

«УТВЕРЖДАЮ»

Директор ФГБУН Института нефтехимического синтеза
им. А. В. Топчиева Российской академии наук

академик РАН  Максимов А. Л.

«05» июня 2025 г.



ОТЗЫВ ВЕДУЩЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ

Федерального государственного бюджетного учреждения науки Ордена Трудового Красного
Знамени Института нефтехимического синтеза

им. А.В.Топчиева Российской академии наук на диссертационную работу Ледяева Михаила
Евгеньевича «Планарные микрофлюидные термодесорберы для газовой хроматографии»,
представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности
1.4.2 – Аналитическая химия

Диссертация Ледяева М.Е. посвящена разработке планарного микрофлюидного термодесорбера непрерывного действия для анализа легколетучих органических соединений в газовых средах.

Актуальность представленной автором работы обусловлена рядом факторов. С одной стороны, газовая хроматография давно зарекомендовала себя в качестве надежного метода, находящего широкое применение в научной деятельности и во многих отраслях народного хозяйства. Широко этот метод анализа применяется в экологическом мониторинге, обнаружении взрывчатых и токсичных веществ в различных объектах, а также начинает внедряться в медицину в качестве неинвазивной диагностики ряда заболеваний. С другой стороны, для решения аналитических задач в полевых условиях необходимо использование портативных газовых хроматографов. Однако использование портативного аналитического оборудования зачастую подразумевает и уменьшение чувствительности прибора. В связи с этим важной задачей аналитической химии является повышение чувствительности портативного хроматографического оборудования, что может быть, в частности, реализовано за счет концентрирования летучих аналитов на твердых сорбентах с последующей термодесорбцией и хроматографическим разделением. Разработка планарного микрофлюидного термодесорбера, представленного в диссертации Ледяева М.Е., является актуальной задачей, решение которой позволит снизить пределы обнаружения летучих

компонентов газохроматографическим методом и улучшить метрологические характеристики портативных газовых хроматографов.

Научная новизна. Полученные результаты работы имеют как фундаментальный, так и прикладной характер и являются оригинальными. Автором впервые спроектирован и протестирован планарный микрофлюидный термодесорбер с автоматическим циклом сорбции/десорбции для определения летучих органических соединений в газовых смесях, в том числе проведено моделирование газовых потоков. Ледяевым М.Е. в лабораторных условиях реализован новый подход к созданию планарного микрофлюидного термодесорбера для газовой хроматографии, который содержит два планарных преконцентратора, заполненных гранулированным сорбентом, предложены новые технические решения, обеспечивающие возможность реализации непрерывного подключения устройства к газовому хроматографу, впервые реализована возможность процесса сорбции при отрицательных температурах в полевых условиях.

Представленные в работе результаты, безусловно, имеют **практическое значение** для аналитической химии и аналитического приборостроения. Ледяев М.Е. показал, что использование двух преконцентраторов в разработанном планарном микрофлюидном термодесорбере позволяет сократить время пробоподготовки, а осуществление этапа сорбции с охлаждением до отрицательных температур позволяет дополнительно снизить предел обнаружения аналитов при работе с портативным аналитическим оборудованием, что имеет высокое практическое значение при экологическом он-лайн мониторинге, при исследовании воздуха рабочих зон, неинвазивной диагностике при проведении работ вне лабораторных условий.

Достоверность полученных результатов обеспечивается использованными в работе современными инструментальными методами исследований, осуществлением обработки полученных результатов методами математической статистики, согласованностью результатов, полученных разными методами в ходе проведения исследования. Основополагающий вклад автора в выполненную работу не вызывает сомнений.

Апробация результатов исследований. Основные научные результаты диссертационной работы Ледяева М.Е. представлены на конференциях различного уровня (7 тезисов докладов) и опубликованы в изданиях из перечня ВАК и индексируемых в Scopus (3 статьи). Получено в соавторстве 1 авторское свидетельство на полезную модель к патенту.

Общая характеристика диссертационной работы. Диссертационная работа Ледяева М.Е. изложена на 147 страницах машинописного текста и включает 65 рисунков и 11 таблиц, список литературы содержит 142 наименования использованных источников. Во введении

сформулированы цели исследования и обоснована их актуальность и научная новизна, представлены сведения об апробации результатов. Обзор литературы представляет собой комплексный анализ современных тенденций в области проектирования, разработки и применения преконцентраторов в портативном приборостроении и решении конкретных аналитических задач и с их применением. В обзоре литературы сформулированы наиболее актуальные проблемы современного состояния исследований и разработок по этой теме.

Вторая глава диссертации посвящена исследованию течения газа в микроканалах преконцентратора планарных микрофлюидных термодесорберов с применением метода конечно-элементного моделирования. Во второй главе автором выдвинуты предположения об оптимальной структуре преконцентратора, который в дальнейшем использован в работе. При решении задачи моделирования газовых потоков Ледяевы М.Е. определены размеры конечного элемента, позволяющие получить наиболее точное решение для процесса протекания газа через микроканалы, дающее минимальное расхождение с экспериментальными данными. Также в главе рассмотрены параметры нагревательных элементов и установлено, что после нескольких циклов «нагрев – охлаждение» свойства пленки нагревательного элемента стабилизируются, на основании чего автор предполагает стабилизацию состава и структуры материала, что, в свою очередь, позволяет прогнозировать поведение материала.

В третьей главе автором описана разработанная электронная схема, позволяющая реализовать возможность проведения пробоподготовки для определения следовых количеств летучих органических соединений в автоматическом режиме за счет переключения полярности элемента Пельтье, используемого для управления температурой элементов системы, а также написана управляющая программа для контроля температурных режимов в ходе прохождения системой циклов концентрирования и десорбции аналитов с использованием разработанного в диссертационной работе устройства. Предложенная автором конфигурация позволила существенно снизить массу и размеры устройства.

Четвертая глава посвящена практическим испытаниям разработанного устройства. В этой части работы автором проведено тестирование предложенного устройства для непрерывного анализа следовых количеств летучих органических соединений в модельной воздушной смеси, этап концентрирования. Процесс адсорбции проводили при отрицательной температуре. Автором показано, что при использовании двух преконцентраторов в «противофазе» время пробоподготовки удалось сократить до 12 минут, а коэффициент концентрирования достигает 47 единиц.

В заключении обобщены наиболее важные результаты проведенного исследования и рассмотрены направления дальнейшего развития темы. Так, автором предложены новые

технические решения, обеспечивающие возможность реализации попеременного подключения разработанного устройства к газовому хроматографу для реализации непрерывного процесса анализа, изготовлен электронный блок и разработано управляющее ПО планарного микрофлюидного термодесорбера с использованием элемента Пельтье, обеспечивающего возможность работы при отрицательных температурах на этапе концентрирования. Ледяевым М.Е. оптимизированы условия концентрирования углеводородов на примере н-пентана с достижением коэффициента концентрирования, равного 47 и показана возможность обнаружения летучих органических соединений в воздухе при начальной концентрации, равной 0,1 мг/м³.

Диссертационная работа Ледяева М. Е. является завершенным научным исследованием, объем и структура соответствуют требованиям ВАК. Положения, выносимые на защиту, в полной мере обоснованы и обобщают результаты выполненного исследования.

Автореферат диссертации и публикации автора полностью отражают содержание и заключение, представленные в диссертационной работе. Работа написана ясно с использованием общепринятой терминологии. Диссертация соответствует пунктам паспорта научной специальности «Аналитическая химия»: п. 3. Аналитические приборы; 7. Теория и практика пробоотбора и пробоподготовки в аналитической химии; 8. Методы маскирования, разделения и концентрирования; 10. Анализ органических веществ и материалов.

По работе имеются следующие вопросы и замечания, которые носят дискуссионный характер и не влияют на общее положительное впечатление о диссертации:

1. В литературном обзоре автором описано множество различных возможных типов преконцентратора, однако для дальнейшей работы выбрана трехкапиллярная структура, причем сравнение в работе производится только с однокапиллярным вариантом. Чем обоснована выбранная трехкапиллярная структура преконцентратора?

2. В ходе работы исследование проводилось при помощи портативного газового хроматографа «ПИА» (см. главу 4) – было бы интересно оценить результаты концентрирования с применением стационарного хроматографа, тем более что автор предлагает использовать разрабатываемое устройство не только в полевых условиях.

3. Конечно-элементное моделирование, представленное в главе 2, проводилось без учета температурных параметров системы.

4. В работе не проведено определение пределов обнаружения и пределов количественного определения аналитов с использованием предлагаемого устройства даже для обсуждаемых модельных смесей.

5. Для определяемых концентраций аналитов при проведении тестирования микрофлюидного термодесорбера не указаны доверительные интервалы.

6. На стр. 104 указано, что стабилизация свойств плёнки алюминия нагревательного элемента после нескольких циклов нагрева и охлаждения связана с установлением ее стабильного состава и структуры, однако в работе не приведены результаты исследования структуры и свойств поверхности, а утверждение высказывается лишь как предположение.

7. Не оценена равномерность толщины и свойств алюминиевого покрытия, полученного методом магнетронного распыления.

8. Имеются замечания технического характера. В тексте диссертации нарушена нумерация рисунков, часть последовательных номеров пропущена (глава 4), некоторые рисунки пронумерованы не в порядке появления в тексте. В работе имеются неудачные формулировки, например, в подписи к рис. 4.10 указано, что на иллюстрации показана «Зависимость концентрации н-пентана в альвеолярном воздухе от количества циклов на сорбентах», что следовало бы переформулировать следующим образом: «Зависимость определяемой концентрации н-пентана...». В тексте работы есть ряд опечаток.

Отмеченные замечания не снижают общей высокой оценки диссертационной работы. Поставленные задачи решены в полном объеме с использованием современных экспериментальных методов, сделанные выводы надежны и подтверждены экспериментальными данными.

Полученные Ледяевым М.Е. результаты имеют существенное значение для развития отечественной аналитической химии и аналитического приборостроения и могут быть использованы в научно-исследовательских организациях и учебных заведениях, где проводятся работы, связанные с полевыми газохроматографическими исследованиями газовых смесей.

Диссертация Ледяева Михаила Евгеньевича «Планарные микрофлюидные термодесорберы для газовой хроматографии» по актуальности, новизне, уровню выполнения, объему, научной и практической ценности полученных результатов полностью отвечает требованиям, предъявленным к кандидатской диссертации (пункты 9-14 «Положение о присуждении ученых степеней», утвержденным постановлением Правительства Российской Федерации № 842 от 24 сентября 2013 г.), а ее автор Ледяев М. Е. заслуживает присуждения искомой ученой степени кандидата технических наук по специальности 1.4.2 – Аналитическая химия.

Отзыв подготовлен ведущим научным сотрудником лаборатории спектральных и хроматографических исследований ИНХС РАН к.х.н. по специальности 02.00.04 – Физическая химия Канатъевой Анастасией Юрьевной.

Отзыв заслушан и одобрен на заседании секции «Аналитическая химия» при Ученом совете ИНХС РАН по научным специальностям, по которым присуждаются ученые степени кандидата наук, доктора наук, протокол № 1 от «03» июня 2025 года.

В.н.с. лаборатории спектральных и хроматографических исследований ИНХС РАН к.х.н.

Канатьева Анастасия Юрьевна

kanatieva@ips.ac.ru

Тел.: 7 495 6475927 доб. 113

Шаф



Председатель секции «Аналитическая химия»

ученый секретарь ИНХС РАН д.х.н.

Костина Юлия Вадимовна

julia@ips.ac.ru

Тел.: 7 495 9544275

Юрков



Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Ордена Трудового Красного Знамени Институт нефтехимического синтеза им. А.В.Топчиева Российской академии наук (ИНХС РАН)

119991, ГСП-1, Москва, Ленинский проспект, 29, Тел.: (495) 952-59-27, Факс: (495) 633-85-20

Эл. почта: tips@ips.ac.ru ; <http://www.ips.ac.ru>