

Отзыв

Официального оппонента

на диссертацию Николаевой Алёны Андреевны

«Определение хинина и индигокармина в продукции пищевой и фармацевтической промышленности методом флуориметрии»,
представленную на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 – Аналитическая химия

Диссертационная работа Николаевой А.А. посвящена исследованию люминесцентных свойств хинина и индигокармина, которые используются в качестве пищевых добавок в производстве продуктов питания и лекарственных препаратов.

Вопрос безопасности пищевых добавок регламентирует свод международных пищевых стандартов. Известно, что бесконтрольное употребление хинина, а также продуктов, имеющих в своем составе добавки с индексом Е, может спровоцировать различные функциональные расстройства организма человека. В связи с этим развитие системы контроля данных препаратов в различных объектах, в т.ч. с привлечением альтернативных методов, является весьма важным.

Люминесцентные методы, сочетающие высокую чувствительность, информативность с относительной простотой инструментария, выглядят достаточно привлекательно. Получение новых фундаментальных знаний в данной области с учетом свойств исследуемых веществ необходимо для разработки соответствующих конкурентоспособных методик. Поэтому **актуальность представленной работы не вызывает сомнений.**

Объем и структура работы соответствует требованиям, предъявляемым к диссертационным работам на соискание степени кандидата наук. Диссертационная работа состоит из введения, 4 глав, заключения, списка использованной литературы, содержащего 110 наименований и 2 приложений. Работа изложена на 125 страницах машинописного текста и включает 30 рисунков и 20 таблиц. Выводы по диссертационной работе логично вытекают из практического материала.

Во введении Николаевой А.А. поставлена проблема, наличие которой документально подтверждено распоряжением Правительства РФ, на которое ссылается соискатель.

Цель диссертационной работы заключалась в исследовании люминесцентных свойств хинина и индигокармина для разработки методик их количественного определения в продуктах пищевой и фармацевтической промышленности.

Для реализации поставленной цели выбраны адекватные методологические подходы и способы решения с привлечением необходимых приборов, оборудования и метрологии.

Также во введении представлена научная новизна, практическая значимость работы и положения, выносимые на защиту.

В литературном обзоре, состоящем из трех разделов, даны определения пищевым добавкам, описана их классификация и номенклатура. Исследованы методы пробоподготовки продукции пищевой и фармацевтической промышленности для определения пищевых добавок. Подробно рассмотрены основные методы определения исследуемых пищевых добавок хинина и индигокармина.

В экспериментальной части представлена основная аппаратура, объекты и реактивы, подробно описана методика эксперимента.

Глава 3 посвящена исследованию люминесцентных свойств вкусоароматической добавки хинина. Для качественной разработки методики изначально подобраны рабочие условия определения хинина, такие как длина волны возбуждения и длина волны люминесценции. Интересны были дополнительные исследования параметров строга, направленные на увеличение чувствительности разрабатываемой методики. Кроме этого проведены исследования природы люминесцентного сигнала хинина.

Значительная часть третьей главы посвящена исследованию мешающего влияния сопутствующих компонентов пищевой и фармацевтической матрицы, а также различных красителей (синтетических и натуральных). Необходимо отметить, что исследование мешающих компонентов проведено не только в количестве, применяемом в продукции, но и оценено мешающее влияние при значительном превышении нормы этих компонентов. Данные исследования дополнительно подчеркивают преимущества выбранной флуориметрической методики.

В завершении Главы 3 представлена разработка методики количественного определения хинина в напитках и таблетках, а также оценены основные метрологические характеристики разрабатываемой флуориметрической методики определения хинина в исследуемых объектах.

В Главе 4 представлены исследования люминесцентных свойств пищевого синтетического синего красителя индигокармина, а точнее его лейкосоединения, схема образования которого в щелочной среде также продемонстрирована в работе. Найдены рабочие условия регистрации сигнала люминесценции лейкосоединения индигокармина. Для увеличения чувствительности аналитического сигнала подобрана оптимальная концентрация щелочи и условия протекания реакции образования лейкосоединения.

Большой интерес представляет раздел по исследованию мешающего влияния других синтетических пищевых красителей на определение синего красителя индигокармина. Проанализировано мешающее влияние красителей красного, желтого и оранжевого цветов. Кроме того показана возможность определения индигокармина с помощью разрабатываемой

флуориметрической методики в присутствии других красителей такого же синего цвета.

Также Глава 4 включает разработку самой флуориметрической методики. Представлены результаты флуориметрического определения красителя индигокармина в таблетках, витаминах и конфетах по сигналу люминесценции его лейкосоединения в щелочи. Показана сходимость результатов определения красителя индигокармина с результатами хроматографической методики, в которой краситель определяли в водной среде. Оценены метрологические характеристики флуориметрической методики определения индигокармина.

Практическая значимость работы представлена люминесцентными методиками определения хинина и индигокармина в различных объектах (напитки, конфеты, таблетки, витамины).

В работе целенаправленно изучены основные люминесцентные свойства хинина и индигокармина в зависимости от различных факторов. Выявлены основные закономерности протекающих процессов и рассчитан ряд соответствующих параметров.

Предложенные автором научные теоретические и практические решения в части создания новых эффективных аналитических процедур определения хинина и индигокармина достаточно аргументированы, а достоверность полученных экспериментальных данных, в целом, не вызывает сомнений.

Основные результаты диссертации опубликованы в отечественных и зарубежных журналах, а также широко представлены научной общественности на различных конференциях и симпозиумах.

По диссертации имеются следующие **замечания** (пожелания).

1. Из текста не совсем понятно зачем «исследовали квантовый выход люминесценции хинина в различных концентрациях серной кислоты от 0,005 – 1,000 М». Хинин хорошо изучен и давно используется в качестве флуоресцентного стандарта. В сернокислом растворе обладает интенсивной флуоресценцией (квантовый выход в 0,1 М H_2SO_4 составляет 0,55). Поэтому эксперименты «по исследованию квантового выхода» можно было заменить изучением зависимости интенсивности свечения растворов хинина в выбранном интервале содержаний H_2SO_4 .

2. Рассчитанный предел обнаружения хинина в лекарствах и напитках составил 0,0012 мг/дм³. К сожалению, не указаны предел количественного определения и диапазон применения аналитической методики (аналогичное замечание по методике определения лейкосоединения индигокармина). На рис. 12 приведён градуировочный график зависимости интенсивности сигнала люминесценции хинина от концентрации (0,10 – 1,00 мг/дм³) в 0,01 М H_2SO_4 , который использован для определения 42,4 – 72,6 мг/дм³ препарата в выбранных объектах (табл. 8). Не понятен выбор такого диапазона концентраций для построения

градуировочной зависимости, если хинин определен в таких больших количествах.

3. В табл. 8 аномально высокие значения S_r не соответствуют приведенным доверительным интервалам. Ошибки в расчетах не позволяют сделать какой-либо вывод о сходимости результатов двух методик.

4. В табл. 9 результаты оценки метрологических характеристик определения хинина в исследуемых объектах приводятся без указания количества последних (М), а диапазоны измерений не соответствуют содержанию хинина в объектах определения (табл. 8).

5. Для определения содержания индигокармина в продуктах питания и фармацевтических препаратах (в мг, табл. 18) использован градуировочный график зависимости свечения лейкосоединения индигокармина в 1,00 М NaOH в диапазоне концентраций 0,10 – 1,00 мг/дм³. Приводится предел обнаружения индигокармина флуориметрическим методом 0,0033 мг/дм³ (в данном случае более уместны единицы измерения в мг/г).

6. Замечания по выводам: утверждение, «что для хинина в 0,01 М H₂SO₄ характерен процесс фосфоресценции» экспериментально не доказан и противоречит литературным данным (вывод 1); вывод 2 абстрактный.

7. В тексте диссертации довольно часто встречаются не вполне удачные формулировки, неточности, погрешности: «рис. 8. Кривая кинетики затухания хинина...» (с. 50); «рис. 22. Кривая кинетики затухания лейкосоединения индигокармина...» (с. 75); «для индигокармина (E132) в 1,00 М растворе NaOH время жизни составило...» (с. 75) и др.

Всё вышесказанное позволяет считать, что диссертация Николаевой Алёны Андреевны по своей актуальности, новизне и практической значимости полностью **соответствует требованиям** п.п. 8-9 «Порядка присуждения ученых степеней в Национальном исследовательском Томском политехническом университете» (Приказ № 93/од от 06.12.2018), предъявляемым к кандидатским диссертациям, а ее автор **заслуживает** присуждения ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 – аналитическая химия.

Профессор, д.х.н.,
ведущий научный
сотрудник Национального
исследовательского Томского
государственного университета

г. Томск, улица Аркадия Иванова, 49
E-mail: bakibaev@mail.ru
телефон: 8-91

А.А.Бакибаев

Бакибаев Абдигали Абдиманопович

Подпись А.А.Бакибаева заверяю

