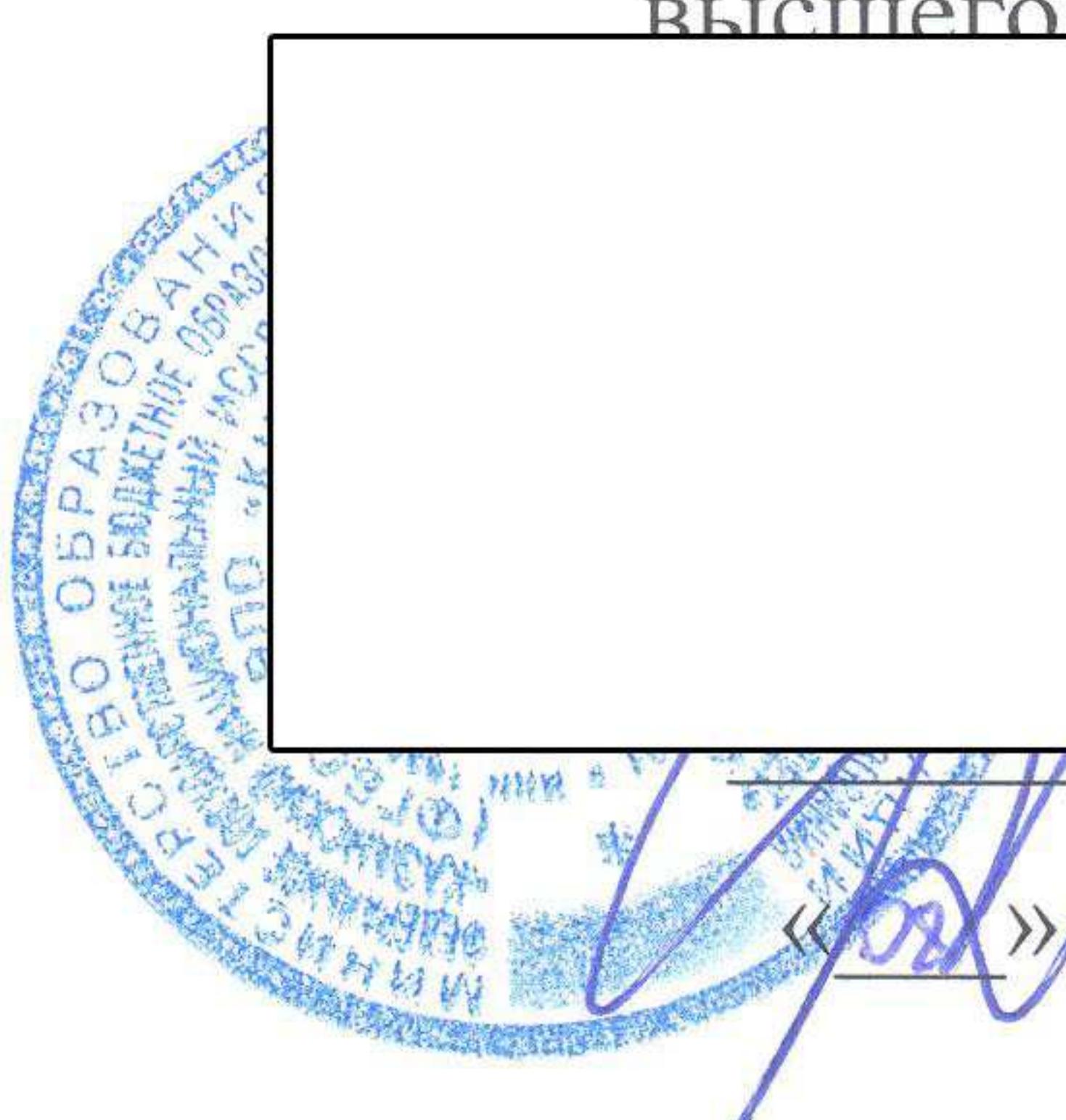


УТВЕРЖДАЮ

Ректор федерального
государственного бюджетного
образовательного учреждения
высшего профессионального
вания «Казанский
ный исследовательский
ческий университет»



Дьяконов Г.С.

«08» сентября 2015 г.

Отзыв ведущей организации

Казанского национального исследовательского технологического университета на диссертационную работу Лебедева Артема Евгеньевича «Моделирование и масштабирование процессов получения аэрогелей и функциональных материалов на их основе», представленную к защите на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности

05.17.08 – «Процессы и аппараты химических технологий»

1. Актуальность темы диссертационной работы

Высокопористые материалы с развитой внутренней структурой востребованы во многих областях человеческой деятельности как катализаторы или их основа, материалы для фильтрации промышленных газов и основа для детекторов таких газов, как теплоизоляционный материал, а также как основа для создания композиций с активными веществами различного рода. Аэрогель представляет собой яркий пример такого материала. Он обладает плотностью $0.003 - 0.5 \text{ г}/\text{см}^3$, внутренней удельной поверхностью до $1200 \text{ г}/\text{см}^3$, пористостью до 0.95, коэффициент теплопроводности аэрогеля достигает значений $0.005 \text{ Вт}/(\text{м}\cdot\text{К})$. Именно

благодаря сочетанию приведенных выше свойств данный материал является перспективным для всех перечисленных применений. Необходимо отметить, что аэрогели могут быть изготовлены из разнообразных материалов, в том числе природных полисахаридов, белков и биосовместимых полимеров. Это позволяет использовать аэрогели как носители активных фармацевтических веществ.

Одна из основных стадий получения аэрогелей – сверхкритическая сушка, которая обычно проводится в среде сверхкритического диоксида углерода. В ходе данного процесса имеют место явления тепло- и массопереноса в двухкомпонентной гомогенной сжимаемой системе. Для предсказания хода процесса, его оптимизации и масштабирования необходимо создание адекватного математического описания.

Создание новых функциональных материалов на основе аэрогеля также чаще всего проводится в среде сверхкритического диоксида углерода. Активное вещество растворяется в нем и адсорбируется на внутренней поверхности аэрогеля. Скорость данных процессов и величина загрузки активного вещества в аэрогель зависят от многих факторов. Создание математического описания такого процесса необходимо для его расчета, оптимизации и масштабирования.

Таким образом, проведенные в работе экспериментальные исследования процессов получения аэрогелей и создания на их основе новых функциональных материалов, а также разработанное математическое описание этих процессов являются актуальными.

2. Анализ структуры и содержания диссертации

Диссертационная работа написана на 156 страницах и состоит из введения, пяти глав, заключения, списка литературы из 151 наименования и 2 приложений.

Первая глава представляет собой литературный обзор исследуемой области. В ней отражено современное состояние методов получения аэрогелей различной природы и функциональных материалов на их основе,

подробно описан процесс сверхкритической сушки и сверхкритической адсорбции, теоретически рассмотрены свойства систем в сверхкритическом состоянии, а также математические модели сверхкритической сушки и адсорбции.

Вторая глава посвящена экспериментальным исследованиям. В ней приведены способы получения аэрогелей различной природы, аналитически определены их структурные характеристики. Приведено описание используемых установок сверхкритической сушки и адсорбции, в создании которых автор принимал непосредственное участие. В главе экспериментально исследована кинетика процесса сверхкритической адсорбции на примере получения композиции «ибупрофен – аэрогель на основе диоксида кремния». Также экспериментально получен ряд композиций на основе аэрогелей различной природы с использованием разных активных фармацевтических веществ. Проведены экспериментальные исследования на животных, в большинстве случаев показано улучшение биодоступности лекарственного средства при использовании аэрогеля.

Третья глава посвящена теоретическому изучению систем в сверхкритическом состоянии. Рассмотрены свойства диоксида углерода и его смеси с изопропиловым спиртом при различных температурах и давлениях выше критической точки диоксида углерода. Теоретически рассмотрен процесс набора давления в ходе сверхкритической сушки, предложен способ расчета начального условия по составу системы. В главе представлены разработанные математические модели процессов сверхкритической сушки и адсорбции. Описаны методы расчета необходимых физико-химических свойств и параметров модели. В конце главы приводится описание численных методов решения уравнений моделей.

В четвертой главе приведены результаты расчетов уравнений математических моделей, расчет необходимых коэффициентов. Подтверждена адекватность предложенных моделей.

Пятая глава посвящена масштабированию процесса сверхкритической сушки. Предложен критерий эффективности процесса сверхкритической сушки, который включает в себя время, массу диоксида углерода, энергозатраты необходимые для получения определенного объема аэрогеля. С использованием данного критерия в предложенном реакторе выбраны параметры, при которых процесс наиболее эффективен.

3. Научная новизна

1. Свойства систем в сверхкритическом состоянии исследованы теоретически. Полученные результаты учтены при разработке математических моделей, и использованы для расчета начальных условий.
2. Экспериментально исследована кинетика сверхкритической адсорбции при различных температурах и давлениях, что имеет значение для развития теории тепло- и массообменных процессов в среде сверхкритических флюидов.
3. Разработано математическое описание гидродинамики, тепло- и массопереноса в среде сверхкритических флюидов для процессов сверхкритической сушки и сверхкритической адсорбции. Полученные модели позволяют рассчитывать физико-химические свойства, скорость, давление, состав системы в каждой точке объема реактора, разрабатывать рекомендации для оптимизации процессов. Они могут быть использованы для масштабирования.
4. Сформулирован критерий эффективности процесса сверхкритической сушки, использование которого позволяет решать задачу энергоресурсосбережения при проведении процесса сверхкритической сушки.

4. Практическая значимость

1. Проведена серия экспериментальных исследований получения неорганических и органических аэрогелей. Измерена кинетика процесса сверхкритической сушки.
2. Создана установка для получения функциональных материалов на основе аэрогелей в среде сверхкритического диоксида углерода. Установка рассчитана на давление 250 атм и температуру 200°C и укомплектована системой автоматизации.
3. С использованием установки получен ряд композиций «аэрогель – активное вещество». Исследована биодоступность активных веществ в составе композиций, проведено сравнение с чистыми активными веществами в кристаллическом состоянии.
4. Разработаны математические модели процессов сверхкритической сушки и адсорбции которые позволяют оценить влияние геометрии реактора, формы гелей, их расположения на полках, а также расхода диоксида углерода на ход процесса. Проведенные по моделям расчеты подтвердили их адекватность.

5. Степень обоснованности и достоверности сформулированных в диссертации научных положений, выводов и рекомендаций

Обоснованность и достоверность научных положений, выводов и рекомендаций, сформулированных в диссертации Лебедева А.Е., базируется на применении современных методов аналитических исследований в экспериментальной части и современных методов математического моделирования, основанных на положениях механики сплошных сред в теоретической части.

Основные результаты работы не противоречат данным мировой научно-технической литературы.

Работа прошла апробацию на отечественных и международных конференциях. По основным результатам исследования опубликовано 17

работ, из них 4 публикации в рецензируемых журналах. Также зарегистрировано два НОУ-ХАУ на установки. Научные публикации соответствуют основной цели и предмету исследований.

6. Рекомендации по практическому использованию результатов работы

Результаты работы условно можно разделить на две части. Первая относится к получению композиций на основе аэрогелей и активных фармацевтических веществ. Дальнейшая разработка таких композиций представляется перспективной, например, для решения проблемы перорального использования труднорастворимых активных веществ. Вторая часть результатов – это разработанные математические модели. Они основаны на положениях механики сплошных сред и являются универсальными. Предложенные модели могут быть использованы для создания новых промышленных установок сверхкритической сушки и адсорбции и оптимизации данных процессов в существующих установках. Сформулированный в работе критерий эффективности значительно упрощает выбор параметров ведения процесса сверхкритической сушки в реакторе известной геометрии.

Теоретические и практические положения и выводы диссертационной работы могут быть использованы в учебном процессе высших учебных заведений при обучении студентов по таким направлениям, как энерго- и ресурсосберегающие процессы в химической технологии, нефтехимии и биотехнологии (18.03.02), наноинженерия (28.03.02). Результаты работы могут иметь практическую ценность для ФГУП "РФЯЦ - ВНИИЭФ", ФГБУ ГНЦ ФМБЦ им. А.И. Бурназяна, ЗАО «ШАГ», ИБМХ им. В.Н. Ореховича.

7. Замечания по работе

1. Не дается оценка точности измерения кинетики процесса сверхкритической сушки. Так как количество удаляемого спирта

определялось по его содержанию в воде, необходимо было учитывать распределение спирта между водной фазой и сверхкритическим CO₂.

2. В диссертации не представлены результаты экспериментального измерения процесса сверхкритической сушки (раздел 2.3).
3. На графиках со стр. 57 автор использует термин «загрузка», определение которому дает только на стр. 59.
4. Разделы 2.4 и 2.5 содержат противоречивую информацию и вообще могли бы быть объединены. Так в разделе 2.4. исследования по адсорбции проводились на аэрогеле в форме цилиндров потому, что как написано на стр.53 «Использование микрочастиц не позволило бы достаточно точно отразить влияние диффузионного переноса целевого компонента внутри пористого тела.... ». В то же время в разделе 2.5 те же исследования проводятся на микрочастицах? Если сравнить данные рис.2.14 и таблицы 2.2 то можно сделать вывод что влияния формы частиц аэрогеля на процесс адсорбции не наблюдается.
5. Раздел 2.5 заканчивается параграфом 2.5.5, в котором утверждается, что проведенные в предыдущих параграфах результаты экспериментов отличаются низкой точностью и даются результаты более точного метода высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ). Возникает вопрос: почему изначально эксперименты не проводились методом ВЭЖХ? Так же не указано при каких Р и Т представлены результаты в таблице 2.3.
6. Представленные на рис. 3.7 графики вызывают сомнения; так как при нулевой концентрации CO₂ плотность чистого изопропанола в жидким состоянии меняется почти в 10 раз при изменении давления в 4 раза!
7. В формуле 3.10 D₁₂ и D₂₁ скорее всего коэффициенты диффузии при **бесконечном разбавлении** CO₂ в изопропаноле и наоборот. Иначе непонятно при какой концентрации их нужно брать.

8. В математической модели сверхкритической сушки для всех областей, в том числе и для межфазного переноса используется один и тот же коэффициент переноса массы D. Наверное, они должны быть разные.

Перечисленные выше замечания по работе не носят принципиального характера и не снижают общую положительную оценку работы.

8. Общая характеристика работы и соответствие диссертации критериям, установленным Положением о присуждении ученых степеней

Диссертационная работа Лебедева Артеме Евгеньевича соответствует паспорту специальности 05.17.08 – «Процессы и аппараты химических технологий», по разделам области исследований:

- «Методы изучения химических процессов и аппаратов ... Приемы, способы и методология изучения нестационарных режимов протекания процессов в химической аппаратуре» (Глава 3, 4);
- «...исследования гидродинамики движения жидкости, газов ... исследования массообменных процессов и аппаратов» (Глава 2, 4);
- «Теория подобия и масштабирования химико-технологических процессов и аппаратов, машин и агрегатов» (Глава 5);
- «Методы изучения и создания ресурсо- и энергосберегающих процессов и аппаратов в химической и смежных отраслях промышленности...» (Глава 5).

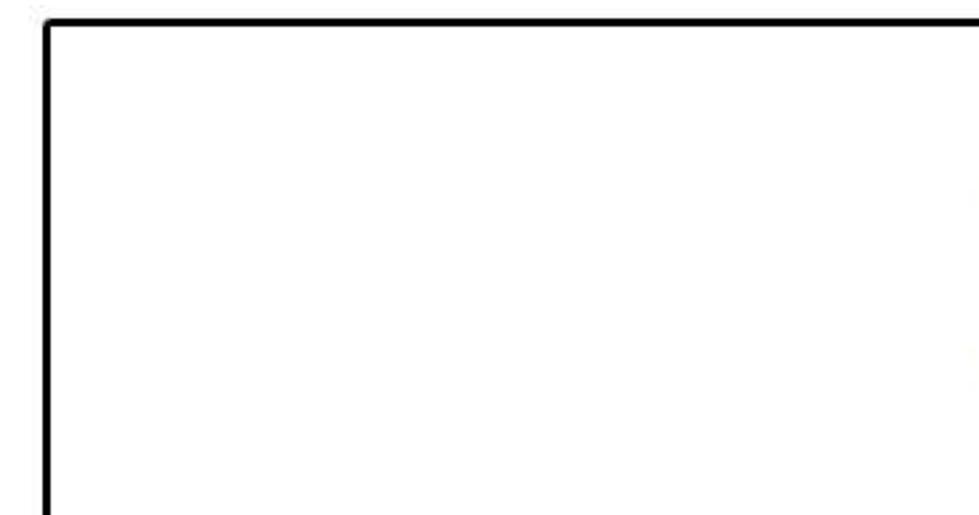
Вышесказанное позволяет заключить, что диссертационная работа Лебедева А.Е. представляет собой самостоятельно выполненную, законченную научно-квалификационную работу, в которой решена актуальная научная задача моделирования и масштабирования процессов

получения аэрогелей и функциональных материалов на их основе. Решение этой задачи имеет существенное значение для развития страны.

Ведущая организация считает, что диссертационная работа Лебедева Артема Евгеньевича на тему «Моделирование и масштабирование процессов получения аэрогелей и функциональных материалов на их основе» в полной мере удовлетворяет п. 9 «Положения о присуждении ученых степеней» (Постановление Правительства Российской Федерации №842 от 24.09.13), а ее автор заслуживает присуждения искомой степени кандидата технических наук по специальности 05.17.08 – «Процессы и аппараты химических технологий».

Отзыв на кандидатскую диссертацию Лебедева Артема Евгеньевича
обсужден и принят на заседании кафедры «Процессы и аппараты химической
технологии» от «03» сентября 2015 г., протокол №1.

Доктор технических наук, профессор,
заведующий кафедрой «Процессы и
аппараты химической технологии»
ФГБОУ ВПО «КНИТУ»
Тел. +7 (843) 213-40-46
e-mail: alklin@kstu.ru



Клинов
Александр
Вячеславович

Адрес: 420015, г. Казань, ул. К. Маркса, 68

Тел. ректората: +7 (843) 231-42-02

Тел. отдела канцелярии и делопроизводства: +7 (843) 231-42-16

Факс отдела канцелярии и делопроизводства: +7 (843) 238-56-94

E-mail: office@kstu.ru

Официальный сайт: <http://www.kstu.ru>

