

Отзыв
официального оппонента
на диссертационную работу Морозовой Татьяны Евгеньевны
«Хроматографический анализ сложных гетерогенных сред в условиях
нелинейного отклика систем», представленную на соискание ученой
степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 –
аналитическая химия

Современный этап развития хроматографического анализа связан с разделением и количественным определением компонентов в сложнейших по составу объектах и связан не только с динамично развивающимся направлением разработки новых сорбентов и способов детектирования аналитических сигналов, но и с совершенствованием подходов к получению результатов измерений, способам их обработки и интерпретации, к повышению достоверности и точности количественного определения в целом.

Общепринятые и вошедшие в рутинную практику методы количественного хроматографического анализа: абсолютная градуировка, внутренняя нормализация, внутренний стандарт, стандартная добавка, имеют известные трудности, например, при работе с матрицами, обладающими сорбционными свойствами, а также в условиях нелинейности детектирования.

Диссертантом изучены и критически проанализированы опубликованные достижения и теоретические положения других исследователей, занимающихся изучением различных методов количественного хроматографического анализа, особо подчеркнуты преимущества метода стандартной добавки при работе со сложными системами. В то же время отмечено, что использование варианта однократной стандартной добавки в таких случаях может приводить к значительным погрешностям результатов количественного определения, а вариант последовательных стандартных добавок, напротив, оказывается предпочтительным. Детальное изучение метода последовательных добавок в сочетании с последующей математической обработкой результатов применительно к системам с отчетливо выраженной зависимостью определяемых количество аналитов от масс добавок и стало основной темой исследования диссертанта. И тема эта, безусловно, очень актуальна.

Диссертационная работа, с одной стороны, продолжает начатую в период 1998-2006 гг. характеристику использования метода последовательных

стандартных добавок для определения соединений в матрицах, обладающих сорбционными свойствами. Именно в тот период исследований было установлено, что самой уникальной особенностью метода стандартных добавок по сравнению с другими является то, что он применим для определения суммарных содержаний целевых аналитов в гетерофазных системах по результатам анализа только одной из фаз до и после добавок. На практике это дает возможность выбирать ту фазу, которая, например, содержит меньшее количество мешающих сопутствующих или матричных веществ, или которая, менее токсична/безопасна в работе.

А с другой стороны, наиболее важным в диссертационной работе является дальнейшее развитие метода последовательных добавок.

Показано, что для выявления эффектов матрицы можно использовать разные варианты внесения добавок (одинаковые добавки последовательно к одной и той же пробе или добавки разной величины к серии идентичных параллельных проб), получаемые при этом характеристики различаются, что позволяет аналитику выбрать те критерии анализа, которые для него более важны: в первом случае проще набор экспериментальных данных и лучше линейность, тогда как второй оказывается более предпочтителен по критерию «задано-найдено», т.е. более точен.

Существенным дополнением к предложенным алгоритмам является доказанное автором расширение границ применимости метода последовательных стандартных добавок на условия нелинейности детектирования и недостаточной инертности хроматографических систем. Именно в таких условиях существует отчетливая зависимость определяемых количеств аналитов от масс добавок, проявляющаяся в искажениях форм хроматографических пиков, вариации условий измерений их площадей и пр. Автором выявлено, что наиболее информативным представлением измеренных результатов в этом случае являются не общепринятые координаты «аналитический сигнал – масса добавки», а «определяемое количество целевого аналита – масса добавки». Тем самым предложен новый алгоритм интерпретации результатов количественного хроматографического анализа методом последовательных стандартных добавок и впервые показано, что эти зависимости могут быть не только убывающими, но и возрастающими с необходимостью экстраполяции результатов на бесконечно большие величины добавок во втором случае.

Это, на мой взгляд, самый важный результат исследований диссертанта.

Однако, несмотря на имеющиеся многочисленные достоинства работы, в ней обнаруживаются и отдельные недостатки, которые серьёзно не влияют на представленные выводы и результаты.

1. В исследованиях не полностью нашел отражение вопрос о возможности использования разработанных алгоритмов в реальной практике. По-видимому, широкого распространения предложенных подходов в российской аналитической службе ждать не придется ввиду высокой трудоемкости при оценке границ их применимости, вероятной необходимости при смене объекта анализа заново уточнять используемые алгоритмы, в том числе математические, ввиду отсутствия готового программного обеспечения, позволяющего значимо упростить ситуацию. В то же время в узкопрофильных лабораториях, работающих со сложными типами проб и предъявляющих требования к высокой точности результатов измерений (особенно, в фармации), внедрение предложенных решений могло бы оказаться востребованным.

2. Предложенные диссертантом способы контроля инертности хроматографических систем по сравнению с использованием известных тест-смесей представляются более трудоемкими и в целом более сложными и вряд ли найдут широкое применение в аналитической хроматографической практике.

Впрочем, высказанные замечания не влияют на общее положительное впечатление от представляемой к защите работы. Результаты довольно оригинальны и обладают научной новизной, демонстрируют вклад автора в области совершенствования количественного хроматографического анализа. Это характеризует соискателя как вполне сложившегося исследователя, умеющего самостоятельно ставить и решать сложные химико-аналитические задачи.

Автореферат достаточно полно отражает полученные в ходе выполнения работы результаты. Выводы и научные положения обоснованы и достоверны. Основные результаты диссертации опубликованы в 7 статьях и 9 тезисах докладов.

Подводя общий итог, необходимо заключить, новые научные результаты, полученные диссертантом, имеют важное значение для дальнейшего развития и совершенствования количественного хроматографического анализа сложных смесей, а сама диссертация является законченной научно-квалификационной работой.

Рецензируемая диссертационная работа соответствует основным требованиям ВАК, предъявляемым к кандидатским диссертациям (п.9, «Положения о порядке присуждения ученых степеней» Правительства РФ №842 от 24 сентября 2013 г.), а автор, Татьяна Евгеньевна Морозова, заслуживает присуждения ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 – аналитическая химия.

Официальный оппонент

Руководитель отдела разработок, обучения и сервиса Группы компаний «Люмэкс», кандидат химических наук

Комарова /Н.В. Комарова/

Подпись официального оппонента заверяю

Руководитель отдела кадров «ООО Люмэкс-Маркетинг» (Группа компаний «Люмэкс»)

Бабкова /Т.Б. Бабкова/



14 октября 2014 г.