

ОТЗЫВ ОФИЦИАЛЬНОГО ОППОНЕНТА
на диссертацию Худеева Иллариона Игоревича
«Энерго- и ресурсосбережение в процессе сверхкритической сушки»,
научная специальность 05.17.08 Процессы и аппараты химических
технологий (технические науки)

Актуальность работы. Одной из важнейших стратегических задач Российской Федерации является создание производств по выпуску высокотехнологичной продукции. К такой продукции можно отнести материалы на основе аэрогелей. Аэрогель – высокопористый твердый материал, обладающий развитой площадью удельной поверхности и низкой плотностью. Благодаря своим свойствам, материалы на основе аэрогелей находят различные приложения: звуко- и теплоизоляция, накопители энергии, чувствительные материалы в газовых датчиках, сорбенты газов, сорбенты для ликвидации разливов нефти. Данный материал получают с применением технологически сложного процесса – сушки в среде сверхкритического флюида (СКФ). Поэтому интенсификация процесса СКФ сушки при производстве аэрогелей является очень важной задачей.

Как отмечается автором, работа выполнена при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования РФ в рамках государственного задания. Это является дополнительным подтверждением востребованности представленной темы в научном сообществе и ее актуальности в рамках развития высокотехнологичной продукции.

В рамках диссертационной работы была **поставлена и достигнута цель**, состоящая в энерго- и ресурсосбережении, интенсификации процесса СКФ сушки аэрогелей.

Научная новизна работы состоит в том, что проведено всестороннее исследование процесса гелеобразования при получении аэрогелей на основе оксида алюминия и предложены механизмы их структурообразования.

Исследованы структурные свойства аэрогелей на основе оксида алюминия и установлены их зависимости от параметров получения.

Исследованы различные режимно-технологические и аппаратурно-конструктивные методы интенсификации процесса СКФ сушки. На основе проведенных экспериментальных исследований автором даны рекомендации по интенсификации процесса СКФ сушки.

Разработана математическая модель для описания влияния ультразвука на СКФ среды. Математическая модель позволяет получить эпюры скоростей, распределения концентраций в каждой точке аппарата.

Автором разработан метод расчета экономической эффективности процесса СКФ сушки.

Практическая значимость диссертации состоит в следующем:

Комплексно исследовано получение аэрогелей на основе оксида алюминия. Варьирование параметров синтеза дает возможность применять полученные аэрогели для различных задач.

Подробно исследована интенсификация процесса СКФ сушки. Результаты исследований могут быть перенесены на полупромышленный и промышленный масштаб.

Впервые была разработана установка для СКФ сушки аэрогелей при ультразвуковом воздействии.

Автором разработана компьютерная программа для исследования кинетики СКФ сушки. Программа позволяет оценить влияние различных параметров на СКФ сушку.

Автором разработана компьютерная программа для оптимизации процесса СКФ сушки. Проведена оптимизация на примере пилотной установки объемом 70 л.

Степень обоснованности и достоверности научных положений и выводов. Достоверность результатов работы подтверждается достаточным объемом экспериментальных данных, полученных с применением современных аналитических методов и стандартизованных методик. Для

математической модели кинетики процесса СКФ сушки проведено сравнение расчетных и экспериментальных данных. В работе использованы известные методы математического и компьютерного моделирования, вычислительной гидродинамики.

Научные положения апробированы на международных и российских конференциях, опубликованы в рецензируемых научных изданиях.

Достоверность полученных результатов также определяется выполнением диссертационной работы в научной школе с богатым успешным опытом в области исследования химико-технологических процессов.

Анализ основных положений диссертационной работы

Диссертационная работа состоит из введения, четырех глав, заключения, списка литературы из 151 наименования. Общий объем составляет 175 страниц печатного текста, включая 25 таблиц и 98 рисунков.

Во введении отражены и обоснованы актуальность и цель работы, представлены задачи исследования, приводится научная новизна, практическая значимость. Сформулированы основные положения, выносимые на защиту.

В первой главе проведен анализ научно-технической литературы. Представлен обзор методов получения и перспективных областей применения аэрогелей на основе оксидов металлов. Рассмотрены основные этапы процесса СКФ сушки. Представлены технологические схемы и установки как лабораторного, так и промышленного масштаба для проведения процесса СКФ сушки. Рассмотрены различные режимно-технологические и аппаратурно-конструктивные методы интенсификации массообменных процессов, протекающих в среде СКФ. Представлены установки для проведения СКФ процессов при ультразвуковом воздействии. Рассмотрены методы математического моделирования массообменных процессов, протекающих в среде СКФ. На основании литературного обзора были сформулированы задачи диссертационной работы.

Вторая глава посвящена экспериментальным исследованиям процессов получения аэрогелей на основе оксида алюминия в форме монолитов. Исследованы процессы гелеобразования при получении аэрогелей на основе оксида алюминия. Исследована трехкомпонентная система «эпихлоргидрин – этанол – вода». Предложены механизмы структурообразования для аэрогелей на основе оксида алюминия. Исследовано влияние параметров получения на структурные характеристики аэрогелей.

В данной главе приведены этапы процесса получения аэрогелей на основе диоксида кремния в форме монолитов. Представлены их структурные характеристики.

Третья глава посвящена экспериментальному и теоретическому исследованию интенсификации процесса СКФ сушки аэрогелей на основе диоксида кремния в форме монолитов.

Представлена разработанная установка объемом 22 мл для проведения процесса СКФ сушки при ультразвуковом воздействии. Представлены режимно-технологические и аппаратурно-конструктивные методы интенсификации, которые могут быть использованы при решении задач как оптимизации существующих производств, так и проектирования производств аэрогелей.

Представлены экспериментальные исследования процесса СКФ сушки на установке объемом 22 мл с применением следующих методов интенсификации: оптимизация режимно-технологических параметров (расход диоксида углерода, температура, давление), импульсное изменение параметров процесса (давление), наложение полей (ультразвуковые колебания).

Представлены экспериментальные исследования процесса СКФ сушки на установке объемом 250 мл с применением следующих методов интенсификации: оптимизация в соответствии с фазовыми диаграммами, оптимизация режимно-технологических параметров (расход диоксида

углерода, температура). СКФ сушка на установке объемом 250 мл проводилась с исследованием кинетики, что позволило определить влияние различных методов интенсификации на отдельные этапы процесса.

На основе проведенных экспериментальных и теоретических исследований СКФ сушки сформулированы рекомендации по интенсификации процесса.

Четвертая глава посвящена математическому моделированию массообменных процессов, протекающих в среде сверхкритического флюида, и оптимизации процесса СКФ сушки.

Представлена математическая модель для описания кинетики процесса СКФ сушки. Математическая модель описывает этапы процесса СКФ сушки, в ходе которых проводится удаление растворителя из гелей, а именно: вытеснение растворителя из свободного объема аппарата, диффузационное замещение растворителя внутри пор гелей на сверхкритический диоксид углерода. В модели рассматривается массоперенос внутри геля, в пограничном слое геля и свободном объеме аппарата. Массоперенос внутри пористого тела является диффузионным и описывается 2-м законом Фика. Массоперенос от пограничного слоя геля в свободный объем аппарата учитывался с помощью коэффициента массопередачи. Массоперенос в свободном объеме аппарата описывается моделью идеального смешения. Математическое описание применимо для гелей различных типов в форме цилиндров, сфер и плоскопараллельных тел. Разработана компьютерная программа расчета кинетики процесса СКФ сушки на языке Python. Произведены расчеты по исследованию влияния параметров на процесс СКФ сушки на установке 22 мл, на кинетику процесса СКФ сушки на установке 250 мл. Разработанная модель и компьютерная программа могут быть использованы для проектирования и исследования процесса СКФ сушки различного масштаба.

Представлено математическое моделирование ультразвуковых колебаний в среде сверхкритического флюида. Данная модель основана на

положениях механики сплошных сред и учитывает высокочастотные колебания ультразвукового излучателя. Ультразвуковые колебания повышают интенсивность массообменных процессов. Результаты вычислительных экспериментов могут быть использованы для интенсификации этапа набора давления в ходе процесса СКФ сушки.

Разработана программа, позволяющая производить оценку экономической эффективности процесса СКФ сушки. Экономическая эффективность определяется себестоимостью аэрогелей. В расчет себестоимости аэрогелей включены постоянные расходы (амortизационные отчисления, профилактический ремонт, заработка плата), затраты на сырье для получения гелей, затраты на диоксид углерода, затраты на электроэнергию. С помощью разработанной программы была произведена оптимизация процесса СКФ сушки на пилотной установке объемом 70 л.

Выводы достаточно полно отражают содержание диссертационной работы.

Соответствие автореферата основным положениям диссертации

Автореферат диссертации в полном объеме соответствует содержанию диссертационной работы.

Публикации, отражающие основное содержание диссертации

Основное содержание диссертации с достаточной полнотой отражено в 27 печатных работах, из них 9 в журналах, индексируемых в международных базах данных Web of Science и Scopus. Получен 1 патент.

Замечания по работе

Основные положения работы достаточно аргументированы и вносят вклад как в теорию, так и в практику реализации новой технологии. В то же время при анализе представленного материала возникли следующие замечания:

1. В работе приведен подробный анализ фазового поведения бинарной системы «CO₂ – этанол» и определена гомогенная область для осуществления процесса сушки. Однако сам процесс сушки проведен с

использованием иного растворителя – изопропанола. В работе не обоснован выбор именно этого растворителя.

2. СКФ технологии, к которым относится и сушка, основаны на знаниях типов фазового равновесия (I-VI), характеристиках фазового равновесия и растворимости. Фазовое равновесие бинарной системы «диоксид углерода – изопропанол» относится к I типу с непрерывной критической кривой. В диссертации отсутствует анализ достоинств или недостатков того или иного типа фазового равновесия.

3. «...Процесс сверхкритической сушки проводят в гомогенной области для смеси «диоксид углерода – изопропанол», и процесс считается законченным, когда достигается определенное значение концентрации изопропанола $x_{2,g}^{\Phi}$ в смеси, находящейся внутри гелей...». Каково пороговое численное значение? И как остаточный растворитель влияет на свойство аэрогеля?

4. При исследовании влияния ультразвуковых колебаний на процесс СКФ сушки (п. 3.3.3 диссертационной работы) не представлены характеристики аэрогелей. Не ясно, влияют ли ультразвуковые колебания на структуру аэрогелей.

5. На пилотной установке осуществляется многократная рециркуляция диоксида углерода. В связи с этим возникает вопрос, нет ли эффекта накопления изопропанола в промежуточной емкости? Проводился ли анализ на остаточное содержание органического растворителя после адсорбционных колонн? Есть ли лимитирующее значение по его содержанию в CO_2 ?

6. Диссертант в лабораторном масштабе провел интенсификацию процесса СКФ сушки за счет использования ультразвуковых колебаний. Каковы перспективы использования этого технического решения в пилотном и промышленном масштабах?

7. Имеются незначительные недостатки при оформлении таблиц, рисунков и списка литературы.

Заключение

Отмеченные недостатки не влияют на общую положительную оценку диссертационной работы.

Диссертационная работа Худеева Иллариона Игоревича «Энерго- и ресурсосбережение в процессе сверхкритической сушки» является законченной научно-квалификационной работой, в которой изложены научно обоснованные технологические решения и разработки по получению аэрогелей в рамках процесса сверхкритической сушки, имеющие существенное значение для развития страны, 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 федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего образования «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева», а автор диссертации – **Худеев Илларион Игоревич заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.17.08 Процессы и аппараты химических технологий.**

Официальный оппонент

профессор кафедры «Теоретических основ теплотехники» ФГБОУ ВО «Казанский исследовательский национальный техногический университет»
д.т.н., доцент



Адрес: Российская Федерация, Республика Татарстан, 420015, г. Казань, ул. Карла Маркса, д. 68

Телефон: +7 (843) 231-42-16

E-mail: kvener@yandex.ru