

ОТЗЫВ

на диссертационную работу Удаловой Аллы Юрьевны «Сорбционное концентрирование антибиотиков тетрациклиновой группы для их последующего определения», представленную на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 – Аналитическая химия.

Диссертационная работа А.Ю. Удаловой посвящена систематическому изучению сорбции тетрациклинов на ряде сорбентов (сверхсшитый полистирол, полимерные сорбенты Strata SDB-L на основе полистирола и Strata-X на основе полистирола, химически модифицированного N-винил-2-пирролидоном, наноуглеродный материал «Таунит» и диэтиламиноэтилцеллюлоза), разработке методик сорбционного выделения и концентрирования этих соединений для их последующего определения методом ОФ ВЭЖХ или спектрофотометрии.

Тетрациклины используют в практической медицине и в ветеринарии как эффективные антибактериальные средства. Неконтролируемое применение этих антибиотиков в ветеринарной практике обуславливает возможность присутствия остаточных количеств этих препаратов в животноводческой продукции, а в последнее время они обнаружены и в объектах окружающей среды. Поэтому определение микроколичеств антибиотиков, в том числе тетрациклиновой группы, является актуальной задачей современной аналитической химии. Необходимым этапом такого определения является предварительное выделение аналита, для чего наиболее пригодны сорбционные методы.

Учитывая сказанное выше, **актуальность** темы диссертационной работы А.Ю. Удаловой, как в теоретическом, так и в практическом плане сомнений не вызывает.

Целью диссертационной работы было:

- систематическое изучение сорбции тетрациклинов на сорбентах различной природы;

- разработка методик сорбционного концентрирования тетрациклинов для их последующего определения в элюате методом обращенно-фазовой ВЭЖХ или спектрофотометрии.

Для достижения поставленных целей решали следующие **задачи**:

- изучение особенностей сорбции тетрациклина, окситетрациклина, хлортетрациклина и доксициклина на изучаемых сорбентах в зависимости от условий извлечения и природы сорбатов;

- сопоставление использованных сорбентов по эффективности извлечения аналитов и выбор на этой основе наиболее перспективного сорбента для группового концентрирования тетрациклинов;

- изучение влияния различных параметров процесса (выбор подвижной и неподвижной фаз, наиболее чувствительного детектора и тд.) на селективность хроматографического разделения тетрациклинов методом ОФ ВЭЖХ;

- разработка методов определения тетрациклинов с использованием спектрофотометрического и амперометрического детектирования;

- разработка процедур сорбционного концентрирования тетрациклинов, обеспечивающих наименьшие пределы обнаружения при их хроматографическом или спектрофотометрическом определении;

- реализация разработанных методик при анализе фармацевтических препаратов, речной воды, молока, мяса и креветок.

Диссертационная работа А.Ю. Удаловой изложена на 153 страницах машинописного текста, содержит 36 рисунков и 32 таблицы. Она состоит из введения, обзора литературы, главы об использованных в работе объектах исследования, реактивах, аппаратуре и технике эксперимента, трех глав экспериментальной части, в которых изложены результаты проведенных исследований и их обсуждение, выводов и списка цитируемой литературы (215 наименований).

Глава I (обзор литературы) охватывает всю необходимую, на мой взгляд, информацию по методам выделения, концентрирования и определения тетрациклинов, опубликованную преимущественно за последние пять лет.

Акцентируется внимание на особенностях применения методов определения тетрациклинов в зависимости от объектов анализа. Обзор литературы изложен на 38 страницах, написан четко, логично, грамотно, хорошим литературным языком. На основании анализа литературных данных автор делает обоснованный вывод о необходимости систематических исследований сорбционного поведения тетрациклинов на различных по природе сорбентах и формулирует основные задачи исследования.

Глава II посвящена объектам (эталоны тетрациклинов, реагенты и реактивы) и методам исследования, описана техника эксперимента и применяемые приборы.

Глава III посвящена изучению сорбции тетрациклинов на различных по природе сорбентах. В этой главе представлены обширные результаты исследований:

- по структурным характеристикам сорбентов;
- по особенностям сорбции тетрациклинов на ССПС, Strata SDB-L, Strata-X, УНМ «Таунит» и диэтиламиноэтилцеллюлозе;
- по влиянию на сорбцию времени контакта фаз, рН водной фазы, природы сорбентов;
- по сорбционному поведению тетрациклинов на ССПС в статических и динамических условиях. Следует отметить теоретическую и практическую важность, новизну полученных результатов исследования диссертанта по сорбции тетрациклинов на полимерном сорбенте ССПС. Впервые проведено сравнение сорбционного поведения тетрациклинов на сорбентах различной природы и предложены механизмы удерживания тетрациклинов на данных сорбентах.

В **главе IV** представлены экспериментальные данные по разработке методики хроматографического разделения и определения тетрациклинов после сорбционного концентрирования этих соединений на сверхсшитом полистироле. Проведен выбор неподвижной фазы, состава подвижной фазы и условий детектирования, обеспечивающих наилучшую селективность и эффективность разделения модельной смеси, содержащей тетрациклин, окситетрациклин,

хлортетрациклин и доксициклин. Разработанные методики метрологически охарактеризованы, правильность полученных результатов проверена при анализе различных объектов (природная вода, молоко, мясо индейки и креветок) методом «введено – найдено». Методики обеспечивают получение достоверных и характеризующихся хорошей сходимостью результатов.

В главе V описаны разработанные спектрофотометрические методики определения исследуемых тетрациклинов в ацетонитрильно – метанольном растворе без и после сорбционного концентрирования на сверхсшитом полистироле. Показана возможность использования смеси ацетонитрил – метанол (1:1) в качестве экстрагента для количественного извлечения тетрациклина из лекарственных препаратов.

Следует отметить большой объем проведенного соискателем эксперимента, выполненного и изложенного на высоком научном уровне. Мотивы выбора методов исследования представляются весьма обоснованными. Экспериментальные результаты работы были получены методами ВЭЖХ, спектрофотометрии и потенциометрии - хорошо разработанными методами исследования. Цифровой материал статистически обработан. Поэтому достоверность полученных результатов и надежность выводов на их основе не вызывает сомнений.

Научная новизна рецензируемой диссертационной работы А.Ю. Удаловой заключается в получении совокупности новых экспериментальных данных, касающихся особенностей сорбции тетрациклинов из водных и водно-органических сред на различных по природе сорбентах: ССПС, Strata SDB-L, Strata-X, наноуглеродного материала Таунит и диэтиламиноэтилцеллюлозе. Интересными с научной точки зрения представляются выводы автора о роли различных типов межмолекулярных взаимодействий в сорбции исследованных веществ. Удачной находкой является предложение использовать смесь ацетонитрил – метанол (1:1) для элюирования тетрациклинов со сверхсшитого полистирола и их количественного выделения из лекарственных препаратов.

К наиболее интересным результатам диссертационной работы можно отнести установленный автором синергетический эффект смеси ацетонитрил – метанол (1:1), обладающей более высокой элюирующей способностью по сравнению с индивидуальными растворителями.

Практическую значимость работы А.Ю. Удаловой заключается в том, что в ней для динамического сорбционного концентрирования тетрациклинов из водных и водно – органических растворов и очистки экстрактов, получаемых в процессе пробоподготовки продуктов питания, предложено использовать сверхсшитый полистирол. Разработана методика хроматографического разделения и определения тетрациклинов после их сорбционного концентрирования на ССПС. Кроме того, большое практическое значение имеет оптимизация процедур пробоподготовки продуктов питания и лекарственных препаратов. Методики апробированы при анализе эталонных образцов тетрациклинов, а также образцов природных вод, фармацевтических препаратов, молока, мяса и креветок.

По работе имеются следующие замечания:

1. Из текста диссертации осталось неясно, чем руководствовался автор при выборе сорбентов, исследованных в работе.

2. Согласно приведенному обзору литературы для сорбции тетрациклинов чаще всего используется сорбент Oasis HLB. Было бы интересно сравнить сорбционное поведение тетрациклинов на этом и изученных в работе сорбентах.

3. В работе недостаточно глубоко рассмотрен механизм влияния состава элюирующих смесей на результаты эксперимента.

4. В диссертации не указано, как много циклов «сорбция – десорбция» выдерживает ССПС.

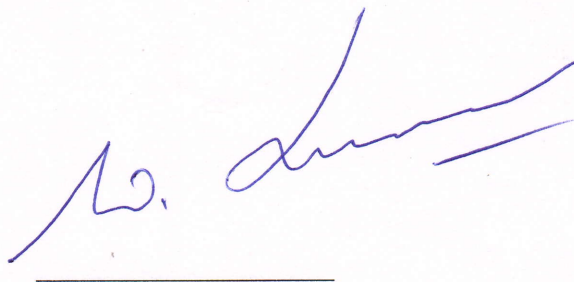
Сделанные замечания не имеют принципиального характера и не снижают общей весьма положительной оценки работы в целом.

Автореферат и опубликованные работы правильно передают основное содержание диссертационной работы.

Заключение о соответствии диссертации критериям, установленным Положением о порядке присуждения ученых степеней.

Диссертационная работа Удаловой Аллы Юрьевны «Сорбционное концентрирование антибиотиков тетрациклиновой группы для их последующего определения» представляет собой самостоятельное, законченное и актуальное научное исследование. По объему выполненных исследований, актуальности, новизне, научной и практической ценности, уровню обсуждения результатов, надежности и достоверности основных выводов диссертационная работа Удаловой Аллы Юрьевны соответствует требованиям пункта 9 Постановления Правительства Российской Федерации от 24.09.2013 № 842 «Положения о порядке присуждения ученых степеней», предъявляемым к диссертациям на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 – Аналитическая химия, а ее автор А.Ю. Удалова заслуживает присуждения ей искомой степени по специальности 02.00.02 – Аналитическая химия.

Профессор кафедры общей биологии и биоэкологии
Биолого-химического факультета МГОУ,
профессор, доктор химических наук
Дедков Юрий Маркович



Дедков Ю.М.
20.11.2015

ГОУ ВПО «Московский государственный областной университет», Биолого-химический факультет

Почтовый адрес: 141014, Московская область, г. Мытищи, ул. Веры Волошиной, д. 24.
Телефон: 8(495)337-7409.
Электронная почта: j13021936@gmail.com

*Юриисъ Дедкова Ю.М. заверяю:
проректор по научной работе МГОУ,
доктор юридических наук,
профессор
Певцова Е.А.*



В диссертационный совет Д 501.001.88
при федеральном государственном бюджетном
образовательном учреждении высшего
образования «Московский государственный
университет им. М.В. Ломоносова»
от Дедкова Юрия Марковича

Настоящим даю согласие выступить официальным оппонентом на защите диссертации Удаловой Аллы Юрьевны на тему: «Сорбционное концентрирование антибиотиков тетрациклиновой группы для их последующего определения», представленной на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 – Аналитическая химия.

О себе сообщаю следующие сведения:

1. Дедков Юрий Маркович, гражданин РФ.
2. Доктор химических наук (02.00.02-Аналитическая химия), профессор, профессор кафедры общей биологии и биоэкологии ГОУ ВПО «Московский государственный областной университет»
3. ГОУ ВПО «Московский государственный областной университет», Биолого-химический факультет.
4. Адрес места работы:
105005, г. Москва, ул. Радио, д. 10А.;
8(495)337-7409;
<http://mgou.ru>;
j13021936@gmail.com
5. Основные работы по профилю оппонируемой диссертации:

1. *Арабова З.М., Корсакова Н.В., Дедков Ю.М.* Сорбционно-спектрофотометрическое определение родия с помощью гетероциклических азосоединений. // Аналитика и контроль. 2013. Т. 17. № 1. С. 102-106.

2. *Казакова Т.А., Тютюнник О.А., Дедков Ю.М.* Спектрофотометрическое определение бора бериллоном III. // Аналитика и контроль. 2013. Т. 17. № 2. С. 242-245.

3. *Арабова З.М., Корсакова Н.В., Торопченова Е.С., Дедков Ю.М.* Активация родия(III) в реакциях с гетероциклическими азосоединениями с помощью ацетатно-спиртовых сред. // Вестник Московского государственного областного университета. Серия: Естественные науки. 2012. № 2. С. 40-43.

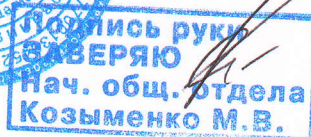
4. *Кельина С.Ю., Цимбал Д.О., Дедков Ю.М.* Новые возможности катализа процесса окисления при определении химического потребления кислорода (обзор). // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2012. Т. 78. № 9. С. 8-12.

5. *Шашкина П.С., Дедков Ю.М.* Оценка сорбционных возможностей речных взвешенных веществ различного генезиса. // Вестник Московского государственного областного университета. 2010. № 1. С. 91-96.

6. Антонова Т.В., Вершинин В.И., Дедков Ю.М. Использование трифенилметановых красителей для спектрофотометрического определения полимерных флокулянтов в водных растворах. // Журнал аналитической химии. 2005. Т. 60. № 3. С. 278-283.

7. Антонова Т.В., Вершинин В.М., Дедков Ю.М. Оптические методы определения катионных флокулянтов и поверхностно-активных веществ в водах. // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2004. Т. 70. № 1. С. 3-9.

Доктор химических наук
02.00.02 – Аналитическая химия,
профессор



Дедков Ю.М.