

## ОТЗЫВ

члена диссертационного совета на диссертацию Тимофеевой Ирины Игоревны на тему: «Новые способы микроэкстракционного концентрирования ксенобиотиков для их определения в пищевых продуктах», представленную на соискание ученой степени доктора наук по научной специальности 1.4.2. Аналитическая химия

В современных условиях все больше внимания уделяют контролю качества пищевых продуктов, как одному из ключевых факторов обеспечения безопасности жизни и здоровьесбережения населения. Поскольку продукты питания, как правило, представляют собой объекты сложного состава, их химический анализ сопряжен с необходимостью осуществления соответствующей пробоподготовки. От правильности, воспроизводимости, экспрессности и простоты проведения этого этапа во многом зависят результаты анализа и продуктивность всей аналитической процедуры в целом. Поэтому в настоящее время существует устойчивая потребность в создании новых приемов пробоподготовки пищевых продуктов, не только отвечающих достижению вышеуказанных характеристик, но и соответствующих современным требованиям экологической безопасности и ресурсоэффективности. Большое внимание также уделяется автоматизации процессов, что уменьшает нагрузку на персонал и снижает вероятность ошибок, обусловленных человеческим фактором.

В связи с этим тему рассматриваемой диссертационной работы, посвященной разработке новых подходов к микроэкстракционному выделению и концентрированию ксенобиотиков с применением наноматериалов и растворителей последнего поколения для определения целевых аналитов в жидких и твердофазных пробах пищевых продуктов спектральными и хроматографическими методами, несомненно, следует считать актуальной.

Научная новизна, теоретическая и практическая значимость диссертации И.И. Тимофеевой определяются тем, что в работе научно обоснованы и показаны аналитические возможности ряда новых экстракционных систем и материалов, перспективных с точки зрения повышения ресурсоэффективности методов выделения и концентрирования ксенобиотиков, и разработаны оригинальные способы определения приоритетных аналитов в пищевых продуктах. Эти способы базируются, в частности, на применении парофазной микроэкстракции и магнитных наночастиц, «зеленых» экстракционных систем на основе природных терпеноидов, экстрагентов с «переключаемой гидрофильностью», эвтектических растворителей, мицеллярных сред, в сочетании с эффективными приемами осуществления аналитической процедуры, в том числе в автоматизированном проточном варианте.

Достоверность полученных результатов подтверждается применением современных методов исследования, единообразием средств измерений, а также согласованностью между полученными результатами и данными литературы.



Научные положения, выдвигаемые в диссертации, выводы и рекомендации обоснованы и логически вытекают из полученных автором экспериментальных данных и их анализа, а также сопоставления с данными литературы.

Диссертационная работа изложена на 205 страницах текста, содержит 60 рисунков и 26 таблиц и состоит из введения, 6 глав, заключения и списка литературы. Результаты исследований прошли широкую апробацию. По материалам диссертации опубликовано 19 статей в научных журналах, входящих в библиографические базы данных РИНЦ, Scopus, Web of Science, в том числе 15 статей в журналах Q1.

Диссертационная работа И.И. Тимофеевой характеризуется рядом достоинств. Среди них можно выделить широту спектра представленных решений для определения ксенобиотиков, четкую направленность на соответствие принципам «зеленой» аналитической химии. Интересен вариант микроэкстракционного извлечения с диспергированием экстрагента углекислым газом, в котором использовали трехкомпонентный эвтектический растворитель, одновременно обеспечивающий извлечение аналитов и генерацию углекислого газа. Следует подчеркнуть, что ряд предлагаемых способов выделения и концентрирования ориентирован на непосредственную работу с суспендированными пробами, что значительно упрощает пробоподготовку.

По работе имеются некоторые замечания:

1. Ряд тезисов в разделах «Задачи работы», «Научная новизна» и «Положения, выносимые на защиту» высказаны слишком неконкретно. Например, «-разработать гидравлические схемы для автоматизации методов жидкостной микроэкстракции на принципах проточных методах» (в такой широкой формулировке задача была поставлена уже давно и существуют различные варианты ее решения, а что сделано конкретно в данной работе из данной фразы не просматривается); «Предложены «зеленые» экстракционные системы на основе природных терпеноидов для реализации экспрессной ДЖЖМЭ органических веществ» (в такой общей формулировке это сделано, например, также в работах А.Ю. Шишова); и некоторые другие. Следовало бы более четко определить сферу решаемых в данной работе проблем.

2. Некоторые вопросы приоритетов исследователей в сфере микроэкстракции стоило бы осветить в диссертации более мягко. Например, в разделе «Степень разработанности темы исследования» написано «До наших исследований не было опубликовано ни одной работы по применению экстрагентов с «переключаемой гидрофильностью» для задач контроля качества пищевых продуктов...» Но обычно приоритет исследователя определяется датой опубликования первой работы по заданной теме. Первая такая работа диссертанта опубликована в ноябре 2016 г. Однако удастся найти как минимум 4 статьи других авторов по этой же теме (DOI: 10.1007/s00216-013-7190-9; 10.1007/s00216-015-8457-0; 10.1039/C5JA00012B;



10.1016/j.asa.2015.06.021), опубликованных ранее, начиная с августа 2013 г, когда растворитель с переключаемой гидрофильностью уже был применен для экстракции и дериватизации триглицеридов из растительных масел. В разделе «Научная новизна» написано «Впервые изучена и обоснована возможность применения ферромагнитных наночастиц в парофазной микроэкстракции для выделения летучих веществ из жидких и твердофазных проб пищевых продуктов.» Судя по списку публикаций, это было опубликовано в ноябре 2018 г для пищевых добавок. Но еще в апреле 2017 уже была опубликована статья других авторов (DOI: 10.1016/j.asa.2017.04.002), где композиты магнитных наночастиц были использованы в схожем аспекте (в методе магнитной парофазной адсорбционной экстракции) для анализа жидких проб, в том числе минеральной воды.

3. Наночастицы оксида железа(II,III) диаметром 12–16 нм названы в работе ферромагнитными. Однако известно, что частицы магнетита такого размера проявляют не ферромагнитные, а суперпарамагнитные свойства, что, собственно, обеспечивает отсутствие остаточной намагниченности и легкость их ресуспендирования в растворе после магнитной сепарации. Отсутствие петли гистерезиса на кривых намагниченности, приведенных в работе [14] диссертанта, подтверждает суперпарамагнитные свойства изученных в диссертации образцов.

4. В табл. 22 с результатами определения офлоксацина, флероксацина и норфлоксацина в пробах воды почти все истинные значения введенной добавки лежат выше верхних границ доверительных интервалов, рассчитанных для доверительной вероятности 0.95. Можно ли в таком случае говорить о подтвержденной правильности предлагаемого способа определения? Ведь согласно общепринятому пониманию, правильность измерения – это близость к нулю его систематической погрешности, а здесь разница значима. Вероятно, лучше было бы не заявлять о правильности способа, а написать просто, что систематическая погрешность не превышает 20 %. А в идеале – выявить ее причину и учесть или устранить.

С учетом всего вышесказанного полагаю:

Содержание диссертации Тимофеевой Ирины Игоревны на тему: «Новые способы микроэкстракционного концентрирования ксенобиотиков для их определения в пищевых продуктах» соответствует специальности 1.4.2. Аналитическая химия;

Диссертация является научно-квалификационной работой, в которой на основании выполненных автором исследований разработаны теоретические положения, совокупность которых можно квалифицировать как научное достижение, либо решена научная проблема, имеющая важное политическое, социально-экономическое, культурное или хозяйственное значение, либо изложены новые научно обоснованные технические, технологические или иные решения, внедрение которых вносит значительный вклад в развитие страны.

Нарушений пунктов 9, 11 Порядка присуждения Санкт-Петербургским государственным университетом ученой степени доктора наук соискателем ученой степени мною не установлено.

Диссертация соответствует критериям, которым должны отвечать диссертации на соискание ученой степени доктора наук, установленным приказом от 19.11.2021 № 11181/1 «О порядке присуждения ученых степеней в Санкт-Петербургском государственном университете» и рекомендована к защите в СПбГУ.

Член диссертационного совета

Апери Владимир Владимирович,

доктор химических наук (02.00.02 – Аналитическая химия),

главный научный сотрудник кафедры аналитической химии химического факультета ФГБОУ ВО «Московский государственный университет имени М.В.Ломоносова»

119991, Москва, Ленинские горы, дом 1, строение 3, ГСП-1, МГУ, Химический факультет, кафедра аналитической химии; тел.: +7 (495) 939-46-08, e-mail: aperyari@mail.ru

05.02.2025 г.

