



САМАРСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ
SAMARA UNIVERSITY

федеральное государственное автономное
образовательное учреждение высшего образования
«Самарский национальный исследовательский университет
имени академика С.П. Королева»

ул. Московское шоссе, д. 34, г. Самара, 443086
Тел.: +7 (846) 335-18-26, факс: +7 (846) 335-18-36
Сайт: www.ssau.ru, e-mail: ssau@ssau.ru
ОКПО 02068410, ОГРН 1026301168310,
ИНН 6316000632, КПП 631601001

УТВЕРЖДАЮ

Первый проректор –

проректор по научно-
исследовательской работе

А. Б. Прокофьев

«14» 03 2023 г.



14.03.2023 № 104-1134

На № _____ от _____

ОТЗЫВ

ведущей организации

на диссертацию Олейниц Елены Юрьевны

«Управление разделением некоторых фенольных соединений в условиях
обращенно-фазовой ВЭЖХ», представленную на соискание ученой степени

кандидата химических наук по специальности

1.4.2. Аналитическая химия

Актуальность темы диссертации

Проблема неоднородности стационарных фаз для обращенно-фазовой высокоэффективной жидкостной хроматографии (ОФ ВЭЖХ) в пределах партий одного производителя и среди продукции множества коммерческих торговых марок, накладывающая определенные ограничения при переносе результатов разделения аналитов с одних стационарных фаз и одних подвижных фаз на другие, является на сегодняшний день активно решаемой. По этой причине разрабатываются надежные методы сопоставления свойств стационарных и подвижных фаз в широком диапазоне составов, разработка которых позволит подобрать условия гарантированного разделения целевых компонентов сложных смесей.

В свою очередь, качество разделения играет важную роль при ОФ ВЭЖХ анализе таких многокомпонентных смесей, как экстракты растительного

сырья, содержащие антоцианы и фенольные кислоты – биологически активные вещества природного происхождения, получившие особое внимание в последнее время за антиоксидантные свойства, помогающие справиться с оксидативным стрессом в современном урбанизированном обществе.

Вне сомнений решение актуальных вопросов проходит в рамках приоритетных задач мировой науки и в частности аналитической химии, одной из которых в настоящее время стала забота о здоровье человека и защита окружающей среды. Данная тенденция, названная термином «зеленой химии» и «зеленой хроматографии», в ОФ ВЭЖХ заключается в отказе от наиболее часто используемого в качестве органического модификатора подвижной фазы ацетонитрила, растворителя с высокой стоимостью и токсичностью для человека и окружающей среды.

В связи с этим, цель диссертационной работы Олейниц Е. Ю. заключалась в разработке нового подхода для оценки и управления удерживанием и разделением антоцианов и хлорогеновых кислот в сложных смесях в условиях ОФ ВЭЖХ.

Научная новизна диссертационной работы состоит в следующем:

1. Создан унифицированный подход для оценки влияния состава подвижной фазы и свойств стационарной фазы на разделение сорбатов, основанный на совместном анализе двух типов карт разделения.

2. Определены зависимости удерживания антоцианов и хлорогеновых кислот от состава подвижных фаз и свойств стационарных фаз.

3. Определены условия, необходимые для эффективного использования подвижных фаз для разделения антоцианов и хлорогеновых кислот, включая более экологически благоприятные органические модификаторы подвижной фазы (в рамках «зеленой» хроматографии).

4. Показаны аддитивность сорбционных свойств монокофеил- и дикофеилхинных кислот при изменении рН подвижных фаз и при изменении концентрации β -циклодекстрина (за счет образования комплексов включения

«гость-хозяин) в подвижной фазе, позволяющие дифференцировать изомерные дикофеоилхинные кислоты только с использованием анализа хроматографического поведения.

Значимость полученных результатов для развития соответствующей отрасли науки и производства

В диссертации Олейниц Е. Ю. получены следующие практически значимые результаты: использование определяемых условий эффективного использования подвижных фаз для разделения антоцианов и хлорогеновых кислот позволит снизить стоимость хроматографических анализов благодаря отказу от ацетонитрила и снизить нагрузку на окружающую среду за счет замены ацетонитрила на экологически более благоприятные растворители.

Степень обоснованности и достоверности научных положений, выводов и рекомендаций

Достоверность полученных в диссертации Олейниц Е. Ю. результатов подтверждается использованием современного жидкостного хроматографа высокого давления Agilent 1200 Infinity с диодно-матричным и масс-спектрометрическим детекторами в условиях обращенно-фазовой хроматографии, а также значительным объемом экспериментальных данных.

Результаты диссертационной работы не противоречат известным положениям науки и экспериментальным данным, опубликованным в научно-технической литературе.

По теме диссертации опубликовано 19 научных работ, из них 11 статей в рецензируемых научных изданиях, рекомендованных ВАК РФ по специальности диссертации, и 8 в материалах докладов научных конференций.

Диссертационная работа Олейниц Е. Ю. состоит из введения, обзора литературы, экспериментальной части, обсуждения результатов, содержащих выводы и заключения, списка цитируемой литературы и приложения. Она изложена на 200 страницах печатного текста и включает в себя 46 таблиц и 96

рисунков. Библиографический указатель содержит 288 наименований цитируемой литературы.

Оформление диссертации соответствует предъявляемым требованиям. Автореферат в полной мере отражает основное содержание диссертации и полученные в ней результаты.

Замечания по работе

По содержанию диссертации Олейниц Е. Ю. и представлению ее результатов можно сделать следующие замечания:

1. Автором не указано, чем был обусловлен выбор хлорогеновых кислот в качестве объектов исследования. Не исследовали ли эфиры кофейной и винной кислот?
2. Из текста диссертации остается не ясно, как на картах разделения учитывается ширина пиков, необходимая для выбора оптимальных условий разделения.
3. Хотелось бы уточнить, изучал ли автор, как меняется высота теоретических тарелок при замене ацетонитрила на метанол и другие органические модификаторы?
4. Хотелось бы уточнить, изменяется ли порядок элюирования анализов при замене ацетонитрила на метанол или другие органические модификаторы. Если да, то какие типы межмолекулярных взаимодействий отвечают за эти эффекты.
5. Из текста диссертации остается не понятным, как можно подтвердить эффективность щавелевой кислоты в качестве метчика мертвого объема колонки и с чем связано использование двух метчиков для этих измерений (щавелевой кислоты и урацила).
6. По мнению автора для определения антоцианов требуется существенное подкисление подвижной фазы – ниже рН 2, но этот показатель обычно указывают как верхнюю границу устойчивости обращенных фаз.

Хотелось бы уточнить, как такая высокая кислотность сказывается на сроке службы колонок?

Указанные замечания не снижают общей ценности результатов диссертации и вероятнее всего связаны с очень большим объемом проделанной работы.

Рекомендации по использованию результатов диссертации

Предложенные в диссертации Олейниц Е. Ю. способы могут найти применение в любой аналитической лаборатории, базирующейся на анализе органических веществ методом ОФ ВЭЖХ.

Заключение

Представленные в рассматриваемой работе результаты исследований вносят вклад в развитие «зеленой химии» и «зеленой хроматографии».

Вынесенные на защиту научные положения в достаточной мере обоснованы и соответствуют поставленным целям и решаемым задачам.

Диссертация представляет собой законченную научно-квалификационную работу, выполненную соискателем самостоятельно на высоком уровне, и представляет собой решение задачи, имеющей значение для практического применения метода ОФ ВЭЖХ при анализе сложных смесей.

В рецензируемой научно-квалификационной работе содержится решение научной задачи по созданию новых экологически более благоприятных и экономически более приемлемых подвижных фаз для разделения антоцианов и хлорогеновых кислот, а также разработке универсального подхода к оценке влияния стационарной и подвижных фаз на удерживание аналитов сложных смесей.

Работа соответствует требованиям п. 9-11, 13, 14 Положения о присуждении ученых степеней, утвержденного Постановлением Правительства Российской Федерации от 24.09.2013 года № 842 (в действующей редакции), предъявляемым к диссертационным работам на

соискание ученой степени кандидата химических наук, а её автор Олейниц Елена Юрьевна заслуживает присуждения ученой степени кандидата химических наук по специальности 1.4.2. Аналитическая химия.

Диссертационная работа и отзыв обсуждены и одобрены на заседании кафедры химии федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королёва» (Самарский университет), протокол № 9 от 14 марта 2023 года.

Согласен на включение моих персональных данных в аттестационное дело, их дальнейшую обработку и размещение в информационно-телекоммуникационной сети «Интернет».

Декан физического факультета,
заведующий кафедрой химии
федерального государственного
автономного образовательного
учреждения высшего образования
«Самарский национальный
исследовательский университет
имени академика С.П. Королева»
(Самарский университет),

д.т.н., профессор, специальность
02.00.02 – Аналитическая химия
федеральное государственное автономное образовательное
учреждение высшего образования
«Самарский национальный исследовательский университет
имени академика С.П. Королёва
443086, Россия, г. Самара, Московское шоссе, д.34
тел.: (846) 335-18-26,
Факс: (846) 335-18-36
E-mail: ssau@ssau.ru
кафедра химии: тел.: (846) 335-18-06
E-mail: pia@ssau.ru

Платонов Игорь Артемьевич

Подпись Платонова И.А. удостоверяю.

Ученый секретарь Самарского университета



Васильева И.П.