

ОТЗЫВ

официального оппонента

на диссертацию Фалёва Данила Ивановича

«Скрининг и определение пентациклических тритерпеноидов в растительном сырье хроматографическими и масс-спектрометрическими методами», представленную на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 – Аналитическая химия

Актуальность темы диссертации

В последнее время особое внимание ученых уделяется исследованию полифенольных соединений растительного происхождения. Данные соединения обладают широким спектром биологической активности (антиоксидантной, противовирусной, капилляроукрепляющей, гепатопротекторной и др.), поэтому важной задачей является выбор методов и условий их извлечения из природных анализируемых объектов. Индивидуальная и групповая идентификация компонентов сложных объектов, в том числе и объектов растительного происхождения, является актуальной задачей аналитической химии, поэтому скрининг и последующее определение пентациклических тритерпеноидов (ПЦТТ) в растительном сырье хроматографическими и масс-спектрометрическими методами имеет важное значение для создания новых форм противораковых препаратов.

Традиционные методы извлечения пентациклических тритерпеноидов из лекарственного сырья требует больших затрат времени, поэтому альтернативным подходом для их извлечения могут служить микроволновая, ультразвуковая, субкритическая экстракции, жидкостная экстракция под давлением, а также ускоренная экстракция растворителем – методы, которые в разы сокращают время проведения процедуры экстракции и увеличивают её эффективность.

Научная новизна диссертационной работы состоит в следующем:

1. Разработана аналитическая схема хроматографического и масс-спектрометрического скрининга и определения широкого перечня ПЦТТ различных классов в растительном сырье.

2. Изучены влияние природы экстрагента, температуры и особенности извлечения пентациклических тритерпеноидов из растительного сырья методом жидкостной экстракции под давлением.

3. Установлены закономерности удерживания ПЦТТ различных классов в условиях жидкостной хроматографии на неподвижной фазе со смешанным механизмом удерживания и оптимизированы условия разделения аналитов.

4. Получены данные об особенностях ионизации ПЦТТ в условиях МАЛДИ и на этой основе разработан новый подход к обнаружению и скринингу аналитов в экстрактах растений.

Значимость полученных результатов для науки и производства

В диссертационной работе Фалёва Д.И. получены следующие практически значимые результаты:

1. Разработан комплекс методических решений для быстрого и высокочувствительного определения и скрининга широкого круга ПЦТТ в растительном сырье.

2. Разработанные методики и подходы могут быть использованы при контроле сырья, полученной из него продукции, оптимизации технологических процессов.

3. Разработанный подход к высокоэффективному извлечению пентациклических тритерпеноидов из растительного сырья методом жидкостной экстракции под давлением (субкритической экстракции) может быть успешно использован при создании новых технологий переработки биомассы растений.

Степень обоснованности и достоверности научных положений, выводов и рекомендаций

Достоверность и обоснованность результатов и выводов, представленных в диссертации Фалёва Д.И., обеспечены использованием современных инструментальных методов исследования, включая высокоэффективную жидкостную хроматографию с масс-спектрометрическим детектором (ВЭЖХ-МС/МС), состоящей из тандемного масс-спектрометра с тройным квадруполем LCMS-8040, оснащенного источниками ионизации электрораспылением (ИЭР) и химической ионизации при атмосферном давлении (ХИАД), а также жидкостного хроматографа LC-30 «Nexera» (Shimadzu, Япония), включающего два насоса LC-30AD с формированием градиента на стороне высокого давления, дегазатор, автосамплер LC-30AC, термостат колонок СТО-30А. Масс-спектры МАЛДИ записывали на гибридном масс-спектрометре Axima Resonance (Shimadzu-Biotech, Великобритания), оснащённом квадрупольной ионной ловушкой и времяпролетным масс-анализатором (QIT-TOF). Для экстракции ПЦТТ использовали систему жидкостной экстракции под давлением ASE-350 (Dionex, США) и ультразвуковую ванну Elmasonic S15H (Elma, Германия). Для характеристики экстрактов использовали масс-спектрометр высокого разрешения Q Exactive Plus (Thermo Scientific, США) с масс-анализатором на основе орбитальной ионной ловушки, оснащённый источником ХИАД, газовый хромато-масс-спектрометр QR-2010 Ultra (Shimadzu, Япония), а также ЯМР-спектрометр AVANCE III 600 МГц (Bruker, Германия).

Полученные результаты демонстрируют высокий уровень правильности определения всех исследуемых ПЦТТ.

Материалы диссертации опубликованы в рецензируемых журналах и обсуждались на научных конференциях всероссийского и международного уровней.

По материалам диссертации опубликовано 4 статьи в журналах, рекомендованных ВАК, и 13 тезисов докладов.

Структура диссертации содержит все обязательные элементы кандидатской диссертации, состоит из введения, литературного обзора, экспериментальной части, обсуждения полученных результатов, выводов и списка цитируемой литературы, состоящего из 123 источников. Материал диссертации изложен на 123 страницах машинописного текста, содержит 28 таблиц и 50 рисунков.

Замечания по работе

По содержанию диссертации и представлению ее результатов можно сделать следующие замечания:

1. Почему в качестве наполнителя при загрузке в экстрактор использовали диатомитовый ракушечный носитель? Каков размер её фракции и почему автор диссертационной работы называет его диспергатором?

2. По диссертационной работе возникает вопрос, как автор диссертации получал около 30 мл экстракта после проведения двух циклов экстракции в экстракционной ячейке, объемом 10 мл.

3. С какой целью аликвоту экстракта дополнительно разбавляли метанолом?

4. При проведении экспериментальных работ по пробоподготовке у автора рукописи соотношение изучаемого растительного материала и экстрагента неодинаково, что значительно может влиять на процесс экстракции, особенно при её проведении в статическом режиме.

5. На странице 45 совершенно некорректна фраза, представленная во втором абзаце: «Особого внимания, как селективный экстрагент ценных побочных соединений с антиоксидантными свойствами, заслуживает субкритическая вода, позволяющая выделять максимальное количество

полифенольных компонентов и обеспечивать величину АА экстракта, сопоставимую с таким эталоном как тролокс».

6. В таблице 1 автореферата единицы измерения по извлечению изучаемых компонентов отличается от единицы измерения в описании этой таблицы.

7. На странице 43 автором диссертационной работы дается некорректное объяснение уменьшения количества извлекаемых веществ при работе с полярными органическими растворителями.

8. В диссертации нет объяснения диаграмм ван Кревелена и соответствия его описания номеру рисунка.

9. Рисунок 7, построенный методом анализа главных компонент, требует дополнительного объяснения по тем выделенным трендам, которые представлены на рисунке 7а.

Отмеченные недостатки не влияют на общую положительную оценку диссертации и не снижают значимости проведенных автором исследований и полученных результатов, и связаны со сложностью поставленной перед диссертантом задачи.

Заключение

Представленные в рассматриваемой работе Фалёва Д.И. результаты исследований вносят вклад в развитие аналитической химии.

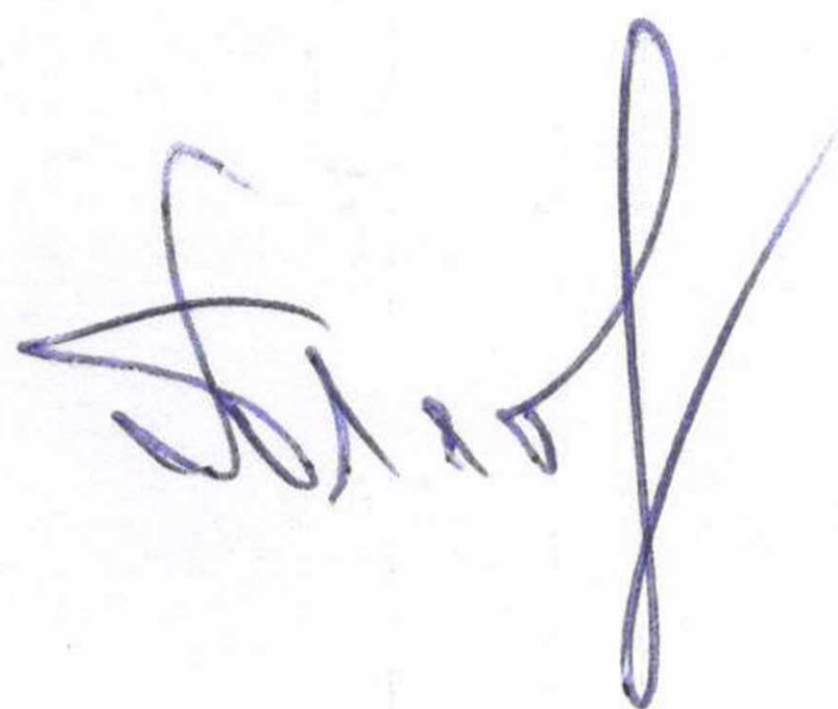
Вынесенные на защиту научные положения в достаточной мере обоснованы и соответствуют поставленным целям и решаемым задачам.

Диссертация представляет собой завершённую научно-квалификационную работу, выполненную соискателем самостоятельно на высоком уровне, и представляет собой решение задачи, имеющей значение для развития аналитической химии.

Работа соответствует требованиям п. 9 Положения о присуждении ученых степеней, утвержденного Постановлением Правительства Российской Федерации № 842 от 24.09.2013 года (в редакции от 01.10.2018 г.).

**Соискатель – Фалёв Данил Иванович – заслуживает присуждения
ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 –
Аналитическая химия.**

Заведующий кафедрой химии
федерального государственного
автономного образовательного
учреждения высшего образования
«Самарский национальный
исследовательский университет
имени академика С.П. Королева»
(Самарский университет),
научный руководитель
НОЦ «Хроматография»,
д.т.н., профессор,
специальность 02.00.02 -
аналитическая химия



Платонов Игорь Артемьевич

05.03.2020

федеральное государственное автономное образовательное
учреждение высшего образования
«Самарский национальный исследовательский университет
имени академика С.П. Королёва
443086, Россия, г. Самара, Московское шоссе, д.34
тел.: (846) 335-18-26,
Факс: (846) 335-18-36
E-mail: ssau@ssau.ru
кафедра химии: тел.: (846) 335-18-06
E-mail: pia@ssau.ru



Подпись Платонова И.А. удостоверяю.

Начальник отдела сопровождения деятельности
ученых советов Самарского университета

И.П. Васильева Васильева И.П.

20 ____ г.