

«УТВЕРЖДАЮ»

Проректор по науке, инновациям и
цифровизации федерального
государственного бюджетного
образовательного учреждения
высшего образования

«Воронежский государственный
университет»

д.ф.-м.н., доц. Д.В. Костин

«10» июня 2024 г.



ОТЗЫВ

ведущей организации федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Воронежский государственный университет» на диссертационную работу Казимировой Ксении Олеговны на тему «Концентрирование и определение пищевых азокрасителей с применением наночастиц магнетита, модифицированных полиэлектролитами», представленную на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности

1.4.2. Аналитическая химия

Актуальность диссертационного исследования.

Синтетические красители широко используют в текстильной, пищевой, косметической, фармацевтической отраслях промышленности. Однако по результатам токсикологических исследований, полученным за последнее время, они могут представлять опасность для здоровья человека. Так, по параметрам острой пероральной токсичности синтетические пищевые красители относят к 3-му и 4-му классам опасности и в зависимости от дозы они могут вызвать нежелательные эффекты.

В связи с этим контроль содержания синтетических красителей в продуктах питания особенно важен, а разработка способов анализа в последние годы является одной из актуальных тем исследований. Также стоит отметить, что в результате хозяйственной деятельности человека красители могут попадать в сточные воды, из которых их следует удалять.

Для удаления красителей из сточных вод, а также при определении их различными методами часто требуется использовать стадию концентрирования.

Одним из широко распространенных методов концентрирования является твердофазная экстракция (ТФЭ). Существенный недостаток этого метода обычно заключается в больших затратах времени на отделение сорбента от матричного раствора. Использование в качестве сорбента магнитных наночастиц (МНЧ) оксидов железа позволяет избежать этого недостатка традиционных вариантов ТФЭ. В связи с этим метод магнитной твердофазной экстракции (МТФЭ) перспективен как для очистки сточных вод от загрязнителей, так и для концентрирования следов определяемых веществ в аналитической химии и, в частности, может быть использован для сорбции пищевых азокрасителей. Применяемые в работе подходы к управлению процессом сорбции за счет подбора модификатора поверхности МНЧ позволяют улучшить аналитические характеристики предлагаемых методик, сократить время анализа.

Научная новизна диссертационной работы.

Проведено сравнение размера, состава, структуры, магнитных свойств и дзета-потенциала МНЧ магнетита, покрытых катионными модификаторами: полиэтиленимином, хитозаном, полиакриловой кислотой, бромидом цетилтриметиламмония.

Установлен характер влияния рН среды, времени контакта фаз, массы сорбента, начальной концентрации красителя на его сорбцию модифицированными МНЧ и десорбцию. Определены степени извлечения, коэффициенты распределения и концентрирования, обоснованы перспективы применения МНЧ для извлечения других классов красителей.

Оценены равновесные и кинетические характеристики сорбции азокрасителей, установлено соответствие известным моделям равновесия и кинетики сорбции. Предложен механизм процесса; дано сравнение сорбционной емкости модифицированных сорбентов.

Разработаны способы сорбционно-спектрофотометрического и сорбционно-хроматографического определения пищевых азокрасителей. Предложен хемометрический подход для сорбционно-

спектрофотометрического определения пищевых азокрасителей в их смеси после десорбции.

Практическая значимость представленного исследования заключалась в разработке методик извлечения и концентрирования азокрасителей, основанных на варьировании модификации поверхности наночастиц магнетита, которые могут быть использованы как в анализе, так и в очистке сточных вод.

Предложено проводить концентрирование на магнитных наночастицах, что позволяет отделять сорбент от водной матрицы в течение нескольких десятков секунд.

Обоснована методология варьирования условий сорбции красителей, основанная на изменении природы модификатора.

Объем и структура диссертационной работы. Диссертационная работа изложена на 189 страницах текста с приложением, содержит 53 рисунка и 36 таблиц. Она состоит из введения, пяти глав, включая обзор литературы, экспериментальную часть и три главы, в которых излагаются и обсуждаются основные полученные в работе результаты, а также перспективы работы, заключения и списка литературы, включающего 200 источников. Приведенные в работе подробные сведения о проведенных исследованиях, обработке данных, описания рисунков и таблиц не позволяют сомневаться в качестве и достоверности полученных результатов. Сами результаты грамотно и всесторонне обсуждены с привлечением специальных знаний из области аналитической химии и других областей химии. Трактовка полученных результатов соответствует современным представлениям в области аналитической химии сорбционных процессов с применением наночастиц и наноматериалов. Научные положения, выдвигаемые в диссертации, выводы и рекомендации надежно обоснованы и не вызывают сомнения. Диссертация обладает внутренним единством, написана ясным языком, отражает высокую квалификацию автора и хорошо оформлена.

Достоверность результатов диссертации подтверждена применением современных методов исследования: ИК-спектроскопии, спектроскопии в УФ- и видимой областях, рентгеновской дифракции, просвечивающей электронной микроскопии, в том числе высокого разрешения, метода динамического и электрофоретического светорассеяния, высокоэффективной

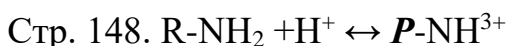
жидкостной хроматографии с УФ-детектированием, потенциометрии, порометрии, магнитометрии, использованием различных методов и моделей сорбции, статистической обработкой экспериментальных данных, применением хемометрического подхода, а также согласованностью полученных результатов между собой и с литературными данными.

Представленные в диссертационной работе результаты исследований прошли обширную апробацию на 19 конференциях всероссийского и международного уровня. Основные результаты диссертационного исследования опубликованы в 38 работах, из них 6 статей в журналах, рекомендуемых ВАК, 7 статей в сборниках, индексируемых в РИНЦ, 25 тезисов докладов. Значимость проведенных исследований подтверждается их широкой поддержкой в рамках грантов РФФИ и РНФ.

Вместе с тем, по работе имеются следующие **замечания и вопросы**:

1. Сколько циклов сорбции-десорбции можно провести с использованием магнитного сорбента?
2. Как проводили пробоподготовку пастилок «Доктор МОМ» для определения пищевых азокрасителей?
3. стр. 60. Абзац *влияния массы сорбента* ...разбавляли буферным раствором с необходимым значением рН... Каким необходимым значением рН?
4. стр.62. Табл.2.2. Для красителей E110 и E122 не указаны значения рН.
5. стр. 128. Требуется пояснение, что означают цифры ...для 10.4 (МО), 11.3 (МЖ), 9.5 (ХИ)...?
6. стр.136. Условия проведения десорбции для азокрасителей E102, E110, E122 и E124 выбраны на основе результатов эксперимента по десорбции E129 и E151. Чем это обусловлено?
7. стр.157. Табл.5.2. При анализе таблеток указана разная размерность мг/г и мг/л.
8. По тексту также встречаются опечатки:
 - Стр.6. E102-татразин
 - Стр.30. Исследователи в достигли...
 - Стр.41. Второй абзац снизу ...наногубок...
 - Стр.114. ...У Тр-0... Хотя до этого речь шла о Тр-000.

Стр. 148. Механизм адсорбции сульфосодержащих красителей на МНЧ, модифицированных ХТЗ, ПЭИ и ЦТА, *основан комплексе взаимодействий...*



Следует при этом подчеркнуть, что сделанные замечания не влияют на общую положительную оценку диссертационной работы К.О. Казимировой и не снижают ее научной и прикладной значимости.

С работой целесообразно ознакомить такие вузы и научные центры, как МГУ им. М.В. Ломоносова (г. Москва), Казанский (Приволжский) федеральный университет (г. Казань), Казанский национальный исследовательский технологический университет (г. Казань), Химико-технологический институт Уральского федерального университета имени первого президента России Б.Н. Ельцина (г. Екатеринбург), Воронежский государственный университет (г. Воронеж), Липецкий государственный технический университет (г. Липецк), Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН (ГЕОХИ РАН, г. Москва), Институт физической химии и электрохимии им. А.Н. Фрумкина РАН (г. Москва), ФГБУН Федеральный исследовательский центр "Институт общей физики им. А.М. Прохорова РАН" (г. Москва) и др.

Результаты диссертационного исследования, в частности, представляют интерес для специалистов, выполняющих исследования в области аналитической химии и занимающихся проблемами сорбции, концентрирования, а также очистки сточных вод от красителей. Диссертация соответствует паспорту специальности «Аналитическая химия», в частности пунктам 1. «Теория методов аналитической химии», 8. «Методы маскирования, разделения и концентрирования», 10. «Анализ органических веществ и материалов», 13. «Анализ пищевых продуктов». Диссертационная работа Казимировой Ксении Олеговны является законченной научно-квалификационной работой, в которой содержится решение научной задачи, имеющей значение для развития аналитической химии в области сорбции и концентрирования с применением нанообъектов. Диссертация соответствует требованиям п. 9–11, 13, 14 «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденного Постановлением Правительства РФ № 842 от 24 сентября 2013 г (в действующей редакции), предъявляемым к диссертациям на

соискание ученой степени кандидата наук, а ее автор, Казиминова Ксения Олеговна, заслуживает присуждения ученой степени кандидата химических наук по специальности 1.4.2. Аналитическая химия.

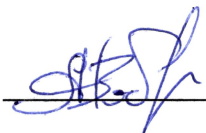
Отзыв подготовил:

профессор кафедры аналитической химии

химического факультета ВГУ,

доктор химических наук (специальность 02.00.02 – аналитическая химия)

профессор

 (Александр Николаевич Зяблов)

Отзыв заслушан и утвержден на заседании кафедры аналитической химии химического факультета Воронежского государственного университета, протокол заседания № 1002-07 от 5 июня 2024 г.

Заведующий кафедрой аналитической химии

химического факультета ВГУ,

к.х.н., доцент

 (Татьяна Викторовна Елисеева)

Почтовый адрес: 394018 г. Воронеж, Университетская пл., 1, ФГБОУ ВО "ВГУ", кафедра аналитической химии

Телефон: (473)220-84-04

(473)220-87-97

Электронная почта: alex-n-z@yandex.ru

