

ОТЗЫВ

официального оппонента

на диссертационную работу Борисовой Дины Рашидовны

**«Проточное сорбционно-жидкостно-хроматографическое определение фенолов и фталатов с использованием углеродного сорбента и субкритической воды»,
представленную на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 – аналитическая химия**

Актуальность темы диссертации

Фенольные загрязнители чрезвычайно опасны, поскольку они в конечном итоге могут трансформироваться в диоксины. Высокая токсичность фенолов обусловила включение их в списки основных приоритетных загрязнителей во всех странах мира. Для определения фенолов в питьевых и природных водах главными методами анализа являются методы ГХ-МС, ГХ-ДЭЗ, ГХ-ПИД или ВЭЖХ-УФ, ВЭЖХ-МС, ВЭЖХ-ФЛД методы, а также в ряде случаев использование электрохимического детектора. Однако, несмотря на большое число имеющихся научно-технических решений в этой области, актуальна разработка методов анализа с улучшенными метрологическими характеристиками. Эта цель может быть достигнута оптимизацией состава подвижной фазы, поиском новых неподвижных фаз, совершенствованием оборудования и др. Одним из новых и эффективных путей является использование субкритической воды в качестве подвижной фазы, в том числе в гибридных сорбционно-ВЭЖХ-методах. В таких системах для десорбции органических веществ с обращено-фазных сорбентов традиционно используют органические растворители, такие как метанол, ацетонитрил или водно-органические смеси, что неизбежно приводит к уширению пиков при последующем хроматографическом разделении веществ и противоречит принципам «зеленой» химии. Эти недостатки можно преодолеть путем замены органических растворителей на субкритическую воду, так как температурный градиент позволяет легко регулировать элюирующую силу подвижной фазы. В связи с вышесказанным, разработка способов проточного сорбционно-ВЭЖХ определения фенолов и фталатов, включающих сорбцию аналитов, их десорбцию субкритической водой, хроматографическое разделение и определение, что является целью работы Борисовой Д.Р., несомненно является актуальной задачей аналитической химии.

Новизна выполненных исследований и полученных результатов

Научная новизна диссертационной работы Борисовой Д.Р. заключается в разработке эмпирического массива данных об устойчивости ряда сорбентов в среде субкритической воды. Автором предложен новый подход к определению фенолов и фталатов, включающий стадии десорбции субкритической водой, охлаждение и хроматографическое разделение с хроматофокусированием, при этом десорбция аналитов с углеродного сорбента проводится в компромиссных условиях: для фенолов температура субкритической воды составляет 175°C, а для фталатов 150°C. Автором установлено, что при более высоких температурах происходит деградация незамещенного фенола и гидролиз диэтилфталата, моно-циклогексилфталата и монобутилфталата.

Степень обоснованности и достоверности научных положений, выводов, рекомендаций и заключений

Работа содержит исчерпывающую информацию о применяемом оборудовании, методах и средствах измерений и стандартных образцах, описанию которых отведена вторая глава диссертационной работы, предваряющая собственно экспериментальные разделы и позволяющая оценивать полученные результаты и обсуждаемый материал через призму методов анализа и применяемых подходов.

Выбор методов исследования весьма обоснован, достоверность и надежность полученных результатов сомнений не вызывает. Научные положения, выводы и рекомендации, сформулированные в диссертационной работе Борисовой Д.Р., обоснованы, достоверны и логично вытекают из полученных автором результатов исследования. Выводы соответствуют заявленной цели и поставленным задачам исследования.

Значимость результатов, полученных в диссертации, для науки и практики

Результаты выполненных исследований имеют большую теоретическую и практическую значимость при количественном определении фенолов и фталатов в водах различного назначения. Предложенный автором методический прием, заключающийся в сорбции аналитов на углеродном сорбенте, их десорбции субкритической водой и последующее хроматофокусирование на хроматографической колонке, позволяет повысить эффективность разделения веществ (уменьшение ширины пиков на хроматограмме) при проточном сорбционно-ВЭЖХ определении веществ. С практической точки зрения перспективны разработанные Борисовой Д.Р. способы проточного сорбционно-ВЭЖХ индивидуального определения фенолов и фталатов, позволяющие при

концентрировании из пробы объемом 10 мл и десорбции субкритической водой добиться предела обнаружения 0,6 – 2 мкг/л для фенолов и 0,1 до 1 мг/л для фталатов. Достигнутый результат имеет важное практическое значение и позволяет не только повысить чувствительность, но и благодаря исключению стадий, вносящих случайные погрешности повысить точность количественного определения фенольных загрязнителей.

Общая характеристика диссертационной работы

Диссертационная работа Борисовой Д.Р. написана чётким, профессиональным языком, аккуратно оформлена и содержит введение, обзор литературы, четыре главы экспериментальной части, выводы, список литературы насчитывает 124 наименований. Работа изложена на 146 страницах машинописного текста, содержит 53 рисунка и 38 таблиц.

Обзор литературы посвящен применению субкритической воды в химическом анализе, автором детально проанализирована литература и показана перспективность использования субкритической воды вместо органических растворителей и водно-органических смесей на различных стадиях анализа. Последующие главы носят экспериментальный характер: во второй главе описаны использованные в работе реагенты и сорбенты, оборудование, а также методики проведения экспериментов и расчетов; третья глава посвящена выбору условий концентрирования фенолов и фталатов с использованием субкритической воды; в четвертой главе изучена возможность предсказания удерживания веществ в системе субкритическая вода – пористый графитированный углерод (Hypercarb) с использованием модели Абрахама, что необходимо для выбора потенциальных аналитов, которые могут быть определены сорбционно-ВЭЖХ методами с использованием субкритической воды. Пятая глава диссертации посвящена разработке способов проточного сорбционно-ВЭЖХ определения фенолов и фталатов с использованием субкритической воды. Необходимо отметить стиль изложения материалов диссертации Борисовой Д.Р., отличающийся последовательностью, ёмкостью и логичностью, что создаёт общее положительное впечатление о работе.

Апробация работы и публикации

Результаты исследований Борисовой Д.Р. опубликованы в 12 работах, в том числе 3 статьях в ведущих рецензируемых изданиях, рекомендованных в действующем перечне ВАК. Результаты диссертационной работы доложены на 6 российских и международных конференциях, симпозиумах и конгрессах.

Замечания и вопросы по диссертационной работе

1. Работа посвящена новым возможностям использования субкритической воды в качестве элюента в гибридных сорбционных хроматографических методах анализа фенолов и фталатов в водных средах. Однако в обзоре литературы отсутствует информация о том, какими методами в настоящее время решают эту задачу и не приводится сравнительной оценки преимуществ и недостатков разработанных методов анализа и имеющихся способов и методов подготовки пробы к анализу.

2. В литературе практически отсутствуют ссылки на научные обзоры за последние 10 лет.

3. В главе 3 стр.51 сделан вывод о том, что наиболее целесообразным для сорбционного концентрирования и дальнейшей десорбции субкритической водой использовать углеродный сорбент Нурсарб с зернением 5 мкм. Однако нигде не говорится о том, какова его механическая устойчивость, а также продолжительность эксплуатации сорбента в субкритических условиях.

4. По тексту в главах 2-5 указана колонка для концентрирования, но не всегда приводятся ее геометрические характеристики и характеристики сорбента.

5. Замечания имеются и к оформлению таблиц, рисунков, подрисуночных подписей и концентрационных характеристик анализируемых веществ, поскольку в некоторых из них говорится о массе, в некоторых о концентрации, причем указанных с разной размерностью.

В целом работа производит очень положительное впечатление, поскольку в ней, представлена научная новизна и в аппаратурном оформлении аналитического процесса и в решении сложной аналитической задачи нестандартными подходами и получены значимые научно-практические результаты.

Сделанные замечания не снижают общую положительную оценку представленной к защите диссертации.

Результаты работы могут быть использованы при проведении научных исследований в Московском государственном университете им. М.В.Ломоносова (г. Москва), Санкт-Петербургском государственном университете (г. Санкт-Петербург), Казанском (Приволжском) федеральном университете (г. Казань), Саратовском государственном университете им. Н.Г. Чернышевского (г. Саратов), Воронежском государственном университете (г. Воронеж), Самарском национальном исследовательском университете имени академика С.П. Королёва (г. Самара), а также в учебных курсах по аналитической химии.

Исходя из вышеуказанного можно заключить, что диссертация Борисовой Д.Р. "Проточное сорбционно-жидкостно-хроматографическое определение фенолов и фталатов с использованием углеродного сорбента и субкритической воды" является законченной научно-квалификационной работой, выполненной на высоком научном уровне, отвечает паспорту специальности 02.00.02 - Аналитическая химия и соответствует критериям, предъявляемым к кандидатским диссертациям, установленным п.9 "Положения о присуждении ученых степеней", утвержденного постановлением правительства РФ от 24 сентября 2013 года № 842, а ее автор, Борисова Дина Рашидовна, заслуживает присуждения ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 - Аналитическая химия.

Официальный оппонент

д.т.н., профессор, заведующий кафедрой химии,
научный руководитель НОЦ «Хроматография»
федерального государственного автономного
образовательного учреждения высшего образования

«Самарский национальный исследовательский
университет имени академика С.П. Королева»

Специальность 02.00.02 – Аналитическая химия

Платонов Игорь Артемьевич

федеральное государственное автономное
образовательное учреждение высшего образования
«Самарский национальный исследовательский университет
имени академика С.П. Королева»
Сокращенное название: Самарский университет
443086, Россия, г. Самара, Московское шоссе, д. 34
Тел.: (846)3351826. Факс: (846)3351836
E-mail: ssau@ssau.ru
Кафедра химии: тел.: (846)3341806
E-mail: pia@ssau.ru

Подпись Платонова И.А. удостоверяю
Начальник отдела сопровождения деятельности
ученых советов Самарского университета
Васильева И.
05 июня 2017 г.



Сведения об официальном оппоненте

Я, Платонов Игорь Артемьевич, согласен быть официальным оппонентом по диссертации Борисовой Дины Рашидовны «Проточное сорбционно-жидкостно-хроматографическое определение фенолов и фталатов с использованием углеродного сорбента и субкритической воды», представленную на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 – Аналитическая химия

О себе сообщаю:

Ученая степень: доктор технических наук

Шифр и наименование специальности: 02.00.02 – Аналитическая химия

Ученое звание: профессор

Должность: заведующий кафедрой химии

Место и адрес работы: федеральное государственное автономное учреждение высшего образования "Самарский государственный аэрокосмический университет имени академика С. П. Королёва (национальный исследовательский университет)", кафедра химии, 443086, г. Самара, Московское шоссе, 34, корп. 3, комн. 326а.

Телефон: (846) 335-18-06, 267-45-33

Адрес электронной почты: pia@ssau.ru

Почтовый адрес: 443086, г. Самара, Московское шоссе, 34, корп. 3, комн. 326а

Паспорт серия 36 07 № 748932, выдан 17.10.2007 г. Отделением УФМС России по Самарской области в Октябрьском районе гор. Самары

Дата рождения: 06.04.1962 г.

СНИЛС: 009-308-321-26

Научные работы по специальности оппонируемой диссертации за последние 5 лет:

1. Экстракционно-хроматографическое определение качества лекарственного растительного сырья «расторопша пятнистая» / Никитченко Н.В., Платонов И.А., Онучак Л.А., Арутюнов Ю.И. // Аналитика и контроль. – 2012. – Т.16. – № 2. – С. 169-173.
2. Gas Chromatography Parameters of Volatile Compounds in Growths and Pharmaceuticals of Milk Thistle (*Silibum marianum* L.) / Onuchak L.A., Arutyunov Yu.I., Platonov I.A., Nikitchenko N.V. // Journal of Analytical Chemistry. – 2012. - V.67. - № 6. - P. 560-564.
3. Нанотехнологии – идентификация в экологическом анализе / Другов Ю.С., Муханова И.М., Платонов И.А. – Самара: ООО «Порто-принт», 2012. – 307 с
4. Анализ загрязненных биосред и пищевых продуктов. В 2 томах / Ю.С. Другов, А.И. Орлов, Т.С. Уланова, А.А. Родин. – Самара: ООО «Порто-Принт», 2013.– Т.1. –365 с.

5. Анализ загрязненных биосред и пищевых продуктов. В 2 томах / Ю.С. Другов, А.И. Орлов, Т.С. Уланова, А.А. Родин. – Самара: ООО «Порто-Принт», 2013.– Т.2. –393 с.
6. Caprolactam and Nitrobenzene Desorption from Polymeric Sorbents by Subcritical Water / Platonov I.A., Novikova E.A., Nikitchenko N.V., Roshupkina I.Yu. // Russian Journal of Physical Chemistry/ - 2013. - V.7. - №8. - P.1-5.
7. Газохроматографический анализ ромашки аптечной (*Chamomilla recutita* R.)/ Павлова Л.В., Платонов И.А., Архипов В.Г., Куркин В.А., Рошупкина И.Ю. // Аналитика и контроль. - 2013. - Т.17. - №1. - С. 66–75.
8. Хромато-масс-спектрометрический анализ эвкалипта прутовидного (*Eucalypti viminalis* Labill) с использованием различных способов пробоподготовки / Павлова Л.В., Платонов И.А., Новикова Е.А., Никитченко Н.В. // Аналитика и контроль. - 2013. - Т.17. - № 3. - С. 304-313.
9. Жирно-кислотный состав масла семян сафлора красильного / Куркин В.А., Харисова А.В., Зубков В.В., Платонов И.А., Павлова Л.В. // Фармация. – 2013. - №5. - С. 25-27.
10. Применение субкритической воды для десорбции капролактама и нитробензола с полимерных сорбентов / Платонов И.А., Новикова Е.Ю., Никитченко Н.В., Рошупкина И.Ю. // Сверхкритические флюиды: теория и практика. - 2013. - Т.8. - № 1. - С. 80-86.
11. Оценка эффективности извлечения летучих органических соединений эвкалипта прутовидного (*Eucalypti Viminalis* Labill) экстрагентами в субкритическом состоянии / Павлова Л.В., Платонов И.А., Никитченко Н.В., Новикова Е.А. // Сверхкритические флюиды: теория и практика. – 2014. - Т.9. - №4.- С. 67-75.
13. Извлечение биологически активных соединений из лекарственного растительного сырья экстрагентами в субкритическом состоянии / Платонов И.А., Павлова Л.В., Новикова Е.А., Никитченко Н.В., Рошупкина И.Ю. // Физикохимия поверхности и защита материалов. – 2014. – Т.50. - № 6. - С. 633–639.
14. Extraction of Biologically Active Compounds from Medicinal Plant Raw Material by Extractants in Subcritical State / Platonov I.A., Pavlova L.V., Novikova E.A., Nikitchenko N.V., Roschupkina I.Yu. // Protection of Metals and Physical Chemistry of Surfaces. – 2014. - V.50. - № 6. - P.762–767.
15. Analysis of chemical composition and antioxidant properties of different varieties of apples during their storage period / Batkova I.A., Valiulina D.F., Makarova N.V., Platonov I.A. // Proceeding Advances in Enviromental Biology. 2014. № 8(12). Pp. 27-33.
16. Stationary phases deposition on the planar columns capillaries / Sidelnikov V.N., Nikolaeva O.A., Platonov I.A. // Protection of Metals and Physical Chemistry of Surfaces. 2015. V. 51, iss. 6. Pp. 1065-1075
17. Динамические характеристики микродетектора теплопроводности / Ланге П.К., Платонов И.А., Колесниченко И.Н. // Информационно-

- измерительные и управляющие системы. Сб. научных статей. 2015. Выпуск 1. . С. 56-59
18. Газовый хроматограф на основе планарных систем / Платонов И.А., Платонов В.И., Горюнов М.Г. //Журнал аналитической химии. 2015. Т. 70. № 9. С. 1003-1008.
19. The Dynamic Characteristics of a Thermal Conductivity Microdetector for Gas Analyzers / Platonov I.A., Lange P.K., Kolesnichenko I.N., Platonov V.I. // MEASUREMENT TECHNIQUES. 2015. V. 58, Iss. 6. Pp. 724-728.
20. Исследования показателей качества светлого пива с использованием солода из тритикале / Зипаев Д.В., Никитченко Н.В., Кашаев А.Г., Платонов И.А., Рыбакова К.А. // Известия высших учебных заведений. "Пищевая технология". 2015. № 5-6(347-348). С. 77-79
21. Potassium Fluoride as a Selective Moisture Trapping Agent for SPE-TD-GC-FID Determination of Volatile Organic Compounds in the Air / Rodinkov O.V., Zhuravleva G.A., Vaskova E.A., Platonov I.A. // Analytical Methods. 2015. Vol. 7, Issue 2. Pp. 458-465.
22. Микрофлюидные системы в газовом анализе (обзор) / Платонов И.А., Платонов В.И., Колесниченко И.Н., Горюнов М.Г. // Сорбционные и хроматографические процессы. 2015. Т. 15, № 6. С. 754-768.
23. Изучение потребительских свойств тритикалевого пивного напитка / Зипаев Д.В., Никитченко Н.В., Кашаев А.Г., Платонов И.А., Рыбакова К.А. // Технология и товароведение инновационных пищевых продуктов. 2016. № 4 (39). С. 47-52.
23. Экстракция биологически активных соединений из листьев эвкалипта прутовидного (*Eucalypti viminalis labill*) докритической водой и водно-этанольными растворами / Павлова Л.В., Платонов И.А., Никитченко Н.В., Колесниченко И.Н., Куркин В.А. // Сверхкритические флюиды: Теория и практика. 2016. Т. 11. № 3. С. 34-57.
24. Применение парофазного анализа для получения общего образа листьев эвкалипта прутовидного (*Eucalyptus viminalis labill*) / Павлова Л.В., Платонов И.А., Никитченко Н.В., Колесниченко И.Н. // Химия растительного сырья. 2016. № 3. С. 135-146.
25. Газовая хроматография будущего: колонки, время которых пришло / Сидельников В.Н., Николаева О.А., Платонов И.А., Пармон В.Н. // Успехи химии. 2016. Т. 85. № 10. С. 1033-1055.

Согласен на размещение сведений в сети «Интернет» на сайте ФГБОУ ВО «ВГУ».



Подпись: _____