

ОТЗЫВ

на автореферат диссертационной работы **ГОРЮНОВА Максима Глебовича** на тему «Определение летучих соединений в газовых средах с использованием газохроматографических микрофлюидных систем», представленной на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 – Аналитическая химия

Конечно же, существуют разные подходы к организации мониторинга газовых сред на содержание микропримесей потенциально опасных веществ. Одной из наиболее привлекательных представляется концепция упрощения операций отбора проб и исключения их транспортировки в централизованные лаборатории. Для этого анализа следует проводить непосредственно вблизи контролируемых объектов с использованием портативных приборов. В соответствии с такой концепцией, цели и задачи диссертационной работы М.Г. Горюнова включали, во-первых, конструирование и изготовление газохроматографических микрофлюидных систем для концентрирования и разделения летучих аналитов и, во-вторых, всестороннюю характеристику аналитических возможностей таких систем, включая оценку их метрологических параметров.

К настоящему времени известно большое число разработок портативных хроматографов. Однако можно не сомневаться в том, что каждая новая модель обязательно будет включать оригинальные элементы новизны. В данном случае к ним относятся новый дизайн и новая технология изготовления микрофлюидных газохроматографических колонок, что вполне может быть классифицировано и как научная новизна, и как практическая значимость. Выносимые на защиту положения полностью отвечают результатам и выводам работы и отражены в публикациях по теме диссертации.

Достижения автора представлены результатами определения компонентов природного газа в Таблицах 7 и 8 на стр. 13 автореферата. Первая из них соответствует ГОСТ 31371.7-2008, вторая – данным автора. В относительной погрешности результатов особых преимуществ нет, но время определения несопоставимо меньше: с учетом стадий отбора проб и их транспортировки в лабораторию экономия составляет до 18 раз.

Поскольку работа М.Г. Горюнова так или иначе связана с основами самого метода газовой хроматографии, то это объясняет появление ряда вопросов к автору по тексту автореферата. При этом рецензент хотел бы специально заметить, что это именно вопросы, на которые следует ответить в ходе защиты и которые не следует классифицировать как замечания, влияющие на характер и важность полученных результатов.

Из Таблицы 1 (стр. 6) следует, что использованы короткие (0.4 – 0.6 – 1.0 м) колонки квадратного сечения со стороной 0.4 – 0.6 мм, заполненные насадками зернением 60-80 меш (0.10 – 0.15 мм) и 80-100 меш (0.08-0.10 мм). При сечении колонки 0.4 × 0.4 мм не слишком ли велико для нее зернение насадки 0.1 – 0.15 мм? В газовой хроматографии такие отношения диаметров насадочных колонок и размеров частиц носителя не рекомендуют.

Второй вопрос по этой же таблице. Конечно же, изготовление квадратных в сечении колонок технологичнее. Тем не менее, в «обычной» хроматографии от них отказались из-за стеночных эффектов. Сложно судить, насколько такие эффекты снижают эффективность разделения, но комментарии этого представляются, безусловно, важными и необходимыми.

Третий вопрос по этой же таблице. Образец ГМС № 4 в качестве сорбента содержит 5% NaOH на оксиде алюминия. Насколько стабилен такой сорбент? Суть вопроса в том, что оксид алюминия обладает амфотерными свойствами и может реагировать с NaOH в растворах или при нагревании. Не с таким ли взаимодействием связано отмеченное на стр. 10 значительное изменение сорбционных свойств этого сорбента в зависимости от количества циклов сорбции-десорбции?

В связи с этим же. Для всех сорбентов, указанных в Табл. 1, было бы весьма желательно указать фирмы-производители. Если упомянутый в предыдущем вопросе сорбент изготовлен не автором диссертационной работы, то и ответ на этот вопрос будет иным.

Общее замечание по представлению численных данных в Таблицах. В Табл. 2 (стр. 7) нет никакой необходимости приводить число теоретических тарелок (N) с точностью четыре значащих цифры (!). Вполне достаточно двух. То же относится к величинам ВЭТТ; какой смысл имеет указание в них тысячных долей миллиметра? В Табл. 3 стр. 8) часть времен удерживания приведена с точностью до сотых долей минуты, а часть – до тысячных, что явно лишнее. Каков смысл указания, например, времени удерживания 3.507 мин, т.е. с четырьмя значащими цифрами? Такие же проблемы присутствуют и в Табл. 4 (стр. 9) в представлении концентраций *n*-пентана после концентрирования (четыре значащих цифры).

Приведенные в Табл. 2 величины N вызывают следующий вопрос: их значения от 138 до 196 т.т. (правильнее от 140 до 200 т.т.) свидетельствуют о крайне низкой эффективности используемых колонок. Это, например, меньше, чем эффективность обычных пластинок в ТСХ. Однако изображенная на Рис. 2 хроматограмма соответствует эффективности хроматографической системы около 580 т.т., то есть существенно больше.

По данным Табл. 1 отношения времен удерживания изобутана и *n*-бутана в изотермических условиях отличаются хорошей воспроизводимостью для разных

ГМС и варьируют в диапазоне от 0.66 до 0.71, что совершенно закономерно. Вместе с тем, по Рис. 2 легко измерить, что отношение времен удерживания этих же углеводородов существенно больше и составляет около 0.86. С чем связаны такие отличия?

В комментариях к Табл. 4 (стр. 9) сказано, что «наиболее эффективными ГМС для концентрирования являются системы с Al_2O_3 и N-Octane ResSil-C (в 41 и 46 раз, соответственно). Однако в этой же таблице приведены данные для Chromaton N-AW DMCS 15% PMS-1000, равные 92 и 90% (вдвое больше). В чем здесь интрига?

На Рис. 3 (стр. 11) не удалось найти узел под номером 10 (устройство отбора пробы).

Еще раз хочу подчеркнуть, что отмеченное выше должно быть классифицировано как типичные для отличающейся высокой степенью новизны диссертационной работы вопросы.

В целом же, на основании автореферата можно обоснованно утверждать, что М.Г. Горюновым выполнена большая работа, которая по своей актуальности, научной новизне и практической значимости соответствует требованиям п. 9 «Положения о порядке присуждения ученых степеней», утвержденного Постановлением Правительства РФ от 24.09.2013 г. № 842 с изменениями от 21 апреля 2016 г. № 335. **Соискатель – Максим Глебович Горюнов – заслуживает присуждения ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 – Аналитическая химия.**

ЗЕНКЕВИЧ Игорь Георгиевич

докт. хим. наук, профессор

Профессор Института химии Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Санкт-Петербургский государственный университет»

Адрес: Университетский проспект 26, С-Петербург 198504

Тел. (служ.) (812) 428-4045, E-mail: izenkevich@yandex.ru

Специальность, по которой защищена докторская диссертация:
02.00.03 – Органическая химия



ДОКУМЕНТ
ПОДГОТОВЛЕН
ПО ЛИЧНОЙ
ИНИЦИАТИВЕ

Текст документа размещен
в открытом доступе
на сайте СПбГУ по адресу
<http://spbu.ru/science/expert.html>