

Отзыв официального оппонента

на диссертационную работу Ферапонтовой Людмилы Леонидовны
«Получение композиционных сорбционно-активных материалов на основе
цеолита и фторпроизводных этилена для систем жизнеобеспечения человека
и изучение их физико-химических свойств»,
представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук
по специальности 05.17.01 «Технология неорганических веществ»

Диссертационная работа Л. Л. Ферапонтовой направлена на решение важной технологической задачи, которая остается весьма **актуальной**, несмотря на многочисленные попытки ее решения. Использование адсорбирующих материалов в системах жизнеобеспечения (СЖО) человека от поражающих факторов химической и биологической природы, предполагает непрерывный поиск новых адсорбентов, имеющих высокие значения параметров массопереноса сорбата в процессе эксплуатации, устойчивые к воздействию различных нагрузок и агрессивных сред. Адсорбирующие материалы не должны выделять в процессе эксплуатации опасных для здоровья человека веществ. Следует особо отметить, что при этом новые адсорбирующие материалы должны обеспечивать требуемые тактико-технические характеристики адсорбционных установок, в которых предполагается их эксплуатация. Представленная работа свидетельствует о том, что Л. Л. Ферапонтовой удалось внести свой весомый вклад в решение этой непростой задачи.

Научную новизну представленной работы в первую очередь определяют предложенные автором способы направленного синтеза композиционных сорбционно-активных материалов (КСАМ) различной геометрической конфигурации, для эксплуатации в системах СЖО и выбор оптимальных технологических параметров процесса их получения. Убедительно показано, что для решения поставленной задачи необходимо в

качестве исходных адсорбентов-наполнителей использовать кристаллические цеолиты дисперсностью 3-6 мкм, в качестве полимерной матрицы - фторпроизводные этилена (фторопласти), а в качестве растворителя - диметилкетон. Автором экспериментально установлено оптимальное соотношение адсорбент-наполнитель / полимерная матрица, соотношение растворитель / полимерная матрица. Показано, что удаление растворителя целесообразно проводить при температуре 55-57 °C.

Впервые с использованием современных методов физико-химического анализа проведено исследование устойчивости полученных КСАМ к термическому и механическому воздействию. Установлены кинетические параметры процесса десорбции водяного пара на основании обработки результатов исследований КСАМ методами ДТА и ДТГ, зарегистрированных в неизотермических условиях.

Анализ совокупности результатов по исследованию сорбционных характеристик полученных КСАМ позволил автору сделать корректный вывод, что пленка полимерной матрицы из фторопласта на поверхности гранул адсорбента – наполнителя не обладает сплошностью, что обеспечивает свободный доступ молекул адсорбата в объем КСАМ без значительного диффузационного сопротивления во вторичной пористой структуре.

Большая **практическая значимость** полученных Л.Л.Ферапонтовой результатов и диссертационной работы в целом определяется, прежде всего, высокой эффективностью КСАМ, синтезированных автором. Согласно представленной информации полученные КСАМ по таким важным эксплуатационным характеристикам, как динамическая активность и коэффициент использования равновесной динамической емкости на протяжении большого количества циклов сорбция – десорбция на 15-20 % пре-восходят аналогичные показатели одного из лучших серийных адсорбентов - цеолита NaX-B-1Г. Несомненным достоинством работы

Л.Л.Ферапонтовой является детальная проработка технологии производства КСАМ, нашедшая отражение в технологических регламентах, технических условиях и пилотной установке получения КСАМ, разработанной и внедренной в ОАО «Корпорация «Росхимзащита».

Диссертационная работа Л.Л.Ферапонтовой состоит из введения, литературного обзора, методической и экспериментальной частей, выводов, списка литературы и 6 приложений. Материал диссертации изложен на 148 страницах, включает 33 рисунка, 23 таблиц, список цитированной литературы состоит из 174 источников.

Во введении автором обоснована актуальность темы, сформулированы цели и задачи диссертационной работы, раскрыты научная новизна и практическая значимость исследования, а также выносимые на защиту положения.

Первая глава посвящена анализу современного состояния технологий адсорбирующих материалов. В результате четкого и логичного анализа Л.Л.Ферапонтова делает вывод о целесообразности использования для СЖО человека КСАМ на основе минеральных адсорбентов – наполнителей типа цеолитов и полимерной матрицы. Подробно представлен обзор большинства методов получения КСАМ. Литературный обзор содержит все необходимые сведения для понимания сути и результатов проводимых автором исследований.

Вторая глава содержит обоснование выбора исходных компонентов для синтеза КСАМ и представлены их характеристики. Диссидентом детально описан ряд способов синтеза КСАМ, позволяющих получать изделия различной геометрической конфигурации (гранулы, листы, блоки). Приведены принципиальные технологические схемы синтеза КСАМ с достаточно подробным указанием технологических параметров процессов.

Исчерпывающие описаны методики и методы физико-химического анализа, полученных КСАМ и инструментальная база для проведения исследований с указанием марок и компаний производителей.

Результаты экспериментов по выбору оптимальных условий синтеза и состава композиционных сорбционно-активных материалов, исследование их физико-химических свойств представлены **в третьей главе**. Диссертант приводит данные о синтезе КСАМ при различных технологических параметрах (соотношение адсорбент–наполнитель / матрица; матрица / растворитель; дисперсность адсорбента – наполнителя; температура сушки, природа растворителя и др.), позволяющие получать конечные изделия различной геометрической конфигурации.

Представлены результаты исследований полученных материалов различными методами физико-химического анализа.

С использованием метода газовой хроматографии автор доказывает, что синтезированные КСАМ могут эксплуатироваться в системах СЖО.

С использованием стандартных методов проведены испытания полученных образцов к механическому и термическому воздействию. Установлены основные кинетические параметры процесса десорбции водяного пара на основании обработки по оригинальной методике результатов исследований КСАМ методами ДТА и ДТГ, зарегистрированных в неизотермических условиях. Сравнение энергии активации процесса десорбции водяного пара кристаллитом NaX, приведенной в работе Н.В.Кельцева и рассчитанной на основании определения теплоты адсорбции и энергии активации процесса сорбции водяного пара, с полученной автором величиной, свидетельствует о высокой точности предложенной простой методики расчета данного параметра на основании данных дифференциального термического анализа.

Автором проведен большой объем исследований сорбционных характеристик, полученных КСАМ в статических и динамических условиях экс-

перимента и проведено сравнение полученных результатов с аналогичными показателями серийного адсорбента NaX-B-1Г. Экспериментально доказано превосходство синтезированных КСАМ по основным эксплуатационным характеристикам на 15 – 20% над серийным цеолитовым адсорбентом NaX – В- 1Г, как в статических, так и в динамических условиях.

Анализ совокупности результатов по исследованию сорбционных характеристик полученных КСАМ позволил автору сделать корректный вывод, что пленка полимерной матрицы из фторопласта на поверхности гранул адсорбента – наполнителя не обладает сплошностью, что обеспечивает свободный доступ молекул адсорбата в объем КСАМ без значительного диффузионного сопротивления во вторичной пористой структуре.

Представлены результаты исследования пористой структуры полученных материалов методом адсорбции-десорбции паров азота и результаты определения удельной теплоемкости и теплопроводности синтезированных КСАМ.

Диссертантом подробно описаны экспериментальные исследования, направленные на выбор оптимальных параметров синтеза КСАМ и установлена их взаимосвязь с основными эксплуатационными характеристиками получаемых материалов. На основании интерпретации полученных результатов делается вывод о том, что при синтезе КСАМ предпочтительно использовать весовое соотношение адсорбент – наполнитель / полимерная матрица в пределах 80 – 88 / 20 – 12, при этом дисперсность адсорбента должна быть в диапазоне 3 - 6 мкм. Автор также показывает, что при синтезе КСАМ в качестве растворителя целесообразно использовать диметилкетон в количестве 15-30 мл на 1 г фторопласта, а удаление растворителя необходимо осуществлять при температурах 55 – 60⁰С.

Достоверность полученных автором результатов подтверждается воспроизводимостью экспериментальных данных и применением адекватных стандартных и разработанных автором методик исследования.

Соответствие содержания автореферата основным идеям и выводам диссертации, качество оформления автореферата.

Содержание автореферата полностью соответствует основным положениям, выводам и рекомендациям, изложенным в диссертационной работе. Автореферат написан по стандартной форме, в объеме, достаточном для понимания сути всех проведенных исследований. Диссертация и автореферат соответствуют предъявляемым требованиям.

Замечания по диссертации и автореферату Л. Л. Ферапонтовой:

1. В тексте диссертации излишне подробно описывается несколько общеизвестных методик, например, методика определения изотермы сорбции паров воды эксикаторным способом.

2. В таблице 4 автореферата и в таблице 3.6 диссертации присутствует название столбца «Степень глубины осушки воздуха по точке росы, °C». Считаю более правильным следующее написание «Глубина осушки воздуха по точке росы, °C».

3. Несколько, на основании скольких экспериментов рассчитывались данные, представленные в разделе 3.1.5 диссертации.

4. В п. 3.1.5.2 диссертации приводятся следующие параметры испытуемых адсорбирующих материалов: высота слоя, исследуемого КСАМ - 150 мм и плотность материала, г/см³. Для более удобного восприятия представленных в таблице 4 автореферата и в таблице 3.6 диссертации данных, было бы более уместным привести объем испытуемых материалов.

5. В диссертации и автореферате при описании исследований по изучению пористой структуры композиционных сорбционно-активных материалов присутствует фраза «Адсорбционные свойства, рассчитанные

исходя из модельного уравнения Дубинина – Радушкевича при коэффициенте подобия...». Оппонент считает более правильным проводить расчёты исходя из модельного уравнения Дубинина – Астахова.

6. Из текста диссертации неясна дальнейшая судьба использованного в качестве растворителя при синтезе КСАМ диметилкетона (ацетона). Его просто выбрасывали в окружающую среду?

7. Встречаются отдельные неудачные выражения и опечатки (например, предэкспотенциальный и др.).

8. Ссылки 26 и 33 дублируют друг друга

Однако представленные замечания имеют уточняющий характер и не влияют на общую высокую оценку оппонируемой диссертационной работы.

Говоря о работе в целом, хотелось бы в первую очередь отметить несомненную практическую значимость полученных результатов и большой объем экспериментальной работы по синтезу КСАМ и изучению их физико-химических свойств, проделанный автором. Следует отметить большое количество научных работ автора по данной тематике, позволивших получить дополнительную всестороннюю информацию об изложенном материале. Диссертационная работа Ферапонтовой Людмилы Леонидовны «Получение композиционных сорбционно-активных материалов на основе цеолита и фторпроизводных этилена для систем жизнеобеспечения человека и изучение их физико-химических свойств» является законченной научно – квалификационной работой, в которой предложено оригинальное решение актуальной задачи химической технологии, связанное с созданием новых эффективных адсорбирующих материалов для систем жизнеобеспечения человека и изучение их физико-химических свойств.

Заключение о соответствии диссертации требованиям Положения о порядке присуждения ученых степеней.

Диссертационная работа Ферапонтовой Л. Л. на тему «Получение композиционных сорбционно-активных материалов на основе цеолита и фторпроизводных этилена для систем жизнеобеспечения человека и изучение их физико-химических свойств», соответствует критериям, установленным п. 9 «Положения о порядке присуждения ученых степеней», утверждённого постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 г. № 842, предъявляемым к кандидатским диссертациям, а её автор, Ферапонтова Людмила Леонидовна, является квалифицированным специалистом в области разработки и производства адсорбирующих материалов и заслуживает присуждения учёной степени кандидата технических наук по специальности 05.17.01 - «Технология неорганических веществ».

Официальный оппонент,

Заведующий кафедрой Химической технологии материалов и изделий сорбционной техники СПбГТИ(ТУ), доктор технических наук, профессор 190013, Санкт-Петербург, Московский пр., 26, т.сл. +7(812)494-9395, моб. +7(912)903-8465, e-mail: samonin@lti-gti.ru

Самонин Вячеслав Викторович

02.03.2017

Подпись В. В. Самонина заверяю

