

ОТЗЫВ

официального оппонента на диссертационную работу Сыпко Ксении Сергеевны «Магнитные сорбенты на основе активных углей для аналитического концентрирования феноксикарбоновых кислот и их метаболитов» на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности 1.4.2. Аналитическая химия

Актуальность. 2,4-Дихлорзамещенные феноксикарбоновые кислоты являются гербицидами для сорных растений (однолетних и некоторых многолетних двудольных растений) на посевах зерновых, насаждениях плодовых деревьев, и классифицируются как возможно канцерогенные для человека, особенность последствий которых – бесплодие мужчин. К настоящему времени эти соединения определяются в специализированных ветеринарных аналитических лабораториях хроматографическими методами с дорогостоящим импортным масс-спектрометрическим детектированием, эксплуатация которых затруднена вследствие введенных санкций. По этой причине поиск доступных альтернативных способов определения указанных соединений является актуальной задачей.

Наличие большого количества отходов переработки риса, гречихи, подсолнечника и др. создает обширную базу для производства углеродных сорбентов при переработке отходов пиролизом в инертной среде. Сорбенты на основе углерода получили заслуженное распространение включая военное дело - Н.Д. Зелинский в 1916 году создал противогаз на основе березового и липового активированных углей для поглощения молекулярного хлора (боевого отравляющего вещества I-ой Мировой Войны). Это также подтверждает актуальности исследования.

Научная новизна. Разработан способ синтеза ряда композиционных магнитных сорбентов на основе магнитного сердечника Fe_3O_4 или Fe_2O_3 упакованного в углеродную оболочку, полученную из рисовой и гречишной шелухи, шелухи подсолнечника и стеблей лаванды. Установлены закономерности сорбции феноксикарбоновых кислот и их хлорпроизводных из водных сред полученными магнитными сорбентами. Систематически

исследованы выбор сорбентов, способы концентрирования и определения целевых соединений после их концентрирования на приготовленных сорбентах.

Обоснован и предложен состав шипучих таблеток, обеспечивающих необходимое перемешивание в полевых условиях для практически полного извлечения и высоких коэффициентов концентрирования феноксикарбоновых кислот и их метаболитов из водных сред.

Впервые предложен оригинальный способ формирования *in situ* неподвижного слоя магнитного сорбента в стеклянной колонке, удерживаемый на заданном уровне благодаря внешнему магнитному полю. Преимущество такого способа над традиционной твердофазной экстракцией состоит в отсутствии необходимости упаковки концентрирующих картриджей и в простоте удаления слоя сорбента для последующего анализа.

Практическая значимость представленной к защите работы определяется упрощением пробоподготовки с достаточной степенью концентрирования для определения соответствующих гербицидов обычными хроматографическими методами без использования дорогостоящего масс-спектрометрического оборудования.

Достоверность полученных результатов определяется использованием при выполнении работы оборудования высокого исследовательского уровня с применением просвечивающей и сканирующей электронной микроскопии; с определением критических параметров сорбентов (площади поверхности и размеров пор) по низкотемпературной сорбции азота; с анализом методом ИК-Фурье-спектроскопии поверхностных функциональных групп сорбентов, и с установлением химического элементного состава с использованием CHNS-анализатора и энергодисперсионного анализа. Определение концентрации аналитов выполняли методами капиллярного электрофореза и газовой хроматографии в тандеме с масс-спектрометром.

Диссертация состоит из Введения, четырех глав основного текста, Заключение, Списка литературы и Приложений. Работа изложена на 156 стр. текста, содержит 46 рисунков и 29 таблиц, 153 наименований цитируемой

сорбентами, позволяющий перемешивать смесь в полевых условиях без механических шейкеров. Для этого процесса экспериментально выбран оптимальный способ. Затем изложен вариант сорбционного концентрирования в динамических условиях с использованием возможности удерживания слоя сорбента внешними магнитами. Метод оригинален, хотя при приведенном уровне автоматизации процесса почему-то отсутствуют датчики наличия частиц в элюате. И, наверное, можно было бы доказать большую эффективность предложенной схемы по сравнению с традиционной техникой твердофазной сорбции. Затем приводится характеристика использованных методов определения поллютантов.

Приведенные и последовавшие далее материалы доказали состоятельность предложенной к защите диссертации, но, как обычно, к работе имеются замечания и вопросы:

1. Удивляет название работы: сами феноксикарбоновые кислоты являются не гербицидами, а только предшественниками их синтеза, поэтому лучше было бы в названии указать «... галоген-замещенные феноксикарбоновые кислоты ...».

2. Если в главе 2 автор сообщает о том, что шелуху и других растительные материалы «... сжигали с муфельной печи ПМ-10...» (стр. 56), то почему тогда вместо золы получался уголь??? Вероятно, на самом деле проводили пиролиз без доступа воздуха?

3. Глава 3 начинается с описания химического состава полученных сорбентов, но способ получения этих данных в главе 2 отсутствует.

4. Слово «... озвучивание...» трудно признать правоприменителем английского sonification. А консервирование сорбентов в бидистиллированной воде (стр. 58) от чего защищает?

5. Не слишком ли мала выдержка сорбента с раствором сорбата в течение 5 мин (стр. 60) для пористых сорбентов?

6. Очевидно не хватает сопоставления предложенного варианта сорбции на магнитных частицах с использованием внешних магнитов с традиционным вариантом ТФЭ.

Тем не менее, сделанные замечания не снижают положительной оценки диссертации. Работа Сыпко К.С. выполнена на современном теоретическом и экспериментальном уровне. Автореферат диссертации и публикации автора в достаточной мере отражают содержание диссертации.

Диссертация работа Сыпко К.С. «Магнитные сорбенты на основе активных углей для аналитического концентрирования феноксикарбоновых кислот и их метаболитов» по актуальности решаемых задач, новизне, объему проведенных исследований, уровню их обсуждения, научной и практической значимости соответствует паспорту специальности 1.4.2. Аналитическая химия п. 2, п. 7, п. 8 и п.12, отвечает требованиям п. 9-11, 13, 14 «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденного Постановлением № 842 Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 года (в действующей редакции), а ее автор Сыпко К.С. заслуживает присуждения ученой степени кандидата химических наук по специальности 1.4.2. Аналитическая химия.

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

Профессор кафедры общей химии института фармации, химии и биологии Белгородского государственного национального исследовательского университета, д.х.н. (специальность 05.11.11 - хроматография и хроматографические приборы), профессор

Дейнека Виктор Иванович

Адрес: 308015, Белгород, ул. Победы, 85

Телефон: +7 915 573 72 36

E-mail: deineka@bsuedu.ru

13.02.2025 г.

Личную подпись
удостоверяю
Специалист отдела
кадрового обеспечения
Департамента
организационного развития
и кадровой политики

