

ОТЗЫВ

на автореферат диссертации Севко Дарьи Анатольевны «Концентрирование и определение фитостероидов с помощью молекулярно-импринтированных сорбентов и тандемной масс-спектрометрии высокого разрешения», представленной на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 – «Аналитическая химия»

Работа Севко Д.А. посвящена разработке подхода к детектированию и определению фитостероидов в таких сложных матрицах как растительные экстракты. Эти соединения обладают адаптогенными и антимикробными свойствами, стимулируют иммунные процессы, являются физиологически активными компонентами многих биологически активных добавок на основе растений. Так как в настоящее время в лекарственных средствах при контроле их качества необходимо помимо основного компонента определять и группы родственных ему соединений, тема данного исследования является актуальной.

Детально рассмотрены два варианта решения поставленной задачи: масс-спектрометрическое детектирование и дальнейшее определение целевых аналитов, либо предварительное их концентрирование и выделение молекулярно-импринтированными сорбентами для анализа наиболее часто применяемыми методами (радиоиммунный, ВЭЖХ-УФ), но требующими увеличения селективности и чувствительности.

Автором предложен алгоритм экспрессной идентификации фитостероидов в объектах сложного состава с применением современной техники – тандемной масс-спектрометрии высокого разрешения (ВЭЖХ-МС/МС). В основе такого подхода – наличие в МС/МС-спектрах фитостероидов фрагментных ионов, характеристичных для этого класса веществ.

В анализе растительных экстрактов применение ЯМР не всегда целесообразно, поскольку регистрация ЯМР-спектров требует выделения каждого фитостероида в миллиграммовых количествах. Для решения этой задачи действительно удобнее использовать метод ВЭЖХ-МС/МС, который позволяет детектировать фитостероиды на уровне наногаммов без их выделения в виде отдельных фракций, а по информации о фрагментации аналитов устанавливать их строение. В этом случае информация о строении менее полна, чем в случае ЯМР, но зачастую достаточна для установления строения аналита.

Большое внимание уделено получению молекулярных отпечатков фитостероидов, рассмотрены различные виды матриц и подложек, описаны их достоинства и недостатки. Обнаружено, что воспроизводимые отпечатки фитостероидов «наилучшего качества» (с наиболее высоким импринтинг-фактором) образуются использовании конформационно жесткой матрицы для получения отпечатков и конформационно жесткой подложки. Установлено, что использование в качестве темплата комплекса экдистена с 3-аминофенилборной кислотой позволяет увеличить степени извлечения фитостероидов на 30–50% по сравнению с использованием экдистена как темплата.

На примере импринтированного экдистеном сорбента на основе TiO_2 показано преимущество использования сорбентов с молекулярными отпечатками по сравнению с коммерчески доступным обращеннофазовым кремнеземом для группового извлечения фитостероидов из матриц растительных экстрактов и лекарственных препаратов. Получены

картриджи для твердофазной экстракции фитостероидов и разработана методика селективного концентрирования группы фитостероидов из растительных экстрактов или лекарственных препаратов перед ВЭЖХ-МС/МС анализом.

В ряду несомненных достоинств работы следует особо отметить большой объем выполненной экспериментальной работы, логичное и последовательное изложение всех этапов эксперимента, применение современных хроматомасс-спектрометрических методов.

По результатам ознакомления с работой можно высказать ряд небольших замечаний:

1. Можно ли на основании изучения схем фрагментации двух фитостероидов (экдистена и туркестерона) делать выводы о закономерностях фрагментации и других представителей данного класса? Возможно, необходимо было рассмотреть большее число целевых аналитов.

2. Проводились ли попытки идентифицировать неизвестные компоненты матрицы экстракта серпухи венценосной (компоненты I, II, III)?

Указанные замечания, тем не менее, не снижают общего положительного впечатления о работе. Диссертация Севко Д.А. представляет собой законченное исследование, выполненное на актуальную тему с использованием последних достижений в области аналитической химии и полностью соответствует требованиям, предъявляемым ВАК, а ее автор заслуживает присуждения ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 – аналитическая химия.

Вице-президент
Российского Союза химиков
д.х.н., профессор кафедры химии и технологии полимерных
пленкообразующих материалов

С.В. Голубков

Голубков Сергей Викторович д.х.н., профессор кафедры химии и технологии полимерных пленкообразующих материалов

125043 г. Москва ул. Ал.Невского д. 43 кв.53

+7(985)364 48 24

golubkovsv@mail.ru

Российский Союз химиков, вице-президент

Подпись вице-президента Российского Союза химиков, д.х.н., профессора кафедры химии и технологии полимерных пленкообразующих материалов Голубкова С.В. заверяю

Исполнительный директор
Российского Союза химиков

В.С. Савинов

