных методов разделения и пробоподготовки фенилаланина и минеральной соли, позволяющих повысить аналитические свойства компонентов и сочетающихся с методами их спектроскопического определения, имеющей значение для развития аналитической химии, присудить Сауд Али Мунир ученую степень кандидата химических наук.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 19 человек, из них 7 докторов наук по специальности рассматриваемой диссертации, участвовавших в заседании из 27 человек, входящих в состав совета, проголосовали: за – 19, против – нет, недействительных бюллетеней – нет.

Председатель диссертационного совета

24.2.288.07



Семенов Виктор Николаевич

Ученый секретарь диссертационного совета

24.2.288.07

Столповская Надежда Владимировна

29.06.2022 г.