

УТВЕРЖДАЮ:

ректор ФГБОУ ВО «Воронежский
государственный университет
инженерных технологий»
д.т.н., профессор

Чертов Е.Д.

« 6 » ноября 2015 г.



ОТЗЫВ

ведущей организации ФГБОУ ВО «Воронежский государственный университет инженерных технологий» на диссертационную работу Удаловой Аллы Юрьевны «Сорбционное концентрирование антибиотиков тетрациклиновой группы для их последующего определения», представленной на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 – Аналитическая химия

Диссертационная работа Удаловой Анны Юрьевны выполнена по современной и актуальной тематике – разработке новых подходов к определению биологически активных соединений в водных средах, пищевых продуктах, лекарственных средствах. В качестве объектов исследования выбраны антибиотики тетрациклиновой группы, характеризующиеся противомикробной активностью, относительно низкой стоимостью, что обуславливает их широкое применение в медицине и ветеринарии. По масштабам применения тетрациклины до сих пор занимают одно из первых мест среди других ветеринарных антибиотиков. Крупномасштабное и неконтролируемое применение тетрациклинов в ветеринарной практике приводит к их накоплению в продуктах питания животного происхождения и объектах окружающей среды и необходимости контроля над их содержанием в пищевых продуктах, кормах, водах, почвах. Для выделения и концентрирования тетрациклинов из объектов со сложной матрицей перспективны сорбционные

методы. Несмотря на большое количество экспериментальных исследований, поиск новых классов эффективных, доступных сорбентов, сочетаемых с различными методами определения, также является актуальной проблемой современной аналитической химии.

Новизна проведенных исследований и полученных результатов. Установлены основные факторы, определяющие сорбционное поведение тетрациклинов на различных по природе сорбентах: сверхсшитый полистирол (ССПС); полимерные сорбенты Strata SDB-L и Strata-X, наноуглеродный материал Таунит; диэтиламиноэтилцеллюлоза (ДЭАЭЦ). Изучены изотермы сорбции тетрациклинов и рассчитаны параметры сорбционного равновесия. Интерпретирована природа межмолекулярных взаимодействий тетрациклинов с поверхностью сорбентов. Выбраны условия, обеспечивающие количественное суммарное выделение тетрациклинов из водных и из водно-органических растворов. При этом реализуется сочетание сорбционного концентрирования тетрациклинов на сверхсшитом полистироле с их определением в элюате методом ОФ ВЭЖХ или спектрофотометрии.

Изучены условия определения тетрациклинов методом ОФ ВЭЖХ с УФ- и амперометрическим детекторами. Доказано, что применение амперометрического по сравнению со спектрофотометрическим детектором обеспечивает снижение пределов хроматографического определения тетрациклинов в водных средах в 5 раз.

Практическая значимость работы. Оптимизированы процедуры пробоподготовки продуктов питания и лекарственных препаратов. Разработан комплекс оригинальных способов сорбционного концентрирования тетрациклинов и их определения в элюате методом ОФ ВЭЖХ или спектрофотометрии. Методики апробированы при анализе речной воды, лекарственных препаратов, молока, мяса и креветок.

Структура диссертации. Диссертационная работа содержит все обязательные компоненты кандидатской диссертации и состоит из введения, обзора литературы, главы «Объекты исследования, аппаратура и методика эксперимента», трех глав, в которых изложены результаты проведенных исследований и их обсуждение, выводов и списка цитируемой литературы (215 наименований). Работа изложена на 153 страницах, содержит 36 рисунков и 32 таблицы.

В литературном обзоре систематизированы методы выделения, концентрирования и определения тетрациклинов в продуктах питания, кормах, водах, почвах, биологических жидкостях и лекарственных препаратах. Отличительной особенностью обзора является охват новой и новейшей литературы по исследуемым проблемам преимущественно за 5 последних лет.

Экспериментальная часть исследования обосновывает использованную методологию, что способствует восприятию материала как достоверного и обоснованного.

Основная часть работы изложена в главах 3 – 5. В третьей главе приведены результаты исследования и установлены особенности сорбции тетрациклинов в статических и динамических условиях на ССПС; сорбентах

Strata SDB-L и Strata-X, Тауните и ДЭАЭЦ в зависимости от их природы и условий проведения эксперимента.

В четвертой главе представлены результаты изучения условий хроматографического разделения и определения тетрациклина, окситетрациклина, хлортетрациклина и доксициклина методом ОФ ВЭЖХ на хроматографе “Цвет Яуза – 04” при варьировании природы неподвижной фазы и состава подвижной фазы. Определение проводили без и после динамического сорбционного концентрирования тетрациклинов на микроколонке, заполненной ССПС. Способы определения тетрациклинов апробированы при анализе речной воды и продуктов питания (молоко, мясо, креветки).

Пятая глава посвящена разработке спектрофотометрической методики определения тетрациклинов в ацетонитрильно-метанольном растворе без и после сорбционного концентрирования на ССПС. Предложен подход и разработан способ, позволяющий определять суммарное содержание тетрациклинов.

Достоверность и надежность. Представленные в работе аналитический обзор, результаты исследований, их обсуждение и обоснованность выводов выполнены на высоком научно-методическом уровне. Достоверность результатов доказана статистической обработкой большинства экспериментальных данных, комплексом исследований и определений, например, методом «введено-найдено». Поставленная цель диссертационной работы достигнута, а задачи исследований успешно решены. Следует отметить системность и большой объем проведенного исследования, его четкую логику, структуру и оправданность каждого этапа. Диссертант демонстрирует хорошее владение материалом исследований, базирующееся на современных публикациях по тематике диссертационной работы.

Апробация и публикации. Результаты исследований прошли широкую апробацию, докладывались на российских и международных конференциях. Основные положения диссертации отражены в 12 публикациях, 4 из которых в журналах из перечня ВАК, остальные – тезисы докладов на научных конференциях.

Рекомендации по использованию результатов и выводов диссертации. Полученные результаты имеют практическую значимость и могут быть использованы в вузах и научных учреждениях, работающих в области хроматографических и спектрофотометрических методов анализа – Московском, Санкт-Петербургском, Самарском, Саратовском, Казанском, Воронежском и др. госуниверситетах, Воронежском государственном университете инженерных технологий, Институте геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН, а также в лабораториях, занимающихся анализом продуктов питания и водных сред.

Выводы по работе логичны и следуют из представленных данных. Цели и задачи, поставленные в диссертации, выполнены полностью. Содержание автореферата соответствует содержанию диссертации и дает полное представление о вкладе автора, практической значимости и научной новизне результатов.

Важно отметить, что диссертационная работа выполнена на отечественном оборудовании и с использованием сорбентов, производимых в России, что важно, с точки зрения импортозамещения и снижения стоимости анализа.

Замечания и вопросы по диссертационной работе и автореферату:

1. В литературном обзоре в основном (более 90 %) приводятся ссылки и описание зарубежных работ, между тем отечественные исследователи решают проблемы определения антибиотиков в различных средах (например, в СГУ – Кулапина Е.Г., в МГУПБ – Кальницкая О.И.). Целесообразно было бы сократить пояснения, относящиеся к физиологической активности антибиотиков и их применению в животноводстве, ограничившись необходимыми пояснениями в разделе «Актуальность темы». Не следовало дублировать химическую формулу тетрациклинов на с. 13 и 52.

2. В главе 2 и далее не обоснованы условия выбора массы сорбента в микроколонке, скорости элюирования анализируемого раствора. Градуировочные графики построены по четырем точкам, на графиках отсутствуют доверительные интервалы экспериментальных значений.

3. Рисунок 15 и таблица 12, а также рисунок 16 и таблица 13 дублируют экспериментальные данные, при этом результаты сорбции окситетрациклина на микроколонке, заполненной 0.030 г ССПС, от объемной доли метанола повторяются четырежды. Дублирование экспериментальных данных есть и в других разделах (например, повторяются c_{\min} в таблицах 17 и 18; в таблицах 25, 28 и 30).

4. Для оценки достигнутого эффекта сорбции тетрациклинов целесообразно было ввести и сравнивать результативность их извлечения по величине коэффициента концентрирования.

5. Почему при определении тетрациклинов в молоке осаждение белка не влияет на результаты анализа, если известно, что, например, в организме человека до 65 % тетрациклина связывается белками крови.

Замечания имеют частный характер и не отражаются на общей положительной оценке работы.

Заключение о соответствии диссертации критериям, установленным Положением о присуждении ученых степеней. Содержание диссертации Аллы Юрьевны Удаловой соответствует паспорту заявленной специальности. Диссертация является законченной научно-квалификационной работой, в которой, на основании выполненных автором исследований изложены новые научно обоснованные решения в области сорбционно-инструментальных способов определения антибиотиков тетрациклиновой группы, внедрение которых вносит существенное значение в развитие теории и практики аналитической химии. По объему, актуальности, научной новизне, целостности, завершенности, практической значимости и публикациям диссертационная работа «Сорбционное концентрирование антибиотиков тетрациклиновой группы для их последующего определения» соответ-

ствуем требованиям п.9 «Положения о порядке присуждения ученых степеней», утвержденного постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 г. № 842, предъявляемым к кандидатским диссертациям на соискание ученой степени кандидата наук. **Соискатель Алла Юрьевна Удалова заслуживает присуждения ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 – «Аналитическая химия».**

Отзыв составил доктор химических наук, доцент, профессор кафедры физической и аналитической химии, проректор по учебной работе Суханов Павел Тихонович.

Отзыв заслушан и утвержден на заседании кафедры физической и аналитической химии, протокол № 3 от 2 ноября 2015 г.

Доктор химических наук, доцент,
профессор кафедры физической и аналитической химии,
проректор по учебной работе ВГУИТ

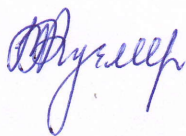
394036, Россия, г. Воронеж,
пр-т Революции, д. 19,
ФГБОУ ВО «ВГУИТ»,
Тел. +7 (473)2 55-53-07, E-mail: pavel.suhanov@mail.ru



Суханов Павел Тихонович

Доктор химических наук, профессор,
заведующая кафедрой физической и аналитической химии

394036, Россия, г. Воронеж,
пр-т Революции, д. 19,
ФГБОУ ВО «ВГУИТ»,
факультет экологии и химической технологии
Тел. +7 (473)2 55-07-62, E-mail: tak1907@mail.ru.



Кучменко Татьяна Анатольевна

Министерство образования и науки
Российской Федерации
Федеральное государственное бюджетное
образовательное учреждение
высшего образования
ВОРОНЕЖСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ
УНИВЕРСИТЕТ ИНЖЕНЕРНЫХ ТЕХНОЛОГИЙ
394036, г. Воронеж,
пр. Революции, 19
Тел. (8-473) 255-35-21, 255-42-67
Факс (8-473) 255-42-67, 255-38-56
Эл.почта: post@vsuet.ru
№ 68-0007-1344 а от « 7 » 10 2015 г.

На № _____.

Председателю совета по защите
диссертаций на соискание ученой
степени кандидата наук, на
соискание ученой степени доктора
наук Д 501.001.88
на базе ФГБОУ ВПО «Московский
государственный университет
имени М.В.Ломоносова»,
академику РАН Золотову Ю.А.

Глубокоуважаемый Юрий Александрович!

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования "Воронежский государственный университет инженерных технологий" согласно выступить в качестве ведущей организации по защите кандидатской диссертации Удаловой Аллы Юрьевны «Сорбционное концентрирование антибиотиков тетрациклиновой группы для их последующего определения» по специальности 02.00.02 – Аналитическая химия.

Ректор Федерального государственного
бюджетного образовательного
учреждения высшего образования
"Воронежский государственный
университет инженерных технологий"



Чертов Е.Д.

Сведения о ведущей организации

по 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.

Полное название организации в соответствии с уставом	Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования "Воронежский государственный университет инженерных технологий"
Сокращенное название организации в соответствии с уставом	ФГБОУ ВО "ВГУИТ"
Ведомственная принадлежность	Министерство образования и науки Российской Федерации
Место нахождения	г. Воронеж, пр-т Революции, 19
Почтовый индекс, адрес организации	394036, г. Воронеж, пр-т Революции, 19
Телефон	+7 (473)255-42-67
Адрес электронной почты	post@vsuet.ru
Адрес официального сайта в сети «Интернет»	http://www.vsuet.ru
Список основных публикаций работников ведущей организации по теме диссертации в рецензируемых научных изданиях за последние 5 лет (не более 15 публикаций)	
<p>1. Чурилина Е.В., Суханов П.Т., Ермак С.С., Коренман Я.И., Шаталов Г.В. Новые полимеры на основе n-виниламидов для концентрирования нитрофенолов из водных сред. // Журнал аналитической химии. 2012. Т. 67. № 9. С. 855-859.</p> <p>2. Суханов П.Т., Чурилина Е.В., Губин А.С., Шаталов Г.В., Кузнецова И.С., Чистякова А.А., Машкина А.А. Сорбция фенола и крезолов из водных растворов сетчатыми полимерами на основе n-винилпирролидона. // Сорбционные и хроматографические процессы. 2012. Т. 12. № 5. С. 712-718.</p> <p>3. Суханов П.Т., Калинин С.П., Харитонова Л.А., Ивахненко О.Е. Твердофазная экстракция гидроксидароматических соединений из водных сред. // Вестник Воронежского государственного университета инженерных технологий. 2012. № 2. С. 128-131.</p> <p>4. Чурилина Е.В., Кушнир А.А., Суханов П.Т., Мастюкова Т.В., Шаталов Г.В., Зарытовских О.А. Термодинамика сорбции нитрофенолов из</p>	

