

Заключение диссертационного совета 24.2.312.05, созданного на базе федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Казанский национальный исследовательский технологический университет» Министерства науки и высшего образования Российской Федерации по диссертации на соискание ученой степени кандидата наук

аттестационное дело № _____

решение диссертационного совета от 04.10.2024 № 9

О присуждении Латыпову Дамиру Рашидовичу, гражданину Российской Федерации, ученой степени кандидата технических наук.

Диссертация «Обезвоживание водно-спиртовых смесей полимерными первапорационными мембранными с селективным слоем из полиуретанов на основе аминоэфиров ортофосфорной и борной кислот» по специальности 2.6.13. Процессы и аппараты химических технологий принята к защите 28.06.2024 г. (протокол заседания № 8) диссертационным советом 24.2.312.05, созданным на базе федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования (ФГБОУ ВО) «Казанский национальный исследовательский технологический университет», Министерство науки и высшего образования Российской Федерации, 420015, г. Казань, ул. К. Маркса, 68, приказ Минобрнауки России о создании совета № 246/нк от 03.03.2016 г. (приказом Минобрнауки России № 561/нк от 03.03.2016 г. диссертационному совету 24.2.312.05 установлены полномочия по защите диссертаций на соискание ученой степени кандидата наук, на соискание ученой степени доктора наук на срок действия номенклатуры научных специальностей).

Соискатель Латыпов Дамир Рашидович, 01.04.1994 года рождения, в 2016 году окончил федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Казанский национальный исследовательский технологический университет». В 2023 году окончил очную аспирантуру федерального государственного бюджетного образовательного

учреждения высшего образования «Казанский национальный исследовательский технологический университет». Работает ассистентом на кафедре «Инженерная компьютерная графика и автоматизированное проектирование» федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Казанский национальный исследовательский технологический университет».

Диссертация выполнена на кафедре «Процессы и аппараты химической технологии» федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Казанский национальный исследовательский технологический университет», Минобрнауки России.

Научный руководитель – доктор технических наук, профессор, Клинов Александр Вячеславович, заведующий кафедрой «Процессы и аппараты химической технологии» федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Казанский национальный исследовательский технологический университет».

Официальные оппоненты:

Каграманов Георгий Гайкович, доктор технических наук, профессор, заведующий кафедрой «Мембранные технологии» федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева»;

Фазуллин Динар Дильшатович, кандидат технических наук, доцент, заместитель директора по научной деятельности Набережночелнского института (филиала) федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Казанский (Приволжский) федеральный университет».

дали положительные отзывы на диссертацию.

Ведущая организация – федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Тамбовский государственный технический университет», г. Тамбов, в своем положительном

отзывае, подписанном заведующим кафедрой «Технологии и оборудование пищевых и химических производств», д.т.н., профессором Дворецким Дмитрием Станиславовичем, заведующим кафедрой «Механика и инженерная графика», д.т.н., профессором Лазаревым Сергеем Ивановичем, указала, что диссертационная работа является законченным научно-квалификационным исследованием, в котором получены новые научно обоснованные технические, технологические решения, направленные на совершенствования процессов разделения азеотропных водно-спиртовых смесей с использованием процесса первапорации, имеющие существенное значение для развития химического и нефтехимического комплекса страны. По объему, актуальности, научной новизне и практической значимости диссертационная работа соответствует требованиям п. 9 «Положения о порядке присуждения ученых степеней», утвержденного Постановлением Правительства Российской Федерации от 24.09.2013 г. № 842 (ред. от 25.01.2024), предъявляемым к диссертациям на соискание ученой степени кандидата технических наук. Автор диссертации, Латыпов Дамир Рашитович, достоин присуждения степени кандидата технических наук по научной специальности 2.6.13. Процессы и аппараты химических технологий.

Соискатель имеет 16 опубликованных работ, общим объемом 75 страниц, все по теме диссертации, из них 9 статей в ведущих рецензируемых научных журналах, рекомендованных ВАК при Минобрнауки России. Опубликованные по теме диссертации работы отражают содержание разделов диссертации в части обзора литературных источников, их критического анализа, постановки целей и задач исследований, предложенных методов их решения и полученных результатов, апробированы на международных, научных и научно-технических конференциях. Недостоверные сведения об опубликованных работах отсутствуют. Авторский вклад соискателя составляет 70%.

Наиболее значимые работы соискателя:

1. **Латыпов, Д. Р.** Первапорационное разделение водно-спиртовых смесей на полиуретановых мембранах на основе аминоэфиров борной и

ортофосфорной кислот. Эксперимент и моделирование / Д. Р. Латыпов, А. В. Клинов, А. Р. Фазлыев // Вестник технологического университета. – 2024. – Т. – 27. – № 5. – С. 59-66.

2. **Латыпов, Д. Р.** Коэффициенты диффузии и активность компонентов водноспиртовых смесей в полиуретановых пленках на основе аминоэфиров борной и ортоfosфорной кислот / Д. Р. Латыпов, А. В. Клинов, А. Р. Фазлыев // Вестник технологического университета. – 2024. – Т. – 27. – № 5. – С. 72-76.

3. **Латыпов, Д. Р.** Набухание полиуретанов на основе аминоэфира фосфорной и борной кислот в воде при различных температурах / Д. Р. Латыпов, А. Р. Фазлыев, А. В. Клинов, И. М. Давлетбаева, И. В. Топунов, И. А. Сотников // Вестник технологического университета. – 2023. – Т. 26. – № 11. – С. 144-149.

4. **Латыпов, Д. Р.** Гидродинамика лабораторного мембранныго модуля / Д. Р. Латыпов, К. А. Алексеев, А. Р. Фазлыев, А. В. Клинов // Вестник технологического университета. – 2023. – Т. 26. – № 8. – С. 31-35.

На диссертацию и автореферат поступили отзывы от:
Тугульдуровой В.П., кандидата химических наук, старшего научного сотрудника лаборатории «Органический синтез» ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский Томский государственный университет»; **Флисюка О.М.**, доктора технических наук, профессора, заведующего кафедрой «Процессы и аппараты» ФГБОУ ВО «Санкт-Петербургский государственный технологический институт (технический университет)»; **Таран Ю.А.**, кандидата технических наук, доцента, доцента кафедры «Процессы и аппараты химических технологий имени Н.И. Гельперина» ФГБОУ ВО «МИРЭА – Российский технологический университет»; **Мошева Е.Р.**, доктора технических наук, доцента, заведующего кафедрой «Оборудование и автоматизация химических производств» ФГАОУ ВО «Пермский национальный исследовательский политехнический университет»; **Алентьева А.Ю.**, доктора химических наук, профессора, ведущего научного сотрудника лаборатории

«Мембранное газоразделение» ФГБУН Ордена Трудового Красного Знамени Институт нефтехимического синтеза им. А.В. Топчиева Российской академии наук; .

Все отзывы **положительные**. В отзывах отмечено, что диссертационная работа выполнена на актуальную тему, направлена на совершенствование процессов разделения азеотропных водно-спиртовых смесей на основе использования первапорации как основного процесса, так и в совмещенных схемах с процессами ректификации.

Имеются замечания и вопросы: 1. Рис. 1 автореферата выполнен в масштабе, при котором его чтение весьма затруднительно. 2. Из текста автореферата непонятно, из каких предпосылок для исследований разделительных характеристик полиуретановых первапорационных мембран были выбраны температуры 40 и 60°C. Не было изучено влияние вакуума и расхода сырья. Известно, что увеличение температуры и расхода сырья, а также уменьшение вакуума положительно влияют на процесс разделения методом первапорации. 3. Автор не показал капитальные затраты разделения азеотропных смесей двумя различными способами (экстрактивная ректификация и совмещенная ректификация с первапорацией), отчего невозможно оценить за какой срок может окупиться тот или иной метод разделения. 4. По тексту автореферата присутствуют неточности и описки. Например, на странице 5 в слове "описанных" допущена ошибка (**Тугульдурова В.П.**); 1. Несмотря на экспериментально доказанную высокую эффективность полимерных мембран с селективным слоем из полиуретанов на основе АЭФК и АЭБК в процессах обезвоживания спиртовых смесей, из текста автореферата не ясно из каких предположений изначально был выбран состав селективного слоя. 2. Все эксперименты по первапорации были выполнены при постоянном перепаде давления (указывается, что глубина вакуума со стороны пермеата составляла 20 мм рт.ст., в сырьевой части установки давление было близкое к атмосферному). При этом известно, что глубина вакуума в пермеатной области оказывает существенное влияние на характеристики

мембранных процессов и получаемый результат (Флисюк О.М.); 1. В работе получены и проанализированы данные при разделении водно-спиртовых смесей методом первапорации при постоянном перепаде давления в 20 мм рт.ст. В работе не указано на основании чего был произведен подбор данной глубины вакуума, так как известно, что давление может оказывать существенное воздействие на процесс первапорации. 2. Полимерные мембранны с селективным слоем из полиуретанов на основе аминоэфиров ортофосфорной и борной кислот показали высокую эффективность в процессах обезвоживания водно-спиртовых смесей, однако немаловажным фактором при промышленном применении является долговечность используемых мембран, исходя из представленного текста не ясно, проводились ли ресурсные испытания для исследуемых образцов (Таран Ю.А.); 1. При проведении экспериментальных исследований по первапорации получены данные для температур 40 и 60 ($^{\circ}\text{C}$), при этом автор не поясняет, чем был обусловлен выбор указанного температурного диапазона. 2. В 5 главе автор сравнивает технико-экономические показатели, однако основывается при этом только на энергетических затратах проведения процессов разделения, не учитывая капитальные затраты. Сравнение показателей в подобном формате не в полной мере раскрывает реальную картину затрат при производстве конечного продукта. 3. В автореферате присутствуют орфографические и пунктуационные ошибки (Мошев Е.Р.); 1. На стр. 8 (рис. 4) автореферата приведена «Схема теоретической модели процесса первапорационного разделения», качество представленного рисунка вызывает сложности при его восприятии. 2. При проведении технико-экономического анализа не представлена информация о типах мембран (плоские, рулонные или поливолоконные), что определяет способ создания необходимой мембранный поверхности, а это в свою очередь будет влиять на капитальные затраты (Алентьев А.Ю.).

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается опытом работы в области процессов и аппаратов химической технологии, компетентностью, публикационной активностью, в сферу их

научных интересов входит тематика диссертационного исследования, что подтверждается наличием большого числа работ, посвященных данной тематике, совокупность всех факторов определяет их способность дать профессиональную оценку новизне и научно-практической значимости диссертации.

Ведущая организация широко известна своими достижениями в области химических технологий, промышленной экологии и энергетики. Работы сотрудников ведущей организации опубликованы в рецензируемых научных журналах, рекомендованных ВАК при Минобрнауки России, а также в журналах, индексируемых в Scopus и Web of Science, таких как «Russian Engineering Research», «Chemical and Petroleum Engineering», «Journal of Surface Investigation: X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques».

Диссертационный совет 24.2.312.05 отмечает, что наиболее существенные результаты, полученные лично соискателем, и их научная новизна заключаются в следующем:

- разработан метод разделения водно-спиртовых азеотропных смесей с помощью первапорационных полимерных мембран с селективным слоем из полиуретанов на основе аминоэфиров ортофосфорной и борной кислот;
- предложены варианты математического описания сорбции и массопереноса компонентов водно-спиртовых смесей через полимерные пленки из полиуретанов на основе аминоэфиров ортофосфорной и борной кислот;
- доказана эффективность применения разработанных процессов первапорации для обезвоживания азеотропных водно-спиртовых смесей как в варианте основного процесса, так и в виде совмещенной схемы с процессами ректификации.

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:

- доказана применимость разработанной математической модели процесса первапорационного разделения на полимерных мембранах, обусловленная удовлетворительным согласованием полученных рассчитанных и экспериментальных значений потоков пермеата и коэффициентов разделения.

- применительно к проблематике диссертации *результативно использованы* методы физического эксперимента по изучению разделительных характеристик полиуретанов на основе аминоэфиров ортофосфорной и борной кислот, а также методы математического описания процессов массопереноса и сорбции компонентов водно-спиртовых смесей в полимерных пленках;
- *изложены* закономерности влияния различных модификаций полиуретанов, синтезированных на основе аминоэфиров ортофосфорной и борной кислот, на сепарационные характеристики при разделении водных растворов спиртов;
- *раскрыты* закономерности поведения процесса насыщения изучаемого полимера низкомолекулярным компонентом во времени; подтверждено экспериментально, что кривая насыщения проходит через максимум, связанный с перестройкой молекулярной структуры полимера;
- *изучено* влияние температуры и состава водного раствора спирта на концентрации насыщения и коэффициенты диффузии низкомолекулярных компонентов в полимере;
- *проведена модернизация* граничных условий дифференциального уравнения нестационарной диффузии в плоской пленке для адекватного описания кривой насыщения полимера низкомолекулярными компонентами.

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

- *разработан* и исследован мембранный модуль с лабиринтным расположением каналов для экспериментального изучения сепарационных характеристик плоских полимерных мембран, обеспечивающий снижение эффекта концентрационной поляризации, методика изготовления полимерных селективных слоев из полиуретанов на основе аминоэфиров ортофосфорной и борной кислот;
- *определены* температурные зависимости коэффициентов диффузии воды и спиртов в изучаемых полимерах, параметры в модели Флори-Хаггинса для расчета активностей компонентов разделяемой смеси в полимере;

- создана совмещенная технологическая схема для получения обезвоженных этанола и изопропанола на основе первапорации и ректификации, обеспечивающая снижение энергозатрат в сравнении с процессом экстрактивной ректификации;
- представлены зависимости величины мембранный поверхности от условий проведения процесса первапорации, необходимые для дальнейшего расчета материальных затрат на создание мембранных модулей.

Оценка достоверности результатов исследования выявила:

- для экспериментальных работ достоверность результатов исследований подтверждается их воспроизводимостью в сериях однотипных экспериментов, использованием стандартных методов физико-химических испытаний, корректной статистической обработкой, использованием поверенного аналитического оборудования;
- теория построена на законах сохранения, термодинамики, теории массопереноса, рассчитанные и экспериментальных данные согласуются в широкой области составов и условий проведения процесса первапорации;
- идея базируется на анализе результатов многочисленных исследований и практическом использовании полимерных материалов в качестве селективного слоя для первапорационных мембран;
- использованы данные по разделительным характеристикам полимеров при разделении водно-спиртовых смесей, полученные в физическом эксперименте для полиуретанов на основе аминоэфиров ортофосфорной и борной кислот, и данные других авторов для других типов полимеров;
- установлено что полученные результаты качественно согласуются с известными закономерностями поведения разделительной способности полимеров.

Личный вклад соискателя состоит в непосредственном участии соискателя в разработке и изготовлении мембранныго модуля для плоских полимерных мембран; изготовлении полимерных полиуретановых пленок и полимерных первапорационных мембран с селективным слоем из полиуретанов

на основе АЭФК и АЭБК; проведении экспериментальных исследований; обработке экспериментальных данных; аналитическом измерении составов и свойств разделяемых смесей; участии в создании математической модели; проведении расчетов; сопоставлении расчетных и экспериментальных данных; идентификации параметров математической модели; разработке совмещенной схемы для обезвоживания изопропилового и этилового спиртов и ее сравнительного анализа с экстрактивной ректификацией; подготовке статей для публикации по выполненной работе.

По своему содержанию диссертация соответствует паспорту специальности 2.6.13. Процессы и аппараты химических технологий: п. 2. Теория подобия, моделирование и масштабирование химико-технологических процессов и аппаратов, машин и агрегатов; п. 4. Способы, приемы, методология исследования химических, тепловых, массообменных и совмещенных процессов, совершенствование их аппаратурного оформления.

Рекомендации по использованию результатов диссертационного исследования. Результаты исследований имеют высокую значимость и рекомендуются к использованию на предприятиях для передачи в проектные институты, занимающиеся разработкой и проектированием первапорационных установок: ООО «ПриволжскНИПИнефть», ПИ «Союзхимпромпроект» ФГБОУ ВО «КНИТУ», ООО «Инжиниринговый химико-технологический центр» и др.

В ходе защиты диссертации критических замечаний по научной новизне и значимости работы для науки и практики высказано не было. Соискатель Латыпов Дамир Рашитович аргументировано ответил на замечания и задаваемые ему в ходе заседания вопросы. С рядом высказанных замечаний соискатель согласился.

Диссертационным советом сделан вывод, что рассматриваемая диссертация является законченной научно-квалификационной работой и соответствует п. 9 «Положения о присуждении ученых степеней» в действующей редакции.

На заседании 04.10.2024 г. диссертационный совет 24.2.312.05 принял решение присудить Латыпову Дамиру Рашитовичу ученую степень кандидата технических наук за новые научно-обоснованные технические, технологические решения, направленные на повышение эффективности процессов разделения азеотропных водноспиртовых смесей с использованием процессов первапорации, имеющие существенное значение для развития страны.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 14 человек, из них 13 докторов наук по специальности 2.6.13. Процессы и аппараты химических технологий (технические науки), участвовавших в заседании, из 19 человек, входящих в состав совета, проголосовал: «за» – 14, «против» – нет, недействительных бюллетеней – нет.

Председатель
диссертационного совета

Ученый секретарь
диссертационного совета



04 октября 2024 г.