

ОТЗЫВ

официального оппонента на диссертационную работу
Завалюевой Алины Сергеевны
«Концентрирование и разделение полифенольных соединений
на упорядоченных кремнеземах SBA-15 в вариантах твердофазной
экстракции и жидкостной хроматографии низкого давления»,
представленную на соискание ученой степени кандидата химических наук
по специальности 1.4.2. Аналитическая химия

Диссертация Завалюевой Алины Сергеевны «Концентрирование и разделение полифенольных соединений на упорядоченных кремнеземах SBA-15 в вариантах твердофазной экстракции и жидкостной хроматографии низкого давления» посвящена актуальной задаче аналитической химии – развитию подходов к пробоподготовке для определения полифенольных соединений за счет использования новых эффективных сорбентов.

Актуальность темы.

Актуальность работы обусловлена важностью этапов пробоподготовки при анализе многокомпонентных смесей, содержащих полифенольные вещества, в том числе при анализе реальных объектов растительного происхождения, физиологически жидкостей, биологически активных добавок (БАД). Существенное значение приобретают стадии твердофазной экстракции (в том числе в современных вариантах дисперсионной твердофазной экстракции, матричного твердофазного диспергирования) при пробоподготовке, предшествующей определению целевых компонентов методами спектрофотометрии хроматографии. Публикация работ Курода и Бека в 90-е годы XX века положило начало широкого круга исследований упорядоченных мезопористых материалов в качестве эффективных сорбентов, позволяющих снизить затраты на пробоподготовку и повысить селективность и чувствительность определения полифенольных веществ в реальных объектах.

Цель работы состояла в изучении сорбционного концентрирования и разделения полифенольных соединений в динамических условиях на упорядоченных мезопористых сорбентах, аналогах SBA-15, для

последующего определения целевых компонентов в многокомпонентных объектах анализа.

Степень достоверности результатов и обоснованности научных положений, выводов и заключений диссертационного исследования.

Положения, выносимые на защиту диссертации А.С. Завалюевой, теоретически обоснованы и экспериментально доказаны. Выводы и заключение соответствуют содержанию работы, базируются на сопоставлении экспериментальных результатов с литературными данными, опубликованными в профильных российских и международных научных журналах, привлечении математических методов обработки результатов. Достоверность и обоснованность полученных результатов определяется всесторонним анализом и воспроизводимостью данных с применением широкого круга современных методов исследования, начиная с физических методов контроля структуры и свойств впервые получаемых сорбентов с молекулярными отпечатками (низкотемпературная адсорбция/десорбция азота, порошковая рентгеновская спектроскопия, инфракрасная спектрометрия) и заканчивая современными спектроскопическими и хроматографическими (ТСХ, ВЭЖХ) методами разделения и исследования флавоноидов. Все выводы работы Завалюевой Алины Сергеевны обоснованы, а результаты работы опубликованы в профильных российских научных журналах, входящих в перечень ВАК РФ и индексируемых в базах данных Web of Science и Scopus.

Фундаментальная значимость работы.

Представленная работа вносит вклад в развитие аналитической химии природных соединений (полифенольных веществ) разработки вариантов твердофазной экстракции (дисперсионной твердофазной экстракции, матричного твердофазного диспергирования) с применением наноструктурированных сорбентов для повышения эффективности сорбционного концентрирования, миниатюризации устройств анализа. Диссертационная работа расширяет круг эффективных и селективных

сорбентов, которые могут применяться в химических, фармацевтических производствах, а также при исследовании биомедицинских приложений флавоноидов.

Практическая значимость работы заключается в разработке принципиально новых сорбентов для извлечения, концентрирования и разделения полифенольных веществ. Создание новых наноструктурированных материалов, в том числе с отпечатками флавоноидов, позволит повысить эффективность и селективность извлечения и концентрирования целевых компонентов для более воспроизводимого их определения в многокомпонентных матрицах. Повышение степени извлечения флавоноидов с использованием упорядоченных кремнеземов позволяет повысить полноту использования растительного сырья.

Научная новизна работы состоит в синтезе упорядоченных мезопористых кремнеземов с контролируемыми свойствами, а именно, с высокой селективностью к полифенольным соединениям. Отмеченная зависимость сорбционных свойств полученных твердофазных материалов от природы и состава растворителя по отношению к веществам с близкими структурой и физико-химическими свойствами позволили автору проводить определение флавоноидов в сложных матрицах после пробоподготовки в вариантах твердофазной экстракции (классическая твердофазная экстракция, твердофазная микроэкстракция, дисперсионная твердофазная экстракция и матричное твердофазное диспергирование).

Среди **наиболее значимых результатов** можно выделить следующие:

1. Получены упорядоченные мезопористые кремнеземы с высокой селективностью к полифенольным соединениям. Важно отметить, что обоснование селективности проведено не только на основании величины импринтинг-фактора. В диссертационной работе также рассмотрен вид выходных кривых сорбции целевых веществ в присутствии примесных компонентов с близкой структурой и физико-химическими свойствами.

2. Рассчитаны параметры эффективности сорбционного концентрирования флавоноидов на упорядоченных кремнеземах с разным размером мезопор, типом структуры, а также с молекулярными отпечатками потенциальных аналитов. Показано, что улучшение параметров сорбционного концентрирования на кремнеземах SBA-15, синтезированных в присутствии потенциальных аналитов, в большей степени достигается для гликозидов флавоноидов по сравнению с агликонами.

3. Важным результатом является возможность десорбции аналитов из слоя сорбента с молекулярными отпечатками флавоноидов минимальным объемом растворителей.

4. Автор продемонстрировал достоинства наноструктурированных материалов в вариантах дисперсионной твердофазной экстракции и при матричной твердофазном диспергировании флавоноидов для их последующего определения методами спектрофотометрии и ВЭЖХ.

Следует отметить достаточно большой объем экспериментальной работы, включающей рассмотрение структурообразования шаблона (блоксополимера Pluronic P123) в зависимости от температуры, природы растворителя и добавок флавоноидов, синтез кремнезёмов, изучение динамического сорбционного концентрирования полифенолов из индивидуальных и бинарных растворов, а также использование полученных сорбентов на стадии пробоподготовки для последующего спектрофотометрического и хроматографического определения флавоноидов в сложных образцах.

Диссертационная работа состоит из введения, обзора литературы, экспериментальной части, трех глав, в которых представлены и обсуждены основные полученные результаты, заключения. Работа изложена на 191 странице, содержит 57 рисунков и 35 таблиц, список литературы включает 210 источников.

Работа написана хорошим научным языком, аккуратно оформлена.

Результаты исследований соискателя прошли достаточную апробацию. По теме диссертации опубликовано 18 работ, из них 5 статей в научных журналах, рекомендованных ВАК РФ для издания научных трудов.

Вопросы и замечания:

1. С чем связано снижение сорбционной емкости аналогов SBA-15, модифицированных триметилхлорсиланом, по отношению к флавоноидам?

2. Насколько корректна формула определения импринтинг фактора (стр.54 диссертации) для характеристики полученных «отпечатков» на поверхности кремнеземов? У исследуемых флавоноидов должны получаться свои «отпечатки».

3. Требуется более подробный анализ таблицы 4.5. Не достаточно обсуждается изменение параметров динамического сорбционного концентрирования флавоноидов на кремнеземах с разным размером мезопор.

4. Требуется пояснения о влиянии вида выходных кривых сорбции на результатах анализа. Какую роль играет размывание выходных кривых на извлечение и концентрирование определяемых флавоноидов?

5. В диссертации и в автореферате имеются некорректные выражения – «методы определения полифенольных соединений», правильное - методы исследования полифенольных соединений.

Указанные вопросы и замечания носят рекомендательный характер и не снижают ценность полученных результатов.

Заключение.

Диссертационная работа Завалюевой Алины Сергеевны «Концентрирование и разделение полифенольных соединений на упорядоченных кремнеземах SBA-15 в вариантах твердофазной экстракции и жидкостной хроматографии низкого давления» является завершенным научно-квалификационным исследованием, которое по актуальности решаемых задач, научной новизне, уровню обсуждения полученных результатов, научной и практической значимости соответствует паспорту специальности 1.4.2. Аналитическая химия (п. 7, п. 8, п. 14, п. 15)

и удовлетворяет требованиям п. 9-11, 13-14 «Положения о порядке присуждения ученых степеней» (Постановление Правительства Российской Федерации № 842 от 24.09.2013 г. в действующей редакции), предъявляемым к кандидатским диссертациям. Автор работы Завалюева Алина Сергеевна заслуживает присуждения ученой степени кандидата химических наук по специальности 1.4.2. Аналитическая химия.

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

Профессор кафедры физической химии и хроматографии федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королева», доктор химических наук (02.00.20 – Хроматография), профессор

17 ноября 2025 г.

А. Буланова Буланова Анджела Владимировна

Почтовый адрес: 443086, Приволжский федеральный округ, Самарская область, г. Самара, Московское шоссе, д. 34.

Тел.: +7-927-206-79-83

e-mail: av.bul@yandex.ru

