

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА 24.2.312.09,
СОЗДАННОГО НА БАЗЕ ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО
БЮДЖЕТНОГО ОБРАЗОВАТЕЛЬНОГО УЧРЕЖДЕНИЯ ВЫСШЕГО
ОБРАЗОВАНИЯ «КАЗАНСКИЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ
ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»,
МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ, ПО ДИССЕРТАЦИИ НА СОИСКАНИЕ УЧЕНОЙ СТЕПЕНИ
КАНДИДАТА НАУК

аттестационное дело № _____

решение диссертационного совета от 3 апреля 2024 г. № 7

О присуждении Ибатуллину Азату Нафисовичу, гражданину Российской Федерации, ученой степени кандидата технических наук.

Диссертация «Получение смесей полимеров с применением сверхкритического флюидного антирастворителя» по специальности 2.6.11. Технология и переработка синтетических и природных полимеров и композитов принята к защите 20.12.2023 г. (протокол заседания № 37) диссертационным советом 24.2.312.09, 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, Казань, ул. Карла Маркса, 68, приказ Минобрнауки России о создании совета №1351/нк от 24.10.2022).

Соискатель, Ибатуллин Азат Нафисович, 1 февраля 1996 года рождения, в 2019 году окончил магистратуру ФГБОУ ВО «Казанский национальный исследовательский технологический университет», в 2023 году окончил аспирантуру очной формы обучения при ФГБОУ ВО «Казанский национальный исследовательский технологический университет», работает в АО «Казанский завод синтетического каучука» в должности инженера-технолога.

Диссертация выполнена на кафедре химии и технологии переработки эластомеров ФГБОУ ВО «Казанский национальный исследовательский технологический университет», Министерство науки и высшего образования Российской Федерации.

Научный руководитель – доктор технических наук, доцент, Хузаханов Рафаиль Мухаметсултанович, ФГБОУ ВО «Казанский национальный

исследовательский технологический университет», кафедра химии и технологии переработки эластомеров, профессор.

Официальные оппоненты:

Дебердеев Тимур Рустамович, доктор технических наук, профессор, ООО «Инновационно-технологический центр «АВТОТОР»; главный технолог по локализации;

Шафигуллин Ленар Нургалеевич, кандидат технических наук, Набережночелнинский институт (филиал) Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Казанский (Приволжский) Федеральный университет»; кафедра «Материалы, технологии и качества», доцент;

дали положительные отзывы на диссертацию.

Ведущая организация – Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Волгоградский государственный технический университет», г. Волгоград в своем положительном отзыве, подписанном доктором химических наук, академиком РАН, заведующим кафедрой «Аналитическая, физическая химия и физико-химия полимеров», Иваном Александровичем Новаковым и кандидатом технических наук, доцентом кафедры «Химия и технология переработки эластомеров» Ниной Владимировной Сидоренко указала, что диссертация Ибатуллина А.Н. «Получение смесей полимеров с применением сверхкритического флюидного антирастворителя», представленная на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.11. Технология и переработка синтетических и природных полимеров и композитов, является самостоятельным, законченным научно-квалификационным исследованием, в котором решена важная научно-практическая задача получения смесей термодинамически несовместимых полимеров методом сверхкритического флюидного антирастворителя и раскрытия влияния на свойства полимерных смесей режимных параметров осуществления процесса диспергирования при использовании данного метода. По актуальности, объему материала, научной новизне, практической, теоретической значимости и достоверности полученных результатов диссертационная работа Ибатуллина А.Н. соответствует требованиям ВАК Минобрнауки России п. 9 «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденного постановлением Правительства РФ от 24 сентября 2013 г. №842

(в текущей редакции) и паспорту специальности 2.6.11. Технология и переработка синтетических и природных полимеров и композитов. Автор диссертации заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.11. Технология и переработка синтетических и природных полимеров и композитов.

Соискатель имеет 8 опубликованных работ, все по теме диссертации, общим объемом 2 печ. л. (личный вклад автора 80%), из них 1 статья в рецензируемом научном издании из списка, рекомендованного ВАК РФ для размещения материалов диссертаций, 1 статья в издании, индексируемом в системе Scopus (Q1), 1 патент Российской Федерации, 5 тезисов докладов в сборниках материалов научных конференций.

В работах соискателя рассмотрены зависимости физико-механических свойств, морфологии частиц и теплоты плавления получаемых смесей полимеров от режима осуществления процесса смешения и диспергирования в сверхкритической флюидной среде для таких смесей полимеров, как: СЭВА-11/СЭВА-115, СЭВА - ПЭВД, СЭВА - ПК, СКЭПТ - ПП, СКЭПТ - ПЭ.

Диссертация не содержит недостоверных сведений об опубликованных соискателем ученой степени работах. В диссертационной работе отсутствует заимствованный материал без ссылки на автора или источник заимствования, а также результаты научных работ, выполненных соискателем в соавторстве, без ссылок на соавторов.

Наиболее значимые работы по теме диссертации:

1. Khairutdinov, V.F. Dispersion of the thermodynamically immiscible polypropylene and ethylene-propylene triple synthetic rubber polymer blends using supercritical SEDS process: effect of operating parameters. / V.F. Khairutdinov, I.S. Khabriev, F.M. Gumerov, R.M. Khuzakhanov, R.M. Garipov, T.R. Akhmetzyanov, A.N. Ibatullin, I.M. Abdulagatov. // *Energies journal*. – 2022. – V.17. – №. 15. – P.6432-6450

2. Хузаханов, Р.М. Влияние способа смешения на структуру и свойства смесей на основе полиэтилена и сополимеров этилена. / Р.М. Хузаханов, А.Н. Иба-туллин, И.Ш. Хабриев, В.Ф. Хайрутдинов, Ф.М. Гумеров, А.Р. Хузаханов, Р.М. Гарипов // *Российский химический журнал* – 2021. – Т. 65 – № 1. – С. 47-55. [Khuzakhanov R.M., Influence of the mixing method on the structure and properties of blends based on polyethylene and copolymers of ethylene. / R.M. Khuzakhanov, A.N. Ibatullin, I.S. Khabriev, V.F. Khairutdinov., F.M. Gumerov, A.R.

Khuzakhanov, R.M. Garipov // Russian journal of general chemistry. – 2022. V. 92. – № 3. P. 489-496.]

3. Патент на изобретение RU № 2789615 Российская Федерация, МПК C08L 69/00, C08L 31/04, C08L 23/04, C08J 3/14. Способ изготовления полимерной композиции. / Хузаханов Р.М., Хайрутдинов В.Ф., Хабриев И.Ш., Гумеров Ф.М., Гарипов Р.М., Ибатуллин А.Н. Патентообладатель ФГБОУ ВО «Казанский национальный исследовательский технологический университет». – Оpubл. 06.02.2023. – Бюл. № 4.

На автореферат поступили отзывы от д.х.н. **Федосеевой В.И.**, профессора химического отделения Института естественных наук ФГАОУ ВО «Северо-восточный федеральный университет им. М.К. Аммосова» (г. Якутск); д.т.н. **Астащенко В.И.**, профессора кафедры материалов, технологий и качества Набережночелнинского института (филиал) ФГАОУ ВО «Казанский (Приволжский) Федеральный университет» (г. Набережные Челны); д.т.н. **Федяева В.Л.**, заведующего лабораторией моделирования технологических процессов Института механики и машиностроения – обособленного структурного подразделения ФИЦ «Казанский научный центр РАН» (г. Казань); д.т.н. **Галимова Э.Р.**, заведующего кафедрой материаловедения, сварки и производственной безопасности ФГБОУ ВО «Казанский национальный исследовательский технический университет им. А.Н. Туполева – КАИ» (г. Казань); к.т.н. **Петровой П.Н.**, и.о. зав. лаборатории «Материаловедение» Института проблем нефти и газа Сибирского отделения РАН – обособленного подразделения Федерального бюджетного учреждения науки Федерального исследовательского центра «Якутский научный центр Сибирского отделения РАН» (г. Якутск).

Все отзывы положительные. В отзывах отмечено, что результаты работы Ибатуллина А.Н. представляют интерес для практического применения метода сверхкритического флюидного антирастворителя с целью получения смесей термодинамически несовместимых полимеров с повышенными физико-механическими и термодинамическими характеристиками и переработки отходов полимеров. В работе значительное внимание уделяется увеличению структурной упорядоченности и кристалличности полимерных смесей, полученных методом сверхкритического флюидного антирастворителя. Отмечается большое количество исследованных полимерных смесей в работе.

В качестве основных замечаний по содержанию автореферата отмечено:

1) Хотелось бы иметь объяснение в чем причина проявления особых свойств сверхкритического флюида (CO₂) с точки зрения химической физики. Не ясно чем обусловлено различие в поведении смесей (рис. 5) с точки зрения химической природы компонентов? (Федосеева В.И.)

2) Хотелось бы увидеть более убедительные доказательства увеличения степени кристалличности композиций не только для смесей СЭВА-11/СЭВА-115, ПЭВД-153/СЭВА-118. (Астащенко В.И)

3) В автореферате было бы целесообразно привести обоснование интервалов изменения содержания использованных компонентов в исследованных полимерных композициях. На стр. 14 в таблице №5 автореферата приводятся сравнительные данные физико-механических свойств композиций на основе смесей вторичных полиэтилена высокого давления и поликарбоната в соотношении 50%, полученных в СКФ и смешением в расплаве при различных режимных параметрах. Однако было бы интересно как с научной, так и практической точек зрения исследовать физико-механические свойства смесей при различных соотношениях вторичных полимеров и определить оптимальные составы композиций. (Галимов Э.Р.)

4) Автором не приведено объяснение, в связи с чем у образцов термоэластопластов, полученных смешением по методу SEDS, относительное удлинение ниже, чем у аналогичных смесей, полученных смешением в расплаве. На рисунках, полученных с помощью СЭМ (рис. 7, 13), автору следовало бы указать размеры частиц. (Федяев В.Л.)

5) Так как используемый в работе ПВХ является пластиком, то необходимо было указать содержание пластификатора в ПВХ и его влияние на смеси, полученные как смешением в расплаве, так и методом SEDS. (Петрова П.Н.)

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается их высокой профессиональной квалификацией, компетенцией в вопросах, имеющие отношение к теме работы, а также способностью профессиональной оценки научно-практической значимости диссертационного исследования.

Ведущая организация известна своими достижениями в области химии полимеров, разработки полимерных композитов, исследования структуры и свойств полимерных материалов, физико-химических методов анализа. Исследования в данной области отражены в публикациях ученых ведущей организации (Лукастик В.А., Гайдадин А.Н., Новаков И.А., Ваниев М.А.,

Сидоренко Н.В., Фам К.Д., Зотов Ю.Л., Кейбал Н.А., Каблов В.Ф., Дахно А.В. и др.) в российских и международных изданиях (Polymer Science, Rubber Chemistry and Technology, Известия Волгоградского государственного технического университета, Клеи. Герметики. Технологии). Ведущая организация и оппоненты не имеют совместных проектов и публикаций с соискателем.

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

- *установлено*, что полученные методом сверхкритического флюидного антирастворителя полимерные смеси термодинамически несовместимых полимеров СЭВА - СЭВА, СЭВА - ПЭВД, СЭВА - ПК, ПЭ - ПК, СКЭПТ - ПП, СКЭПТ - ПЭ, ПЭ – ПВХ, за счет увеличения энтропии системы имеют более высокую теплоту плавления и соответственно более высокую степень кристалличности по сравнению со смесями, полученными смешением в расплаве;

- *выявлено*, что физико-механические свойства (условная прочность при разрыве, относительное удлинение при разрыве) смесей СЭВА - СЭВА, СЭВА - ПЭВД, СЭВА - ПК, ПЭ – ПК, полученные методом сверхкритического флюидного антирастворителя, превышают показатели смесей, полученных традиционным методом, что объяснено образованием более однородной кристаллической структуры;

- *показано* влияние режима осуществления процесса диспергирования в сверхкритической флюидной среде (а именно давления и температуры в ячейке осаждения) на размеры полученных частиц, физико-механические (условная прочность при разрыве, относительное удлинение при разрыве) и термодинамические (температура плавления, теплота плавления) свойства получаемых смесей полимеров. Установлено, что наилучшим режимным параметром осуществления процесса диспергирования полимерных смесей является режим, при котором сверхкритический CO₂ обладает наименьшей плотностью и вязкостью. Низкие значения плотности и вязкости антирастворителя это высокие массообменные характеристики процесса, это более значимые возможности для агломерации после зародышеобразования и большие размеры частиц.

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:

- *установлено*, что диспергирование смесей полимеров методом SEDS приводит к увеличению теплоты плавления и кристалличности смесей;

- *выявлено*, с помощью СЭМ, что с увеличением давления в ячейке осаждения при диспергировании смесей полимеров методом SEDS, средние размеры полученных частиц возрастают;

- *рассчитана* энтропия плавления для используемых в данной работе исходных полимеров, показавшая, что для всех полимеров, диспергированных методом SEDS, расчетные значения энтропии плавления выше значений энтропии для аналогичных исходных полимеров.

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

Разработана технология получения смесей термодинамически несовместимых полимеров с улучшенными механическими характеристиками.

Оценка достоверности результатов исследования выявила, что работа выполнена на высоком теоретическом и экспериментальном уровне, результаты основаны на экспериментальных данных, полученных с использованием современного оборудования согласно стандартным методам исследования.

Теория базируется на установленных закономерностях по тематике исследования, согласуется со опубликованными экспериментальными данными по направлению диссертационной работы.

Идея базируется на анализе литературных данных и выявлении проблем в области смешения термодинамически несовместимых полимеров. Достоверность результатов и выводов подтверждается их хорошей воспроизводимостью.

Использованы современные методы анализа, такие как сканирующая электронная микроскопия, дифференциально сканирующая калориметрия, рентгеноструктурный анализ. Физико-механические характеристики (условная прочность при разрыве, относительное удлинение при разрыве), показатель текучести расплава полученных полимерных смесей измерялись в соответствии с ГОСТ.

Выводы обоснованы и достоверны; полученные результаты являются воспроизводимыми, согласуются между собой и не противоречат литературным данным.

Личный вклад соискателя состоит в постановке цели и задач

исследования, анализе литературных данных по теме диссертации, проведении экспериментов, обработке и интерпретации полученных результатов, формулировке научных выводов, подготовке результатов исследований к публикациям и обсуждению результатов исследований на международных и всероссийских конференциях и форумах. Все выводы основаны на данных, полученных соискателем лично или при его ключевом участии.

В ходе защиты диссертации существенных критических замечаний высказано не было. Соискатель аргументированно ответил на прозвучавшие в ходе заседания замечания и вопросы, привел собственную аргументацию. С рядом высказанных замечаний соискатель согласился.

Результаты диссертационной работы могут быть использованы как научными центрами, так и предприятиями полимерной промышленности. Особый интерес они представляют для таких фирм, как НПП «Полипластик», ООО «ПКФ «ЭКО-ПРОЦЕССИНГ», предприятий, производящих полимерные компаунды, а также для высших учебных заведений, в которых реализуется подготовка по технологии и переработке полимеров и композитов.

По своему содержанию диссертация отвечает паспорту специальности 2.6.11. Технология и переработка синтетических и природных полимеров и композитов пп. 2, 5.

Диссертационным советом сделан вывод, что диссертация Ибатуллина А.Н. соответствует п. 9 «Положения о присуждении ученых степеней» ВАК Минобрнауки России (постановление Правительства РФ № 842 от 24 сентября 2013 г. в действующей редакции), является научно-квалификационной работой, в которой решена важная научно-практическая задача – получение смесей термодинамически несовместимых полимеров методом сверхкритического флюидного антирастворителя, обладающих более высокой теплотой плавления и соответственно более высокой степенью кристалличности по сравнению со смесями полученным смешением в расплаве. Доказано влияние режима осуществления процесса диспергирования в сверхкритической флюидной среде на физико-механические и термодинамические свойства получаемых смесей полимеров. Установлено, что наилучшим режимным параметром осуществления процесса диспергирования полимерных смесей является режим, при котором сверхкритический диоксид углерода обладает наименьшей плотностью и вязкостью, что приводит к улучшению массообменных процессов и условий кристаллизации.

На заседании 3.04.2024 г. диссертационный совет принял решение присудить Ибатуллину Азату Нафисовичу ученую степень кандидата технических наук по специальности 2.6.11. Технология и переработка синтетических и природных полимеров и композитов за решение задачи по получению смесей термодинамически несовместимых полимеров различной природы в среде сверхкритического диоксида углерода.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 20 человек, из них 6 докторов наук по специальности, рассматриваемой диссертации, участвовавших в заседании, из 26 человек, входящих в состав совета, проголосовал: «за» – 20, «против» – нет, недействительных бюллетеней – нет.

Председатель диссертационного
совета 24.2.312.09

Вольфсон Светослав Исаакович

Ученый секретарь диссертационного
совета 24.2.312.09

Черезова Елена Николаевна



3 апреля 2024 г.