

ОТЗЫВ

официального оппонента

на диссертационную работу **Хамзиной Екатерины Ильясовны**
«Электрохимические сенсоры на основе модифицированной углеволоконной
платформы для определения синтетических пищевых добавок»,
представленную на соискание ученой степени кандидата химических наук по
специальности 1.4.2. Аналитическая химия

Одной из актуальных проблем в современной аналитической химии является создание простых и экспрессных методик определения синтетических пищевых добавок в продуктах питания. Сейчас невозможно найти продукт, не содержащий хотя бы одной пищевой добавки. Все используемые добавки призваны сохранять качество и обеспечивать безопасность продуктов питания. Цвет продуктов напрямую влияет на предпочтения и выбор потребителей, поэтому производители продуктов питания отдают предпочтение синтетическим красителям с яркой цветовой гаммой и фиксаторам окраски из-за их низкой стоимости, высокой красящей способности, стойкости. Однако, несмотря на свои преимущества и универсальность, синтетические добавки в последние годы вызывают серьезную обеспокоенность из-за побочных эффектов. Чрезмерное потребление пищевых добавок (красителей и фиксатора окраски) может привести к серьезным проблемам со здоровьем, включая раздражение кишечника, синдром дефицита внимания и гиперактивности, аллергию, почечную недостаточность и даже повреждение ДНК. Следовательно, крайне важно контролировать содержание синтетических красителей и фиксатора окраски в пищевых продуктах, используя точный, надежный и чувствительный аналитический метод. **Актуальность** темы исследования не вызывает сомнений и связана с необходимостью разработки чувствительных вольтамперометрических сенсоров для определения синтетических красителей красного и желтого цветов E102, E110, E124, E129 и фиксатора окраски E250.

Научная новизна работы соискателя состоит в разработке высокочувствительных сенсоров на основе углеродных электродов, полученных по технологии горячего ламинирования, и методик определения синтетических пищевых красителей E102, E110, E124, E129 и фиксатора окраски нитрита натрия E250. Рассчитаны параметры электроокисления синтетических пищевых добавок на разработанных модифицированных углеродных электродах.

Основными результатами, определяющими **теоретическую и практическую значимость** диссертационной работы, являются:

1. Выбранные условия модифицирования углеродной платформы неионогенным ПАВ Тритон X-100, графитовой пудрой, шунгитом и композитом, состоящим из функционализированного графена и фитосинтезированных наночастиц золота, способствующие возникновению наилучшего сигнала выбранных пищевых добавок.
2. Разработанные перспективные вольтамперометрические сенсоры на основе объемно модифицированных углеродных электродов обладают низким пределом обнаружения (0,36-10нМ), широким линейным диапазоном определяемых концентраций.
3. Простые и высокочувствительные способы вольтамперометрического определения синтетических пищевых добавок в мясной продукции, алкогольных и безалкогольных напитках, конфетах, фармпрепаратах, высокие метрологические характеристики которых подтверждены сравнением со спектрофотометрическим и хроматографическим методами анализа. Методики определения синтетических пищевых добавок E102, E110, E129, E250 внедрены в учебный процесс в рамках лабораторного практикума на кафедре физики и химии Института менеджмента, предпринимательства и инжиниринга ФГБОУ ВО «Уральский государственный экономический университет» для направлений подготовки 19.03.01 «Биотехнология», 19.03.04 «Технология продукции и организации общественного питания».

Личный вклад соискателя заключается в проведении научных исследований, обработке и анализе полученных результатов, апробации и внедрении результатов в лабораторный практикум, написании статей, участии в конференциях с докладами.

Диссертационная работа Хамзиной Е.И. характеризуется традиционным построением и изложена на 165 страницах машинописного текста, состоит из введения, трех глав, заключения и списка литературы.

Во введении раскрыта актуальность работы, сформулированы цель и задачи исследования, представлены научная новизна и теоретическая и практическая значимость работы. Выделены основные положения, выносимые на защиту, соответствующие паспорту научной специальности, степень достоверности и апробация результатов.

В первой главе описаны виды и токсичность красящих веществ, регламенты их применения в пищевой промышленности. Рассмотрены работы в области аналитического контроля содержания синтетических пищевых красителей и фиксатора окраски. Представлен краткий обзор существующих электрохимических сенсоров для определения искусственных пищевых красителей и фиксатора окраски.

Вторая глава посвящена описанию материальной и приборной базы, методикам изготовления углеродистого электрода, модификаторов, описаны условия проведения эксперимента.

В третьей главе автор описывает исследования по созданию электрохимических сенсоров для определения пищевых добавок E102, E110 при совместном присутствии и добавок E124, E129, E250 индивидуально. Представлены результаты выбора материала модификатора углеродистой платформы для получения наибольшего отклика на концентрацию пищевых добавок; результаты микроскопических исследований поверхности не модифицированной и модифицированной углеродистой платформы; рассчитанная площадь электрохимически активной поверхности и параметры электронного переноса для разработанных электродов. Приведены

количественные характеристики электроокисления пищевых добавок на модифицированных углеродистых электродах; результаты выбора условий концентрирования аналитов и параметров регистрации вольтамперограмм. Показана практическая применимость разработанных сенсоров для определения пищевых добавок E250 в мясной продукции, красителей тартразин, желтый «солнечный закат» FCF, понсо 4R, красный очаровательный AC в алкогольных и безалкогольных напитках, конфетах, фармпрепаратах и мороженом. Правильность полученных данных подтверждается результатами метода «введено-найденно» и независимыми спектрофотометрическим и хроматографическим методами.

В заключении представлены основные результаты работы, отмечены дальнейшие пути применения и усовершенствования углеродистого электрода, разработки новых модификаторов и сенсоров для анализа широкого круга аналитов.

Достоверность полученных результатов подтверждается использованием современных физико-химических методов исследования и анализа и современного оборудования. Объем проведенных исследований достаточен для обоснования выносимых на защиту положений.

В работе использованы традиционно применяемые способы оценки правильности полученных результатов: использование метода «введено-найденно», сопоставление полученных результатов с результатами, других независимых методов анализа.

По результатам исследования Хамзина Е.И. опубликовала 13 научных работ, из них 4 в рецензируемых научных журналах и изданиях, определенных ВАК РФ и Аттестационным советом УрФУ, и индексируемых в международных базах Scopus и Web of science, 1 патент РФ, тезисы 9 докладов на всероссийских и международных профильных конференциях.

При ознакомлении с текстом диссертационной работы возникли следующие вопросы и замечания:

1. Из литературного обзора, а также диссертационных работ, последних лет следует, что уже существуют электрохимические сенсоры для определения синтетических пищевых красителей и фиксатора окраски. В чем преимущества разработанных сенсоров?
2. Как прочно фиксируется углеволоконный материал на полимерной подложке с использованием технологии горячего ламинирования? Как долго без нарушения целостности поверхности можно использовать углеволоконный электрод?
3. Стр 67, рисунок 13 (и далее по тексту, где приведены подобные зависимости). На чем основывался автор, варьируя скорость сканирования потенциала в столь небольшом диапазоне?
4. Стр 68, рисунок 15; стр 115 рисунок 50, почему зависимости $I=f(t^{-1/2})$ построены в предложенном временном диапазоне, а не с 1-2 секунды? Для расчета кинетических параметров принято брать временной промежуток, где происходит изгиб хроноамперометрической кривой, так как в этом диапазоне наступают ограничения, в том числе и диффузионные.
5. Стр 68. Уравнение Таффеля, это зависимость перенапряжения от плотности тока, а не напряжения от тока. В данном случае это существенно, так как рабочая поверхность сенсора шероховата и активна.
6. На стр 77 на рисунке 19 приведены циклические вольтамперограммы обоих красителей («солнечный закат» и тартразин) при их совместном присутствии. В этом случае для подтверждения принадлежности пика (анодного или катодного) превращению одного или другого соединения необходимо было сделать реверс потенциала после 1-го анодного сигнала. Кроме того, для изучения кинетики процессов хотелось бы видеть ЦВА индивидуальных веществ.
7. Стр 84 рисунок 25, стр 104 рисунок 42. Из приведенных зависимостей невозможно сделать вывод о кинетике процессов, речь может идти только об обратимости процессов.

8. Критерий Семерано – зависимость $\lg(l)=f \lg(v)$, для процессов, ограниченных диффузией, тангенс угла наклона должен быть $0,5 \pm 0,1$. Отклонение ниже данного значения говорит об осложнении процесса предшествующей химической реакцией. Таким образом, приведенный на стр 86 тангенс угла наклона, равный 0,44, не может характеризовать процесс, как только диффузионо-контролируемый.

9. При описании результатов анализа реальных образцов используется термин «воспроизводимость» ($Sr, \%$), который характеризует прецизионность в межлабораторном эксперименте. В данном случае, на наш взгляд, более правильным было бы использование таких понятий, как повторяемость или внутрилабораторная прецизионность..

Возникшие вопросы и замечания не являются принципиальными и не влияют на общую положительную оценку работы. Поставленная цель достигнута, задачи исследования выполнены. В работе представлен большой объем и грамотная интерпретация экспериментальных данных, обоснованные выводы, что свидетельствует о высоком научном уровне представленной к защите работы. Автореферат и опубликованные работы в полной мере отражают содержание диссертации.

Считаю, что диссертационная работа **Хамзиной Екатерины Ильясовны** «Электрохимические сенсоры на основе модифицированной углеродной платформы для определения синтетических пищевых добавок» по актуальности, объему выполненной работы, научной новизне, теоретической и практической значимости, уровню обсуждения, достоверности полученных результатов, обоснованности научных положений и выводов 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, является научно-квалификационной работой, в которой содержится решение задачи, имеющей

существенное значение для развития аналитической химии, а ее автор, Хамзина Екатерина Ильясовна, заслуживает присуждения ей ученой степени кандидата химических наук по специальности 1.4.2. Аналитическая химия.

03.05.2024 г.

Алиса Николаевна Козицина
Доктор химических наук, профессор
заведующая кафедрой Аналитической химии ХТИ
ФГАОУ ВО «Уральский федеральный университет имени первого
Президента России Б. Н. Ельцина»
620002 г. Екатеринбург, ул. Мира, 19
Тел. 8 (343) 375 97 65
a.n.kozitsina@urfu.ru

Подпись заведующей кафедрой Аналитической химии
Уральского федерального университета имени первого
Президента России Б.Н. Ельцина» д.х.н., профессора Козициной А.Н.
заверяю:

Ученый секретарь Ученого совета УрФУ

В.А. Морозова

