

ОТЗЫВ

на автореферат диссертационной работы **ПАРИЙЧУК Нины Владимировны** на тему «Парофазный газохроматографический анализ летучих компонентов лекарственного растительного сырья и фитопрепаратов», представленной на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 – Аналитическая химия

Отдельные примеры газохроматографического анализа газовой фазы (ПФА), находящейся в контакте с образцами эфиромасличных растений и препаратами из них были известны и до работы Н.В. Парийчук. Однако безусловной заслугой ее диссертации представляется именно целенаправленная и систематическая характеристика такого подхода. Актуальность темы несомненна – упрощение операций подготовки проб, что однозначно определяет цель и задачи работы (изложены в автореферате), а также ее практическую значимость. Ближайшим аналогом ПФА является техника Purge & Trap, сложность и трудоемкость которой несравнимо выше. Научную новизну работы и ее теоретическую значимость можно связать с еще не решенными вопросами ПФА твердых образцов, что представляет существенно *большие* сложности, нежели растворов. Положения, выносимые на защиту, согласованы с выводами и отражены в публикациях по теме работы, число которых вполне достаточно для кандидатской диссертации (четыре статьи, три патента и 14 тезисов докладов на конференциях разного уровня).

Именно актуальность темы определяет заметное количество вопросов по работе, часть из которых отражена в настоящем отзыве. Так, одним из ключевых положений работы является утверждение о *равновесном* характере паровой фазы (неоднократно упоминается в разных местах автореферата). Однако известно, что при ПФА *твердых* образцов равновесие чаще всего недостижимо. Кроме того, в рассматриваемой работе ПФА проводили в интервале температур от 30 до 140°C (стр. 8) и не для какого-либо одного компонента, а для сложных смесей. Следовательно, предположение о равновесном характере паровой фазы требует доказательств для каждой температуры и для каждого компонента. Кроме того, можно представить себе случай, когда для наиболее летучих компонентов оно достигается, а для веществ средней летучести – нет. Если же равновесие не доказано, то корректнее использовать термин «статический ПФА».

Идентификация летучих компонентов базируется не только на масс-спектрах, но и на газохроматографических индексах удерживания на идентичных по полярности фазах RTX-5 и HP-5 MS, что обеспечивает существенно *большую* надежность результатов. Однако при описании в автореферате 2-й главы диссертации (стр. 6) ни слова не написано про детали определения индексов удерживания, а

именно, как осуществляли дозирование в хроматографическую колонку реперных *n*-алканов, в том числе одновременно газообразных и жидких при нормальных условиях. Отсутствие этой важнейшей информации оставляет читателя в некотором недоумении.

Почему на Рис. 1 представлены зависимости числа пиков от температуры и времени газовой экстракции? Не логичнее было бы рассмотреть зависимости, например, суммарной площади пиков от тех же аргументов?

Рис. 2 отражает достаточно сложные зависимости относительных площадей пиков разных компонентов от температуры. При этом не упомянута одна важная деталь, а именно как получены эти зависимости: последовательно для одного и того же образца или же независимо для разных образцов. Под влиянием этого фактора вид подобных зависимостей и характер их интерпретации могут существенно различаться.

В Табл. 1 на стр. 9 (для нее ошибочно указано № 2), а также в Табл. 2-4 приведены относительные площади пиков отдельных компонентов. К сожалению, ни в одном случае не указаны характеристики воспроизводимости этих величин (стандартные отклонения). Во-первых, это создает впечатление однократности измерений. Во-вторых, оценки стандартных отклонений сразу бы указали на недопустимость приведения 3-4 значащих цифр в этих данных. Например, как могут относительные площади пиков, например, альфа-пинена (Табл. 2) воспроизводиться с точностью до *сотых* долей процента (указаны значения 9.04, 6.65, 15.25, 5.27, 18.19, 13.47, 20.38%)? То же для чисел в других таблицах.

Самой большой интригой работы является обнаружение в паровой фазе весьма низкокипящих соединений: метилвинилового эфира ($T_{\text{кип}} 5.5^{\circ}\text{C}$), этанала ($T_{\text{кип}} 20.2^{\circ}\text{C}$) и диметилсульфида ($T_{\text{кип}} 37.3^{\circ}\text{C}$), относительное содержание которого в паровой фазе достигает 13.7% (Табл. 2) и 8.0% (Табл. 3). Возникает вопрос, при какой температуре сушат растительное сырье, как долго его хранят и почему при этом столь летучие компоненты не теряются? Во-вторых, диметилсульфид обладает специфическими органолептическими характеристиками, проще говоря, отвратительным запахом и крайне низким пределом его восприятия. Можно ли бы этот запах почувствовать, а при необходимости, и смоделировать, смешав идентифицированные компоненты в установленной в работе пропорции?

Из других погрешностей можно упомянуть неточность цитирования руководства А.Г. Витенберга на стр. 3 (потеряна фамилия еще одного автора монографии). Про хроматограммы утверждается, что они содержат те или иные соединения (неоднократно встречается в тексте), тогда как они содержат *пики* этих соединений.

Автор отзыва хотел бы специально подчеркнуть, что перечисленное следует классифицировать не столько как замечания, влияющие на характер и важность полученных результатов, а именно как *вопросы* к автору диссертации, на которые нужно ответить в ходе защиты. В целом же, на основании автореферата вполне можно утверждать, что Н.В. Парийчук выполнена большая работа, которая по своей актуальности, научной новизне и практической значимости соответствует требованиям п. 9 «Положения о порядке присуждения ученых степеней», утвержденного Постановлением Правительства РФ от 24.09.2013 г. № 842 с изменениями от 21 апреля 2016 г. № 335. **Соискатель – Нина Владимировна Парийчук – заслуживает присуждения ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 – Аналитическая химия.**

ЗЕНКЕВИЧ Игорь Георгиевич

докт. хим. наук, профессор



Профессор Института химии Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Санкт-Петербургский государственный университет»

Адрес: Университетский проспект 26, С-Петербург 198504

Тел. (служ.) (812) 428-4045, E-mail: izenkevich@yandex.ru

Специальность, по которой защищена докторская диссертация:
02.00.03 – Органическая химия

ЛИЧНУЮ ПОДПИСЬ ЗАВЕРЯЮ

НАЧАЛЬНИК ОТДЕЛА КАДРОВ №3

Н. И.



02.02.2019

ДОКУМЕНТ
ПОДГОТОВЛЕН
ПО ЛИЧНОЙ
ИНИЦИАТИВЕ

Текст документа размещен
в открытом доступе
на сайте СПбГУ по адресу
<http://spbu.ru/science/expert.html>