

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

Создание новой методологии выделения и концентрирования биологически активных веществ (БАВ) из объектов со сложной матрицей, к числу которых принадлежат пищевые продукты, относится к приоритетным направлениям развития современной аналитической химии. При этом актуальными трендами этого направления являются как понижение пределов обнаружения аналитов, так и обеспечение принципов экологичности анализа: миниатюризации, автоматизации, ухода от токсичных органических растворителей, а также сокращения пробоподготовки с использованием принципов проточных методов с высокой производительностью определений. В решении этих проблем многогранные перспективы для анализа пищевых продуктов открывают методы жидкостной микроэкстракции (ЖМЭ). В связи с вышеизложенным, цель диссертации Тимофеевой И.И., состоящая в 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, является *чрезвычайно актуальной, научно и практически значимой*.

Актуальность выполненных исследований также подтверждается присуждением автору премий Президента Российской Федерации в области науки и инноваций и Научного совета РАН по аналитической химии, молодежной премии Правительства Санкт-Петербурга, медали Японской ассоциации по проточным методам анализа, а также поддержкой исследований грантами РФФИ и РНФ.

Научная новизна диссертации определяется тем, что развитие методологии жидкостной микроэкстракции в анализе пищевых продуктов на основе поиска и изучения закономерностей использования перспективных экологически безопасных материалов и растворителей позволило разработать принципиально новые подходы к ее проведению, автоматизации, миниатюризации, повышению эффективности, избирательности и чувствительности определений БАВ в разнообразных продуктах животного и растительного происхождения.

Значительным достижением является систематическое изучение новых экстракционных систем в расширении возможностей ЖМЭ: использование природных терпеноидов в качестве экстрагентов для эффективного выделения БАВ из продуктов питания, экстрагентов с переключаемой гидрофильностью (высших карбоновых кислот и третичных аминов), супрамолекулярных экстракционных систем.

Успешно реализована мембранная микроэкстракция органических веществ из суспендированных проб, основанная на применении карбоновых кислот в качестве экстрагентов с переключаемой гидрофильностью, установлены закономерности массопереноса фторхинолонов на импрегнированные гидрофобные мембраны из сополимера тетрафторэтилена и винилиденфторида, полипропилена.

Для извлечения фторхинолонов из тканей животного происхождения использованы эвтектические растворители на основе карбоновой кислоты и терпеноидов, при этом

диспергирование фазы экстрагента осуществлено углекислым газом, который непосредственно образуется в процессе ЖМЭ. Предложенный подход обеспечил возможность автоматизации дисперсионной ЖМЭ на принципах циклического инъекционного анализа. Новые экстракционные системы на основе карбоновых кислот и первичных аминов, солей карбоновых кислот использованы для мицеллярной микроэкстракции пестицидов (диазинон, триадимефон, триадименол и бифентрин) из жидких и твердофазных проб, выделенные при этом фазы с низкой вязкостью позволили использовать последующее определение методами жидкостной и газовой хроматографии.

Важным результатом является расширение возможностей дисперсионной ЖМЭ без введения растворителя-диспергатора при использовании ментола за счет его фазовых переходов в процессе экстракции. Так, установлены условия селективного извлечения бензойной и сорбиновой кислот из фруктовых и ягодных соков, других безалкогольных напитков. При этом отсутствие необходимости в разбавлении, фильтрации и центрифугировании проб обеспечивает высокую экспрессность анализа. Примечательно, что разработан способ удаления диспергатора (дихлорметана) из экстракционной системы в процессе дисперсионной ЖМЭ, основанный на фазовом переходе диспергатора жидкость – газ, что позволило выполнять эффективное выделение и концентрирование фосфорорганических пестицидов (малатиона, диазинона и фозалона) из вин.

Диссертантом в рамках представленного исследования предложены новые гидравлические схемы для автоматизации мицеллярной, гомогенной и дисперсионной ЖМЭ БАВ, на основе этого разработаны новые высокочувствительные комбинированные методы, основанные на сочетании автоматизированных способов микроэкстракции и хроматографических методов анализа.

Другим немаловажным достижением в диссертации является применение ферромагнитных наночастиц в парофазной микроэкстракции для выделения летучих веществ из жидких и твердых проб пищевых продуктов. При этом разработаны новые способы статической и динамической парофазной микроэкстракции для концентрирования летучих аналитов (соединения селена, фенол, *o*-крезол, *p*-крезол и гваякол) из пищевых продуктов на магнитных наночастицах, что обеспечило достижение высоких степеней их извлечения.

Полученные диссертантом результаты *убедительно свидетельствуют о том, что поставленные задачи были успешно решены.*

Практическая значимость работы определяется тем, что разработана масштабная научно-методическая база использования микроэкстракционного концентрирования БАВ, открывающая новые возможности для реализации их эффективного контроля в пищевых продуктах. На основании сформулированных выводов и полученных результатов разработано 14 оригинальных способов микроэкстракции и последующего определения различных групп БАВ (антибактериальных лекарственных средств, пестицидов, консервантов, полициклических ароматических углеводородов, фенолов, микроэлементов) в продуктах растительного и животного происхождения, детском питании, алкогольных и безалкогольных напитках, биологически активных пищевых добавках хроматографическими (ВЭЖХ, ГЖХ) и спектральными методами. Предложенные подходы могут быть рекомендованы для использования в аналитических лабораториях соответствующего профиля и в химико-токсикологическом анализе.

Достоверность результатов диссертации подтверждена применением современных методов исследования (ВЭЖХ с диодно-матричным, флуоресцентным и масс-спектральным детектированием, газовая хроматография с ПИД и МС, ИК-Фурье-спектроскопия, атомно-абсорбционный анализ, электронная микроскопия, проточный анализ), статистической обработкой экспериментальных данных. Результаты исследований прошли широкую апробацию на профильных конференциях Всероссийского и международного уровня. Результаты опубликованы в 19 статьях (в том числе 5 обзорных) в международных рецензируемых журналах преимущественно первого квартала (Q1). Достоверность выводов и личный вклад автора сомнений не вызывают.

Возражений принципиального характера к диссертации не имеется. Однако к числу замечаний и пожеланий можно отнести следующее:

1. При проведении пробоподготовки пищевых продуктов, помимо предложенных автором, использовались ли стандартизированные методики? Необходимо было привести ссылки на соответствующие нормативные документы.

2. Чем руководствовались при выборе групп соединений и конкретных их представителей – контаминатов пищевых продуктов?

3. Встречаются отклонения от правил оформления (нет нумерации формул, перенос таблиц на последующую страницу на с. 84,116,128,139,148,154).

Вышеуказанные замечания не влияют на общую положительную оценку диссертационной работы и не снижают ее научной, прикладной значимости. 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 новое весомое научное достижение в развитии теории и практики методов жидкостной микроэкстракции. 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

доктор химических наук (15.00.02 - Фармацевтическая химия, фармакогнозия), профессор, профессор кафедры аналитической химии, сертификации и контроля качества федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Казанский национальный исследовательский технологический университет»

Гармонов Сергей Юрьевич

420015, г. Казань, ул. Карла Маркса, 68

Тел.: 8(843) 231-89-10

E-mail: GarmonovSYu@corp.knrtu.ru

Подпись <i>Гармонов С.Ю.</i>
<p>удостоверяю. Начальник управления организационного и кадрового развития ФГБОУ ВО «КНИТУ»</p>
<p><i>И.Ш. Харисов</i> « 24 » 02 20 25 г.</p>