

Отзыв официального оппонента
о диссертационной работе Толмачевой Наталии Геннадьевны
«Новый подход к использованию микроэмulsion для извлечения и
концентрирования органических гидрофобных соединений с последующим
хроматографическим определением»,
представленной на соискание учёной степени кандидата химических наук
по специальности 02.00.02 – аналитическая химия

Несмотря на бурное развитие инструментальной базы аналитической химии, потребность в разделении и концентрировании не исчезает, поскольку в ряде случаев количественное выделение определяемых компонентов из различных образцов, в том числе природных, требует применения сложных методик пробоподготовки и остается лимитирующей стадией анализа. В связи с этим диссертационная работа Толмачевой Н.Г., цель которой состояла в развитии новых подходов к извлечению гидрофобных органических соединений (полициклических ароматических углеводородов и диалкилфталатов) из образцов окружающей среды с использованием микроэмulsion в качестве экстрагентов, представляет научный и практический интерес, и, безусловно, является **актуальной**.

Диссертация состоит из введения, обзора литературы, 4 глав экспериментальной части, общих выводов и списка цитируемой литературы. Материал изложен на 113 страницах машинописного текста, содержит 28 рисунков, 32 таблицы и библиографический список (158 наименований).

В **введении** сформулированы актуальность диссертационной работы, цели и задачи исследования, научная новизна и практическая значимость.

В **первой главе** приведён исчерпывающий литературный обзор, где рассмотрены виды и свойства мицеллярных и микроэмulsionных систем, возможности их применения при пробоподготовке различных образцов. Особое внимание уделено использованию микроэмulsion для извлечения полициклических ароматических углеводородов (ПАУ)

Во второй главе описаны использованные в работе реактивы, аппаратура и методики эксперимента, в частности, способы приготовления микроэмulsionей и методики извлечения ПАУ и диалкилфталатов из почв.

В третьей главе подробно изложены закономерности выделения и концентрирования гидрофобных органических соединений с использованием микроэмulsionей. Закономерности были изучены на примере красителя «Судан III». Показана возможность расслоения микроэмulsionей на основе додецилсульфата натрия (ДДСН) при добавлении избытка ионов кальция. Найдены условия расслоения микроэмulsionей и полного осаждения ДДСН, позволяющие извлекать целевые гидрофобные компоненты в органическую фазу.

В четвертой главе описано применение микроэмulsionей для извлечения десяти ПАУ из различных почв. Результаты показали, что предложенный метод группового выделения и последующего хроматографического определения ПАУ позволяет достичь в 5-10 раз большей чувствительности, чем аттестованные методики определения ПАУ в почвах, при этом время анализа сокращается в 3-4,5 раза.

В пятой главе описано определение диалкилфталатов в почве и воде с использованием микроэмulsionционной пробоподготовки и последующего анализа экстракта методами ГХ-МС и ВЭЖХ. Степень извлечения рассматриваемых диалкилфталатов с помощью микроэмulsionии составляет 92-100 %.

В выводах кратко сформулированы основные результаты, полученные в ходе выполнения данной диссертационной работы.

Актуальность выполненного Толмачевой Н.Г. исследования обусловлена, как было сказано выше, необходимостью создания и совершенствования новых подходов к извлечению гидрофобных органических соединений из многокомпонентных матриц, в том числе образцов окружающей среды.

Научной новизной отличаются результаты изучения закономерностей выделения и концентрирования гидрофобных органических соединений с использованием микроэмulsionей, а также оценка условий расслоения микроэмulsionей на основе ДДСН при добавлении избытка ионов кальция, позволяющих извлекать целевые гидрофобные компоненты в органическую фазу

Практическая значимость работы заключается в разработке высокочувствительного и селективного комбинированного метода определения

десяти ПАУ в почвах различного типа с использованием микроэмulsionи в качестве экстрагентов, расслоением микроэмulsionи с выделением ПАУ в масляную фазу и последующим ВЭЖХ анализом экстракта. Степень извлечения ПАУ составляет не менее 90%, а пределы обнаружения в 5-20 раз ниже, чем для аттестованных методик. Также важны для практики и комбинированные методы определения диалкилфталатов в почве и воде.

В качестве замечаний можно отметить следующее.

- 1) Не очень удачным представляется название диссертации.
- 2) Не вполне понятно, в чем заключается принципиальная новизна предложенного автором подхода, который вынесен в название диссертации как "новый подход". Что именно отличает настоящую работу от того, что было сделано ранее? В явном виде ответа на этот вопрос в тексте нет.
- 3) Вызывает вопросы расчет коэффициентов концентрирования. В диссертационной работе везде речь идет о соотношении концентрации компонентов в выделенной фазе и микроэмulsionи до расслаивания. При изучении распределения красителя в модельной системе это вполне оправдано. В случае почвы и воды – нет. В данном случае следовало приводить соотношения концентраций в выделенной фазе и исходном образце (воды или почвы). Иначе о концентрировании говорить некорректно.

Следует подчеркнуть, что указанные замечания не снижают научной и практической ценности диссертации и не влияют на общую положительную оценку представленной работы.

Автореферат диссертации и публикации в достаточно полной мере отражают содержание диссертационной работы и раскрывают её основные положения.

По своей актуальности, уровню поставленных и решенных задач, объему и качеству экспериментальных данных, новизне и значимости полученных научных результатов работа Толмачевой Н.Г. полностью соответствует требованиям, предъявляемым к кандидатским диссертациям, установленным в пп. 9-11, 13-14 "Положения о присуждении ученых степеней", утвержденного постановлением Правительства РФ от 24 сентября 2013 г. № 842, и является научно-квалификационной работой, в которой содержится решение задачи, имеющей значение для развития

методов анализа объектов окружающей среды, а ее автор заслуживает присуждения ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 – аналитическая химия.

Ведущий научный сотрудник
доктор химических наук
(специальность 02.00.02 – аналитическая химия)



Петр Сергеевич Федотов

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

Почтовый адрес: 119991, ГСП-1, Москва В-334, ул. Косыгина.19
Телефон: 7(499) 137-86-08; эл. почта: fedotov_ps@mail.ru

11 мая 2017 г.



В диссертационный совет Д 501.001.88
при Федеральном государственном бюджетном
образовательном учреждении высшего образования
«Московский государственный университет им. М.В.
Ломоносова»
от Федотова Петра Сергеевича

Настоящим даю согласие выступить официальным оппонентом на защите диссертационной работы Толмачевой Натальи Геннадьевны на тему «Новый подход к использованию микроэмulsion для извлечения и концентрирования органических гидрофобных соединений с последующим хроматографическим определением», представленной на соискание учёной степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 – аналитическая химия

О себе сообщаю следующие сведения.

1. Федотов Петр Сергеевич
2. Доктор химических наук (02.00.02 – аналитическая химия), ведущий научный сотрудник
3. Место работы: Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Ордена Ленина и Ордена Октябрьской Революции Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского Российской академии наук (ГЕОХИ РАН)
4. Адрес места работы: ГЕОХИ РАН, 119991, ГСП-1, Москва В-334, ул. Косыгина, д. 19. Телефон: 7(499) 137-86-08; эл. почта: fedotov_ps@mail.ru
5. Основные работы по профилю оппонируемой диссертации:

Fedotov P.S. Continuous-flow leaching in a rotating coiled column for studies on the mobility of toxic elements in dust samples collected near a metallurgic plant / P.S. Fedotov, M.S. Ermolin, A.I. Ivaneev, N.N. Fedyunina, V.K. Karandashev, Y.G. Tatsy // Chemosphere. - 2016. - V. 146. - P. 371-378.

Fedotov P.S. Field-flow fractionation of nano- and microparticles in rotating coiled columns / P.S. Fedotov, M.S. Ermolin, O.N. Katasonova // J. Chromatogr. A. - 2015. - V. 1381. - P. 202-209.

Fedotov P.S. Estimating the bioavailability of trace metals / metalloids and persistent organic substances in terrestrial environments: challenges and need for multidisciplinary approaches // Pure and Applied Chemistry. - 2014. - T. 86, № 7. - C. 1085-1095.

Fedotov P.S. Characterization of size, morphology and elemental composition of nano-submicron, and micron particles of street dust separated using field-flow fractionation in a rotating coiled column / P.S. Fedotov, M.S. Ermolin, V.K. Karandashev, D.V. Ladonin // Talanta. - 2014. - V. 130. - P. 1-7.

Доктор химических наук (02.00.02)

П.С. Федотов



Подпись купни
удостоверяю
Зав. кафедрой ГЕОХИ РАН

Федотова Петра Сергеевича