

ОТЗЫВ ОФИЦИАЛЬНОГО ОППОНЕНТА

Доктора химических наук, доцента Темердашева Азамата Зауалевича на диссертационную работу Куприяновой Ольги Всеволодовны на тему: «дифференциация позиционных изомеров N-(2-замещенных)бензил-2-(диметоксифенил)этанаминов методами хроматографии и масс-спектрометрии» на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности 1.4.2 – аналитическая химия.

Актуальность выполненного исследования бесспорна. Количество новых, дизайнерских наркотических средств, появившихся в период с 2012 по 2016 годы, ярко демонстрирует необходимость комплексного подхода к созданию методик определения новых наркотических соединений и их изомеров, а также ряда соединений, потенциально способных обладать психоактивными свойствами. Подобные работы позволят оперативно реагировать на появление новых наркотических средств, опираясь на имеющиеся эмпирические закономерности фрагментации их аналогов и предотвращать оборот наркотических и сильнодействующих веществ (**НСПВ**) на ранних этапах. В то же время, изучение особенностей фрагментации и интерпретации масс-спектров позволит минимизировать риск возникновения ложных результатов, значительно повысив, тем самым, качество проводимых исследований, проводимых при выполнении экспертизы.

Целью работы являлась разработка унифицированного подхода к дифференциации позиционных изомеров по бензольному кольцу для ряда сильнодействующих, психоактивных веществ, используя методы хроматомасс-спектрометрии и их описание в ходе выполнения исследования. Достижение поставленной цели достигается детально сформулированными и адекватно поставленными **задачами**.

Новизна исследования и полученных результатов, степень обоснованности научных положений, выводов и рекомендаций, сформулированных в диссертации, не вызывают сомнений. Проведена большая работа, посвященная изучению особенностей фрагментации

исследуемых соединений, проведен их встречный синтез, что позволяет практически полностью устраниТЬ возможность ложных результатов, что особенно важно в случае новых НСПВ, приведены результаты исследования с использованием ГХ-МС, ВЭЖХ-МСВР, ГХ-МСВР, ЯМР и даже ТСХ. Экспериментальная часть включает в себя результаты исследования нескольких различных групп аналитов, обсуждены особенности фрагментации при использовании как электронной ионизации, так и соударительной диссоциации. Соискателем предложен алгоритм дифференциации позиционных изомеров.

Особенно интересным представляется изучение особенностей протекания перегруппировки Мак-Лафферти при использовании электронной ионизации, что подчеркивает стремление соискателя не только решить конкретную, чрезвычайно актуальную практическую задачу, но и расширить представления о механизмах, протекающих в ходе ионизации соединений различных классов.

Значимость для науки и практики результатов диссертации, возможные конкретные пути их использования. Предложенные подходы играют важную роль в развитии экспертно-криминалистических подразделений страны. Пополнение авторской библиотеки спектров «EKBDRUGS», имеющей свидетельство о регистрации, в сочетании с огромным массивом доказательной базы делает легитимным применение полученных данных в деятельности экспертных подразделений.

Предложенные подходы могут быть использованы не только для описанных аналитов, но и для других соединений, так как соискателем выполнена большая работа по унификации методологии исследования.

Диссертационная работа имеет классическую структуру, изложена на 162 страницах машинописного текста и состоит из введения, обзора литературы, экспериментальной части, главы, посвященное дифференциации позиционных аналитов, заключения, списка использованных источников и двух приложений. Библиография включает 124 источников, большинство из

которых иностранные, иллюстративный материал включает 30 таблиц и 53 рисунков.

Во введении отражена актуальность темы исследования, степень её разработанности, цель и задачи диссертационного исследования, научная новизна, теоретическая и практическая значимость исследований, отмечены методология и методы исследования, приведены основные положения, выносимые на защиту.

В первой главе диссертации приведена общая характеристика класса фенилэтанаминов, обсуждены их свойства. Рассмотрены методы их определения в экспертных лабораториях. Приведены методы определения N-(2-замещенных)бензил-2-(диметоксифенил)этанаминов и их позиционных изомеров.

Представленные выводы по главе сформулированы подробно и согласуются с рассмотренными в работе аспектами.

Во второй главе соискатель приводит перечень объектов исследования, использованных материалов и реагентов, описывает методики синтеза соединений, приводит аналитические данные синтезированных полученных веществ и их дериватов с использованием методов ЯМР, ВЭЖХ-МСВР, ГХ-МС, ТСХ.

В третьей главе, посвященной определению позиционных изомеров исследуемых соединений методами хроматографии и масс-спектрометрии, приведено исследование особенностей протекания перегруппировки Мак-Лафферти, приведены спектры соударительной диссоциации, алгоритм дифференции различных соединений на основе данных спектров. Приведена оценка результатов на основании полученных масс-спектров электронной ионизации и спектров соударительной диссоциации.

В завершении работы представлено **заключение**, содержащее выводы, соответствующие поставленным задачам и свидетельствующие об их выполнении.

Диссертационное исследование выстроено логично, выводы по главам и общие выводы полностью соответствуют выполненной работе.

По теме работы опубликовано 10 печатных работ, включающая 6 статей в рецензируемых журналах, рекомендованных ВАК и отвечающих специальности «аналитическая химия», а также 4 тезисов докладов в материалах научных конференций.

Несмотря на общее положительное впечатление от настоящей диссертационной работы, возникли следующие вопросы и замечания:

1. Выделять отдельно фотографии от остального иллюстративного материала представляется не совсем логичным, фотографии также можно отнести к рисункам;
2. Стили, форматирование и межстрочные интервалы в оглавлении вызывают вопросы. Вероятно, это обусловлено созданием автособираемого оглавления, однако стоило в последствии провести ручное форматирование для приведения к единому стандарту;
3. Не описана логика выбора исследуемых соединений. Это был подход комбинаторной химии?
4. Возможно, ЯМР- и масс-спектрам продуктов и различных интермедиатов стоило бы посвятить отдельное приложение для удобства их изучения;
5. Не уверен, что мероприятие «II-ежегодный научно-практический семинар «Газовая и жидкостная хроматомасс-спектрометрия Agilent Technologies как инструмент в идентификационных исследованиях синтетических психостимуляторов и каннабимимметиков» (г. Москва, 2016 г.)» является релевантным, поскольку является скорее рекламным мероприятием, нежели действительно научной площадкой для обсуждения результатов;
6. Принимая во внимание унификацию методологии структура обсуждения результатов вызывает вопросы – такая группировка логична для органической химии, в то время как в целях аналитической химии

целесообразнее было бы обсуждать в рамках одного раздела критические пары при разделении;

7. К сожалению, крайне мало информации об оптимизации условий хроматографического разделения, выбор условий практически не описан, что вызывает некоторое удивление. Фактически условия констатируются, но не объясняются. Соискателю стоит прояснить, какие хроматографические параметры варьировались и какие результаты были получены;

8. Вызывает вопрос состав подвижной фазы и условия разделения. К чему использование высокой температуры термостата колонок (50°C) и такой слабый элюент? Что мешало использовать градиентную программу элюирования, способную как улучшить симметрию пиков, так и, вероятно, разрешить ряд критических пар. Чем обусловлен выбор именно ацетонитрила, а не метанола, например?

9. Опиралась ли соискатель в своей работе на какие-либо требования к качественному анализу, используемые в международной практике?

Указанные замечания носят рекомендательный, а вопросы уточняющий характер и не снижают научную и практическую значимость диссертационной работы.

Представленный автореферат в полной мере соответствует основным положениям и выводам, приведенным в диссертационной работе, основные результаты отражены в опубликованных соискателем работах.

Таким образом, соискателем решена актуальная задача аналитической химии в области применения методов химического анализа, теории и практике пробоотбора и пробоподготовки в аналитической химии, анализа органических веществ и материалов и химического анализа в криминалистике, диссертационная работа соответствует требованиям по п. 9 «Положения о присуждении ученых степеней в федеральном государственном автономном образовательном учреждении высшего образования «Уральский федеральный университет имени первого Президента России

Б.Н. Ельцина»», предъявляемым к кандидатским диссертациям, а ее автор, Куприянова Ольга Всеволодовна, заслуживает присуждения ей ученой степени кандидата химических наук по специальности 1.4.2 – Аналитическая химия.

Старший научный сотрудник,
руководитель испытательной лаборатории
учебно-научно-производственного
коллектива «Аналит»
федерального государственного
бюджетного
образовательного учреждения высшего
образования
"Кубанский государственный
университет",
доктор химических наук, доцент
(02.00.02 - Аналитическая химия).

Темердашев Азамат Зауалевич

350040, г. Краснодар, ул. Ставропольская, 149, +7(861) 219-95-72, e-mail:
temerdashevaz@gmail.com

«01» февраля 2022 г.

Подпись А.З. Темердашева заверяю
Ученый секретарь Ученого совета
ФГБОУ ВО «Кубанский государственный
университет»,



Касьянова Е.М.