

ОТЗЫВ

официального оппонента на диссертационную работу 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

Извлечение и определение биологически активных веществ (БАВ) из растительного сырья **актуальной задачей**, поскольку развитие и совершенствование методов экстракции и анализа позволяют не только повысить эффективность извлечения уже известных БАВ, но и выделять и определять новые соединения, содержание которых может быть существенно ниже, но, эффективность и ценность – выше. Яркими представителями соединений, представляющих интерес, с этой точки зрения, являются пентациклические тритерпеноиды (ПЦТТ), обладающие гепатопротекторными, антибактериальными и противовирусными свойствами. В этой связи, тематика диссертационного исследования Фалёва Данила Ивановича, посвященная разработке методов экспрессного и высокочувствительного скрининга растительного сырья становится весьма актуальной.

Большинство современных методов контроля качества растительного сырья, содержащего БАВ, предполагает применение титриметрических методов, спектроскопии в области УФ- или видимой области спектра или ВЭЖХ-УФ определение содержания аналитов. Однако отсутствие в структуре ПЦТТ хромофоров с интенсивным поглощением в УФ-области, а также большое количество соэкстрактивных мешающих компонентов, существенно осложняет проведение их надежного и экспрессного определения, делая методы хромато-масс-спектрометрии идеальным выбором для достижения цели и решения поставленных задач.

Представленные Фалёвым Данилом Ивановичем результаты определения ПЦТТ с использованием УВЭЖХ-МС/МС и МАЛДИ в сочетании с различными способами пробоподготовки, позволяющими

оценить и сопоставить эффективность этих методов позволяют утверждать, что диссертационная работа соответствует специальности **02.00.02 - аналитическая химия** (химические науки).

Для достижения **поставленной цели** соискателем выполнен комплекс исследований по разработке и совершенствованию методов и подходов к скринингу и определению широкого перечня ПЦТТ различных классов в растительном сырье хроматографическими и масс-спектрометрическими методами. Исходя из представленных в диссертационной работе данных, их интерпретации, можно утверждать, что соискателем поставленные в работе цель и задачи достигнуты в полной мере.

Научная новизна работы сформулирована в работе лаконично и корректно, и заключается в разработке аналитической схемы хроматографического и масс-спектрометрического скрининга и определения широкого перечня ПЦТТ различных классов в растительном сырье, изучении влияния природы экстрагента, температуры и особенностей извлечения ПЦТТ из растительного сырья методов жидкостной экстракции под давлением, установлении закономерностей удерживания аналитов в условиях ВЭЖХ на неподвижной фазе со смешанным механизмом удерживания и оптимизацией условий их разделения, а также получения данных об особенностях ионизации ПЦТТ в условиях МАЛДИ.

Помимо этого, в диссертационном исследовании приведено сопоставление эффективности разделения аналитов с использованием различных хроматографических колонок и систем для разделения и детектирования, детально обсуждены особенности их детектирования в условиях сложной растительной матрицы.

Практическая значимость. Полученные результаты являются комплексным методическим решением для проведения быстрого и высокочувствительного определения и скрининга ПЦТТ в различном растительном сырье. Применение современного приборного парка позволяет проводить оперативный контроль сырья, в случае постановки и

масштабирования задачи выделения аналитов из растительного сырья или его переработки.

Кроме того, соискателем продемонстрированы возможности и ограничения ряда коммерчески доступных сорбентов для хроматографического анализа, приведены сведения о сравнении эффективности установки жидкостной экстракции под давлением с традиционными методами извлечения, что также может быть использовано в целях как контроля качества, так и производстве.

Диссертационная работа имеет классическую структуру и изложена на 123 страницах машинописного текста, включая 50 рисунков и 28 таблиц, список использованных источников содержит 123 наименований и полностью отражает текущее состояние рассмотренной в диссертационном исследовании темы. Учитывая сложность и вариативность объектов исследования, соискателем была выбрана удобная и логичная форма сопоставления и анализа литературных данных, базирующаяся на последовательном анализе и сравнении методов пробоподготовки и анализа определяемых веществ.

Предлагаемые методологические решения, разработанные методики анализа, представленные в экспериментальной части, **обоснованы** и объективно обсуждены автором. **Достоверность полученных данных** и их интерпретация подтверждается не только применением их в практике лаборатории, но и публикацией результатов исследований в рецензируемых научных изданиях: 4 статьях в журналах, индексируемых Web of Science, и 13 тезисах докладов, представленных и обсужденных на всероссийских конференциях.

Для оптимизации условий извлечения и анализа, а также подтверждения структур аналитов Фалёвым Д.И. использовался современный приборный парк и системы обработки данных, им продемонстрирована грамотная интерпретация данных, что позволяет соискателю сделать корректные выводы.

Представленные выводы согласуются с результатами исследований, приведенных в статьях, а автореферат отражает основное содержание диссертации.

Несмотря на это, имеется ряд **вопросов и замечаний** по представленной работе:

1. Из текста диссертации следует, что оценка правильности осуществлялась методом «введено-найдено», но уровень вводимых концентраций существенно превышает обнаруживаемые в реальных объектах. Насколько целесообразен выбор таких точек контроля?

2. Широкий линейный диапазон, представленный автором, безусловно, интересен, однако из текста диссертационного исследования не представляется возможным понять, проводилось ли исследование поддиапазона низких концентраций? Сохраняется ли тангенс угла наклона в диапазоне низких концентраций или же наблюдаются отклонения? Если да, то насколько они значимы?

3. Количественный анализ образцов проводился соискателем с использованием метода УВЭЖХ-МС/МС. Из текста диссертации не следует, что для этого соискателем использовали внутренний стандарт. Каким образом тогда проводился учет загрязнения прибора в ходе проведения рутинного анализа и, как следствие, изменения аналитического сигнала? Насколько стабилен был получаемый сигнал при построении калибровок?

4. Не происходит ли деградации аналитов в ходе их извлечения под давлением и при нагревании? Проводились ли исследования, посвященные изучению возможной деградации?

5. Почему не была рассмотрена возможность проведения количественного анализа с использованием масс-спектрометрии высокого разрешения? Возможность определения точных масс могла бы позволить обойтись без применения МС/МС-экспериментов и, в ряде случаев, добиться большей чувствительности.

Сделанные замечания не снижают общую положительную оценку представленной к защите диссертации и связаны, в первую очередь, со сложностью выбранной задачи и определяемых веществ.

По научному уровню, значимости полученных результатов и объему исследований, диссертационная работа соответствует критериям п.9 «Положения о порядке присуждения ученых степеней», утвержденного постановлением Правительства Российской Федерации от 24.09.2013 г. № 842 (в ред. от 01.10.2018), а её автор – Фалёв Данил Иванович, присуждения ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 – Аналитическая химия.

Официальный оппонент,
кандидат химических наук,
старший научный сотрудник
ФГБОУ ВО «Кубанский государственный
университет», 350040, г. Краснодар,
ул. Ставропольская, 149
89528371935, TemerdashevAZ@gmail.com

 Темердашев А.З.

10.03.2020

Темердашев Азамат Зауалевич

