

ОТЗЫВ

на автореферат диссертации Сыпко Ксении Сергеевны на тему:

«Магнитные сорбенты на основе активных углей для аналитического концентрирования феноксикарбоновых кислот и их метаболитов», представленной на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности 1.4.2 – Аналитическая химия

Диссертация Сыпко К.С. посвящена разработке новых способов сорбционного концентрирования феноксиуксусных кислот и их метаболитов из водных сред и почвы.

Феноксикарбоновые кислоты (ФКК) активно применяются в России и других странах в сельском хозяйстве в качестве гербицидов. Основной проблемой определения ФКК и их метаболитов в окружающей среде являются низкие значения ПДК установленные для этих соединений в воде и почве. В связи с этим актуальна разработка новых способов извлечения и концентрирования ФКК и их метаболитов из водных сред и почв.

Углеродные сорбенты одни из наиболее широко применяемых материалов для извлечения и концентрирования различных химических соединений. Получение новых сорбентов из доступных природных источников для высокочувствительного и селективного определения органических токсикантов в разных объектах также является актуальной задачей аналитической химии на современном этапе.

В обзоре литературы приведены сведения о методах извлечения и концентрирования феноксикарбоновых кислот, а также о современных инструментальных методах их определения в различных матрицах (хроматография, спектроскопия и электрохимические методы).

Особенность работы – применение для аналитического концентрирования токсикантов сорбентов с магнитными свойствами, что, несомненно, является перспективным научным направлением.

Автором предложен способ синтеза магнитных сорбентов на основе активных углей из различных растительных материалов. Важным является, то, что основой для получения активных углей выступают отходы сельскохозяйственного производства – рисовая и гречишная шелуха, лузга подсолнечника и стебли лаванды.

В работе проведен синтез и всестороннее исследование свойств магнитных сорбентов на основе активных углей из растительного сырья, изучены закономерности сорбции ФКК и их метаболитов в зависимости от условий синтеза, способа концентрирования и природы сорбатов. В качестве оптимального автором выбран сорбент на основе рисовой шелухи, полученный методом соосаждения.

Автором предложен способ сорбционного концентрирования ФКК и хлорфенолов (ХФ) с применением шипучих таблеток с последующим определением методом газовой хромато-масс-спектрометрии (ГХ-МС), что упрощает процедуру концентрирования при анализе водных сред в полевых условиях. Состав шипучих таблеток обоснован, подобраны компоненты, обеспечивающие в статических условиях высокие коэффициенты концентрирования феноксикарбоновых кислот и их метаболитов из водных сред.

Разработан метод сорбционного концентрирования ФКК и ХФ с помощью автоматизированной установки для on-line динамической сорбции, что позволяет достигнуть высоких степеней извлечения целевых аналитов.

На основе проведенных исследований, автором предложены подходы к определению феноксиуксусных кислот и их метаболитов в модельных и реальных объектах (природные воды и почва).

К представленной на отзыв работе имеются некоторые вопросы и замечания:

1. В работе уделено мало внимания стадии десорбции целевых аналитов с применяемых сорбентов. В качестве десорбирующих растворителей рассматриваются только ацетонитрил, метанол и р-р КОН (неизвестной концентрации). Оптимальным десорбирующим растворителем признается ацетонитрил, однако далее, для десорбции аналитов, автор применяет ацетон (стр. 63, 98, 104 и 114 диссертации).

2. Преимущества использования для сорбционного концентрирования ФКК и ХФ сорбента в виде шипучих таблеток не очевидны:

– введение дополнительных компонентов в анализируемую пробу может сопровождаться ее загрязнением. Автор указывает на высаливающий эффект, но этот термин употребляется по отношению к неорганическим катионам и анионам в высокой концентрации – здесь нет ни первого (органический анион), ни второго (низкие концентрации ионов);

– чем уступает простое перемешивание (например, стеклянной палочкой) такого же количества сорбента с анализируемой пробой? Кроме того, по утверждениям самого автора, эффективность сорбции с помощью шипучих таблеток очень сильно зависит от значения pH анализируемого раствора.

Отсутствует информация об объеме водного образца, на который рассчитано применение одной таблетки и о полноте извлечения магнитом сорбента после завершения сорбции. Судя по приведенной фотографии (стр. 15 автореферата), окраска раствора указывает на то, что часть сорбента остается в растворе.

3. На конечной стадии аналитического цикла, в качестве инструментального метода анализа ФКК и ХФ применяется газовая хроматография (ГХ-МС). Хорошо известно, что для анализа органических токсикантов с полярными функциональными группами (карбоксильные, гидроксильные) этим методом требуется их обязательная предварительная дериватизация. Однако, в работе об этой важнейшей стадии практически нет информации – отсутствует ее оптимизация (подбор реагентов и условий их применения), не приведены масс-спектры производных.

Несмотря на сделанные замечания, диссертация работа Сыпко Ксении Сергеевны «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, 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 Ксения Сергеевна 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».

доктор химических наук (02.00.02 – Аналитическая химия), доцент,
Институт биологии Коми научного центра Уральского отделения Российской академии наук (ИБ ФИЦ Коми НЦ УрО РАН),
экоаналитическая лаборатория,
ведущий научный сотрудник

Груздев Иван Владимирович

167982, г. Сыктывкар, ГСП-2, ул. Коммунистическая, д. 28,
тел.: +7(8212) 24-53-39,
e-mail: gruzdev@ib.komisc.ru

26.02.2025 г.

Подпись (и) 	заверяю.
Ведущий документовед Института биологии Коми научного центра Уральского отделения Российской академии наук Федерального государственного бюджетного учреждения науки Федерального исследовательского центра «Коми научный центр Уральского отделения Российской академии наук»	
О.Л. Заболотская	
«26 февраля» 2025 г.	

