

ОТЗЫВ

на автореферат диссертации Фалёва Данила Ивановича «Скрининг и определение пентациклических тритерпеноидов в растительном сырье хроматографическими и масс-спектрометрическими методами», представленной на соискание учёной степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 – «Аналитическая химия».

Работа Данила Ивановича Фалёва посвящена разработке способов количественного определения содержания различных пентациклических тритерпеноидов (ПЦТТ) в растительном сырье. ПЦТТ растительного происхождения, так как бетулин, лупеол и их производные, представляют большой интерес для пищевой, фармацевтической, медицинской промышленности ввиду их высокой биологической, прежде всего антибиотической активности. Источниками этих веществ служат различные виды растительного сырья: кора берёзы, кожура ягод и фруктов и т.д. В частности, некоторые виды отходов производств, связанных с переработкой древесины берёзы, в настоящее время являются обременительным балластом, не поддающимся простой утилизации, не в последнюю очередь ввиду наличия в них высокого содержания ПЦТТ; в то время как при должной организации переработки они могли бы служить сырьём для извлечения этих ценных веществ. Для проведения работ в этом направлении необходимо иметь разработанный инструментарий экспрессного получения данных о химическом составе сырья, содержащего ПЦТТ, и продуктов его переработки, что обуславливает актуальность темы данного диссертационного исследования.

В работе предложен новый оригинальный экспрессный способ извлечения ПЦТТ из растительного сырья для проведения анализа, основанный на методе жидкостной экстракции под давлением. Было найдено, что спиртовые растворители, прежде всего метанол, а также ацетон обеспечивают высокую степень извлечения ПЦТТ за очень короткое время (порядка 20 минут). Был обнаружен ряд интересных с физико-химической точки зрения особенностей влияния температуры на степень извлечения в данном методе. Автором разработан способ экспрессного группового скрининга экстрактов растительного сырья, содержащих ПЦТТ, методом масс-спектрометрии МАЛДИ с использованием углеродных матриц и катионирования аналитов ионами Li^+ . Разработан подход к одновременному определению 10 ПЦТТ методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с тандемным масс-спектрометрическим детектированием в режиме мониторинга заданных реакций. Подход базируется на хроматографическом разделении ПЦТТ на неподвижной фазе, обеспечивающей смешанный механизм удерживания. Исследовано влияние различных параметров подвижной фазы: содержание ацетонитрила, ионной сила, рН – на закономерности удерживания модельных ПЦТТ на данной

неподвижной фазе. На базе изученных закономерностей была создана методика элюирования в изократическом режиме, позволяющая вести определение 10 ПЦТТ в течение всего 7 минут. Также предложен способ полуколичественного определения ПЦТТ различных классов методом обращённо-фазовой жидкостной хроматографии в сочетании с тандемным масс-спектрометрическим детектированием в режиме химической ионизации при атмосферном давлении. Разработанные подходы успешно опробованы на ряде растительных объектов, продемонстрирована их высокая чувствительность, высокая внутрилабораторная воспроизводимость, правильность методик и низкая зависимость результатов от матричных эффектов.

При прочтении автореферата возникает ряд уточняющих вопросов:

1) В число растворителей, исследованных при отработке способа извлечения ПЦТТ из растительного сырья методом жидкостной экстракции под давлением, не вошёл толуол. Известно, что на некоторых предприятиях российской промышленности именно этот растворитель используют для извлечения ПЦТТ из коры берёзы, так как при атмосферном давлении он обеспечивает весьма высокую степень извлечения ПЦТТ. С чем связано отсутствие данного растворителя в перечне исследованных автором экстрагентов?

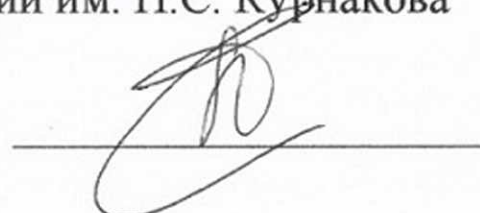
2) Вызывает вопросы приводимое автором объяснение снижения степени извлечения ПЦТТ с ростом температуры при их экстракции метанолом под давлением. Автор пишет, что это «объясняется снижением доступности ПЦТТ в тканях растения вследствие набухания последних». Каким образом набухание тканей растения в растворителе препятствует извлечению экстрактивных веществ? Обычно принято считать иначе.

3) Незначительный терминологический нюанс: представляется не совсем удачным названия «влияние состава подвижной фазы» для раздела, посвящённого изучению зависимостей удерживания ПЦТТ на фазе Acclaim Mixed-Mode WAX-1 от доли ацетонитрила в подвижной фазе. Строго говоря, остальные подразделы этой части исследования тоже относятся к влиянию состава подвижной фазы, поскольку ионная сила и рН задаются составом ПФ.

Приведённые вопросы и замечания носят лишь уточняющий характер и не снижают общей научной значимости данного исследования. Работа выполнена на очень высоком техническом и научном уровне с использованием самых современных аналитических методов. Полученные результаты новы, интересны и обладают потенциальной практической значимостью. Работа Данила Ивановича Фалёва

соответствует требованиям, предъявляемым к кандидатским диссертациям, установленным в п. 9 «Положения о порядке присуждения ученых степеней», утвержденного постановлением Правительства РФ от 24 сентября 2013 г. №842. Работа соответствует паспорту специальности 02.00.02, «Аналитическая химия» в части пунктов 4 (Методическое обеспечение химического анализа) и 14 (Анализ природных веществ). Автор заслуживает присуждения ему учёной степени кандидата химических наук.

Старший научный сотрудник
лаборатории сверхкритических флюидных технологий
Института общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова
Российской академии наук,
кандидат химических наук

 /Покровский О.И./

119991, Россия, г. Москва, Ленинский пр-т, 31, ИОНХ РАН
тел.: +7 (926) 173-19-35
e-mail: pokrovskiy@terraint.ru

27.02.2020

Подпись руки *Покровского О.И.*
УДОСТОВЕРЯЮ
Зав. протокольным
отд. ИОНХ РАН

