

О Т З Ы В

официального оппонента

доктора химических наук Суханова Павла Тихоновича

на диссертацию Чан Хай Данг

«Определение свободных фенольных экотоксикантов в строительных и бытовых материалов в применении ТСХ и цифровой цветометрии»,
представленную в диссертационный совет Д 212.038.19
при Воронежском государственном университете на соискание ученой
степени кандидата химических наук по специальности
02.00.02 – Аналитическая химия

1. Актуальность темы диссертации. Диссертационная работа Чан Хай Данг посвящена разработке комплекса способов пробоподготовки и определения свободных фенолов в объектах со сложной матрицей (строительные и бытовые материалы).

Трудно не согласиться с соискателем в том, что «использованы не все резервы для усовершенствования технических и экономических характеристик» жидкостно-жидкостной экстракции как метода пробоподготовки.

Объекты исследования – 13 гидроксисароматических соединений, характеризующихся различным воздействием на живые организмы и окружающую среду (фенол, многоатомные фенолы, крезолы, *n*-трет-бутилфенол, ионол, бисфенол А, триклозан, нонилфенол).

Не смотря на огромное число появляющихся вновь и вновь методик определения, актуальным остается разработка новых способов определения фенолов различных объектах инструментальными методами, в том числе с применением цифровых устройств, что позволяет улучшить метрологические характеристики методик выполнения измерений (в частности в плоскостной хроматографии).

2. Анализ содержания диссертации. Диссертация изложена на 145 страницах и состоит из введения, четырех глав (каждая завершается заключением), выводов, библиографического списка (212 наименований), содержит 38 рисунков, 42 таблицы, 6 приложений (акты апробации). Структура работы построена четко и логично, следует отметить необходимость и достаточность представленного в диссертации материала.

В первой главе (*Методы экстракции и контроля фенольных экотоксикантов в материалах и объектах окружающей среды*) приведены токсикологические характеристики объектов исследования, изложено современное состояние методов их выделения и концентрирования из водных

и органических сред, твердой фазы, результаты исследований по жидкостной экстракции и определению фенолов. Показано:

– для аналитической практики экстракционные методы остаются актуальными, в их числе перспективными методами являются экстракционное вымораживание, низкотемпературная жидкостно-жидкостная экстракция.

– рекомендуемые в известных работах способы определения фенолов многостадийны, требуют большого количества дорогостоящих и часто токсичных реактивов.

Во второй главе (*Характеристика объектов исследования и описание методик эксперимента*) приведены свойства объектов исследования, растворителей для экстракции и хроматографии, методики выполнения эксперимента. Эксперимент выполнен с применением современных физико-химических методов анализа (спектрофотометрия, цифровая цветометрия, хроматография в тонком слое, ВЭЖХ, хромато-масс-спектрометрия).

В третьей главе (*Оптимизация составов экстрагентов и элюентов для экстракционно-хроматографических способов определения алкилфенолов*):

– приведены результаты многопараметрического рейтинга обобщенных критериев (поверхностное натяжение, температуры кипения, вспышки и самовоспламенения, давление насыщенного пара над растворителем, гидрофобность, ПДК и стоимость), позволившие установить, что для экстракционно-хроматографических способов определения алкилфенолов целесообразно применять в качестве модификатора смешанного экстрагента из водных сред и элюента для ГЧХ хлороформ, изопропанол, 1-бутанол и этилацетат;

– обоснованы составы смешанных растворителей (ацетонитрил – этилацетат, ацетонитрил – ИПС – этилацетат) для низкотемпературной жидкостно-жидкостной экстракции алкилфенолов;

– доказано, что величина межфазного натяжения на границе раздела жидких фаз, образованных смесями ацетонитрил – этилацетат – изопропанол (85:15:0 и 80:15:5 об.%) с водой при $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$ зависит от природы и концентрации фенолов.

В четвертой главе (*Усовершенствование способов определения фенольных аналитов в различных материалах и средах*) приводятся способы определения фенольных токсикантов в водных растворах, смывах, неводных экстрактах из строительных материалах, пластиках, полимерных смолах. По аналитическим характеристикам (предел обнаружения, селективность, точность, экспрессность) разработанные способы не уступают, а некоторые превосходят известные цветометрические и хроматографические способы определения фенолов.

3. Анализ новизны результатов, обоснованности и достоверности научных положений, выводов и рекомендаций.

Впервые по отношению к фенолам разной природы изучены экстракционные свойства гидрофильно-гидрофобных двойных и тройных смесей растворителей при температуре ниже 0 °С.

Предложен оригинальный двухэтапный селективный способ определения фенолов методом ТСХ, совмещенным с ЦЦМ. Первоначально параллельно получают окрашенные с помощью двух цветных реакций хроматографические пятна, сканируют цифровым устройством, затем в центральных участках, полученных двух цифровых изображений, считывают усредненную интенсивность цветовых компонентов R , G , B , по их величинам строят шестилепестковую диаграмму (ЛД). По периметру (P) или по площади (S) ЛД находят концентрацию, а по индивидуальному геометрическому профилю (для этого соискателем введен коэффициент близости векторных массивов), далее проводят селективное определение.

4. Практическая значимость работы состоит в разработке:

- методик извлечения и концентрирования 13 фенолов различной природы из водных растворов, вытяжек из отделочных материалов, пластиковой посуды, эпоксидных смол ;
- комплекса новых оригинальных инструментальных способов определения фенолов в строительных полимерных материалах, пластиковой посуде, воде;
- алгоритмов обработки цветных изображений, способов расчета геометрических параметров лепестковых диаграмм, градуировочных уравнений с применением прикладных пакетов программного обеспечения (Microsoft Exce, Microsoft Access, Mathcad)

Способы определения фенолов апробированы в производственных лабораториях НТЦ «Этанол», ООО «Аглютен», внедрены в учебные курсы ВГМУ им «Бурденко Н.Н.», ВГАСУ.

5. Реализация работы. По теме диссертации опубликовано 21 работа, в том числе 2 статьи в научных изданиях, рекомендованных ВАК для опубликования научных трудов. 19 работ – статьи в сборниках, тезисы и материалы докладов на международных, всероссийских конгрессах, и конференциях.

6. Обоснованность и достоверность научных положений и выводов базируется на применении современных инструментальных методов. Полученные корреляции и зависимости проанализированы с использованием современных пакетов программ статистической обработки данных. Все научные положения, выводы и рекомендации обоснованы и подтверждены экспериментальными исследованиями.

Исследование выполнено на высоком современном уровне.

Результаты работы апробированы в докладах на научно-технических конференциях, подтверждены актами испытаний в лабораториях.

Автореферат и выводы соответствует основному содержанию диссертации и отражают основные результаты исследований. Диссертационная работа и автореферат оформлены в соответствии с требованиями ВАК.

Замечания по диссертации и автореферату.

1. В цели диссертационной работы вместо «обнаружение» следовало написать «определение». Также при формулировке научной новизны не следовало писать «количественное определение» (достаточно «определение»).

2. В 1 главе недостаточно уделено внимания флуориметрическим методам определения фенолов.

3. Отсутствует заключение по 3 главе, в нем следовало сформулировать конкретные рекомендации по выбору условий извлечения, концентрирования и разделения фенолов.

4. В таблицах 3.9, 3.10 степени извлечения приведены с лишним, а некоторые коэффициенты распределения с недостаточным числом значащих цифр. В табл. 4.4 (в графе 2 и 3) не указаны единицы размерности, в табл. 4.7 значения «найдено» и «относительная ошибка» приведены с лишним числом значащих цифр по сравнению со значением «введено».

5. На с.85. в способе определения фенолов в строительных отделочных материалах методом ТСХ, совмещенном с ЦЦМ очевидно упущена процедура концентрирования аналита из водной вытяжки (из 1,0-1,5 г материала фенол извлекают 30 мл воды, отбирают 5 мкл для ТСХ разделения). Аналогично на с. 98 и 103 бисфенол А извлекали из навески эпоксидной смолы, концентрат из вытяжек не получали.

6. В разделах 2.7 и 4.4 для извлечения берут 10 мл смеси ацетонитрил-этилацетат, а для хроматографирования 10 мкл полученной вытяжки, что нецелесообразно. Хроматограммы следовало привести не в разделе 2.7, а в разделе 4.4.

7. Следовало исключить повторения окраски пятен фенолов (с.47, 85, 93) при обработке тонкослойных хроматограмм, базовые условия хроматографирования, при этом в разделах нет объяснения выбора состава подвижной фазы для ТСХ.

Сделанные замечания, а также встречающиеся в диссертации и автореферате опечатки, не имеют принципиального характера и не снижают положительной ее оценки.

Универсальный и фундаментальный характер результатов, полученных в диссертационной работе Чан Хай Данг, позволяет их применять в курсе аналитической химии высших учебных заведений (технологические, технические вузы, классические университеты), практические разработки

могут быть использованы лабораториями пищевого, технического, фармацевтического анализа, органами Ростехнадзора и Роспотребнадзора.

По актуальности изученной проблемы, научной новизне, практической и теоретической значимости полученных результатов, их достоверности и обоснованности выводов работа Чан Хай Данг соответствует требованиям п. 9 «Положения о порядке присуждения ученых степеней», утвержденного постановлением Правительства Российской Федерации от 24.09.2013 г. № 842, предъявляемым к диссертациям на соискание ученой степени кандидата наук, а ее автор заслуживает присуждения искомой ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 – Аналитическая химия.

Профессор кафедры физической и аналитической химии
ФГБОУ ВО «Воронежский государственный университет инженерных технологий», доктор химических наук, доцент

21.03.2016

Суханов Павел Тихонович

Адрес ВГУИТ:

394036, Россия, г. Воронеж,
проспект Революции, д. 19

Электронная почта:
pavel.suhanov@mail.ru

