

О Т З Ы В

официального оппонента

на диссертационную работу 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

Актуальность темы диссертации

В мировой практике для проведения идентификации и количественной оценки широкого круга объектов пищевой, фармацевтической, химической, нефтехимической промышленности применяют ряд аналитических методов, таких как газовая, высокоэффективная жидкостная и тонкослойная хроматография, капиллярный электрофорез, спектрофотометрия. Наряду с этим, трендом современного приборостроения является миниатюризация и экспрессность химического анализа. Поэтому, диссертационная работа Хальзовой Светланы Александровны, посвященная разработке компактных, миниатюрных пьезоэлектрических сенсоров и их практическому применению для определения ряда синтетических красителей в жидких средах *актуальна и перспективна*.

В обзоре литературы, предшествующем изложению собственных результатов, автором представлена классификация красителей, указана область их применения, приведены сведения о влиянии синтетических красителей на состояние и способности детей, а также указаны рекомендуемые дозировки синтетических красителей в некоторых пищевых продуктах и напитках. Автор приводит методы анализа красителей, указывает на недостатки имеющихся методов и сложности, возникающие на всех стадиях проведения анализа, включая пробоподготовку и длительность процесса.

Особое внимание уделено химическим сенсорам в анализе пищевых продуктов. Автор подчеркивает перспективность использования сенсорных систем при анализе газообразных, жидких сред и суспензий. Показано, что для определения красителей в *on line* режиме наиболее перспективны пьезоэлектрические сенсоры, а для устранения недостаточной селективности к

определяемым веществам указанные сенсоры модифицируют различными материалами.

Новизна выполненных исследований и полученных результатов

Научная новизна диссертационного исследования заключается в следующем:

На основании экспериментально полученных рК функциональных групп красителей установлены условия их твердофазной экстракции из безалкогольных напитков сорбентом $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ при рН 2 – 4, позволяющие достичь степени извлечения более 92 %.

Ценным является то, что впервые на основе сополимера диангирида 1,2,4,5-бензолтетракарбоновой кислоты с 4,4'-диаминодифенилоксидом получены полимеры с молекулярными отпечатками азокрасителей (E102, E110, E122, E123, E124); триарилметановых (E131, E133, E142), индигоидного (E132) и ксантенового (E127) красителей. Для этих полимеров с молекулярными отпечатками установлена лучшая сорбционная способность к синтетическим красителям, по сравнению с исходным полиимидом. Импринтинг-фактор (IF) для ПМО имеет значение $IF = 3.5 - 17.0$.

Не менее важным является то, что разработан способ определения синтетических красителей (E102, E110, E122, E123, E124, E127, E131, E132, E133) пьезоэлектрическими сенсорами, модифицированными полимерами с молекулярными отпечатками в жидких средах. Предел обнаружения для E102 составляет $7 \cdot 10^{-5}$ г/дм³, для E110 – $9 \cdot 10^{-5}$ г/дм³, для E122 – $2,2 \cdot 10^{-4}$ г/дм³, для E123 – $1,4 \cdot 10^{-3}$ г/дм³, для E124 – $2,2 \cdot 10^{-5}$ г/дм³, для E127 – $1 \cdot 10^{-3}$ г/дм³, для E131 – $4 \cdot 10^{-4}$ г/дм³, для E132 – $1,3 \cdot 10^{-3}$ г/дм³, для E133 – $1,2 \cdot 10^{-3}$ г/дм³.

Степень обоснованности и достоверности научных положений, выводов, рекомендаций и заключений

В диссертационной работе измерения выбранных параметров проводились с использованием точных методов исследования, что позволило получить надежные экспериментальные данные. ***Достоверность и надежность*** основных результатов работы сомнений не вызывает.

Научные положения, выводы и рекомендации, сформулированные в диссертационной работе Хальзовой С.А., обоснованы, достоверны и логично вытекают из полученных автором результатов исследования. Выводы соответствуют цели и поставленным задачам исследования.

Значимость результатов, полученных в диссертации, для науки и практики

Результаты выполненных исследований имеют большую практическую значимость при определении синтетических красителей в безалкогольных напитках. Следует отметить, что предложенный способ извлечения синтетических красителей из безалкогольных напитков на сорбенте оксиде алюминия, при заданных значениях pH (2-4), позволяет расширить возможности твердофазной экстракции пигментов из пищевых матриц. Разработанные и апробированные пьезоэлектрические сенсоры на основе полимеров с молекулярными отпечатками отличаются высокой избирательностью к синтетическим красителям при их определении в безалкогольных напитках.

Общая характеристика диссертационной работы

Диссертационная работа Хальзовой С.А. написана четким, профессиональным языком, аккуратно оформлена и включает введение, четыре главы, заключения к каждой главе, выводы, список сокращений и условных обозначений, список литературы (203 наименования) и приложение. Работа изложена на 156 страницах, содержит 66 рисунков и 32 таблицы. Исходя из глубокой проработки и осмысления литературных данных, автором очень четко сформулированы задачи диссертационной работы применительно к объектам исследования. Для решения поставленных задач диссертантом предложен способ извлечения синтетических красителей из безалкогольных напитков, разработаны и апробированы пьезоэлектрические сенсоры на основе полимеров с молекулярными отпечатками.

Следует отметить большой объем экспериментальных исследований, проведенных соискателем при выполнении диссертационной работы.

Каждой главе сопутствует заключение, которое резюмирует теоретические и экспериментальные результаты исследования. Содержание диссертации полностью отражено в автореферате и публикациях. Представленная работа направлена на решение важных вопросов аналитической химии.

Апробация работы и публикации

Результаты исследований Хальзовой С.А. опубликованы в 21 работе, в числе которых 6 статей в ведущих рецензируемых научных журналах и изданиях, рекомендованных ВАК Минобрнауки РФ и 15 тезисах докладов. Основные положения и результаты диссертационной работы доложены на международных и всероссийских конференциях. Следует отметить, что представленные результаты диссертационной работы были получены при выполнении Федеральной целевой программы и в рамках базовой части государственного задания.

Замечания и вопросы по диссертационной работе

1. В тексте диссертационной работы обнаружены пунктуационные и орфографические погрешности, опечатки на стр. 16, 21, 24, 27, 38, 41, 43, 67.
2. В п. 2.3. указано, что при экстракции синтетических красителей pH исследуемого раствора доводили до нужного значения. А какое значение pH требовалось - не указано.
3. При определении красителей методом ТСХ в качестве элюента использовалась смесь бутанол - этилацетат - ледяная уксусная кислота - вода в соотношении 5:3:3:3. Чем обусловлен выбор такой смеси? Автором самостоятельно подобран элюент или опираясь на литературные данные?
4. Из текста диссертации осталось неясным с какой целью определяли относительный сдвиг частоты. Недостаточно ли проводить измерения частоты колебаний сенсора с дистиллированной водой после регенерации сенсора?
5. Чем обоснован выбор соотношения (3:2) предполимеризационной смеси (АД-9103 и раствора красителя) при получении полимеров с молекулярными отпечатками? Были ли апробированы другие соотношения?
6. Каким образом контролировали процесс сорбции синтетических красителей полимерами с молекулярными отпечатками?

7. Как рассчитывались параметры пористой структуры полимерных пленок?
8. Какие соотношения предполимеризационная смесь - темплат были экспериментально изучены при нековалентном импринтинге?
9. Как можно объяснить более высокое значение относительного стандартного отклонения для концентраций на уровне 0,01 по сравнению с 0,001 для отдельных красителей в табл. 4.3., стр. 96?

Сделанные замечания не снижают общую положительную оценку представленной к защите диссертации.

По научной новизне, практической значимости и объему выполненных исследований диссертационная работа Хальзовой Светланы Александровны соответствует требованиям п. 9 «Положения о порядке присуждения ученых степеней», утвержденного Постановлением Правительства Российской Федерации от 24.09.2013 года № 842, предъявляемым к научно-квалификационной работе на соискание ученой степени кандидата наук, а её автор заслуживает присуждения искомой степени по специальности 02.00.02 – аналитическая химия.

Официальный оппонент

Ведущий научный сотрудник кафедры
химии и технологии органических
соединений азота ФГБОУ ВО
«Самарский государственный
технический университет», кандидат
химических наук

4.03.18

Н.В. Никитченко

Никитченко Наталья Викторовна



Подпись *Никитченко Н.В.* _____
Ученый секретарь федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Самарский государственный технический университет»
Ю.А. Малиновская

ФГБОУ ВО «Самарский государственный
технический университет»,
443100, Россия, г. Самара, ул. Молодогвардейская, д. 244
тел.: (846) 278-43-11,
Факс: (846) 278-44-00
E-mail: rector@samgtu.ru
Кафедра химии и технологии органических соединений азота: тел.: (846) 337-08-89
E-mail: nvnikitchenko@gmail.com