


УТВЕРЖДАЮ

проректор по научно-
исследовательской работе
ФГБОУ ВПО «Саратовский
государственный университет
имени Н.Г. Чернышевского»,
д.ф.-м.н., профессор
 Стальмахов А.В.

" 8 " сентября 2015 г.

ОТЗЫВ

ведущей организации

ФГБОУ ВПО «Саратовский государственный университет
имени Н.Г. Чернышевского»

на диссертационную работу Анисимович Полины Владимировны
«Сорбционно-спектроскопическое определение аналитов с использованием
желатиновых плёнок, модифицированных 3,4,5-тригидроксифлуоронами»,
представленную на соискание ученой степени кандидата химических наук
по специальности 02.00.02 – аналитическая химия

В настоящее время особо актуальным является создание малогабаритных и дешевых аналитических устройств сенсорного типа, позволяющих проводить экспрессное определение химических соединений в промышленных и природных объектах. Ведутся разработки по пути увеличения чувствительности и избирательности химических сенсоров, их миниатюризации, повышения точности. Одним из перспективных направлений решения этих проблем является использование чувствительных элементов на основе оптически прозрачных желатиновых пленок с иммобилизованными аналитическими реагентами. Поэтому, диссертационная работа Анисимович П.В., посвященная созданию на основе отвержденного желатинового геля, модифицированного 3,4,5-тригидроксифлуоронами, оптически прозрачных чувствительных элементов для сорбционно-спектроскопического и тест-определения аналитов, несомненно, является **актуальной**.

Диссертационная работа Анисимович П.В. имеет традиционную структуру и состоит из введения, обзора литературы, экспериментальной

части, четырех глав обсуждения результатов, выводов и списка цитированной литературы, в котором приведено 419! источников.

В выполненном *обзоре литературы* систематизированы данные, в том числе зарубежных авторов, о сорбентах, используемых для сорбционно-спектроскопического и тест-определения аналитов, подходам к иммобилизации реагентов в них. Отдельное внимание уделено такому оптически прозрачному полимерному материалу как отвержденный желатиновый гель. Рассмотрено влияние организованных сред на оптические, протолитические и комплексообразующие свойства иммобилизованных реагентов. Описаны свойства выбранных автором для исследования реагентов – пирогаллолового красного (ПГК) и бромпирогаллолового красного (БПГК). Хочется отметить удобную табличную форму представления некоторых литературных данных и их критический анализ. Аргументированным выводом по результатам анализа литературных данных является тезис о том, что чувствительные элементы на основе отвержденного желатинового геля могут предоставить новые возможности при разработке сорбционно-спектроскопических и тест-методов анализа.

В *экспериментальной части* диссертационной работы подробно охарактеризованы объекты и методы исследования, методики изучения сорбционных свойств пленок, расчета констант протолитических равновесий и комплексообразования, состава комплексов, построения изотерм сорбции, статистической обработки экспериментальных данных, условия сорбционно-спектроскопического и тест-определения аналитов. Уровень использованного оборудования, материалов и методов, грамотная постановка эксперимента, высокий уровень статистической обработки и анализа полученных данных, прецизионность результатов выполненных измерений, адекватное использование современных методов анализа используемых материалов, непротиворечивость полученных результатов имеющимся литературным данным, свидетельствуют о **достоверности полученных в диссертации результатов и выводов.**

В *третьей главе* диссертации автором изучены особенности получения оригинальных прозрачных чувствительных элементов на основе желатиновых пленок, модифицированных ПГК и БПГК. Определены оптимальные параметры сорбции реагентов (время установления гетерогенного равновесия в системе «раствор/желатиновая пленка», рН среды), изучено влияние этилового спирта и поверхностно-активных веществ на сорбцию. Определены константы значения «кажущихся» констант диссоциации реагентов в двухфазной системе «раствор/желатиновая пленка» и показано, что изменение протолитических свойств в желатиновой пленке коррелирует с эффектом, наблюдаемым в присутствии катионного ПАВ

В *четвёртой главе* изучены реакции комплексообразования закрепленных на желатиновой матрице ПГК и БПГК с тяжелыми металлами (Pb(II) и Cu(II)). Определены параметры образующихся комплексов, оптимизированы условия взаимодействия иммобилизованных реагентов с металлами, а также условия сорбционно-спектроскопического и тест-определения свинца (II). Исследована морфология поверхности желатиновых пленок, модифицированных ПГК и БПГК и их металлокомплексами.

В *пятой главе* изучено взаимодействие модифицированных ПГК и БПГК желатиновых пленок с белками, оптимизированы условия проведения индикаторной реакции в слое твердого сорбента, выбран состав буферного раствора, концентрация реагента для иммобилизации и время контакта модифицированных желатиновых пленок с растворами белка.

В *шестой главе* представлены разработанные автором методики сорбционно-спектроскопического и тест-определения свинца (II) в водных средах с использованием полученных сорбционных материалов. Указанные методики успешно апробированы для определения свинца (II) в воздухе рабочей зоны промышленных предприятий. Разработана и апробирована методика сорбционно-спектроскопического определения общего белка в биологических жидкостях на основе ПГК, иммобилизованного в отвержденный желатиновый гель.

К большинству из полученных экспериментальных данных по степеням извлечения, оптическим параметрам и метрологическим характеристикам с полной уверенностью может быть употреблен термин "*впервые полученные*". Предложенные подходы и полученные результаты отличаются своей *оригинальностью* и имеют большое значение для дальнейшего развития сорбционно-спектроскопических и тест-методов анализа. Таким образом, **научная новизна выполненных исследований и научная ценность полученных результатов** не вызывают сомнения и однозначно свидетельствуют о высоком уровне выполненной диссертационной работы.

Практическая значимость диссертационной работы Анисимович П.В. определяется разработкой методики сорбционно-спектроскопического и визуального тест-определения свинца (II) в водных средах, и методики сорбционно-спектроскопического определения общего белка в биологических жидкостях. Показано, что разработанные автором индикаторные желатиновые пленки позволяют снизить трудоемкость, способствуют повышению экспрессности анализа, позволяют проводить испытания вне лаборатории и могут многократно использоваться для получения градуировочных зависимостей и построения цветовых шкал сравнения. Практическая значимость результатов подтверждается и патентом РФ. Отдельные результаты диссертационной работы внедрены в образовательный процесс в Кубанском государственном университете.

Работа прошла **хорошую апробацию**. Результаты и выводы диссертации доложены и обсуждены на шести всероссийских конференциях. По материалам диссертации опубликовано 6 статей в журналах, три из которых – в профильном журнале «Аналитика и контроль».

Работа Анисимович П.В. хорошо структурирована, лаконично изложена и аккуратно оформлена. Хочется отметить высокое качество приведенных схем и рисунков. **Автореферат и публикации полностью отражают** содержание диссертации, соответствующей паспорту научной специальности 02.00.02 – аналитическая химия.

По диссертации имеются следующие **вопросы и замечания**:

1. Ссылки на используемую литературу по тексту работы приводятся не по порядку.
2. Учитывалось ли при расчете концентрации реагентов в пленке изменение объема пленки за счет ее набухания, и каким образом?
3. Многие спектры поглощения характеризуются слишком высокими (порядка 2,5-3, рис. 13, 18, 20) или, наоборот, слишком низкими (меньше 0,3, рис. 33, 34) значениями оптической плотности, что приводит к большой погрешности таких измерений.
4. С чем связана область с отрицательными значениями оптических плотностей на рис. 46-47?
5. Представляет некоторый интерес, возможно ли для определения белка с использованием желатиновых пленок иммобилизовать не индивидуальный реагент, а его комплекс с молибденом, чтобы не вводить ионы молибдена в раствор при определении?
6. Могут ли пленки, используемые для косвенного определения белка, использоваться многократно, или для каждого единичного определения требуется отдельная пленка?
7. Было бы желательно привести фотографии визуальной шкалы для определения свинца.

Указанные замечания не снижают общего высокого уровня работы и не изменяют выводов сделанных в диссертации.

Результаты работы могут использоваться в научных учреждениях и ВУЗах, работающих в области сорбционно-спектроскопических и тест-методов анализа – Московский, Санкт-Петербургский, Владимирский, Саратовский, Воронежский государственные университеты, Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова РАН, Институт геохимии и аналитической химии им. Вернадского РАН, а также заводских и испытательных лабораториях.

Диссертация представляет собой научно-квалификационную работу, которая соответствует требованиям п.9 «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденного постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 г., №842, как научно-квалификационная работа, в которой содержится решение задачи, имеющей значение для развития сорбционно-спектроскопических и тест-методов анализа, а её автор, Анисимович Полина Владимировна, заслуживает присуждения ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 – аналитическая химия.

Отзыв заслушан и одобрен на заседании кафедры аналитической химии и химической экологии Саратовского государственного университета имени Н.Г. Чернышевского 8 сентября 2015 г. (протокол № 2).

Зав. кафедрой аналитической химии
и химической экологии ФГБОУ ВПО
“Саратовский государственный университет
имени Н.Г. Чернышевского”, д.х.н., доцент

Т.Ю.
Т.Ю. Русанова

Подпись д.х.н. Русановой Т.Ю. заверяю:
Ученый секретарь СГУ, к.х.н., доцент

И.В. Федусенко
И.В. Федусенко

Русанова Татьяна Юрьевна, доктор химических наук, доцент,
зав. кафедрой аналитической химии и химической экологии
ФГБОУ ВПО “Саратовский государственный университет
имени Н.Г. Чернышевского”,
410012, Саратов, ул. Астраханская, 83, I корпус,
Институт химии СГУ
Тел. +7(8452)51-64-11
E-mail: tatyanarys@yandex.ru



8.09.2015