

ОТЗЫВ

на автореферат диссертации Цыгулёвой Эльмиры Иршатовны на тему «Мицеллярно-экстракционное концентрирование и тест-определение фенола и некоторых его производных», представленной в диссертационный совет Д 24.2.392.03 на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности 1.4.2. Аналитическая химия

Данное диссертационное исследование нацелено на разработку новых способов концентрирования фенольных соединений, являющихся опасными токсикантами. В природных и сточных водах определяют (как порознь, так и суммарно) микроколичества фенолов, причем во многих случаях необходимо их предварительное концентрирование. Новым способом концентрирования фенолов является мицеллярная экстракция (*cloud point extraction*), этот метод имеет существенные преимущества по сравнению с традиционными способами концентрирования, основанными на применении органических экстрагентов, но химико-аналитические аспекты мицеллярной экстракции изучены совершенно недостаточно. Не ясно, какие именно поверхностно-активные вещества обеспечивают достаточно полное извлечение фенолов; какие экстракционные реагенты лучше использовать для предварительного перевода фенолов в интенсивно окрашенные и хорошо экстрагируемые производные; можно ли таким способом определять суммарные содержания разных фенолов; можно ли отдельно определять разные фенолы, не используя ВЭЖХ. Работа Э.А. Цыгулевой направлена на решение именно этих вопросов, весьма важных в практическом отношении. Актуальность тематики и практическая направленность данного диссертационного исследования очевидны. Несомненна и научная новизна этой работы, причем она не сводится к пунктам, перечисленным в автореферате (с.4). В частности, диссертант выявил возможность практически полного извлечения разных фенолов в одну и ту же мицеллярную фазу, что открывает возможность точного определения их суммарного содержания. Насколько мне известно, ранее этот способ концентрирования фенолов в групповом анализе не использовался. Желательно развивать исследования в этом направлении, а для этого разработать соответствующие методики группового анализа и проверить их на фенольных смесях известного состава и водах разного типа. Соответствующие методики очень нужны гидрохимическим лабораториям, поскольку традиционные методики определения фенольного индекса дают очень неточные результаты.

Тематика и содержание данной диссертационной работы полностью отвечают паспорту специальности «Аналитическая химия» (пункты 2,4,5,8). Выполнен логично построенный и большой по объему эксперимент. Использована аппаратура и реактивы, адекватные решаемым задачам. Достоверность результатов не вызывает сомнений, выводы и положения, вынесенные на защиту, сформулированы довольно четко. Но в «Выводах» следовало бы указать, какие именно ПАВ и какие именно экстракционные реагенты (из множества изученных автором) обеспечивают лучшие результаты анализа (замечание 1).

Заявленную цель исследований – разработку способов мицеллярно-экстракционного концентрирования окрашенных производных фенола и его замещенных для спектрофотометрического и тест-определения – можно считать достигнутой; поставленные автором частные задачи в основном решены. Разработаны оригинальные способы мицеллярно-экстракционного концентрирования ряда индивидуальных фенольных соединений и их последующего спектрофотометрического и цветометрического определения. Предложены тест-средства для определения разных фенолов с применением цифровых технологий. Диссертант экспериментально проверил и сопоставил разные способы получения аналитических форм фенольных соединений. Однако по этой части автореферата есть ряд замечаний.

1) недостаточно освещена методика эксперимента. Не ясно, как проводилось разделение фаз, успевало ли установиться межфазное равновесие, проводились ли повторные экстракции. Не приведены коэффициенты концентрирования и коэффициенты распределения разных фенолов.

Вероятно, эти данные есть в тексте диссертации и в опубликованных работах диссертанта, но их следовало привести и в автореферате (замечание 2);

2) диссертант считает применение реакции Фолина-Чокальтеу одним из способов дериватизации фенолов (с.9 автореферата). Но появляющиеся в ходе этой реакции окрашенные вещества (гетерополисоединения) образуются не из фенолов, а из реагента-окислителя! То есть *способ 3 – это не способ дериватизации аналитов (как способы 1 и 2), а способ их замещения* (замечание 3). *Есть и другие терминологические ошибки.* Так, автор выносит на защиту способы определения фенола методами колориметрии, тогда как никаких сведений о применении визуальной или инструментальной колориметрии в автореферате нет, использованы совсем другие методы – спектрофотометрия и цветометрия.

3) диссертант считает, что способ дериватизации, основанный на проведении реакций диазотирования и азосочетания, непригоден для спектрофотометрического определения фенолов в водах (без экстракции), поскольку азосоединения малорастворимы в воде (с.10 автореферата). *Это утверждение не только слишком категорично и не подтверждено экспериментальными данными, но и не согласуется с наличием и практическим применением ряда хороших методик определения микроколичеств фенолов в водных растворах в виде азокрасителей* (замечание 4). Более того, по нашим данным, такие методики даже без экстракции дают гораздо лучшие результаты определения фенолов чем методики, основанные на применении 4-аминоантипирина или реактива Фолина-Чокальтеу, особенно с учетом селективности сопоставляемых реакций. Дело в том, что при определении микроколичеств фенолов концентрации образующихся азокрасителей малы, они не превышают равновесной растворимости этих соединений. Поэтому разбавленные водные растворы азокрасителей являются гомогенными и достаточно устойчивыми (в отличие от концентрированных).

Несмотря на все сделанные замечания, мое мнение о диссертационной работе Э.А.Цыгулевой – безусловно положительное. Конечно, эта работа, как и любые другие интересные научные исследования, имеет ряд недостатков. Однако научная новизна и практическая полезность работы Э.А.Цыгулевой бесспорны. Разработаны оригинальные способы мицеллярно-экстракционного концентрирования целого ряда индивидуальных фенольных соединений и последующего определения их содержаний. Желательно дальнейшее развитие этих исследований. Рецензируемая диссертационная работа представляет собой законченную научно-квалификационную работу, в которой содержится решение научной задачи, имеющей значение для развития аналитической химии.. Диссертация полностью соответствует требованиям пп. 9-11, 13, 14 «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденного Постановлением Правительства РФ от 24 сентября 2013 года № 842, с учетом последующих уточнений. Автор диссертационной работы - Э.И. Цыгулёва - заслуживает присуждения ученой степени кандидата химических наук по специальности 1.4.2 – Аналитическая химия.

Доктор химических наук


В.И. Вершинин

13.09.2024 г.

Вершинин Вячеслав Исаакович - доктор химических наук (02.00.02 – аналитическая химия), профессор, профессор кафедры органической и аналитической химии ФГАОУ ВО «Омский государственный университет им. Ф.М. Достоевского», заслуженный работник высшей школы РФ, член бюро НСАХ РАН. 644077, Омск, пр. Мира, 55а, ОмГУ. Телефоны: (3812)642-485; +79131588168 e-mail: vyvershinin@yandex.ru

Подпись проф. В.И.Вершинина заверяю  Ученый секретарь ОмГУ О.С. Рогалева

