

Отзыв

Официального оппонента на диссертационную работу
Горюнова **Максима Глебовича** «**Определение летучих соединений в
газовых средах с использованием микрофлюидных систем**»,
представленную к защите на соискание ученой степени кандидата
химических наук
по специальности 02.00.02- Аналитическая химия.

Рецензируемая работа изложена на 107 страницах компьютерного текста, состоит из четырех глав. Она включает введение, литературный обзор, экспериментальную часть, обсуждение результатов, заключение. Содержит 31 таблицу и 36 рисунков. Список цитируемой литературы включает 120 наименований отечественных и зарубежных источников.

Актуальность диссертации.

В настоящее время к одним из основных направлений развития инструментальной аналитической химии относится миниатюризация приборной базы, а также средств химического анализа. В этой связи рассматривается принципиальная возможность уменьшения геометрических размеров и массы аналитических приборов, что способствует их применению в качестве мобильных средств контроля различных промышленных объектов. При этом эксплуатация такого оборудования существенно упрощается, снижаются затраты на техническое и сервисное обслуживание аппаратуры, а также системы пробоподготовки. В случае автоматизации такой системы достоверность качественного и количественного анализа, а также селективность разделения компонентов и чувствительность определения остаются достаточно высокой.

Как известно в последнее время наблюдается тенденция объединения большого числа стадий аналитического контроля, к которым относится пробоотбор, пробоподготовка, разделение, концентрирование, проведение химических реакций, а также измерение аналитического сигнала в одном техническом устройстве достаточно малого размера. Это привело к тому, что в настоящее время сформулирована совершенно новая область аналитической химии. Это сверхпортативные микроаналитические устройства, в которых объединяются такие важные характеристики как миниатюризация, автоматизация приборов, а также возможность химического взаимодействия анализируемых компонентов в микропространстве. Развитие такого направления приводит к снижению объема проб аналита, уменьшается расход реагентов, растворителей и отходов, сокращается время анализа. Обычно в микрофлюидных системах рассматривается протекание ламинарных потоков, в результате этого процесса уменьшается размывание хроматографических пиков и возрастает

воспроизводимость аналитических измерений. Небольшие размеры различных блоков микрофлюидных систем позволяют одновременно использовать несколько детекторов, что расширяет возможность комбинированных методов анализа.

Исходя из вышеизложенного настоящая диссертационная работа является актуальной, поскольку направлена на решение вопросов, связанных с дальнейшим развитием микрофлюидных, микро- и электронно-механических систем, а также нанотехнологий в области совершенствования аналитических методов контроля газовых сред на основе создания отечественных портативных газохроматографических приборов с целью проведения экспрессного on-line мониторинга воздушных и газовых сред.

Достоверность результатов и выводов.

Цель данного диссертационного исследования заключается в разработке методического и инструментального обеспечения для высокоскоростного on-line определения летучих соединений в газовых средах с использованием газохроматографических микрофлюидных систем. Для достижения поставленной цели Горюновым М.Г. разработан способ создания газохроматографических микрофлюидных систем, для разделения и концентрирования летучих соединений в условиях газовой хроматографии. Исследованы их аналитические возможности, усовершенствована система пробоподготовки при определении микропримесей в газовых средах, а также проведена метрологическая оценка аналитического комплекса. В выводах диссертации отражены основные научные положения, полученные в ходе выполнения настоящей работы. Достоверность полученных автором результатов подтверждается проведением экспериментальных исследований с метрологической обработкой результатов, а также путем сравнительной оценки собственных выводов и сравнения их с известными результатами, полученными другими исследователями и опубликованными в научно-технической литературе. Диссертационное исследование выполнено в логической последовательности и хорошо изложено.

Научная новизна проведенных исследований.

Научная новизна диссертационной работы Горюнова М.Г. заключается в разработке нового подхода к созданию аналитических приборов и устройств, а также методов контроля газовых сред на основе технологии микрофлюидных систем. Впервые определены аналитические характеристики газохроматографических микрофлюидных систем и созданного на их основе аналитического комплекса. Показано, что использование технологии создания микрофлюидных систем позволяет существенно уменьшить габариты и массу аналитических приборов, повысить экспрессность, чувствительность и точность проведения

газохроматографического анализа исследуемых летучих компонентов в газовой среде.

Практическая значимость.

Горюновым Максимом Глебовичем в настоящей работе предложены новые методические и технические решения при проведении газохроматографического анализа легкокипящих газообразных веществ органической и неорганической природы с использованием аналитической микрофлюидной системы. В результате этих исследований создано новое поколение портативных аналитических приборов для анализа газовых сред. От известных аналогов эти приборы отличаются небольшими габаритами и массой, уменьшенным ресурсо- и энергопотреблением, экспрессностью анализа газообразных объектов, доступностью оборудования, возможностью эксплуатации с более низкой квалификацией обслуживающего персонала. Все это позволяет существенно уменьшить стоимость одного анализа, особенно в тех случаях, когда необходимо обеспечивать проведение аналитических измерений в системе локального экологического мониторинга атмосферного воздуха, природного и сжиженного газа, а также в области использования в различных технологических системах промышленных предприятий.

Замечание по работе:

1. В литературном обзоре на стр. 17 отсутствуют ссылки на литературные источники [16-18], в то время как в списке литературы они присутствуют. Кроме того в табл.3 описываются неорганические вещества в выдыхаемом воздухе как монооксид углерода и диоксид углерода, а в тексте диссертации эти же соединения называют как угарный газ и углекислый газ.

2. На рис.7. (стр.34), где приведена хроматограмма разделения органических растворителей на планарной газохроматографической колонке, поверхность которой модифицирована триметилалюминием, отсутствует нумерация порядка выхода анализируемых компонентов, что не позволяет хотя бы качественно оценить селективность их разделения.

3. На рис.4 (стр.31), рис. 6 (стр. 33), рис.8 (стр.35), рис.13 (стр. 44) приведены фотографии микрофлюидной системы. Однако ни на одной из них нет условий приведения эксперимента. Неизвестна марка микроскопа, и при каком увеличении получены экспериментальные результаты. Например, на рис.4. (стр. 31) приведена фотография каналов с адсорбентами и общий вид трехступенчатого концентратора органических веществ из воздуха с использованием в качестве сорбента «Карбопака». Однако в тексте диссертации отсутствуют данные о химических, физико-химических и хроматографических свойствах этого сорбента, а также его структурные и эксплуатационные характеристики.

4. В рукописи диссертации (стр. 45) говорится, что «модифицирование слоя оксида алюминия хлор-диметил-октадецилсиланом приводит к увеличению селективности хроматографического разделения с повышением сорбционной емкости и увеличению эффективности микрофлюидной системы». Однако в данной работе физико-химический механизм этого влияния не описан. Эти вещества относятся к неполярным соединениям и поэтому, не вполне понятно каким образом может повыситься селективность разделения анализируемых компонентов, так как в данном случае их удерживание сорбентом будет осуществляться в основном по дисперсионному механизму.

5. На стр. 57 приведены результаты эффективности хроматографического разделения, где указано, что диапазон линейной скорости газа-носителя составляет от 4 до 10 см/сек, и на стр.58 (рис.22) приведена зависимость разрешения пика от объемной скорости газа-носителя см³/мин. В этом случае необходимо придерживаться требованиям ГОСТа 17567-81 «Термины и определения в газовой хроматографии».

6. В таблицах 11-16 представлены результаты сравнительной оценки хроматографических характеристик исследуемых сорбентов и коммерчески доступных соединений. В качестве таких сорбентов используются различные как импортные, так и отечественные материалы. Однако химический состав этих сорбентов, их физико-химические и хроматографические свойства, описание механизма хроматографического разделения на указанных сорбентах в материалах диссертации не рассмотрен.

7. В таблице 7 приведены результаты концентрирования н.-Пентана с использованием различных сорбентов, торговые названия которых не расшифрованы. Это необходимо выполнить, так как в данном случае реализуются разные механизмы хроматографического разделения, газо-адсорбционный и газо-жидкостной. Кроме того в данной таблице не приведены метрологические характеристики исходной концентрации н.-Пентана.

8. Результаты сравнительной оценки инерционности различных типов детекторов, приведенные в таблице 23 (стр. 85) свидетельствуют о снижении инерционности детектора МТХД по сравнению с МДТП и ДИПом. Однако в тексте диссертации указано, что «использование разработанного МТХД для газовой хроматографии позволяет повысить инерционность по сравнению с МДТП на 11% и приблизится по инерционности к практически без инерционному ДИПу», что является противоречием.

9. В таблицах 30 - 31 представлены результаты оценки метрологических характеристик определения углеводородов с использованием модельных смесей методом «введено-найдено», однако в этих таблицах указанные результаты отсутствуют.

10. В выводах, приведенных в диссертации по пункту 3 (стр.96) неверно сформулирована часть предложения, заключающаяся в следующем: «позволяет учесть погрешность, вносимые погрешности, вносимые на стадии отбора и концентрирования пробы и уменьшить погрешность анализа с 53 до

12%». Эта часть предложения в выводах не несет никакой смысловой нагрузки.

Заключение

Приведенные замечания не снижают общей положительной оценки выполненной диссертационной работы, которая представляет собой законченный научный труд, вносящий определенный вклад в развитие теоретических и практических аспектов микрофлюидной хроматографии. Результаты диссертационной работы апробированы на Международных и Всероссийских конференциях, достаточно полно опубликованы в научно-технических журналах из перечня ВАКа, защищены патентами России на предполагаемые изобретения.

Диссертация выполнена на высоком профессиональном уровне, она характеризуется как научной новизной, так и практической значимостью и соответствует требованиям, установленным п.9. «Положения о порядке присуждения ученых степеней» утвержденных постановлением правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 г., №842, а её автор Горюнов Максим Глебович заслуживает присуждения ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02- Аналитическая химия.

Официальный оппонент:

Доктор химических наук, профессор
кафедры «Энергообеспечение предприятий
и энергоресурсосберегающих технологий»,
института Теплоэнергетики,
ФГБОУ ВО «КГЭУ»

г. Казань, ул. Красносельская д.51 (КГЭУ)

тел. 8-962-555-91-60

E-mail: npo_aist@mail.ru

Специальность по защите докторской
диссертации 02.00.04-Физическая химия

Новиков В.Ф.



15.02.2019г

