

РЕЦЕНЗІЯ

на дисертаційну роботу ТАМЕН АМАД-ЕДДНІН на тему «ПАРОФАЗНА МІКРОЕКСТРАКЦІЯ У РЕАКТОР», представлену на здобуття наукового ступеня доктора філософії в галузі знань 10 «Природничі науки» за спеціальністю 102 «Хімія»

Ступінь актуальності обраної теми

Дисертацію присвячено розробці нового методу парофазної мікроекстракції, ключовою особливістю якого є зміна способу утримання екстракційної фази. Запропоновано замість традиційного підходу, який полягає в утриманні акцепторної фази на кінці мікрошприца, розміщувати екстрагент в спеціально сконструйованому реакторі у герметично замкненій ємності над розчином донорної фази. Це вперше дало змогу утримувати більші, ніж 1-3 μL , об'єми екстракційної фази. Тим самим метод парофазної мікроекстракції став повністю сумісним зі спектрофотометрією та, в перспективі, з усіма іншими методами, які потребують порівняно великого об'єму екстрагенту. Також стійке утримання акцепторної фази дало змогу досягти в усіх випадках встановлення екстракційної рівноваги, вільно і необмежено варіювати час екстракції, швидкість перемішування. Це в свою чергу призвело до значного покращення відтворюваності та збільшення чутливості. Даний підхід був апробований на прикладах мікроекстракційно-спектрофотометричного визначення ряду неорганічних аніонів, таких як йодид, йодат, сульфід, нітрит, бромат. Додатковим показником актуальності теми дисертації є включення роботи до планів науково-дослідних робіт кафедри фізичної, органічної та неорганічної хімії Дніпровського національного університету імені Олеся Гончара.

Ступінь обґрунтованості наукових досліджень, висновків і рекомендацій, сформульованих у дисертації, їх достовірність.

Наукові положення та висновки, що зазначені в дисертаційній роботі, не викликають зауважень та обґрунтовані в повній мірі. Вони досить детально

описані в роботі та розкривають повною мірою механізми описаних процесів. Розроблені методи визначення неорганічних аніонів із застосуванням парофазної мікроекстракції у реактор за комплексом хіміко-аналітичних характеристик кращі або не поступаються існуючим стандартним або мікроекстракційним методам неорганічних аніонів із застосуванням парофазної мікроекстракції у реактор за комплексом хіміко-аналітичних характеристик кращі або не поступаються існуючим стандартним або мікроекстракційним методам. Достовірність результатів роботи підтверджена їх апробацією шляхом представлення доповідей та їх обговорення на наукових конференціях.

Наукова новизна отриманих результатів

Розроблений новий метод рідинної крапельної мікроекстракції – парофазна мікроекстракція у реактор. Запропоновано розміщувати екстракційну фазу у спеціально сконструйованому реакторі всередині герметично замкненої склянки над розчином донорної фази. Тим самим зняті обмеження в об'ємі екстракційної фази, швидкості перемішування і часі екстракційного вилучення. Запропонований підхід можна в принципі об'єднати з будь якою технікою детектування, тобто даний підхід є універсальним. Показано, що ефективність екстракційного вилучення не поступається іншим підходам до парофазної мікроекстракції. Проста теоретична модель рівноваг в трьохфазній системі була успішно використана для опису отриманих експериментальних результатів. В більшості випадків теоретично отримані значення параметрів екстракційного вилучення були близькі до експериментальних значень. В області об'ємів екстракційної фази, менших за 50 мкл, спостерігалось суттєво більше, ніж теоретично передбачуване, вилучення аналітів. Розраховані константи парофазної екстракції йоду склали для рівноваги між донорною та газовою фазою та між газовою та акцепторною фазою 0.8 ± 0.1 та 16 ± 2 одиниць, відповідно.

Повнота викладення основних положень дисертації в наукових фахових виданнях

За матеріалами дисертації опубліковано 4 статті у виданнях, що індексуються наукометричною базою даних Scopus, у тому числі одна стаття опублікована в журналі, що належить до першого квартилю бази даних Scopus, ще одну статтю надруковано у фаховому журналі категорії «Б», опубліковано розділ у монографії, виданій в Україні, 8 тез доповідей у збірниках матеріалів конференцій. Наведені в роботі публікації є ідентичними основним положенням дисертації.

Оцінка змісту дисертації, її завершеності в цілому

Дисертація складається зі вступу, 5 розділів, висновків, списку цитованої літератури, який включає 116 джерел, містить 52 рисунки, 15 таблиць. Загальний обсяг дисертації – 174 сторінки машинописного тексту. Особливістю роботи є те, що висновки та списки джерел наведені для кожного розділу окремо.

Дискусійні положення дисертації та зауваження щодо її змісту

Перший розділ дисертації є літературний огляд, автором виконано чималу роботу по обґрунтуванню свого дослідження. З його змісту стає зрозумілим, що рідинна мікроекстракція є придатною та надійною технікою для попереднього концентрування в аналізі різних зразків: вона використовує невелику кількість органічних розчинників, має високий потенціал щодо простоти, чутливості, швидкості, відтворюваності та ефективності та забезпечує низькі значення межі визначення, високі коефіцієнти концентрування.

В другому розділі Описані характеристики якості реактивів, які використовувалися в дослідженні, методики приготування розчинів, що були використані в ході проведення досліджень. Наведено органічні розчинники та використане обладнання для проведення мікроекстракції, вимірювання аналітичного сигналу.

З третього розділу витікає, що метод вортекс рідинно-рідинної мікроекстракції з використанням амілацетату як екстрагента з наступною спектрофотометрією для екстракції та визначення слідів йоду в морських

водоростях і пробах води має розумну межу виявлення та високу точність. Цей метод можна розглядати як життєздатну альтернативу дорогим, трудомістким аналітичним процедурам, які потребують досвідчених користувачів.

В четвертому розділі парофазна рідинна мікроекстракція вперше була успішно поєднана із загальними інструментами та аксесуарами, що використовуються в спектрофотометрії. Утримання акцепторної фази в спеціально сконструйованому реакторі всередині герметичного флакона дозволяє повністю усунути проблеми, які раніше перешкоджали застосуванню парофазної МЕ, пов'язані зі стабільністю утримання мікрокрапель, обмеженнями на швидкість перемішування або час вилучення, і, перш за все, повністю знімає обмеження на об'єм акцепторної фази, який був раніше недостатнім для вимірювань методом спектрофотометрії. Оскільки майже будь-який об'єм екстракційної фази може бути розміщений у реакторі, запропонований підхід може бути в принципі поєднаний з багатьма іншими важливими аналітичними методами, такими як люмінесценція, полум'яна ААС або рідинна хроматографія. Важливо, що запропонований підхід з точки зору ефективності вилучення як мінімум не поступається методам, що використовують мікрошприц для утримання екстракційного розчинника.

В п'ятому розділі розроблений метод рідинної мікроекстракції (УР-ПФ-КРМЕ) успішно застосований для визначення вмісту йоду в природних водах, лікарських препаратах і водоростях. Для перевірки точності запропонованого методу використано стандартний екстрактивний крохмально-йодний метод.

Принципових зауважень щодо змісту і оформлення дисертаційної роботи, а також щодо отриманих результатів немає. В процесі рецензування знайдено деякі недоліки, які не впливають на позитивну оцінку роботи в цілому. Наприклад, на стор. 32 наведено «Рис. 1.1. Схематичне представлення існуючих РФМЕ методів.», який ілюстровано та описано на різних мовах, що заважає сприйняттю даного матеріалу. На стор. 74 назву підрозділу 4.1 наведено англійською мовою. Взагалі, на мою думку, найбільшою вадою роботи є брак наочності. На початку роботи розміщено список скорочень, але далеко не всі скорочення, які використовуються в тексті в ньому відображені. Також

вартувало би зробити декілька схем на яких наочно було би показано відмінності між різними методиками.

В порядку наукової дискусії прошу дисертанта відповісти на наступні питання:

- 1) Які ще катіони, окрім перерахованих в роботі, є перспективними для дослідження Вашим методом?
- 2) Які перспективи має запропонований Вами метод що до, наприклад, концентрування розчинників для аналізу методом GC?
- 3) Приведений на стор 81-84 розрахунок констант розподілу в трифазній системі є Вашою оригінальною розробкою (підходом)?

Загальна оцінка дисертаційної роботи та її відповідність встановленим вимогам

Згідно оцінки змісту дисертаційної роботи, аналізу опублікованих робіт аспірантки, вважаю, що дисертаційна робота **ТАМЕН АЙМАД-ЕДДІНА «ПАРОФАЗНА МІКРОЕКСТРАКЦІЯ У РЕАКТОР»** представлена на здобуття ступеня доктора філософії з галузі знань 10 «Природничі науки» за спеціальністю 102 «Хімія» є самостійною завершеною науковою працею, що містить сучасні наукові положення, що підтверджуються отриманими результатами. За обсягом виконаних досліджень, рівнем їх методичного виконання, науковою новизною результатів, повнотою публікацій матеріалів дослідження та їх апробації, дисертаційне дослідження відповідає положенню Постанови Кабінету Міністрів України від 12 січня 2022 р. № 44 «про затвердження Порядку присудження ступеня доктора філософії та скасування рішення разової спеціалізованої вченої ради закладу вищої освіти, наукової установи про присудження ступеня доктора філософії».

Автор дисертаційної роботи **ТАМЕН АЙМАД-ЕДДІН** заслуговує на присудження наукового ступеня доктора філософії за спеціальністю 102 «Хімія».

Рецензент:

Доцент кафедри фізичної органічної та неорганічної хімії
Дніпровського національного університету імені Олеся Гончара
канд. хім. наук, доцент

Андрій АНІЩЕНКО

Підпис доц. Аніщенко А.О. засвідчую:

Проректор з наукової роботи

Дніпровського національного університету імені Олеся Гончара
канд. біол. наук, доцент

Олег МАРЕНКОВ

