

ВІДГУК

офіційного опонента на дисертацію

БОРИСЕНКО АНАСТАСІЇ ЮРІЇВНИ

«Одержання інтеркальованих біологічно-активними речовинами Zn-Al

подвійно-шаруватих гідроксидів»,

що подана на здобуття наукового ступеня доктора філософії за спеціальністю

«161 Хімічні технології та інженерія».

1. Актуальність теми та її зв'язок з науковими програмами.

Подвійні шаруваті гідроксиди (ПШГ) інтеркальовані біологічно-активними речовинами – це перспективні нетоксичні матриці для застосування в медицині, косметології та ветеринарії з метою поступового вивільнення активних речовин за місцем призначення. ПШГ можуть виступати в ролі альтернативних носіїв для лікарських засобів і біологічно активних сполук, забезпечуючи контрольоване й поступове вивільнення діючої речовини під впливом навколишнього середовища. Перевагою застосування інтеркальованих ПШГ є здатність до створення низки продуктів з різним хімічним складом, морфологією, структурою та розмірами частинок шляхом зміни умов і методів синтезу. У зв'язку з цим, вивчення особливостей будови інтеркальованих ПШГ та удосконалення методів їх синтезу є важливою задачею хімічної технології.

Наразі все ще бракує узагальнених закономірностей щодо процесу формування частинок ПШГ і впливу параметрів синтезу, таких як температура, рН середовища, швидкість введення реагентів, на характеристики ПШГ, інтеркальованих біологічно активними аніонами. Розширення знань щодо інтеркаляції активних речовин аніонної природи у міжшаровий простір ПШГ з метою створення біологічно активних матеріалів пролонгованої дії з контрольованими властивостями є актуальним напрямом.

Дисертаційна робота виконана відповідно до планів науково-дослідних робіт Державного вищого навчального закладу "Український державний хіміко-технологічний університет" та держбюджетних науково-дослідних робіт Міністерства освіти і науки України: "Дослідження процесів синтезу,

властивостей і аналізу харчових добавок, косметичних засобів та їх складових" (2021-2025 р., державний реєстраційний номер 0121U112071), "Експериментальні і теоретичні закономірності гетерогенних процесів синтезу функціональних фосфатних, гідроксидних та оксидних матеріалів" (2020-2022 р., державний реєстраційний номер 0120U101971).

2. Загальна характеристика роботи

Подана до захисту дисертація є завершеною науковою роботою, яка містить нові наукові та прикладні результати досліджень.

Дисертаційна робота складається із вступу, семи розділів, висновків, списку використаних джерел (146 найменування), додатків, містить 97 рисунків, 24 таблиці. Загальний обсяг дисертації – 278 сторінок.

У першому розділі наведено огляд літературних даних, де розглянуто сучасні уявлення про подвійно-шаруваті гідроксиди, механізм їх утворення, процес інтеркаляції та можливі перспективні аніонні сполуки, що могли б дозволити модифікувати ПШГ-матриці. Зроблено висновок про низку питань в області синтезу матеріалів на основі подвійно-шаруватих гідроксидів, які потребують більш детального вивчення. Визначено мету дисертаційної роботи, якою є синтез Zn-Al подвійно-шаруватих гідроксидів, інтеркальованих різними біологічно-активними аніонами та визначення механізму їх формування, дослідження впливу умов одержання (температури, рН, швидкості подачі реагентів, концентрації активної речовини у реакційному середовищі) на процес синтезу та властивості одержаних речовин.

У другому розділі описані об'єкти і методи досліджень. Наведено опис методики експериментів: перелік вихідних речовин, загальну схему проведення дослідження, експериментальні установки і методики отримання зразків ПШГ, метод вивчення седиментаційних властивостей, визначення виходу продукту, методики визначення активних компонентів на усіх потоках, рН-метричне вивчення механізму утворення ПШГ. Також описано методи вивчення одержаних зразків: рентгенофазовий аналіз, оптична мікроскопія, інфрачервона спектроскопія, мікробіологічний аналіз та вивчення кольорових характеристик.

У третьому розділі викладені результати теоретичного та експериментального дослідження механізму утворення Zn-Al-нітратного та хлоридного ПШГ, шляхом проведення рН-метричного титрування. Визначено та показано стадійне проходження формування ПШГ, через етап утворення подвійно-шаруватої солі, показано значний вплив стабілізаційного аніону на швидкість формування структури ПШГ.

У четвертому розділі показано результати дослідження процесу синтезу та характеристик біологічно-активних матеріалів на основі Zn-Al ПШГ, інтеркальованих аніонами гіпохлориту, гіпоброміту та дихлорізоціанурату. Дослідження проводилося шляхом застосування: рентгенофазового аналізу та вивчення седиментаційних характеристик отриманих продуктів. Проведено мікробіологічне вивчення зразків ПШГ інтеркальованих сполуками активного хлору, а саме аніоном гіпохлориту та дихлорізоціанурату. Додатково проведено мікробіологічне вивчення певних зразків синтезованих ПШГ.

П'ятий розділ присвячений дослідженню процесу синтезу та характеристик біологічно-активних матеріалів на основі Zn-Al ПШГ, інтеркальованих активними перекисними сполуками, такими як пероксимолочна кислота, перекис водню та персульфат.

У шостому розділі показано результати дослідження процесу синтезу та характеристик матеріалів на основі Zn-Al ПШГ, інтеркальованих біологічно активними сполуками, а саме картаміном та його похідними з настою красильного сафлору. Було проведено рентгенофазовий аналіз одержаного зразку та визначено кольорові характеристики одержаного пігменту.

В сьомому розділі наведені та описані схеми одержання біологічно-активних матеріалів на основі Zn-Al ПШГ інтеркальованих різними активними сполуками.

3. Найважливіші наукові результати дисертації та їх новизна:

Новизна дисертаційної роботи полягає в наступному:

1. Вперше обґрунтовано теоретичні уявлення про механізм утворення Zn-Al подвійних шаруватих гідроксидів (ПШГ) з захопленням у структуру частки маткового розчину з наступною їх кристалізацією;

2. Вперше показано вплив температури та рН синтезу ПШГ, швидкості подачі реагентів на седиментаційні властивості, вихід, розмір часток та фазовий склад нітрат-інтеркальованих Zn-Al ПШГ, як матриць для введення біологічно-активних аніонів. Встановлено, що підвищення температури та швидкості подачі реагентів призводить до збільшення кристалічності та підвищення швидкості седиментації. При збільшенні рН вихід зростає, натомість падає при підвищенні швидкості подачі реагентів. Висловлено гіпотезу про зміну механізму формування ПШГ при температурі 30 °С, що підтверджується різким зниженням швидкості седиментації та стрибкоподібним зниженням розміру часток Zn-Al ПШГ.

3. Вперше синтезовано зразки цинк-алюмінієвих ПШГ інтеркальованих аніонами гіпохлориту, дихлорізоціанурату, гіпоброміту та персульфату. Визначено вміст активних компонентів: до 3,32 % мас. гіпохлориту, до 1,57 % мас. дихлорізоціанурату, до 4,10 % мас. гіпоброміту, до 7,47 % мас. персульфату. Визначено вплив умов синтезу на вміст біологічно-активного компоненту ПШГ та зміну вмісту їх з часом, визначено біологічну активність найбільш перспективних зразків;

4. Вперше синтезовано зразки цинк-алюмінієвого ПШГ, інтеркальованого картаміном та його похідними, при проведенні процесу в середовищі водного екстракту прянощі сафлору. Для використання цього ПШГ в якості пігменту визначено кольорові характеристики в системі CIE Lab: $a=12$, $b=53$, $L=43$, $S=54$.

Практичне значення одержаних результатів полягає у можливості застосування отриманих на основі Zn-Al ПШГ інтеркальованих аніонами гіпохлориту, дихлорізоціанурату, гіпоброміту, перекисом водню, персульфатом та аніоном картаміну для застосування їх у якості ефективних твердих дезінфектантів для обробки відкритих уражень. Такі матеріали можуть знайти своє застосування у харчовій, косметичній, медичній та ветеринарній галузях.

Розроблені технологічні схеми можуть бути використані для виробництва Zn-Al ПШГ інтеркальованих: гіпохлоритом, дихлорізоціануратом, гіпобромітом персульфатом, перекисом водню, картаміном та його похідними з настоєм сафлору красильного.

4. Ступінь обґрунтованості та достовірності наукових положень і висновків дисертації

Для проведення дослідження здобувачка використовувала сучасні методики та обладнання. Опрацювання одержаних результатів експериментів здійснено з використанням сучасних програмних засобів. Результати досліджень узгоджуються з відомими в літературі. Основні результати дисертації викладені у рецензованих статтях, які опубліковані у наукових журналах, які входять у наукометричну базу Scopus. Усе вищевказане забезпечує обґрунтованість і достовірність одержаних результатів та сформульованих на їх основі висновків. Апробація роботи проведена на багатьох наукових конференціях. Публікації автора у виданнях, які входять до наукометричної бази даних Scopus, відображають сутність виконаних досліджень і поданих в дисертації результатів.

Зауваження до змісту та оформлення дисертації.

1. Якщо у отриманому продукті ZnAl-NaOCl-8-20 міститься 80,16% водорозчинної складової, то не зрозуміло як може бути вихід продукту 91,23%, якщо за регламентом передбачено повторне промивання отриманого продукту, тобто вихід буде лише 11,07% (стор. 130, рис.4.10). В тексті дисертації потрібно зазначати кінцевий вихід продукту, а не проміжний.
2. На рисунку 4.27 (стор. 156) – відсутня вісь ординат та підпис до неї, тому не зрозуміло, що мається на увазі. В тексті дисертації на сторінці 158 вказано «Зразок Zn-Al-NaOCl-8-40 при ведені 1 мг/мл показує незначну згубну дію на патогенні мікроорганізми, що коливається в межах від 10,27 % до 74,76 %» чи «У дозуванні 1 мг/мл його згубний вплив складав від 43,22 % до 79,04 %. Натомість при 10 мг/мл...» не зрозуміла розмірність дози зразка, наприклад 1 мг/мл або 10 мг/мл, на мл чого? Необхідно навести методику визначення дози та методику проведення експериментальних досліджень для перевірки ефективності знезараження.
3. В п.4.6, стор. 160 зразок ZnAl-NaOCl-8-20 використовується для

підтвердження його високої ефективності щодо знезараження поверхні опікової рани у щурів, хоча на сторінці 159 вказано, що цей зразок практично не виявляє бактерицидні властивості. Обґрунтуйте вибір цього зразка для проведення досліджень.

4. При описі дифрактограми зразка $\text{ZnAl-H}_2\text{O}_2$ -10-20 (стор. 175) згадується процес інтеркаляції пероксимолочної кислоти, якої немає в складі зразку. Поясніть, з чим це пов'язано.
5. В таблиці 5.5, стор. 197 наявна помилка – не «час титрування» для зразка за п.1, а має бути вказаний «час осадження».
6. В розділі 7, стор. 215, на рис. 7.1 поз. 5 вказана фільтраційна система без вказання рейтингу фільтрації та умов ведення процесу. Розкрийте сутність процесу та вкажіть параметри роботи фільтраційної системи.
7. Вартість інтеркальованих ПШГ розрахована виключно через вартість реагентів, які потрібні для отримання продукту без врахування вартості обладнання, електроенергії та ін. матеріальних потоків для реалізації процесу, що є не коректним і може становити тільки частину від собівартості (п. 7.2, стор. 220).
8. Для зручності аналізу результатів представлені дифрактограми на рис.4.1 – 4.4, стор. 119-121 та на рис. 4.17-4.20, стор. 144-145 доцільно було б подати на одному графіку для кожної серії зразків.
9. В тексті дисертації зустрічаються хибнодруки, описки та неточності. Так, наприклад, в анотації вказано, що дисертація складається із 9 розділів, хоча їх сім; стор. 84 «інтеркальованої речовини»; стор. 108 «хлоп'я»; стор. 151 «найвищим вища»; стор. 174 «разку»; стор. 217 «трьохпотокову структуру».... та ін.

Загальні висновки.

Дисертаційна робота Борисенко А.Ю. «Одержання інтеркальованих біологічно-активними речовинами Zn-Al подвійно-шаруватих гідроксидів» є завершеним науковим дослідженням виконана на високому науковому рівні, не порушує принципів академічної доброчесності та є закінченим науковим

дослідженням, сукупність теоретичних та практичних результатів якого розв'язує наукове завдання, що має істотне значення для галузі знань 16 Хімічна інженерія та біоінженерія. За змістом, рівнем виконання, новизною одержаних наукових результатів, їх практичною значущістю дисертаційна робота Борисенко А.Ю. відповідає вимогам п.п. 9, 11, 12 «Порядку присудження наукових ступенів», затвердженого постановою Кабінету Міністрів України від 24 липня 2013 р. № 567, та всім вимогам МОН України до кандидатських дисертацій, а її автор Борисенко Анастасія Юріївна заслуговує на присудження наукового ступеня доктора філософії за спеціальністю «161 Хімічні технології та інженерія».

Офіційний опонент:

доцент кафедри технології неорганічних речовин, водоочищення та загальної хімічної технології, к.т.н., доцент



« 04 » серпня 2025 року

