

ОТЗЫВ

официального оппонента доктора химических наук, доцента Рудаковой Людмилы Васильевны на диссертационную работу *Дувановой Ольги Васильевны* «Определение олеиновой и пальмитиновой кислот пьезоэлектрическими сенсорами, модифицированными полимерами с молекулярными отпечатками», представленную на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 – аналитическая химия

Оценка актуальности темы диссертационного исследования.

Для экспертизы качества и безопасности масложировой продукции существует целый комплекс методик определения химического состава, наличия или отсутствия в продуктах вредных веществ, также возможно определение интегральных показателей, характеризующих их качество. Молочные продукты, масла и жиры в последнее время стали объектом пристального внимания общественности из-за тотального применения в них заменителей молочного жира и добавок, не свойственных натуральному сырью. Недобросовестные производители все чаще прибегают к фальсификации и недекларируемому применению сравнительно дешевых заменителей, позволяющему резко увеличить доходы. Современный уровень аналитической науки и техники позволяет осуществлять анализ любых сложных многокомпонентных систем, в том числе и природного происхождения. Однако, актуальной задачей аналитической практики является переход от дорогостоящего покомпонентного анализа к тест-методам предварительной оценки качества и подлинности продукции. В подобных методиках может производиться интегральная оценка соответствия анализируемых образцов стандартным или оценка их по нескольким реперным компонентам. К такому показателю, позволяющему отличить жиры природного происхождения, относится содержание и количественное соотношение таких высших насыщенных и ненасыщенных

жирных кислот, как пальмитиновая и олеиновая кислота. Одним из активно развивающихся методов, позволяющих решать подобные задачи, является сенсорный анализ. В этом плане диссертационная работа Дувановой О.В. является актуальным исследованием, посвященным разработке способа определения жирных кислот в растительных маслах пьезоэлектрическими сенсорами, селективность которых обеспечивается применением полимеров с молекулярными отпечатками.

Актуальность работы подтверждается еще и тем, что она выполнена при поддержке государства в лице Минобрнауки России по Соглашению № 14.577.21.0111 от 22 сентября 2014 г. Уникальный идентификатор прикладных научных исследований RFMEFI57714X0111.

Степень обоснованности научных положений, выводов и практических рекомендаций, сформулированных в диссертации.

Диссертационная работа Дувановой О.В. изложена на 152 страницах печатного текста и состоит из введения, обзора литературы, экспериментальной части, обсуждения полученных результатов, выводов, списка цитированной литературы, включающего 221 наименование. В приложении содержится первичная аналитическая информация, акт о внедрении результатов диссертационной работы. Работа написана четким и ясным языком, хорошо структурирована и содержит все необходимые для понимания материала рисунки, таблицы и схемы.

В введении соискателем показана актуальность темы исследований, сформулирована цель работы, обозначены научная новизна и практическая значимость. В диссертации представлен хороший обзор по существующим на настоящий момент методам анализа жирных кислот; по способам получения, исследования свойств и применения для анализа сенсоров на основе полимеров с молекулярными отпечатками. В библиографическом списке приведено достаточно большое количество современных первоисточников, ГОСТы, в том числе и межгосударственный стандарт.

Научные положения и выводы, сформулированные при обсуждении полученных результатов, теоретически и метрологически обоснованы, подтверждаются масштабностью проведенных автором исследований. Перспективы практического применения разработанных пьезоэлектрических сенсоров с молекулярными отпечатками на основе полиимида, отличающихся избирательностью к олеиновой и пальмитиновой кислотам, подтверждаются результатами апробирования на реальных образцах и полученными патентами (Пат. 137946 РФ, опубл. 27.02.2014; Пат. 138636 РФ, опубл. 20.03.2014). Кроме того, разработана кондуктометрическая установка для исследования сорбции жирных кислот из жидких сред полимерами с молекулярными отпечатками (Пат. 156900 РФ, опубл. 20.11.2015).

Достоверность и новизна научных положений, выводов и практических рекомендаций.

В научном отношении диссертационное исследование Дувановой О.В. отличается новизной и оригинальностью решения поставленной задачи. Достоверность экспериментальных результатов подтверждается выполнением работы с использованием современного инструментария: ИК-спектроскопия, эталонная порометрия, сканирующая силовая микроскопия, электронная микроскопия. Полученные экспериментальные данные согласуются с данными, приведенными в литературе.

Новизна полученных результатов заключается в том, что впервые предложено для определения жирных кислот в растительных маслах использовать пьезоэлектрические сенсоры модифицированные полимерами с молекулярными отпечатками, полученные путем поликонденсации диангирида 1,2,4,5-бензолтетракарбоновой кислоты и 4,4'-диаминодифенилоксида. Установлены пределы обнаружения кислот данным способом: для олеиновой кислоты он составляет $0,14 \text{ г/дм}^3$, для пальмитиновой – $0,12 \text{ г/дм}^3$.

К основным достижениям диссертации Дувановой О.В. можно также отнести определение оптимальных условий получения ароматических полиимидов с молекулярными отпечатками на основе поликонденсации диангидридов ароматических тетракарбоновых кислот с ароматическими диаминами, изучение сорбционных свойств полученных полимеров для оценки эффективности их применения в качестве селективных покрытий пьезоэлектрических сенсоров, а также разработанные способы определения жирных кислот в растительных маслах данными сенсорами в статическом и динамическом режимах.

Практическая значимость результатов исследования подтверждается актом о внедрении результатов работы для анализа масложировой продукции, применение данного способа позволило сократить время на проведение экспертных работ в области анализа растительных масел.

Оценка содержания диссертации, ее завершенность, подтверждение публикаций автора.

Содержание диссертации соответствует паспорту заявленной специальности, это завершенный научный труд, выполненный на высоком уровне, имеющий большое практическое значение, оформленный в соответствии с требованиями, предъявляемыми к кандидатской диссертации. Автор диссертационной работы справился с поставленными задачами. Полученные автором результаты не вызывают сомнения и отражены в виде 8 публикаций в журналах, рекомендованных ВАК (всего по теме исследования опубликовано 23 научные работы), представлены на 12 профильных конференциях. По результатам работы получено 3 патента.

Автореферат и публикации в полной мере отражают основное содержание диссертации.

Замечания по диссертации и автореферату.

Принципиальных недостатков в представленной работе нет. Вместе с тем по диссертации и автореферату можно сделать несколько замечаний:

1. В литературном обзоре представляется необязательным приводить определения, состав, структуру, номенклатуру и биологическую роль жирных кислот (ЖК) предельного и непредельного ряда, равно как и общие сведения об устройстве химических сенсоров. Вторая глава также начинается с экскурса в учебник органической химии и определения того, что «карбоновые кислоты - это класс органических соединений...». В списке литературы – 6 ссылок на учебники.

В обзоре было бы полезней рассмотреть не пищевую ценность жирных кислот и их содержание в триглицеридах растительных масел, а осветить известные данные о содержании свободных ЖК в растительных маслах в зависимости от сорта масла, от его качества, так как в работе рассматривается определение именно свободных ЖК химическими сенсорами. Интересными данными являются факторы, влияющие на количество и состав свободных жирных кислот. Например, в зависимости от зрелости масличной культуры, от условий хранения, степени очистки, наличия антиоксидантных добавок, ферментов, способствующих гидролизу, содержание свободных ЖК варьируется в широких пределах.

Не смотря на то, что в библиографическом списке приведено достаточно большое количество первоисточников, доля зарубежных публикаций составляет всего 16%; ссылки на журнальные статьи, посвященные синтезу и исследованию свойств полимеров, отсутствуют.

2. Ни в обзоре, ни в обсуждении результатов не представлена стереохимия насыщенных и ненасыщенных ЖК на примере пальмитиновой и олеиновой кислот. Вместе с тем, без этого сложно делать заключения о комплементарности ПМО и аналитов. В связи с этим, схемы, приведенные на рис. 3.10 без учета стереохимии (пространственной изомерии и наиболее устойчивой конформации) представляются слишком упрощенными.

Можно было бы предположить целую серию возможных структур «отпечатков» и проверить их с помощью кватново-химических расчетов.

3. Ни в литературном обзоре, ни в обсуждениях результатов нет научно-обоснованного выбора бутанола в качестве оптимального растворителя для проведения анализа ЖК в растительных маслах.

4. Было бы хорошо, если бы соискатель не просто констатировал преимущества своего метода по отношению к химическим и хроматографическим методам анализа ЖК, а провел сравнение с набором аргументов, в том числе сравнением технико-эксплуатационных и метрологических характеристик.

5. В тексте имеются опечатки и несогласования при построении предложений, например:

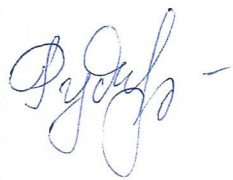
- Среди физико-химических методов ... можно выделить несколько, наиболее часто используемые в последнее время. (Стр. 31 диссертации).
- Обзор исследований в области анализа растительных масел показал, что определение жирных кислот проводятся с использованием методов ... (Стр. 33 диссертации).
- раствор удаляли полоской фильтровальной бумагой. (Стр. 42 диссертации).

Заключение о соответствии диссертации требованиям Положения о порядке присуждения ученых степеней.

Указанные замечания не влияют на общую высокую оценку работы. В целом, диссертационная работа представляет собой законченное решение поставленной проблемы, имеет научную и практическую ценность, новизну. На основании выполненных автором исследований получены новые научно обоснованные решения в области получения, изучения свойств и применения пьезоэлектрических сенсоров с модифицированной с помощью полимеров с молекулярными отпечатками поверхностью для селективного определения жирных кислот в растительных маслах, внедрение которых вносит определенный вклад в развитие аналитической химии.

Таким образом, диссертационная работа Дувановой Ольги Васильевны «Определение олеиновой и пальмитиновой кислот пьезоэлектрическими

сенсорами, модифицированными полимерами с молекулярными отпечатками», представленная на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 – аналитическая химия, по актуальности, научной новизне, практической значимости, достоверности результатов и обоснованности выводов удовлетворяет требованиям, предъявляемым к кандидатским диссертациям, установленным п. 9 «Положения о порядке присуждения ученых степеней», утвержденного постановлением правительства РФ № 842 от 24.09.2013, а ее автор Дуванова Ольга Васильевна заслуживает присуждения ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 – аналитическая химия.

Ф.И.О. составителя:		Рудакова Людмила Васильевна
Почтовый адрес:		394036, г. Воронеж, ул. Студенческая, 10
Телефон:		+7 (473) 2360249
Адрес электронной почты:		vodoley65@mail.ru
Наименование организации:		ГБОУ ВПО ВГМУ им. Н.Н. Бурденко Минздрава России
Должность:		зав. кафедрой фармацевтической химии и фармацевтической технологии, доктор химических наук, доцент

Подпись Л.В. Рудаковой заверяю
Начальник управления кадрами

03.06.2016 г.



 С.И. Скорынин