

Отзыв официального оппонента

на диссертацию Казимировой Ксении Олеговны «КОНЦЕНТРИРОВАНИЕ И ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПИЩЕВЫХ АЗОКРАСИТЕЛЕЙ С ПРИМЕНЕНИЕМ НАНОЧАСТИЦ МАГНЕТИТА, МОДИФИЦИРОВАННЫХ ПОЛИЭЛЕКТРОЛИТАМИ»,

представленной

на соискание ученой степени кандидата химических наук
по специальности 1.4.2 – аналитическая химия

Работа К.О. Казимировой посвящена развитию методов определения пищевых азокрасителей, которые являются нормируемыми компонентами в пищевых и фармацевтических объектах. В силу сложности состава этих объектов в их анализе часто используется предварительное концентрирование с использованием твердофазных экстрагентов. Для совершенствования этой стадии анализа диссертантом использованы магнитные сорбционные материалы, свойства которых позволяют сократить продолжительность концентрирования и в сочетании со спектрофотометрическим определением обеспечить не только большую экспрессность, но и требуемые метрологические характеристики анализа. Основное внимание в работе уделено изучению физико-химических свойств магнитных сорбентов, модифицированных полиэлектролитами, и выявлению закономерностей сорбционного взаимодействия этих материалов с азокрасителями различной структуры. Актуальность и новизна работы не вызывают сомнения. Практическую значимость работы составляют методики сорбционно-спектрофотометрического и сорбционно-хроматографического определения азокрасителей, разработанные на основе выполненных исследований.

Для представленной работы характерны обоснованность выбора методов исследования, логичность построения эксперимента, хорошее изложение материала. В литературном обзоре (глава 1) очень подробно проанализированы данные по некоторым способам получения наноразмерных частиц магнетита (МНЧ), их модифицированию и

применению МНЧ в качестве сорбентов для извлечения пищевых синтетических красителей; эти данные суммированы в табл.1, но вынесены в Приложение. В главе 2 перечислено применяемое в работе оборудование, посуда, реактивы, аппаратура и методики исследований.

В третьей главе рассмотрены основные физико-химические характеристики синтезированных материалов до и после модификации полиэлектролитами и ПАВ; некоторые из этих данных можно было бы использовать для выбора условий получения модифицированных МНЧ. В главе 4 обоснован выбор красителей, рассмотренных в данном исследовании, и приведены результаты изучения сорбционных свойств модифицированных МНЧ. Исследовано влияние ряда факторов на извлечение аналитов (рН среды, времени контакта фаз, массы сорбента, концентрации и структуры красителей) и найдены закономерности их взаимодействия с полученными сорбционными материалами, обусловленные структурой молекул красителей. В главе 5 рассмотрены аналитические возможности разработанных методик определения азокрасителей и приведены результаты анализа напитков, их содержащих, сорбционно-спектрофотометрическим и сорбционно-хроматографическим методами. Показана возможность отдельного определения красителей в смеси после десорбции сорбционно-спектрофотометрическим методом с применением хемометрического подхода.

Обозначены перспективы дальнейших исследований в этой области.

Полученные автором результаты представлены на ряде крупных конференций и опубликованы в ведущих отечественных журналах.

Большой объем экспериментальных данных, приведенных диссертантом, оставляет место для вопросов и замечаний.

1. В результате модифицирования получены материалы с частицами меньшего размера (4-6 нм), чем НЧ исходного магнетита (7-10 нм). Какова толщина оболочки модифицированных МНЧ и структура сорбционного слоя? В чем автор видит причины различий величин

площади поверхности и объема пор частиц (а скорее, их агломератов) при использовании различных агентов?

Что собой представляет оригинальная установка, на которой проводили синтез?

2. В главе 2 говорится о совмещении стадий синтеза МНЧ и их модификации, но автор ошибочно называет синтез одностадийным (one-pot синтез). На первой стадии получали магнетит, на второй проводили модифицирование.

При исследовании сорбционных свойств обычно рассматривают зависимость степени извлечения от соотношения $V:m$, а не от каждого из этих параметров.

3. Чем автор объясняет медленную десорбцию красителей с сорбентов (табл. 4.6), если «основными движущими силами сорбции сульфосодержащих красителей на катионных полиэлектролитах, как показано в работе, являются электростатические»?
4. Несмотря на утверждение об ускорении процедуры отделения сорбента путем магнитной сепарации, конкретные сравнительные данные в работе не приведены; между тем, скорость отмагничивания сильно замедляется с уменьшением размеров частиц.
5. Содержание красителей в объектах, выбранных для иллюстрации аналитических возможностей методик, на несколько порядков превышает достигнутые авторами пределы определения (нг/мл), что не позволяет полностью выявить достоинства предложенных подходов.

Высказанные замечания не снижают общую положительную оценку представленной работы. По содержанию, объему выполненных исследований, уровню их обсуждения, актуальности решаемых задач, научной новизне и практической значимости диссертация К.О. Казимировой полностью соответствует требованиям п.п. 9-11, 13, 14 «Положения о

присуждении ученых степеней», утвержденного Постановлением № 842
Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 года (в
действующей редакции), а ее автор заслуживает присуждения ученой
степени кандидата химических наук по специальности 1.4.2 – аналитическая
химия.

Доктор химических наук
(специальность 02.00.02 – аналитическая химия),
главный научный сотрудник,
зав. лабораторией геохимии и аналитической химии
благородных металлов ГЕОХИ РАН

10.06.24

Кубракова
Ирина Витальевна

Федеральное Государственное Бюджетное Учреждение Науки
Институт геохимии и аналитической химии
им. В.И. Вернадского Российской Академии Наук
119991, г. Москва, ул. Косыгина, дом 19,
<http://www.geokhi.ru>
Тел. +7-499-137-83-97, E-mail: kubrakova@geokhi.ru

