

ОТЗЫВ

официального оппонента, доктора химических наук, доцента Темердашева Азамата Зауалевича на диссертационную работу Шачневой Марии Дмитриевны на тему: «Определение бис(2-хлорэтил)сульфида и продуктов его трансформации в строительных материалах и биологических образцах методом тандемной газовой хроматомасс-спектрометрии» на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности 1.4.2 – аналитическая химия

Процесс утилизации химического оружия – важный шаг по обеспечению безопасности, требующий повышенного внимания со стороны всех участников процесса. В отличие от целого ряда других видов вооружений, опасность химического оружия обуславливается возможностью обширного заражения территорий, делая их непригодными к проживанию или ведению хозяйственной деятельности на неопределенный срок, ввиду того, что для многих соединений до сих пор отсутствуют сведения об их трансформации на поверхности различных объектов и путях трансформации в живых системах.

Актуальность выполненного исследования в том, что несмотря на уничтожение химического оружия, сохраняется достаточно высокая опасность непреднамеренного контакта с остаточными количествами боевых отравляющих веществ. Воздействие бис(2-хлорэтил)сульфида на человека и животных устанавливают по обнаруженным и идентифицированным продуктам его метаболизма (биомаркерам) в биообразцах.

Целью работы являлась разработка аналитических схем определения бис(2-хлорэтил)сульфида и продуктов его трансформации в строительных материалах и биомедицинских пробах методом тандемной газовой хроматомасс-спектрометрии. Достижение поставленной цели достигается детально сформулированными и адекватно поставленными **задачами**.

Новизна исследования и полученных результатов, степень обоснованности научных положений, выводов и рекомендаций, сформулированных в диссертации, не вызывают сомнений. Проведена большая работа, посвященная разработке унифицированной методики одновременного определения бис(2-хлорэтил)сульфида и стабильного продукта его трансформации 1,4-дителиана в объектах строительных конструкций и инженерной инфраструктуры,

позволяющей определять аналиты в образцах различного матричного состава на уровне 0,7-0,9 нг/г. Оценены степени извлечения аналитов и матричные эффекты при их определении в конструкционных материалах и смывах с поверхностей. Разработана методика определения дериватов аддукта бис(2-хлорэтил)сульфида с глобином методом ГХ-МС/МС в режимах отрицательной химической ионизации и ионизации электронами, реализуемая в идентичных условиях пробоподготовки и хроматографического разделения. Разработана методика определения бис(2-хлорэтил)сульфида, регенерированного из состава белковых аддуктов плазмы крови, позволившая оценить способность алкилированных бис(2-хлорэтил)сульфидом белков плазмы к регенерированию при различных условиях хранения образцов плазмы.

Значимость для науки и практики результатов диссертации, возможные конкретные пути их использования. Методики определения биомаркеров бис(2-хлорэтил)сульфида в биообразцах включены в сборник рабочих процедур, используемых Лабораторией химико-аналитического контроля и биотестирования ФГУП «НИИ ГПЭЧ» в международных квалификационных тестах ОЗХО. Методика определения бис(2-хлорэтил)сульфида, регенерированного из состава белковых аддуктов плазмы крови, применена при разработке сценария 6-го (2021 г.) международного квалификационного теста ОЗХО по анализу биомедицинских проб.

Диссертационная работа имеет классическую структуру, изложена на 116 страницах машинописного текста и состоит из введения, обзора литературы, экспериментальной части, результатов и их обсуждения, выводов, списка литературы. Библиография включает 127 источников, большинство из которых иностранные, иллюстративный материал включает 17 таблиц и 30 рисунков.

Во введении отражена актуальность темы исследования, степень её разработанности, цель и задачи диссертационного исследования, научная новизна, теоретическая и практическая значимость исследований, отмечены методология и методы исследования, приведены основные положения, выносимые на защиту.

В первой главе диссертации приведен обзор литературы, включающий в себя описание свойств бис(2-хлорэтил)сульфида, характеристики продуктов его деградации в объектах окружающей среды и трансформации при уничтожении.

Методы химико-аналитического контроля в процессе уничтожения химического оружия, определения маркеров контаминации в конструкционных материалах, определения биомаркеров воздействия бис(2-хлорэтил)сульфида на организм – аддуктов с биомолекулами.

Представленные выводы по главе сформулированы кратко, емко и хорошо согласуются с рассмотренными в работе аспектами.

Во **второй главе** соискатель приводит перечень использованных материалов и реагентов, процедуры определения аналитов в смывах с поверхностей и измельченных твердых пробах, описаны объекты исследования и методология приготовления модельных образцов, приготовления смывов и подготовки проб к анализу. Рассмотрены условия ГХ-МС/МС анализа.

В **третьей главе**, посвященной определению аналита и продуктов его биотрансформации в организме, приведены основные метрологические характеристики разрабатываемых методик, установлены матричные влияния, оценены степени извлечения с бис(2-хлорэтил)сульфида и 1,4-дителиана из анализируемых объектов. Также в 3-ей главе представлены этапы разработки и апробации методик определения ретроспективных биомаркеров бис(2-хлорэтил)сульфида – аддуктов с белками крови, оценены селективность и эффективность дериватизации, обоснован выбор условий разделения и детектирования.

В завершении работы представлено **общее заключение**, *содержащее выводы, соответствующие поставленным задачам и свидетельствующие об их выполнении.*

В диссертационной работе имеются ссылки на все публикации соискателя по теме диссертации.

Диссертационное исследование выстроено логично, выводы по главам и общие выводы полностью соответствуют выполненной работе.

По теме диссертационного исследования опубликованы 11 работ, включающие 5 статей в профильных рецензируемых журналах из Перечня ВАК, из которых 4 отвечают специальности «аналитическая химия», а также 6 тезисов докладов в материалах научных конференций.

Несмотря на общее положительное впечатление от настоящей диссертационной работы, возникли следующие вопросы и замечания:

1. Будут ли оказывать влияние на стабильность испытуемых образцов перепады температуры и УФ-облучение?
2. Чем обусловлен выбор дериватирующего агента (раздел 2.4.2 диссертационной работы)? Проводилось ли сравнение различных видов дериватирующих реагентов?
3. В соответствии с какими критериями осуществлялась валидация методик?
4. Что послужило основанием для выбора в качестве внутреннего стандарта изотопно-меченного нафталина, а не сернистого иприта?
5. Принимая во внимание относительно небольшую разницу в пределах обнаружения и определения при использовании химической и электронной ионизации, какой подход будет наиболее предпочтителен?

Указанные замечания носят рекомендательный, а вопросы уточняющий характер и не снижают научную и практическую значимость диссертационной работы.

Представленный автореферат в полной мере соответствует основным положениям и выводам, приведенным в диссертационной работе, основные результаты отражены в опубликованных соискателем работах.

Таким образом, диссертационная работа **Шачневой Марии Дмитриевны** на тему «Определение бис(2-хлорэтил)сульфида и продуктов его трансформации в строительных материалах и биологических образцах методом тандемной газовой хроматомасс-спектрометрии», представленная на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности 1.4.2 – аналитическая химия, является научно-квалификационной работой, в которой решена актуальная задача аналитической химии в области применения методов химического анализа, теории и практике пробоотбора и пробоподготовки в аналитической химии, метрологического обеспечения химического анализа, анализа органических веществ и материалов и химического анализа в криминалистике (п. 2, 6, 7, 11 и 17 паспорта специальности 1.4.2 – аналитическая химия)

Диссертационная работа полностью соответствует требованиям п. 9 «Положения о порядке присуждения учёных степеней», утверждённого

постановлением Правительства РФ № 842 от 24.09.2013 г. (в ред. Постановлений Правительства РФ от 11.09.2021 N 1539), предъявляемым к кандидатским диссертациям, а ее автор, Шачнева Мария Дмитриевна, заслуживает присуждения ученой степени кандидата химических наук по специальности 1.4.2 – аналитическая химия.

Доцент кафедры аналитической химии
федерального государственного бюджетного
образовательного учреждения высшего
образования

"Кубанский государственный университет",
доктор химических наук
(02.00.02 - Аналитическая химия)



Темердашев Азамат Зауалевич

350040, г. Краснодар, ул. Ставропольская, 149,
Тел.: +7(861) 219-95-72,
e-mail: temerdashevaz@gmail.com

«15» сентября 2022 г.

Подпись А.З. Темердашева заверяю
Ученый секретарь Ученого совета
ФГБОУ ВО «Кубанский государственный
университет»



Касьянова Е.М.