

ОТЗЫВ

дополнительного члена диссертационного совета ДС.ТПУ.08 Гавриленко Михаила Алексеевича на диссертационную работу

Соломоненко Анны Николаевны

на тему: «Вольтамперометрическое определение карбофурана в овощах на модифицированных хелатсодержащими сорбентами электродах»

на соискание ученой степени **кандидата химических наук.**

по специальности 1.4.2 – Аналитическая химия.

1. Актуальность избранной темы.

Широкое применение карбофурана в сельском хозяйстве, его токсичность и наличие случаев летальных отравлений обуславливают необходимость его аналитического контроля в растительном сырье, в том числе овощах. В настоящее время существует несколько распространенных методов контроля карбофурана, ни один из которых не является универсальным аналитическим методом, например, спектрофотометрический способ затруднен поглощением соэкстрактивных веществ; внесенный в регламенты МУК способ ВЭЖХ при чувствительности 0,1 мг/кг существенно зависит от качества предварительной пробоподготовки. В настоящей работе предложен способ вольтамперометрического определения карбофурана в овощах на основе новых хелатсодержащих электродов с целью повысить чувствительность и робастность количественного анализа. Решаемая в диссертационном исследовании задача по созданию новых электрохимических сенсоров, обладающих высокой чувствительностью и селективностью определения карбофурана в широком диапазоне определяемых содержаний, несомненно, относится к актуальным направлениям современной аналитической химии.

2. Научная новизна.

Впервые разработаны и охарактеризованы новые модифицированные углеродными чернилами и хелатсодержащими сорбентами углеродсодержащие электроды для чувствительного вольтамперометрического определения КБФ в овощах.

Впервые подобраны рабочие условия щелочного гидролиза с целью получения электроактивной формы КБФ и изучены его окислительно-восстановительные свойства на модифицированном углеродными чернилами и хелатсодержащим сорбентом (NiXC) углеродсодержащем электроде.

Впервые разработана вольтамперометрическая методика определения КБФ в овощах с использованием модифицированного углеродными чернилами и хелатсодержащим сорбентом (NiXC) углеродсодержащего электрода, отличающаяся простотой изготовления модификатора и широтой диапазона определяемых содержаний КБФ.

3. Достоверность полученных результатов, выводов и рекомендаций, сформулированных в диссертации.

Степень достоверности результатов работы, сделанных выводов и рекомендаций высокая, поскольку работа выполнена на современном оборудовании с тщательным сравнением с литературными данными, результаты которых согласуются между собой. Сформулированные в диссертации научные положения, выводы и рекомендации обоснованы.

4. Научная и практическая значимость полученных автором результатов.

Разработанные сенсоры для определения карбофурана в целом отличаются высокой чувствительностью, селективностью, экспрессностью и низкой стоимостью изготовления, что делает электроаналитические методы достойной альтернативой традиционно используемым для определения пестицидов методам анализа (жидкостная и газовая хроматография, спектрофотометрия, капиллярный электрофорез и др.). Описана пробоподготовка образцов овощей и фруктов перед анализом с использованием сенсоров разных типов: главным этапом пробоподготовки является щелочной гидролиз карбофурана, являющегося электрохимически неактивным, до карбофуран-фенола.

Предложенная методика отличается простотой исполнения, минимальным расходом реактивов и улучшенными метрологическими характеристиками.

В целом, научная и практическая значимость полученных результатов высокая и соответствует мировому уровню исследований.

5. Анализ содержания работы. Соответствие требованиям, предъявляемым к диссертациям.

В диссертационной работе представлены результаты использования твердого электрохимического электрода, модифицированного углеродными чернилами и хелатсодержащими сорбентами, для определения карбофурана в модельных растворах и овощах. Чувствительность определения на новом электроде выше по сравнению с другими углеродсодержащими модифицированными электродами. Разработана вольтамперометрическая методика определения КБФ в овощах с использованием модифицированного углеродными чернилами и хелатсодержащим сорбентом (NiXC) углеродсодержащего электрода, отличающаяся простотой изготовления модификатора и широтой диапазона определяемых содержаний КБФ. Произведен расчет эффективной площади поверхности модифицированного электрода, которая оценивалась с использованием уравнения Рэндлса-Шевчика для обратимого электродного процесса.

Изучено влияние концентрации модификатора электрода на аналитические и метрологические параметры разработанных электрохимических сенсорных систем.

Диссертация представляет собой завершенную научно-квалификационную работу, выполненную автором самостоятельно на высоком научном и практическом уровне, в которой на основании выполненных автором исследований выявлены и обоснованы закономерности создания новых модифицированных углеродными чернилами и хелатсодержащими сорбентами углеродсодержащих электродов с последующей разработкой вольтамперометрической методики для определения КБФ в овощах.

По актуальности решаемых задач, научной новизне, практической значимости полученных результатов, диссертация соответствует требованиям, предъявляемым на соискание автором степени кандидата химических наук. Содержание работы соответствует паспорту специальности 1.4.2 – Аналитическая химия.

6. Личный вклад автора.

Результаты исследований являются оригинальными и получены лично автором или при его непосредственном участии, что отражено в опубликованных работах. Соломоненко Анна Николаевна принимала личное участие в сборе, анализе и переработке литературных данных по разработанным электрохимическим методикам определения КБФ в природных объектах, непосредственно выполняла экспериментальную часть исследовательской работы, также ею выполнено обсуждение и публикация полученных результатов в виде тезисов и статей, сформулированы основные положения и выводы диссертационной работы.

7. Соответствие автореферата основному содержанию диссертации.

Автореферат и опубликованные работы полностью и точно отражают содержание диссертации.

8. Достоинство и недостатки в содержании и оформлении диссертации, влияние отмеченных недостатков на качество исследования.

Замечания :

1. С чем связано существенное расширение линейного участка градуировочной зависимости при определении КБФ-фенола в овощах от верхней границы 10 мкмоль/дм³ для FeXC и до 100 мкмоль/дм³ для NiXC?
2. Связано ли присутствие точки излома 1-10 и 10-100 мкмоль/дм³ на линейной участке градуировочной зависимости для УЧ/NiXC/УСЭ и изменение чувствительности в два раза со сменой механизма окисления КБФ-фенола? Может ли это быть следствием запуска каталитического эффекта на редокс-паре Ni(II)/Ni(III)?
3. Электрокаталитическое окисление органических веществ на графитовом электроде с пленкой комплекса никеля наблюдается в щелочной среде при формировании редокс-

пары Ni(II)/Ni(III). В работе использована нейтральная и слабокислая среда, как в этих условиях формируется редокс-пара никеля?

4. Покрытие электродами комплексами никеля используют для определения витаминов, глюкозы и других восстановителей. Почему в исследовании витамины и глюкоза в избытке 1:100 не оказывают мешающего влияния?
5. МУК 4.1.1240-03 устанавливает период полураспада карбофурана в лабораторных условиях в диапазоне от 3 до 100 дней. Как регулярно проверяли реальное содержание КБФ в реагентах на протяжении 4-х лет выполнения диссертации?

Сделанные замечания носят рекомендательный характер и не влияют на основные результаты и выводы работы.

9. Заключение о соответствии диссертации критериям, установленным Положением о порядке присуждения ученых степеней.

Принимая во внимание вышеизложенное, считаю, что диссертация «Вольтамперометрическое определение карбофурана в овощах на модифицированных хелатсодержащими сорбентами электродах» отвечает требованиям, предъявляемым к кандидатским диссертациям, изложенным в п. 2.1 Порядка присуждения ученых степеней в Национальном исследовательском Томском политехническом университете. Диссертация является законченной научно-квалификационной работой, ее автор Соломоненко Анна Николаевна заслуживает присуждения учёной степени кандидата химических наук по специальности 1.4.2 – Аналитическая химия.

Я, Гавриленко Михаил Алексеевич, даю свое согласие на включение своих персональных данных в документы, связанные с работой диссертационного совета, и их дальнейшую обработку.

Дополнительный член диссертационного совета ДС.ТПУ.08,

Гавриленко Михаил Алексеевич
д.х.н., профессор Инженерной школы
природных ресурсов ФГАОУ ВО
«Национальный исследовательский
Томский политехнический университет»



Дата «05» Декабря 2023 г.

634050, Томск, пр. Ленина, 30, НИ ТПУ
Тел.: +7-382-270-17-77 / доб. 2454;
E-mail: glenke@tpu.ru

Подпись Гавриленко М.А. 
Ученый секретарь Ученого совета
НИ ТПУ

/Е.А. Кулинич/