

ОТЗЫВ

официального оппонента на диссертационную работу Дроздовой Евгении Викторовны «Определение органических легколетучих токсикантов массивом пьезосенсоров для оценки безопасности полимерных материалов», представленную на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 - аналитическая химия

Диссертационная работа Дроздовой Евгении Викторовны выполнена по современной и актуальной тематике – разработке массивов химических массчувствительных сенсоров и применению их для определения различных соединений в газовых и жидких средах или оцифровки «образов» сложных объектов.

На сегодняшний день все большую актуальность приобретают исследования в области оценки безопасности полимерных материалов, которые применяются в быту. Существующие стандарты, в которых прописаны основные требования к полимерным материалам, и методы их исследования регламентируют всестороннюю оценку безопасности изделий, контактирующих с пищей (ГН 2.3.3.972-00). Полимерсодержащие материалы другого назначения оценивают на содержание вредных и опасных примесей, в том числе легколетучих органических соединений, которые оказывают негативное влияние на экологию среды обитания человека. Для этого проводят одорометрические, санитарно-химические и токсиколого-гигиенические исследования с применением трудоемких, длительных методик (до 2-х месяцев) с привлечением человека и животных (МУ 2.1.2.1829-04). С другой стороны для решения этих задач широкое распространение получили современные физико-химические методы (ВЭЖХ, ТСХ, молекулярно-абсорбционная спектроскопия и др.). Однако применение данных методов требует дорогостоящего оборудования, что не всегда возможно в небольших лабораториях и недоступно для потребителей. Кроме того, практически все высокочувствительные и селективные методики подразумевают разрушение и нагрев проб, что не позволяет смоделировать опасность образца в условиях эксплуатации. Все это усиливает интерес к исследованиям, производству, внедрению анализаторов на основе миниатюрных химических сенсоров различного принципа действия.

В работе соискателя объединены 2 задачи: разработка быстрых способов по оценке безопасности полимеров и полимерсодержащих материалов и изделий, в том числе в режиме «на месте», и применение для этого наименее инертных, легко модифицируемых, высокочувствительных и не требующих особой пробоподготовки систем с химическими газовыми сенсорами на основе пьезовесов. Регулирование селективности этих систем возможно путем подбора модификаторов (селекторных слоев) на их поверхности. Правильно выбран методический подход разработки новых способов анализа полимерных изделий по составу выделяемых ими остаточных растворителей, мономеров, продуктов деструкции. А накопленные в известной научной школе г. Воронежа по химическим сенсорам наработки позволили соискателю решить эту задачу с новым подходом.

Работа состоит из 5 глав, изложена на 231 стр., приложение – 20 стр., список литературы включает 226 источников, из них иностранных – 26 и на родном языке – 200. В литературном обзоре верно выбраны основные направления систематизации, соискатель демонстрирует владение грамотным поиском, верными обобщениями материала. Литературный обзор включает 154 источника: из них 138 (порядка 90 %) – на родном языке – ссылки на справочники, монографии, научные издания, патенты, статьи, диссертационные работы российских ученых, включая ссылки на нормативную документацию, 16 ссылок (порядка 10 %) – на публикации зарубежных исследователей. В экспериментальной части подробно представлены методики проведения исследований, применены современные приборы, алгоритмы и хемометрические методы обработки данных. Главы 3 и 4 связаны между собой: в 3-й главе соискателем представлено фундаментальное обоснование прикладных результатов работы, в 4-й – продемонстрированы практические решения.

Наиболее важными в работе соискателя является, на мой взгляд:

1. Обоснование качественных критериев для идентификации легколетучих органических соединений, выделяемых полимерами, некоторые из которых предложены впервые – α_{ijk} , m_{ijk} и Y_i . Доказана информативность и методическая правильность параметра эффективности сорбции A_{ij} , который существенно расширил возможности применения набора сенсоров при решении идентификационных задач.

2. Выбор и обоснование условий применения идентификационных параметров, связанные со стойкостью различных покрытий. Показано, что с применением современных математических алгоритмов по учету направления дрейфа откликов возможно продление срока службы массива сенсоров в 2 раза.

3. Градуировка выбранного массива сенсоров и обоснование мешающего влияния на детектирование опасных соединений (например, фенола) сопутствующих компонентов (на примере толуола).

Универсальность и правильность полученных результатов, их осмысление реализованы в разработке комплекса новых способов получения аналитической информации о безопасности, применяемых в быту полимерных и полимерсодержащих материалов, изделий из них.

В работу включены результаты, полученные соискателем в рамках работы по гранту программы «Участник молодежного научно-инновационного конкурса» (У.М.Н.И.К.). Продемонстрирована возможность разработки систем типа «анализатор в кармане» на основе 4-х сенсоров для анализа, например, игрушек из ПВХ-пластизоля. Этот пример позволяет положительно оценить перспективы применения полученных результатов, что подтверждают материалы по апробации разработок в различных организациях.

Основные результаты работы опубликованы в 4-х статьях, входящих в список ВАК, в тезисах докладов на Международных и Всероссийских конференциях. Новизна решений подтверждена материалами 4-х патентов РФ.

Задачи, поставленные в диссертации, выполнены полностью.

По автореферату и диссертации имеются замечания и вопросы:

1. Вызывает недоумение незначительная доля публикаций зарубежных ученых, занимающихся подобными проблемами. С чем это связано? С недостаточной глубиной поиска или актуальностью темы исследования только для России?

2. В работе не хватает валидации разработанных методик, полученных с применением массива сенсоров. Проводилась ли работа в этом направлении?

3. Работа несколько перегружена, можно было вынести в приложение часть материала для количественного анализа.

4. Очевидно, что воспроизводимость установленных параметров для решения идентификационных задач определяется воспроизводимостью свойств модификаторов электродов ПКР. В связи с этим возникает вопрос о применении в качестве покрытия фазы пчелиный клей, который является природным материалом и воспроизводимость его состава, а значит и сорбционных свойств, может значительно изменяться от партии к партии. Насколько воспроизводимы свойства пьезосенсоров с этим покрытием и соответственно идентификационные параметры, рассчитываемые по сигналам сенсора с этим покрытием?

5. Имеются замечания по статистической обработке и представлению полученных результатов:

- представление результатов в виде $24,0 \pm 0$, $S_r=0,01$; $6,0 \pm 0$, $S_r=0,01$ (табл.3 приложения) недопустимо. Если результаты шести измерений совпали, то расчет S и других величин не имеет смысла;

- требует пояснения представление всех результатов и их доверительных результатов, приведенных в табл.3 приложения, оканчивающихся нулем десятых единиц, например: $48,0 \pm 7,0$; $20,0 \pm 8,0$;

- вызывает сомнение правильность расчетов статистических характеристик, представленных в табл.3.5 и табл.3 приложения, например:

а) величина $S_r=0,05$ для результата 24 ± 7 ; $S_r=0,05$ для результата 15 ± 6 ;

б) 19 ± 4 , $S_r=0,19$ и 19 ± 4 , $S_r=0,08$; 9 ± 1 , $S_r=0,11$ и 9 ± 1 , $S_r=0,16$. Не ясно, почему при равных результатах с равными доверительными интервалами относительные стандартные отклонения существенно отличаются;

- требует пояснения представление результатов до тысячных с доверительным интервалом в десятые (табл.3.12);

- вызывает сомнение правомерность сравнения рассчитанного значения F с критерием Фишера (табл.3.15), например: $F_{\text{расч.}} = -0,37$ и $F_{\text{крит.}} = 3,48$.

6. Имеются замечания по рис.3.4 (стр. 81): при построении зависимости отсутствует пояснение включения точки (0;0) и выбора линейного характера зависимости.

7. Следует отметить небрежность в оформлении автореферата и диссертационной работы: имеются опечатки, некоторые ошибки, несогласования слов в предложениях. Например, в автореферате (стр.13) «Идентификация паров ацетона и толуола по параметрам... высоко чувствительно и эффективность»

Вопросы и замечания не носят принципиального характера, дискуссионные.

Полный анализ диссертационной работы, автореферата соискателя, сопоставление их достоинств и недостатков, полученных новых знаний, практических рекомендаций, степени новизны позволяют сделать следующие выводы:

1. Обсуждение результатов и выводы согласуется с поставленными задачами и целью.

2. Содержание автореферата соответствует и отражает содержание диссертационной работы.

3. Материалы опубликованы в открытой печати в необходимом объеме.

4. Выводы, сформулированные в работе, логичны и следуют из представленных данных.

5. Содержание диссертации соответствует квалификационным требованиям паспорта работ по специальности 02.00.02 – аналитическая химия.

Диссертационная работа "Определение органических легколетучих токсикантов массивом пьезосенсоров для оценки безопасности полимерных материалов" представляет собой завершенную научно-исследовательскую работу, которая удовлетворяет требованиям п.9 «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденного Постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 г. (№ 842), и вносит существенный вклад в теорию и практику аналитического применения массивов химических пьезосенсоров для оценки безопасности полимеров, а её автор Дроздова Евгения Викторовна заслуживает присуждения ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 – аналитическая химия.

Официальный оппонент

Кандидат химических наук, доцент,
заведующая кафедрой химии
ГБОУ ВПО «Ростовский государственный
медицинский университет Минздрава
России»

Почтовый адрес: 344022, Ростов-на-Дону,

Нахичеванский пер., 29.

Тел.: +7-918-516-55-07

Электронная почта: mg700@mail.ru

29 марта 2016 г.

Горбунова – М.О. Горбунова

