

ВІДГУК

офіційного опонента на дисертацію *Арабаджи Михайла В'ячеславовича* «Атомно-абсорбційне визначення міді, цинку, свинцю, кадмію і селену в біологічних рідинах та продуктах харчування за допомогою атомізатора графітова втулка-фільтр з вугільною ниткою-колектором», яка представлена на здобуття наукового ступеня кандидата хімічних наук із спеціальності 02.00.02 – аналітична хімія

Дисертаційна робота Арабаджи М.В. присвячена вивченню геометричних особливостей, термічних характеристик та хіміко-аналітичних можливостей поздовжньо нагріваної електротермічної печі з графітовою «втулкою-фільтром» і вугільною ниткою –колектором на базі атомізатору «ГРАФІТ-2» при прямому електротермічному атомно-абсорбційному спектрофотометричному (ЕТ ААС) визначенні мікрокількостей Cu, Zn, Pb, Cd і Se у різноманітних біологічних рідинах та продуктах харчування: крові, сечі, слині, грудному молоці, винах, природних водах та рослинних і тваринних оліях і жирах при їх випаровуванні в присутності хімічного модифікатора.

Актуальність теми дисертаційної роботи. Загальна характеристика роботи. Для визначення металів в об'єктах складного хімічного складу аналітична хімія пропонує досить великий арсенал методів, серед яких ЕТ ААС має достатньо широке розповсюдження завдяки своїй високій чутливості, селективності, відтворюваності, високій продуктивності. Разом з тим, в переважній більшості випадків при аналізі об'єктів навколишнього середовища, продовольчої сировини, продуктів харчування потрібна їх попередня пробопідготовка. Як відомо, ця стадія є найбільш ресурсномісткою і тривалою, а тому вносить найбільшу похибку в результати відповідного аналізу. Пошук технічних та методологічних можливостей удосконалення парку приборів атомно-абсорбційної спектроскопії – створення нових атомізаторів, багатоелементних методів аналізу, вдосконалення методів корекції неселективного поглинання, розробка методологічних підходів хімічного модифікування високотемпературних процесів атомізації тощо, їх впровадження у повсякденну практику є одним із пріоритетних завдань сучасної аналітичної хімії. Незважаючи на те, що в аналітичній практиці ЕТ ААС пропонувались пристрої з розділеними зонами випаровування і атомізації, включаючи графітову «втулку-фільтр» (ГВФ), а в деяких випадках з вугільною ниткою-колектором (ВНК), однак, вони не отримали широкого практичного використання внаслідок недостатньої вивченості конструкційних параметрів, відсутності відомостей про критерії вибору операційних параметрів атомізатору.

Зазначене вище і обумовлює **актуальність** теми досліджень.

Автор дисертаційної роботи вперше теоретично обґрунтував модель нагріву графітної трубчастої печі атомізатора «ГРАФІТ-2» з ГВФ і ВНК з урахуванням втрати тепла за рахунок його передачі захисному газу– аргону.



Об'єктами прямого ЕТ ААС визначення Cd, Pb, Cu, Se і Zn автором роботи вибрано кров, сечу, слину, грудне молоко, мінеральні води (з мінералізацією до 10 г/л), вина, рослинні і тваринні олії та жири при їх випаровуванні в присутності «універсального» хімічного модифікатору – суміші нітратів Pd і Mg (Pd-Mg ХМ). хімічного модифікатора.

Дисертаційна робота виконана на кафедрі аналітичної хімії Одеського національного університету імені І.І. Мечникова відповідно до теми № 146 «Атомно-абсорбційне визначення деяких мікроелементів у біологічних рідинах за допомогою атомізатору "графітова втулка-фільтр"» (2015-2018 р, номер держ. реєстрації 0115/U001724).

Дисертаційну роботу викладено на 124 сторінках друкованого тексту (у т.ч. 8 сторінок додатків), вона складається зі вступу, 4 розділів, висновків, списку цитованої літератури, що нараховує 138 найменувань, містить 48 рисунків, 16 таблиць та 2 додатки.

У *вступі* обґрунтовано актуальність теми дослідження, сформульовано мету роботи, визначено основні задачі дослідження, висвітлено наукову новизну та практичне значення отриманих результатів

Перший розділ дисертації присвячений огляду літератури за темою, зокрема, зібрано та узагальнено літературні дані щодо фізіологічної дії Cd, Pb, Cu, Se і Zn на організм людини, їх вмісту в деяких біологічних рідинах, мінеральних водах, винах, рослинних і тваринних жирах та оліях. За результатами аналізу літературних даних опублікованих у період з 1975 по 2016 рр. наведено характеристики відомих методів прямого визначення перерахованих елементів в біологічних рідинах. Розглянуто переваги використання атомізатору ГВФ в аналітичній практиці ЕТ ААС. Відзначено, що при роботі з ГВФ визначаємі елементи надходять в аналітичну зону раніше чи пізніше в порівнянні з основними компонентами досліджуваних матеріалів. Це сприяє усуненню або зменшенню спектральних і неспектральних перешкод. На основі літературного огляду обґрунтовано мету дисертаційної роботи.

Другий розділ дисертації присвячений опису методик та техніки виконання експериментальних досліджень. Наведено інформацію про прилади, реактиви і допоміжне обладнання. Описано методики приготування градуювальних розчинів, «універсального» хімічного модифікатору і допоміжних розчинів.

Третій розділ дисертації присвячений експериментальним дослідженням. Автором обґрунтовано та вибрано геометричні параметри ГВФ, показано, що відповідне підвищення чутливості ЕТ ААС визначення Pb при її використанні пов'язано зі зменшенням обсягу зони формування аналітичного сигналу. Оцінено вплив температури печі на стадіях озолення та атомізації на величини абсорбційності атомів Cd, Pb, Cu, Se і Zn при випаровуванні їх мікрокількостей з водного розчину з поверхні ГВФ і ВНК в присутності модифікатору Pd-Mg ХМ та без. За результатами досліджень запропоновано модель нагріву електротермічної графітової трубчастої печі атомізатору «ГРАФІТ-2» з ГВФ і ВНК, оптимізовано умови ЕТ ААС визначення у водних розчинах за допомогою ГВФ з ВНК та Pd-Mg ХМ, встановлені інтервали їх визначаємих концентрацій, а також випадкова помилка відповідних вимірювань. Одночасно з цим досліджено вплив головних

мінеральних та органічних компонентів об'єктів дослідження на неселективне поглинання світла, а також абсорбцію атомів Cd, Pb, Cu, Se і Zn при їх випаровуванні з поверхні ГВФ, ВНК у присутності Pd-Mg ХМ. Показано, що наявність у розчинах об'єктів дослідження до 1,5 г/л мінеральних та 15-200 г/л органічних компонентів не створює перешкод при виконанні відповідного аналізу.

Отримані дані покладено в основу запропонованих автором методик прямого ЕТ ААС визначення Cd, Pb, Cu, Se і Zn в деяких біологічних рідинах, мінеральних водах та продуктах харчування.

Четвертий розділ дисертації присвячений розробці методик прямого ЕТ ААС визначення Cd, Pb, Zn, Cu і Se в крові, сечі, слині, грудному молоці, мінеральних водах різного хімічного складу, винах, рослинних і тваринних оліях та жирах.

Основні положення, наукова новизна, достовірність одержаних результатів.

Обґрунтованість наукових положень і висновків, які представлені у дисертаційній роботі *Арабаджі М.В.* забезпечуються коректним плануванням роботи і базуються на достатньо великому об'ємі експериментальних даних та їх всебічному аналізі. Високий технічний рівень виконання роботи підтверджується патентом України та широкою апробацією результатів роботи на наукових конференціях різних рівнів.

Контроль точності результатів аналізу Cd, Pb, Zn, Cu в досліджуємих об'єктах з використанням запропонованої методики доведена методом добавок; порівнянням з результатами інших методів. При визначенні Se в сечі та сироватці крові був вибраний гідридний варіант атомно-абсорбційної спектрофотометрії, контроль точності доведена порівнянням результатів відповідного аналізу з паспортними даними стандартних зразків складу: сироватки крові (Seronorm™ Trace Elements Serum L-1), сечі (Seronorm™ Trace Elements Urine L-1) та природної води (Standard Reference Material® 1643f – Trace Elements in Water).

Серед основних результатів роботи, які визначають її **новизну**, можна відмітити наступне:

- вперше вивчено основні особливості і характеристики графітової трубчастої печі атомізатора «ГРАФІТ-2» з поздовжнім нагрівом, в тому числі з ГВФ і ВНК, в результаті чого запропонована відповідна модель з урахуванням втрати тепла за рахунок його передачі захисному газу – аргону;

- показано, що неізотермічність (наявність градієнта температури (~ 200-300 К) по довжині графітової трубчастої печі) і мала (~ 400 К/с) швидкість її нагріву при роботі з атомізаторами типу «ГРАФІТ-2» у порівнянні з прискореним (~ 2500-3000 К/с) і поперечним нагрівом печей для атомізаторів типу НГА, призводить до втрат легколетких елементів, зокрема Pb і Cd, у результаті їх видалення потоком захисного газу з печі на початковому етапі стадії їх атомізації;

- для усунення або зменшення недоліків атомізаторів типу «ГРАФІТ» автором роботи запропоновано використовувати ГВФ з ВНК, а випаровування аналіту вести в присутності Pd-Mg ХМ;

- відзначено, що використання Pd-Mg ХМ дозволяє не тільки в 2-2,5 рази підвищити чутливість відповідних ЕТ ААС визначень перерахованих елементів, але і без їх значущих втрат підняти до 900-1100 °С температуру печі на стадії озолення, тим самим покращивши мінералізацію аналізованих зразків, особливо з високим вмістом органічних речовин.

Новизна отриманих матеріалів підтверджена патентом України на корисну модель.

Повнота викладених основних результатів дисертації у наукових виданнях з урахуванням встановлених вимог. Ідентичність змісту автореферату та основних положень дисертації.

Результати дисертаційної роботи Арабаджи М.В. достатньо повно висвітлені у наукових працях автора. За матеріалами дисертаційної роботи Арабаджи М.В. опубліковано 7 статей у наукових фахових журналах (з яких 6 включено до міжнародної наукометричної бази даних Скопус); 13 матеріалів і тез доповідей на наукових, у тому числі міжнародних конференціях.

Зміст основних положень дисертації і автореферату за суттю є ідентичними

. Значущість висновків здобувача для науки та практики

Дисертаційна робота Арабаджи М.В. має практичне значення. Окремі матеріали дисертаційної роботи запроваджені в практиці Лабораторії промислової та екологічної токсикології ДП «Український НДІ медицини транспорту МОЗ України» і Українського державного центру стандартизації і контролю якості природних і преформованих засобів ДУ «Український НДІ медичної реабілітації та курортології МОЗ України» (Додаток 2)

Щодо змісту дисертаційної роботи Арабаджи М.В. є деякі зауваження, а саме:

1. не ясно, чи був встановлений вплив на величину абсорбційності атомів Cd, Pb, Cu, Se і Zn при визначенні в реальних об'єктах у присутності усіх їх головних мінеральних і органічних компонентів;
2. чи може бути запропонована модель нагріву печі атомізатору «ГРАФІТ-2» для інших атомізаторів такого типу;
3. не є зрозумілим, чи буде працювати спосіб визначення розмірів графітової втулки-фільтр, який був використаний автором роботи для Pb, і для інших елементів;
4. в роботі не достатньо висвітлена роль вугільної нитки-колектору;
5. Зауваження щодо оформлення дисертаційної роботи:
 - на деяких рисунках відповідні профілі 1 і 2 позначені арабськими цифрами, а в підписах під рисунками – римськими (наприклад, сторінка 57, рис. 3.5; сторінка 58, рис.3.8).
 - в тексті дисертації зустрічаються скорочення, які не розкриваються по тексту (так, наприклад, на стор. 20, 31 з'являється т. зв.); бібліографічний опис використаних джерел у дисертації оформлений без урахування вимог чинного ДСТУ 8302:2015

Перелічені зауваження не є принциповими і не впливають на загальну позитивну оцінку роботи **Арабаджи М.В.**

За своєю актуальністю, науковим рівнем та новизною, практичною цінністю, достовірністю експериментальних даних та обґрунтованістю висновків дисертаційна робота «Атомно-абсорбційне визначення міді, цинку, свинцю, кадмію і селену в біологічних рідинах та продуктах харчування за допомогою атомізатора графітова втулка-фільтр з вугільною ниткою-коллектором» відповідає вимогам Постанови Кабінету Міністрів України «Про затвердження Порядку присудження наукових ступенів і присвоєння вченого звання старшого наукового співробітника» №567 від 24 липня 2013р., а її автор, Арабаджи Михайло В'ячеславович заслуговує присудження наукового ступеня кандидата хімічних наук за спеціальністю 02.00.02 – аналітична хімія.

Офіційний опонент:

Провідний науковий співробітник
відділу моніторингу навколишнього
середовища ФХІЗНСІЛ МОН і НАН України,
кандидат хімічних наук

Г. М. Шихалеева

27.09. 2018 р.

Підпис к.х.н. Шихалеевой Г. М. засвідчую:
Заступник директора
з наукової роботи
ФХІЗНСІЛ МОН і НАН України



І.О. Бобрешов

27.09.2018 р.