

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА

РХТУ.2.6.09 РХТУ им. Д.И. Менделеева

по диссертации на соискание ученой степени кандидата технических наук
аттестационное дело № 24/22
решение диссертационного совета
от 01 декабря 2022 г. № 3

О присуждении ученой степени кандидата технических наук Сусловой Екатерине Николаевне, представившей диссертационную работу на тему «Процессы получения аэрогелей с люминофорами в сверхкритических условиях и их интенсификация» по научной специальности 2.6.13. Процессы и аппараты химических технологий, принятой к защите «24» октября 2022 г., протокол №1 диссертационным советом РХТУ.2.6.09 РХТУ им. Д.И. Менделеева.

Состав диссертационного совета утвержден в количестве 19 человек приказом и.о. ректора РХТУ № 353 А от «08» сентября 2022 г. В состав диссертационного совета внесены изменения в соответствии с приказом и.о. ректора РХТУ №437 А от «20» октября 2022 г.

Соискатель Суслова Екатерина Николаевна 1996 года рождения, в 2020 году с отличием окончила магистратуру ФГБОУ ВО «Российский химико-технологический университет имени Д. И. Менделеева» диплом серия 107718 номер 1137823.

В 2020 году поступила в аспирантуру ФГБОУ ВО «Российский химико-технологический университет имени Д. И. Менделеева», научная специальность 2.6.13. (05.17.08) Процессы и аппараты химических технологий.

Соискатель с 2018 г. работает в РХТУ им. Д. И. Менделеева, в настоящий момент занимает должность заведующего лабораторией кафедры химического и фармацевтического инжиниринга.

Диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук по научной специальности 2.6.13. Процессы и аппараты химических технологий выполнена на кафедре химического и фармацевтического инжиниринга и кафедре кибернетики химико-технологических процессов федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования (ФГБОУ ВО) «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева».

Тема диссертационной работы «Процессы получения аэрогелей с люминофорами в сверхкритических условиях и их интенсификация» утверждена на заседании Ученого совета РХТУ им. Д.И. Менделеева от 25.05.2022 г. (протокол № 10). Научный руководитель – профессор, доктор технических наук Меньшутина Наталья Васильевна.

Официальные оппоненты:

доктор технических наук, доцент **Хайрутдинов Венер Фаилевич**, ФГБОУ ВО «Казанский национальный исследовательский технологический университет», профессор кафедры «Теоретических основ теплотехники»;

кандидат технических наук, доцент **Таран Юлия Александровна**, ФГБОУ ВО «Московский институт радиотехники, электроники и автоматики – Российский технологический университет», доцент кафедры «Процессов и аппаратов химических технологий имени Гельперина Н.И.».

Ведущая организация – ФГБОУ ВО «Санкт-Петербургский государственный технологический институт (технический университет)».

Основные положения и выводы диссертационного исследования в полной мере изложены в 18 научных работах, опубликованных соискателем, в том числе в 3 публикациях в изданиях, индексируемых в международных базах данных, и в 15 публикациях в рецензируемых изданиях.

Опубликованные работы общим объемом 95 страниц полностью отражают результаты, полученные в диссертации.

Результаты работы апробированы на 1 всероссийской и 7 международных научных конференциях.

Личный вклад соискателя в работах, выполненных в соавторстве, составляет 30-75% и заключается в непосредственном участии в планировании работ, проведении экспериментов, анализе данных, обсуждении полученных результатов и написании текста работ.

Наиболее значимые работы по теме диссертации:

1. A. Lebedev, E. Suslova, A. Troyankin, D. Lovskaya. Investigation of Aerogel Production Processes: Solvent Exchange under High Pressure Combined with Supercritical Drying in One Apparatus // GELS. – 2021. – Vol. 7, № 1. – P.4 (**Web of Science, Scopus**).

2. A. Lebedev, E. Suslova, N. Menshutina, I. Avetissov et al. New efficient lighting device. part 1. hybrid materials based on inorganic aerogel and metal-organic phosphor // Journal of Solid State Chemistry. – 2021. – Vol. 302. – P. 122358 (**Web of Science, Scopus**).

3. Суслова Е.Н., Лебедев А.Е., Меньшутина Н.В., Аветисов И.Х. и др. Люминесцентные аэрогели на основе диоксида кремния и координационного соединения бора с 8-оксихинолином // Стекло и керамика. – 2022. – Т. 95, № 5. – С. 45-52 (**Web of Science**).

На диссертацию и автореферат поступили отзывы:

1. Отзыв официального оппонента – доктора технических наук по научной специальности 01.04.14 – Теплофизика и теоретическая теплотехника, доцента, профессора кафедры «Теоретических основ теплотехники» ФГБОУ ВО «Казанский национальный исследовательский технологический университет» **Хайрутдинова Венера Фаилевича**. В отзыве отмечены актуальность, научная новизна и практическая значимость работы, а также достоверность полученных данных и общий обзор работы. Отзыв положительный. Имеются следующие замечания и рекомендации:

1. При исследовании фазовых равновесий термодинамические параметры (давление и температура), как и чистота образцов, являются ключевым вопросом. В работе при описании экспериментальной установки не приводятся характеристики датчиков и измерителей температуры и давления, а также точность измерений этих величин, хотя это критически важно для работы, посвящённой фазовым равновесиям. Так как небольшие изменения давления и температуры могут привести к смещению фазового равновесия.

2. Диссертант пишет (раздел 3.3.2), что чем ближе параметры системы «вода – диоксид углерода» к сверхкритическим, тем заметнее изменение плотности жидкой фазы. Однако это высказывание не совсем корректно. Научная литература располагает результатами исследований данной системы при давлениях до 100 МПа и температурах до 1000 К. Установлено, что фазовое поведение системы «вода – CO₂» относится к фазовому поведению III типа по классификации Скотта и Кониненбурга или к V типу по Уильямсу. То есть данная система не имеет общую критическую точку. И в данном случае правильнее было бы говорить о критических точках индивидуальных компонентов, но не для бинарной системы.

3. При осуществлении способа синтеза люминофора в объёме аэрогеля с применением сверхкритической адсорбции, автор в рамках процесса СКФ адсорбции выбрал давление 12 МПа и интервал температур 313-333 К. При этом важным параметром, влияющим на время осуществления процесса, является растворимость 8-hq в СКФ диоксиде углерода, которая в свою очередь сильно зависит от давления и температуры. Так, из литературных источников известно, что растворимость 8-hq в СКФ диоксиде углерода при 12 МПа и 328 К составляет 0.00495 мольн. доли, тогда, например, при той же температуре, но при давлении 25 МПа – 0.009 мольн. доли, что в два раза выше. В связи с чем, возникает вопрос выбора такого значения давления при осуществлении процесса адсорбции.

4. Для интенсификации процессов СКФ сушки автором проведено исследование кинетики фазовых переходов в бинарной системе «изопропанол – диоксид углерода» в интервале температур 313-333 К и в диапазоне давлений 6.3-7.8 МПа. При этом процесс СКФ сушки осуществлялся при давлении 12 МПа и температуре 313 К. Эти параметры СКФ сушки выбраны по результатам исследования фазовых равновесий?

5. В работе не приведена оценка неопределённости значений экспериментальных данных

основе 8-hq в сверхкритических условиях. Это вызывает вопрос, была ли уже подана заявка на патент, ведь если это один из основных научных результатов диссертации, то он должен быть апробирован на конференциях и в научных публикациях, но, в то же время, наличие опубликованных в открытом доступе данных может быть основанием отказа в регистрации патента.

7. На стр. 127 отмечено, что для исследования кинетики фазовых переходов использовали фотографические изображения системы с шагом в 2 секунды, по которым определялся объем жидкой фазы в определенный момент времени. Для этого на каждом изображении определялась высота жидкой фазы h и диаметр аппарата d (рисунок 3.1). Очевидно, что диаметр аппарата не изменяется во времени (масштаб изображения в системе видеофиксации меняться в ходе опыта тоже не должен), поэтому нет смысла его определять на каждом изображении с интервалом 2 с – реально изменяется только высота слоя образца.

8. В главе 3 моделирование фазового равновесия проводилось с помощью уравнения состояния Пенга-Робинсона совместно с модифицированными правилами смещения Ван-дер-Ваальса, поскольку оно показало достаточно точное описание рассмотренных 2-х компонентных систем. Однако, в сравнении с двухкомпонентными системами «изопропанол – диоксид углерода» и «вода – диоксид углерода», для которых средняя относительная ошибка между экспериментальными и расчетными данными составила 2.65% и 3.58% соответственно, средняя относительная ошибка для трехкомпонентной системы составила уже 8.56%, в связи с чем пришлось при математическом моделировании фазового равновесия дополнительно учитывать и определять коэффициенты бинарного взаимодействия между компонентами. В таблице 1.1 описаны уравнение состояния для околоскритической и критической области (№6) и Модифицированное уравнение Ли-Кеслера (№7), которые подходят для исследуемых диапазонов температур и давлений и, при этом, по данным той же таблицы, дают отклонение расчётных данных от экспериментальных менее 1% и до 0,5% соответственно. Из описания в работе не совсем понятно почему было выбрано уравнение Пенга-Робинсона, а не одно из них.

9. В главе 4 в рамках интенсификации процессов получения аэрогелей с люминофорами предложено проводить замену растворителя в том же аппарате высокого давления, что и процесс сверхкритической сушки. Так же отмечено, что, внедрение данной технологии позволит получить высокочистые материалы в одном аппарате, значительно снизить капитальные затраты на организацию промышленного производства аэрогелей за счет проведения нескольких стадий процесса в одном аппарате. Кроме того, эксплуатационные расходы также могут быть снижены за счет уменьшения потребления органических растворителей. На мой взгляд было бы интересно рассмотреть в рамках диссертации пример такой технологической схемы промышленного производства с соответствующим технико-экономическим расчётом, подтверждающем приведенное в главе 4 утверждение о сокращении капитальных и эксплуатационных затрат.

Отмеченные недостатки не влияют на общую положительную оценку диссертационной работы.

Диссертационная работа Суловой Екатерины Николаевны «Процессы получения аэрогелей с люминофорами в сверхкритических условиях их интенсификация» является законченной научно-квалификационной работой, в которой изложены научно-обоснованные технологические решения проведения и интенсификации процессов получения новых аэрогелей с люминофорами, имеющие существенное значение для развития импортозамещения в Российской Федерации, что соответствует требованиям п.9 «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденного постановлением Правительства РФ от 24.09.2013 №842 (с последующими изменениями и дополнениями), пунктам «Положения о присуждении ученых степеней в ФГБОУ ВО «Российский химико-технологический университет им. Д.И. Менделеева», а автор диссертации – Сулова Екатерина Николаевна заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по научной специальности 2.6.13. Процессы и аппараты химических технологий.

3. Отзыв ведущей организации – ФГБОУ ВО «Санкт-Петербургский государственный технологический институт (технический университет)». В отзыве отмечены актуальность, научная новизна и практическая значимость работы, а также достоверность полученных данных и общий обзор работы. Отзыв положительный. Имеются следующие вопросы и замечания:

Изучение влияния свойств аэрогелей на процесс люминесценции не проводилось.

1. В работе разработаны довольно простые математические модели фазового равновесия (п. 3.3 диссертации). Было бы целесообразно составить и решить дифференциальные уравнения, например, для процесса фазовых переходов, описанных в п. 3.1, с описанием кинетики роста высоты жидкой фазы (задача Стефана через подвижную границу). Результаты моделирования можно было бы сравнить с экспериментальными данными.

2. В уравнении (3.6) (с. 135 диссертации) некорректно указаны размерности количества вещества, переходящего из одной фазы в другую ($\text{кг/сек}\cdot\text{м}^2$), а также коэффициента массопередачи, ($\text{кг}\cdot\text{м}^2$). Размерности концентрации даны в мольных или массовых долях (в диссертации не указано), а коэффициент массопередачи выражен через единицы массы, то есть нарушено соответствие единиц.

3. Использованная в диссертации трактовка последовательности операций, проводимых в одном аппарате, как «совмещенные процессы» (п. 4.3 диссертации) не соответствует общепринятой терминологии, устоявшейся в отечественной и зарубежной литературе. Под совмещенными процессами подразумевают процессы, протекающие в одном объеме одновременно.

4. Отсутствуют технико-экономические показатели полученных продуктов, что не позволяет сделать однозначный вывод о достоинствах разработанных технологий.

5. Рассматриваемые в диссертации методы и подходы, а также разрабатываемые на их основе технологии исследованы в основном на экспериментальном уровне. Было бы целесообразно более глубоко разработать теоретическое обоснование исследованных процессов, на основании которого можно было бы получить инженерную методику расчета.

В заключении отмечено, что диссертационная работа Суловой Е.Н. на тему: «Процессы получения аэрогелей с люминофорами в сверхкритических условиях и их интенсификация» полностью соответствует пунктам «Положения о присуждении ученых степеней в ФГБОУ ВО «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева». Диссертация является законченной научно-квалификационной работой, в которой изложены новые научно обоснованные технические и технологические решения, направленные на разработку новых аэрогелей с люминофорами и интенсификацию процессов их получения с применением сверхкритических технологий, что имеет существенное значение для развития экономики страны. Автор работы, Сулова Екатерина Николаевна, заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по научной специальности 2.6.13. Процессы и аппараты химических технологий. Отзыв заслушан и обсужден на заседании кафедры оптимизации химической и биотехнологической аппаратуры 26 октября 2022 года, протокол №6.

Отзыв подписан: доктором технических наук, ректором ФГБОУ ВО «Санкт-Петербургский государственный технологический институт (технический университет)» Шевчиком Андреем Павловичем; доктором технических наук, профессором кафедры «Оптимизации химической и биотехнологической аппаратуры», председателем заседания кафедры Доманским Игорем Васильевичем; кандидатом технических наук, заведующим учебной лабораторией кафедры «Оптимизации химической и биотехнологической аппаратуры», секретарем заседания кафедры Аksenовой Евдокией Георгиевной.

4. Отзыв на автореферат доктора технических наук, заслуженного деятеля науки и техники Российской Федерации, профессора ФГБОУ ВО «Тамбовский государственный технический университет» **Мищенко Сергея Владимировича.** Отзыв положительный. При анализе автореферата возникло следующее замечание: не приведены исходные характеристики аэрогелей, которые были бы удобны для сравнения, потому что автор пишет,

что внедрение люминофоров не оказывает влияния на структуру аэрогелей.

Несмотря на отмеченные замечания, работа заслуживает положительной оценки. Исследуемая задача является актуальной, а предложенные решения обладают научной новизной и практической ценностью. Диссертационная работа является законченным трудом, выполненным на высоком уровне, и соответствует требованиям действующего «Положения о присуждении учёных степеней», предъявляемым к кандидатским диссертациям, а её автор – Суслова Екатерина Николаевна, заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по научной специальности 2.6.13. Процессы и аппараты химических технологий.

5. Отзыв на автореферат доктора технических наук, заслуженного деятеля науки Российской Федерации, профессора кафедры «Информационных и управляющих систем» ФГБОУ ВО «Воронежский государственный университет инженерных технологий» **Битюкова Виталия Ксенофоновича. Отзыв положительный.** Принципиальных замечаний по содержанию автореферата нет. Суслова Екатерина Николаевна заслуживает присуждения ей искомой ученой степени кандидата технических наук.

6. Отзыв на автореферат кандидата технических наук, заместителя директора ФГАУ «Институт медицинских материалов» Минпромторга России **Казеева Ильи Владимировича. Отзыв положительный.**

При анализе автореферата возникли следующие вопросы:

1. Во второй главе – представлены экспериментальные исследования процессов получения аэрогелей на основе органических и неорганических соединений. Однако, результаты исследований представлены только для неорганических аэрогелей.

2. Автор не приводит основные характеристики аэрогелей без внедрения люминофоров, однако, в работе утверждается, что внедрение люминофора не ухудшает свойства аэрогелей. Было бы удобно, если автор представил результаты аналитических исследований аэрогелей без внедрения люминофора.

3. В автореферате указано, что было изучено влияние высокопористого аэрогеля на скорость массообменных процессов. Однако, не рассмотрены процессы для аэрогелей на основе диоксида кремния, только для органических. Также из автореферата не понятно, почему автор получает частицы, губки и монолиты, а говорит про усадку только частиц.

Представленные выше замечания не влияют на общее высокое качество работы. По своему содержанию работа соответствует паспорту заявленной специальности и требованиям к кандидатским диссертациям, а ее автор, Суслова Екатерина Николаевна заслуживает присуждения ученой ступени кандидата технических наук по специальности 2.6.13. Процессы и аппараты химических технологий.

7. Отзыв на автореферат кандидата технических наук, руководителя центра корпоративной архитектуры Дирекции по цифровой трансформации ПАО «Газпром нефть» **Войновского Александра Александровича. Отзыв положительный.**

По автореферату имеются следующие замечания:

1. На страницах 10-11 автореферата выдвигается предположение о том, что структура аэрогелей оказывает некоторое влияние на люминесцентные свойства материалов, но не уточняется, какое именно влияние. Поэтому следующее предложение о контролируемой люминесценции является ничем не подкрепленной теорией.

2. Четвертая глава диссертационной работы посвящена экспериментальным исследованиям процессов получения высокочистых аэрогелей с люминофорами под давлением. Однако, чистота полученных материалов ничем не подтверждается.

Перечисленные замечания не оказывают существенное влияние на общую оценку диссертационной работы. Суслова Е.Н. всецело заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по научной специальности 2.6.13. Процессы и аппараты химических технологий.

На все замечания Сусловой Екатериной Николаевной даны полные и исчерпывающие ответы.

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается компетентностью, достижениями в научных исследованиях с близкой тематикой, наличием у оппонентов и ведущей организации публикаций в рецензируемых журналах и их высоким профессиональным уровнем.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

разработаны процессы получения аэрогелей различной природы с люминофорами тремя способами: внедрение люминофора на этапе замены растворителя, синтез люминофора на этапе сверхкритической сушки и с применением сверхкритической адсорбции;

решена научно-техническая задача интенсификации процессов получения аэрогелей с люминофорами за счет проведения этапов гелеобразования, замены растворителя, внедрения люминофора и сверхкритической сушки в одном аппарате.

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:

представлены результаты теоретического исследования кинетических кривых многокомпонентных систем при субкритических параметрах. Показано влияние параметров проведения процессов на коэффициенты массопередачи. Полученные данные позволяют сократить время и ресурсы, необходимые для проведения массообменных процессов, протекающих при получении аэрогелей различной природы;

разработаны математические модели фазового равновесия многокомпонентных систем «изопропанол – диоксид углерода», «вода – диоксид углерода» и «изопропанол – вода – диоксид углерода». Полученные данные могут быть использованы для исследования интенсификации процессов получения аэрогелей, в том числе с люминофорами.

Значение полученных соискателем результатов исследования для практики подтверждается тем, что:

разработаны методики проведения процессов получения аэрогелей с люминофорами тремя способами: внедрение люминофора на этапе замены растворителя, синтез люминофора на этапе сверхкритической сушки и с применением сверхкритической адсорбции. Полученные люминофорные материалы могут быть использованы при производстве светоизлучающих устройств, таких как OLED-дисплеи, сенсоры, энергосберегающие светодиоды. Результаты подтверждены Патентом RU 2757593 от 19.10.2021 г.;

разработана методика получения органических аэрогелей с люминофорами, которые могут быть использованы в качестве медицинских изделий для диагностики и терапии социально значимых заболеваний;

представлены экспериментальные исследования, позволяющие выбрать параметры проведения процессов получения аэрогелей в среде диоксида углерода. С помощью полученных данных может быть проведена интенсификация процессов получения аэрогелей, в том числе с люминофорами, в одном аппарате.

Оценка достоверности результатов исследования выявила:

обоснованность экспериментальных результатов, которые подтверждаются значительным объемом аналитических исследований;

использование автором современных научно-исследовательских методов, аналитических методов и стандартизированных методик;

обоснованность результатов, которая подтверждается соответствием данных, полученных в результате экспериментальных исследований, общепринятым теоретическим положениям;

проведение сравнительного анализа между теоретическими и экспериментальными данными.

Личный вклад соискателя состоит в участии на всех этапах процесса: в постановке и реализации задач исследований, в планировании и проведении экспериментальных и аналитических работ, а также в обработке полученных результатов; проведение разработки математических моделей и компьютерных программ для определения кинетических и равновесных характеристик многокомпонентных систем, программного комплекса для оптимизации совмещенных процессов при получении аэрогелей и люминофорных материалов на их основе; систематизации, интерпретации и оценки полученных результатов,

формулировка выводов, подготовка материалов для публикаций и представления результатов исследований на российских и международных научных мероприятиях.

Работа соответствует паспорту научной специальности 2.6.13. Процессы и аппараты химических технологий по своей теме, содержанию и методам исследования в части **направления исследований:** «фундаментальные исследования явлений переноса энергии, массы и импульса в химико-технологических процессах и аппаратах», «способы, приемы и методология исследования гидродинамики движения жидкости, газов, перемещения сыпучих материалов в технологических аппаратах и схемах», «способы, приемы, методология исследования химических, тепловых, массообменных и совмещенных процессов, совершенствование их аппаратного оформления», «принципы и методы синтеза и совершенствования ресурсосберегающих химико-технологических систем и производств», «методы и способы интенсификации химико-технологических процессов, в том числе с помощью физико-химических воздействий на перерабатываемые материалы», «создание новых процессов и аппаратов в химической технологии, позволяющих получать изделия заданного состава и формы на основе различных материалов».

Диссертационная работа Суловой Е.Н. на тему «Процессы получения аэрогелей с люминофорами в сверхкритических условиях и их интенсификация» полностью соответствует пунктам «Положения о присуждении ученых степеней в федеральной бюджетной образовательной организации высшего образования «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева». Диссертация является законченной научно-квалификационной работой, в которой решена актуальная задача сохранения высокого качества люминофоров при хранении за счет их внедрения или синтеза в объеме аэрогелей.

На заседании диссертационного совета РХТУ.2.6.09 РХТУ им. Д.И. Менделеева 01 декабря 2022 года принято решение о присуждении ученой степени кандидата технических наук Суловой Екатерине Николаевне.

Присутствовало на заседании – 14 членов диссертационного совета,
в том числе в режиме видеоконференции – 2,
в том числе докторов наук по научной специальности, отрасли науки рассматриваемой диссертации – 8.

При проведении голосования члены диссертационного совета по вопросу присуждения ученой степени проголосовали:

Результаты тайного голосования:

«за» – 12,

«против» – нет,

«воздержались» – нет.

Проголосовали 2 члена диссертационного совета, присутствовавшие на заседании в режиме видеоконференции:

«за» – 2,

«против» – нет,

«воздержались» – нет.

Итоги голосования:

«за» – 14,

«против» – нет,

«воздержались» – нет.

Председатель диссертационного совета

Ученый секретарь диссертационного совета

Дата «01» декабря 2022 г.



д.т.н., профессор Глебов М.Б.

к.т.н., доцент Василенко В.А.