

Отзыв
официального оппонента
на диссертацию Мельниченко Артема Николаевича
«Хроматомембранный массообменный процесс в поликапиллярных
матрицах и его аналитические возможности», представленную
на соискание ученой степени кандидата технических наук
по специальности 02.00.02 – аналитическая химия

Аналитический контроль техногенных и природных динамических объектов: воздуха рабочих, производственных и селитебных зон, выбросных технологических газов, сточных и поверхностных вод, – характеризуется случайным появлением и изменением концентрации загрязняющих веществ (ЗВ). Поэтому он должен быть промышленным – автоматическим или автоматизированным.

Такой контроль с использованием хроматомембранных ячеек (ХМЯ) для жидкостной абсорбции из газовой фазы (ХМЖА) и газовой экстракции из жидкой фазы (ХМГЭ) впервые предложил Л. Н. Москвин.

Многолетняя эксплуатация этих ХМЯ позволила выявить ряд их недостатков: выход из строя традиционных бипористых хроматомембранных массообменных блоков в ХМЯ при увеличении потоков жидкой фазы вследствие наличия в бипористой фторполимерной матрице наряду с микропорами и макропорами мезопор, появление «эффекта памяти» предыдущей пробы в ХМЯ. Устранение этих недостатков и улучшение аналитических характеристик ХМЯ А. Н. Мельниченко выбрал темой своей диссертационной работы. Эту тему следует считать актуальной.

Научная новизна диссертационной работы состоит в обосновании возможности осуществления в аналитических целях хроматомембранного процесса разделения газосодержащих жидких сред в фторполимерных поликапиллярных матрицах, в разработке конструкций поликапиллярных хромато-

мембранных ячеек (ПХМЯ) с фторполимерными фазоразделительными газопроницаемыми мембранами и способов изготовления ПХМЯ.

Практическую ценность работы определили:

– возможность автоматического определения примесей хлороформа и четыреххлористого водорода в водопроводной воде при непрерывном разделении и концентрировании их способом ХМГЭ на ПХМЯ и периодическом газохроматографическом определении с использованием детектора электронного захвата;

– возможность автоматического определения примесей фенола и аммиака в воздухе при автоматической непрерывной ХМЖА в ПХМЯ и периодическом 3–4 раза в час анализе отбираемых проб спектрометрическим методом с использованием проточных флюориметрического или фотометрического детекторов.

Автором опубликованы 12 работ по теме диссертации, в том числе 4 статьи в журналах, реферируемых ВАК, и патент РФ на устройство для осуществления массообмена между жидкой и газовой фазами. Научная общественность имела возможность ознакомиться с материалами диссертации на 6 Всероссийских и 1 Международной конференциях по аналитической химии и приборам.

В представленной к защите диссертации, изложенной на 120 страницах, 3 главы: 1 – литературный обзор; 2 – способы изготовления ПХМЯ и исследование их характеристик в сравнении с бипористыми блочными ХМЯ (ББХМЯ); 3 – результаты применения разработанных ПХМЯ при определении примесей трихлорметана и тетрахлорметана в воде, фенола и аммиака – в воздухе.

В обзоре литературы, представленном в качестве 1-й главы диссертации, А. Н. Мельниченко подробно описал токсикологические свойства аммиака, фенола, хлороформа и четыреххлористого углерода, выбранных им в качестве объектов исследований. Рассмотрел особенности методик измерения и конструкций приборов: химических сенсоров, газовых и жидкостных

хроматографов, спектрометрических анализаторов, в которых эти методики реализованы.

Обзор не краткий, занимает около 40% текста диссертации. Он носит скорее описательный, а не аналитический характер. В обзоре рассмотрено более 40 работ по определению аммиака в воздухе, но большинство их не имеют промышленного значения и не относятся к теме исследования. К сожалению, автор не рассмотрел основные действующие методы и средства промышленного (поточкового) контроля выбранных веществ в химических производствах.

При конструировании ПХМЯ диссертант использовал богатый опыт кафедры аналитической химии СПбГУ, накопленный при разработке и применении бипористых блочных ХМЯ. Думаю, что А.Н. Мельниченко было бы полезно познакомиться с производством и переработкой политетрафторэтилена и фторсополимеров на КЧХК и других предприятиях г. Кирово-Чепецка – столицы российских фторопластов, чтобы использовать этот опыт в аналитических целях, чтобы узнать, как производится аналитический контроль аммиака, хлорметанов и фенола в крупнотоннажном химическом производстве.

Диссертант показал преимущества ПХМЯ по сравнению с ББХМЯ в стабильности работы, повышении чувствительности и сокращении времени анализа. Приготовление поверочных газовых смесей и определение технических и метрологических характеристик ПХМЯ и приборов с их применением полезно было бы проводить не статическими, а динамическими методами с помощью стандартизированных и сертифицированных динамических средств метрологического обеспечения газоаналитических измерений. Таковыми средствами являются фторопластовые стабильные источники микропотоков газов и паров СИМГП «Микрогаз» и интеллектуальные динамические установки «МИКРОГАЗ-ФМ» для непрерывного приготовления многокомпонентных газовых смесей с примесями газов и паров в условиях, соответствующих рабочим.

Результаты проведенных исследований следует признать положительными. Разработанные ПХМЯ позволили в несколько раз уменьшить размытие зон компонентов при проведении хроматомембранной жидкостной абсорбции в дискретном варианте по сравнению с бипористыми ХМЯ. Это привело к снижению предела обнаружения и сокращению времени анализа. Меньшее сопротивление потоку жидкой фазы в случае проведения непрерывной газовой экстракции позволило снизить время отклика системы.

Несомненной заслугой диссертанта является разработка способов изготовления поликапиллярных матриц и блочных газодиффузионных мембран. В качестве материала мембраны автор выбрал политетрафторэтилен высокой степени чистоты марки Ф-4ПН-20 с размером частиц 6–20 мкм. Это исключило загрязнение пробы и позволило значительно снизить проявление эффекта памяти хроматомембранных ячеек.

Благодаря простоте автоматизации при проведении анализа разработанные ПХМЯ могут с успехом использоваться в схемах промышленного *on-line* контроля водных и газовых сред.

Рекомендую автору продолжить эту работу с целью создания на основе новых ХМЯ специализированных промышленных аналитических комплексов, предназначенных для решения конкретных задач технологического и эколого-аналитического контроля.

Наряду с уже сделанными замечаниями, необходимо указать на другие недостатки в содержании, структуре и оформлении работы.

Диссертанту следовало уделить больше внимания рассмотрению аналогов и разработанных ПХМЯ и устройств, в которых они реализованы, материалам ХМЯ, известным способам и устройствам промышленного автоматического определения хлорметанов, аммиака и фенола.

В тексте в целом успешной работы много опечаток, требующих исправления. Условные обозначения в графических схемах не соответствуют требованиям стандарта. В списке литературы и в тексте диссертации нет

ссылок на работы автора. В автореферате список работ автора приведен, но в тексте нет ссылок на них.

Несмотря на замечания считаю, что выводы диссертации обоснованы и не вызывают сомнений. Достоверность полученных результатов подтверждена их сравнением с результатами, полученными с применением референтных методов анализа.

Рецензируемая диссертационная работа соответствует основным требованиям ВАК, предъявляемым к кандидатским диссертациям (п.9, «Положения о порядке присуждения ученых степеней» Правительства РФ №842 от 24 сентября 2013г.): тема ее актуальна, работа содержит элементы научной новизны и очевидна практическая полезность разработанных способов и устройств. Поэтому автор диссертации Артем Николаевич Мельниченко заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 02.00.02 – аналитическая химия.

Доктор технических наук,
профессор кафедры химии ВятГГУ
академик РАЕН

З. Л. Баскин

тел. 8 912 737 94 71
e-mail: baskin.k-ch@rambler.ru

