

О Т З Ы В
официального оппонента
на диссертацию Хальзовой Светланы Александровны
«Определение синтетических красителей в жидких средах
пьезоэлектрическими сенсорами, модифицированными полимерами
с молекулярными отпечатками», представленную на соискание ученой
степени кандидата химических наук по специальности
02.00.02 – Аналитическая химия

1. Актуальность темы диссертации.

Диссертационная работа Хальзовой Светланы Александровны посвящена разработке способов определения пищевых красителей в водных средах, в том числе модельных растворах и безалкогольных напитках.

Несмотря на многочисленные работы, остается актуальной проблема концентрирования, извлечения и определения пищевых красителей в различных средах. Число разрешенных пищевых красителей последовательно сокращается, в разных странах оно может кардинально отличаться, особенно важно при этом решать задачи идентификации красителей. Следует отметить, что соискатель нашла свою нишу в этой проблеме, сформулировала цели и задачи и успешно с ними справилась. Для повышения аналитических характеристик способов определения с применением пьезоэлектрических сенсоров, предложена их модификация полимерами с молекулярными отпечатками (ПМО).

Объекты исследования 10 пищевых красителей – сложных органических соединений, содержащих несколько ионизированных сульфо-, карбокси-, гидроксогруппы, (тартразин E102, желтый «солнечный закат» E110, азорубин E122, амарант E123, пунцовый 4R E124, эритрозин E127, синий патентованный V E131, индигокармин E132, синий блестящий FCF E133, зеленый S E142).

2. Анализ содержания диссертации.

Диссертация изложена на 157 страницах и состоит из введения, четырех глав (три из них завершаются заключением), выводов, библиографического списка (203 наименования), содержит 66 рисунков, 32 таблицы, приложения (26 страниц). Структура работы построена четко и логично.

В первой главе (*Обзор литературы*) описаны способы определения красителей в пищевых продуктах. Показано, что для определения красителей рекомендуются различные методы анализа, в том числе химические сенсоры. Отмечено, что требуют проработки наличие матричных эффектов, влияние солевого состава на эффективность извлечения, доступность и стоимость способов определения, улучшение метрологических характеристик и т.д.

Во второй главе (*Объекты и методы анализа*) приведены свойства объектов исследования, методики выполнения эксперимента. Эксперимент выполнен с применением современных физико-химических методов анализа (спектрометрия в видимой и ИК-областях, хроматография в тонком слое, сканирующая силовая микроскопия) и математической обработки экспери-

ментальных результатов (программы обработки ИК-спектров и ССМ-изображений поверхности). Изложены методики синтеза полимеров с молекулярными отпечатками красителей. Приведена схема установки для определения красителей в водных растворах пьезоэлектрическим сенсором, модифицированных сополимером диангирида 1,2,4,5-бензолтетракарбоновой кислоты с 4,4'-диаминодифенилоксидом

В третьей главе (*Исследование свойств синтетических красителей и полимеров с молекулярными отпечатками*) приведены результаты исследования свойств синтетических красителей, их сорбции γ -оксидом алюминия и сополимеров с молекулярными отпечатками красителей:

- определение констант протолита функциональных групп красителей;
- характеристики распределения красителей в системе оксид алюминия – водный раствор с различными рН;
- свойства полиимидов с молекулярными отпечатками красителей и полимеров сравнения;
- закономерности сорбции красителей молекулярно импрентированными полимерами.

В четвертой главе (*Определение синтетических красителей в жидких средах пьезоэлектрическими сенсорами на основе ПМО*) приводятся способы определения красителей в модельных водных растворах, безалкогольных напитках. По аналитическим характеристикам (предел обнаружения, точность, экспрессность) разработанные способы не уступают известным способам определения красителей.

3. Новизна результатов.

На основании экспериментально полученных рК функциональных групп красителей в зависимости от рН среды установлены особенности взаимодействия синтетических красителей с γ -оксидом алюминия. Интерпретирован механизм взаимодействий анионных форм красителей с поверхностью сорбента.

Методом нековалентного импринтинга синтезированы сополимеры диангирида 1,2,4,5-бензолтетракарбоновой кислоты с 4,4'-диаминодифенилоксидом с молекулярными отпечатками азо-, триарилметановых, индигоидного и ксантенового красителей.

Методом ИК-спектроскопии выполнен структурно-групповой анализ полученных сополимеров.

Методом сканирующей силовой микроскопии проведена оценка морфологии поверхности пленок полимеров с молекулярными отпечатками красителей.

Обоснован механизм сорбции и установлены ряды сорбции красителей пленками полимеров с молекулярными отпечатками (ПМО).

4. Практическая значимость исследований состоит в разработке сенсоров, модифицированных полимерами с молекулярными отпечатками красителей. Выбраны условия избирательного определения красителей в

водных растворах и безалкогольных напитках с применением модифицированных сенсоров.

Способы определения апробированы при анализе красителей в безалкогольных напитках. Результаты сопоставимы с известными способами определения.

5. Реализация работы.

По теме диссертации опубликована 21 работа, в том числе 6 статей в научных изданиях, рекомендованных ВАК для опубликования научных трудов соискателей ученых степеней; 15 работ – тезисы и материалы докладов на международных, всероссийских конференциях.

6. Обоснованность и достоверность научных положений и выводов базируется на применении современных инструментальных методов. Полученные эмпирические зависимости проанализированы с использованием современных стандартных 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 научных конференциях.

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

Замечания и вопросы по диссертации и автореферату.

1. На с. 45 изложена методика модифицирования поверхности сенсора («Полученную смесь наносили микрошпателем...»). Ранее и далее по тексту не указывается масса ПМО или ПС, не обсуждается ее влияние на характеристики сенсора и результаты определения.

2. Раздел 3.1 содержит многочисленные экспериментальные и расчетные данные (спектры поглощения, диаграммы распределения ионных форм красителей), тем не менее для установления интервала рН, обеспечивающего максимальные сорбционные характеристики, достаточно изучения зависимости R или D от рН водного раствора.

3. Результаты сорбции красителей из водных растворов оксидом алюминия декларируют их применимость для концентрирования, но не использованы при разработке способов определения красителей в модельных растворах и безалкогольных напитках. Не приведены коэффициенты концентрирования.

4. В автореферате (с. 7), диссертации (с. 91) и выводах указано «Экспериментально подобрано соотношение предполимеризационная смесь – темплат (1:1)», однако результаты эксперимента не приведены.

5. В работе встречаются неточности «красители являются хромофорами», «наносили... объем аналита», «смесь... остужали», количество сорбированного вещества и оптическая плотность обозначены одинаково

(прописная буква А), степени извлечения (с. 70) приведены с лишним числом значащих цифр.

6. Не указаны поисковые системы и глубина их изучения, на основании которых выполнен обзор литературы. Из 203 ссылок около 60 – работы, опубликованные ранее 2000 года, и менее 30 – работы зарубежных исследователей.

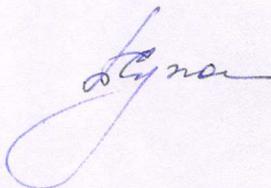
Сделанные замечания не имеют принципиального характера и не снижают положительной оценки диссертационной работы.

Универсальный и фундаментальный характер результатов, представленных в диссертации, позволяет их применять в курсе аналитической химии высших учебных заведений (классические университеты, технологические, технические вузы), практические разработки могут быть использованы лабораториями пищевого, технического анализа, органами Роспотребнадзора.

По актуальности изученной проблемы, научной новизне, практической и теоретической значимости полученных результатов, их достоверности и обоснованности выводов работа Хальзовой Светланы Александровны соответствует требованиям п. 9 «Положения о порядке присуждения ученых степеней», утвержденного постановлением Правительства Российской Федерации от 24.09.2013 г. № 842 (с изменениями постановления Правительства Российской Федерации от 21 апреля 2016 г. № 335 «О внесении изменений в Положение о присуждении ученых степеней»), 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.

Доктор химических наук (специальность 02.00.02 – аналитическая химия), профессор, Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Воронежский государственный университет инженерных технологий», кафедра физической и аналитической химии, профессор

27.02.2018 г.



Павел Тихонович Суханов

ВГУИТ, пр-т Революции, 19, Воронеж, 394036
 тел. 89036533688; тел./факс 894732555307
pavel.suhanov@mail.ru

