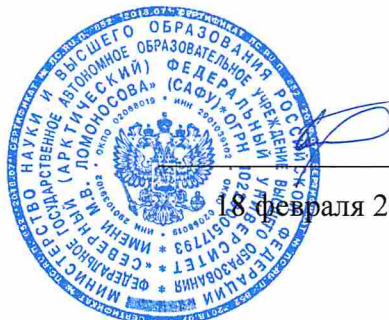


"УТВЕРЖДАЮ"

Первый проректор по стратегическому
развитию и науке Северного (Арктического)
федерального университета имени М.В.

Ломоносова, д.б.н.



Б.Ю. Филиппов

18 февраля 2019 г.

ОТЗЫВ ВЕДУЩЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ

На диссертационную работу **Горюнова Максима Глебовича** «Определение летучих соединений в газовых средах с использованием газохроматографических микрофлюидных систем», представленную на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 – Аналитическая химия

Актуальность темы диссертационной работы

Одним из важнейших направлений развития современной аналитической химии является создание методов и средств внелабораторного анализа, позволяющих получать максимально оперативную информацию о наличии и концентрациях тех или иных аналитов непосредственно на объекте исследования (в полевых условиях, на промышленных площадках и пр.). Их применение имеет большое значение для решения задач мониторинга состояния окружающей среды, контроля технологических процессов, быстрого реагирования на возникающие угрозы и отклонения от технологических норм, повышения достоверности анализа при определении лабильных соединений, доставка которых в лабораторию сопряжена с риском деградации пробы и потери аналитов. Прогресс в данном направлении неразрывно связан с миниатюризацией аналитического оборудования и обеспечением его работы без постоянного присутствия оператора. В этом плане, наибольшие перспективы открываются при внедрении в аналитическую практику микрофлюидных систем, позволяющих миниатюризировать, а также сделать более простыми и доступными для конечного потребителя хроматографические методы, составляющие основу современного инструментального анализа.

Именно решению таких задач посвящено диссертационное исследование М.Г. Горюнова, в связи с чем его актуальность не подлежит сомнению.

Новизна основных положений диссертации

Новизна представленного диссертационного исследования состоит в:

- Разработке способа получения недорогих и эффективных микрофлюидных газохроматографических систем на основе алюминиевых пластин с микроканалами, полученными методом фрезерования и заполненными различными адсорбентами;
- Получении новых знаний об аналитических возможностях газохроматографических микрофлюидных систем и их характеристиках;
- Разработке комплекса подходов к определению микропримесей в газовых средах, в том числе с применением техники сорбционного концентрирования и термодесорбции в газохроматографической микрофлюидной системе.

Новизна основных положений диссертации подтверждается проведенным автором глубоким анализом имеющихся литературных данных по тематике исследования, использованием оригинальных методов и подходов, апробацией полученных результатов на всероссийских и международных конференциях, публикациями в рецензируемых журналах.

Теоретическое и практическое значение работы

Рецензируемая диссертационная работа вносит несомненный вклад в развитие методологии газохроматографического анализа, при этом имеет огромное практическое значение для создания и запуска в производство новых поколений миниатюрных аналитических приборов для использования вне лабораторий и разработки комплекса методик контроля атмосферного воздуха и промышленных газовых сред. Практическая значимость работы и оригинальность предложенных в ней технических решений дополнительно подтверждается полученными патентами РФ.

Объем и структура диссертации

Рецензируемая работа состоит из введения, обзора литературы, трех глав с описанием использованной методологии, изложением и обсуждением результатов, списка используемой литературы (120 источников). Она изложена на 107 страницах машинописного текста, содержит 31 таблицу и 36 рисунков.

Во введении дано обоснование актуальности темы исследования, сформулированы цель и задачи работы, ее научная новизна и практическая значимость. Сформулированы

положения, выносимые на защиту, дана информация об апробации работы и сделанных публикациях по ее результатам. Дана характеристика личного вклада соискателя в выполнение исследования.

В обзоре литературы (глава 1) обстоятельно рассмотрены современное состояние и проблемы контроля загрязнения атмосферного воздуха, используемые в настоящее время аналитические методы и техника. Показаны преимущества микроаналитических систем и, в частности, микрофлюидных газохроматографических систем, при анализе газовых образцов, подробно рассмотрены история их создания и используемые в настоящее время технологии получения микрофлюидных хроматографических колонок и конструирования других компонентов микроаналитических систем.

Вторая глава содержит описание предложенного автором диссертации нового типа микрофлюидных колонок для газовой хроматографии, получаемых фрезерованием каналов в алюминиевых пластинах сечением от 1×1 мм до $0,4 \times 0,4$ мм с последующим заполнением различными адсорбентами. Полученные образцы хроматографических колонок (названы автором газовыми микрофлюидными системами, ГМС) подробно охарактеризованы с точки зрения эффективности и скорости разделения модельных газовых смесей, изучено влияние геометрических параметров каналов на разделение, проведено сравнение свойств приготовленных ГМС с имеющимися коммерческими насадочными и капиллярными колонками. Продемонстрирован впечатляющий выигрыш ГМС в скорости анализа на примере разделения углеводов с общим временем хроматографирования 12 с.

Третья глава посвящена разработке техники и методологии сорбционного концентрирования летучих органических соединений из воздушной среды на сорбционных микротрубках, внедренных в ГМС, с последующей термодесорбцией аналитов. Предложена оригинальная конструкция планарного микротермодесорбера (ПМТД) на основе ГМС и дана исчерпывающая характеристика его надежности и работоспособности при анализе модельных газовых смесей.

В четвертой главе диссертационной работы предлагается конструкция микроаналитического газохроматографического комплекса на основе ГМС и ПМТД, использующего в том числе микротермохимический детектор оригинальной конструкции. Убедительно продемонстрированы преимущества разработанного комплекса перед стационарным газовым хроматографом в быстроте анализа, величине погрешности результатов измерений и возможности применения вне лаборатории. Комплекс успешно апробирован при решении задач контроля состава атмосферного воздуха (определение насыщенных, ненасыщенных и ароматических углеводов) и природного газа.

В разделе «Выводы» подведен итог выполненных исследований, сжато сформулированы основные выводы, полностью соответствующие поставленным целям и задачам.

В целом, диссертационная работа М.Г. Горюнова производит хорошее впечатление. Автором выполнен огромный объем экспериментальной работы как по созданию техники микрофлюидного газохроматографического анализа, так и характеристике разработанных газохроматографических микрофлюидных систем, их применению для решения практических задач. Обсуждение результатов опирается на глубокий анализ экспериментальных данных, сопоставление с информацией, имеющейся в литературе.

Достоверность и надежность полученных соискателем основных результатов диссертационной работы не вызывает сомнений. Поставленные цели и задачи исследования полностью достигнуты.

По результатам, представленным в диссертационной работе, опубликовано 3 статьи в отечественных рецензируемых научных журналах, в том числе в Журнале аналитической химии. Работа прошла серьезную апробацию на всероссийских и международных конференциях. Предложенные оригинальные технические решения закреплены в 5 полученных автором патентах.

Структура и объем диссертационной работы, сделанные выводы, опубликованные по результатам исследования работы, а также автореферат диссертации полностью отражают научные положения диссертации.

Замечания

1. Неоправданно завышен объем обзора литературы, составляющий практически половину диссертационной работы. Содержание обзора несомненно выиграло бы от удаления избыточной и не имеющей прямого отношения к представленному исследованию подробной информации о состоянии атмосферного воздуха в регионах РФ, составе выдыхаемого воздуха и диагностике заболеваний на его основе. В подписях к рисункам в обзоре, скопированным из литературных источников, следовало дать ссылки на сами источники (помимо имеющих упоминаний в тексте).
2. Представляется неоправданным отказ автора диссертационной работы от выделения самостоятельного раздела "Экспериментальная часть", в котором была бы сведена информация об использованном оборудовании, технологиях, реактивах и материалах. Наличие такого раздела упростило бы понимание читателем последующих глав диссертации.

3. Значительная часть разделов 2.1, 3.1 и 4.1 представляет собой анализ литературных данных и должна была содержаться в обзоре литературы. Смешение литературных и собственных экспериментальных данных несколько затрудняет понимание выполненной работы.
4. В разделе 2.1. описание условий проведения экспериментов по характеристике ГМС дано крайне неполно. Практически, вся информация по этому вопросу заключена в одном абзаце: *"Экспериментальное исследование полученных ГМС проводили на газовом хроматографе Кристалл 5000.1. Для коммутации ГМС с капиллярным испарителем и пламенно-ионизационным детектором в хроматографе использовались кварцевые капилляры длиной до 10 см и внутренним сечением 0,2 мм"*. Каковы были параметры анализа (техника ввода, объем, температура инжектора, используемый лайнер и пр.)? Из таблицы 8, описывающей составы модельных газовых смесей, можно узнать, что в некоторых случаях использовался и детектор по теплопроводности, о котором упоминаний в тексте вообще нет. Нелишними были бы и дополнительные подробности о технике упаковки ГМС сорбентами и достигаемой плотности упаковки.
5. Рисунки 23–26 с полученными хроматограммами модельных смесей не содержат осей координат, что не позволяет судить о продолжительности анализа и эффективности колонки.
6. В главе 4 при описании предложенного автором аналитического комплекса на основе ГМС отсутствуют данные о происхождении и подробных характеристиках его составляющих (например, пневмораспределители и устройства забора пробы), а также подробности конструкции комплекса в целом. Возможно, это обусловлено коммерческими соображениями, на что можно было указать в тексте диссертации.
7. Вывод №1 сформулирован неудачно. Из первого его предложения следует, что автором диссертации впервые предложено формировать каналы на плоскости для изготовления микрофлюидных колонок. В то же время в обзоре литературы утверждается что данный подход широко известен и используется на практике. Следовало четче и подробнее сформулировать в чем конкретно заключается новизна предложенной технологии.

Сделанные замечания являются частными и относятся в основном к представлению материала диссертации. Они не влияют на общую положительную оценку диссертационной работы.

Заключение

Диссертация представляет собой законченное научное исследование, предлагающее решение актуальной научной задачи в области аналитической химии. Полученные

результаты отличаются несомненной научной новизной и большой практической ценностью. Автореферат, как по своей структуре, так и по сути изложения материала, соответствует содержанию диссертации. Полученные результаты достаточно полно опубликованы в ведущих отечественных рецензируемых журналах, входящих в список ВАК.

По уровню научной новизны, практической значимости и объему представленных теоретических и экспериментальных данных диссертационная работа Горюнова Максима Глебовича соответствует требованиям п. 9–11, 13, 14 «Положения о порядке присуждения ученых степеней», утвержденного постановлением Правительства РФ от 24 сентября 2013 г. № 842, предъявляемым к научно-квалификационной работе на соискание ученой степени кандидата наук, а ее автор заслуживает присуждения степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 – Аналитическая химия.

Отзыв заслушан и единогласно одобрен на заседании ЦКП НО «Арктика» ФГАОУ ВО «Северный (Арктический) федеральный университет имени М.В. Ломоносова (протокол №1 от 5 февраля 2019 г.).

Отзыв составил директор Центра коллективного пользования научным оборудованием "Арктика" Северного (Арктического) федерального университета имени М.В. Ломоносова, кандидат химических наук (специальность 05.21.03), доцент Косяков Дмитрий Сергеевич.

Директор Центра коллективного пользования научным оборудованием «Арктика» Северного (Арктического) федерального университета имени М.В. Ломоносова, к.х.н., доцент

Д.С. Косяков

163002, г. Архангельск, наб. Северной Двины, 17, САФУ, ЦКП НО "Арктика"

Тел.: (8182) 21-61-00 доб. 1723; тел. моб.: +7 911 568 9652

E-mail: d.kosyakov@narfu.ru

<https://narfu.ru/science/ccu/>

18 февраля 2019 г.



личную подпись Косяков Д.С.
Директор: ученый секретарь ученого совета САФУ
Косяков Е.Б. Раменская
18 февраля 2019.