

«Утверждаю»

Заместитель директора  
ИОНХ РАН,  
чл.-корр. РАН, д.х.н.

К. Ю. Жижин

«28» декабря 2021 г.



## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова Российской академии наук (ИОНХ РАН)

Диссертация «Хеморектификационные процессы получения и очистки фторорганических эфиров, спиртов и кислот в аппаратах периодического действия» выполнена в Лаборатории теоретических основ химической технологии Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова Российской академии наук.

В период подготовки диссертации в 2013-2021 гг. соискатель, Лупачев Егор Владимирович обучался в аспирантуре (2013-2017 гг.) и работал в Федеральном государственном бюджетном учреждении науки Института общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова Российской академии наук в должности старшего лаборанта с высшим профессиональным образованием с 2014 года, и в должности младшего научного сотрудника с 2017 года.

Научные руководители – Заслуженный деятель науки и техники РФ, главный научный сотрудник лаборатории теоретических основ химической технологии ИОНХ РАН, профессор, доктор технических наук Кулов Николай Николаевич и заместитель директора по научной работе ИОНХ РАН, заведующий лабораторией теоретических основ химической технологии, доктор технических наук Вошкин Андрей Алексеевич. Наличие двух руководителей обусловлено междисциплинарностью исследования включающего как изучение физико-химических свойств систем фторорганических эфиров спиртов и кислот, так и разработку технологий получения и очистки этих соединений.

По итогам обсуждения принято следующее заключение.

### **Оценка выполненной соискателем работы.**

В рамках диссертационной работы Лупачева Егора Владимировича исследована химическая кинетика реакций переэтерификации эфиров бромдифторуксусной кислоты

трифторуксусной кислотой в присутствии гомогенного катализатора, серной кислоты, и твердофазного катализатора Amberlyst 35. Изучено парожидкостное равновесие в четырехкомпонентных реакционных системах, образующихся в процессе переэтерификации эфиров бромдифторуксусной кислоты и парожидкостное равновесие в трехкомпонентных системах 2,2,2-трифторэтанол – нефторированный спирт - вода. Исследовано влияние ряда разделяющих агентов на фазовое на парожидкостное равновесие системы 2,2,2-трифторэтанол - изопропанол. С помощью полученных физико-химических данных определены физико-химические ограничения на процессы получения бромдифторуксусной кислоты методом реакционной дистилляции и очистки 2,2,2-трифторэтанола методом экстрактивной дистилляции. Рассматриваемые процессы были реализованы на лабораторных установках периодического действия. Показаны преимущества предложенных технологий по сравнению с традиционными.

**Личное участие соискателя в получении результатов, изложенных в диссертации.**

Автор принимал участие в постановке задач, планировании и проведении экспериментов, монтаже ректификационных установок, математической обработке полученных результатов, подготовке материалов работы к публикации.

**Степень достоверности и апробация результатов исследования.**

Достоверность исследования обеспечена использованием стандартных методов химического анализа, воспроизводимостью результатов экспериментов, согласованностью полученных данных с литературными, термодинамической согласованностью данных по парожидкостному равновесию, соблюдением материального баланса в каждом эксперименте. Основные результаты работы опубликованы в ведущих рецензируемых научно-технических журналах и материалах конференций в области химической технологии.

**Научная новизна и практическая значимость исследования.**

Впервые изучены кинетические закономерности реакций переэтерификации эфиров бромдифторуксусной кислоты трифторуксусной кислотой. Получены новые данные о парожидкостном равновесии ряда систем содержащих фторорганические эфиры, спирты и кислоты. Экспериментально показана возможность получения бромдифторуксусной кислоты из ее метилового и этилового эфиров в условиях совмещенного процесса хеморектификации на колонне периодического действия, и разделения азеотропной смеси 2,2,2-трифторэтанол – изопропанол методом экстрактивной дистилляции.

Разработана технологическая схема получения бромдифторуксунной кислоты из ее эфиров, основанная на процессе реакционной дистилляции. Использование этой схемы позволило достичь выхода бромдифторуксунной кислоты 87,6% по кубовому продукту с чистотой не менее 97,0 мол. %, что в 1,6 раза превышает выход по традиционной технологии. Было сокращено количество стадий процесса с 5 до 1 и число аппаратов технологической схемы с 4 до 1. Уменьшено количество вспомогательных реагентов и получен дополнительный товарный продукт в виде эфиров трифторуксунной кислоты заданной чистоты (99,0 мол. % и более).

Предложена технологическая схема разделения азеотропной смеси 2,2,2-трифторэтанол – изопропанол с использованием N-метилпирролидона в качестве разделяющего агента. Метод заключается в использовании экстрактивной дистилляции для преодоления ограничений на разделение, накладываемых азеотропом 2,2,2-трифторэтанола и изопропанола. Такая схема позволяет получить изопропанол и 2,2,2-трифторэтанол чистотой 0,999 мол. д.

**Ценность научных работ соискателя** состоит в экспериментальных исследованиях процессов получения бромдифторуксунной кислоты методом реакционной дистилляции, очистки 2,2,2-трифторэтанола методом экстрактивной дистилляции и предложенных на их основе технологических схем позволяющих интенсифицировать технологии фторорганических эфиров, спиртов и кислот увеличив выход целевых продуктов и значительно сократив число аппаратов и технологических процедур.

**Специальность которой соответствует диссертация.**

Диссертационная работа Лупачева Егора Владимировича соответствует специальности 2.6.13. Процессы и аппараты химических технологий в части: фундаментальные исследования явлений переноса энергии, массы и импульса в химико-технологических процессах и аппаратах; способы, приемы, методологию исследования химических, массообменных и совмещенных процессов; методы и способы интенсификации химико-технологических процессов; методы изучения, совершенствования и создания ресурсо- и энергосберегающих процессов и аппаратов в химической и смежных отраслях промышленности, обеспечивающие минимизацию отходов; принципы и методы синтеза и совершенствования ресурсосберегающих химико-технологических систем и производств.

**Полнота изложения материалов диссертации в работах, опубликованных соискателем.**

Основные материалы диссертационной работы опубликованы в 5 статьях в рецензируемых российских и зарубежных научных изданиях, индексированных в

международных базах данных и рекомендованных ВАК Минобрнауки России, и в 12 тезисах докладов отечественных и международных научных конференций.

**Публикации в ведущих периодических изданиях, рекомендованных ВАК при Минобрнауке РФ:**

1. *Квашнин С.Я., Лупачев Е.В., Лотхов В.А., Курицын Н.Н., Кулов Н.Н.* Химическое равновесие и кинетика реакций переэтерификации фторорганических эфиров и кислот // Теорет. основы. хим. технологии. 2017. Т. 51. № 6. С. 669.

2. *Лупачев Е.В., Захлевный А.В., Квашнин С.Я., Лотхов В.А., Кулов Н.Н.* Парожидкостное равновесие бинарных составляющих четырехкомпонентной системы  $\text{BrCF}_2\text{COOCH}_3\text{--CF}_3\text{COOH--BrCF}_2\text{COOH--CF}_3\text{COOCH}_3$  // Теорет. основы хим. технологии. 2018. Т. 52. № 3. С. 239.

3. *Лупачев Е.В., Полковниченко А.В., Квашнин С.Я., Лотхов В.А., Кулов Н.Н.* Технология периодической реакционной дистилляции на примере получения бромдифторуксусной кислоты // Теорет. основы хим. технологии. 2019. Т. 53. № 1. С. 3.

4. *Лупачев Е.В., Полковниченко А.В., Квашнин С.Я., Лотхов В.А., Кулов Н.Н.* Изучение фазового равновесия в трехкомпонентных системах, образованных 2,2,2-трифторэтанолом, водой и органическими спиртами // Теорет. основы хим. технологии. 2019. Т. 53. № 3. С. 243.

5. *Polkovnichenko A.V., Lupachev E.V., Voshkin A.A., Kulov N.N.* Effect of Sulfolane, Dimethyl Sulfoxide, and N-Methyl-2-pyrrolidone on Relative Volatility of a 2,2,2-Trifluoroethanol–Isopropanol Azeotropic System // J. Chem. Eng. Data, 2021, 66, 1238-1248.

**Публикации по результатам российских и международных конференций:**

1. *Лупачев Е.В., Квашнин С.Я., Кулов Н.Н.* Химическое равновесие и кинетика реакций переэтерификации фторорганических эфиров и кислот // VI Международная конференции Российского Химического Общества имени Д.И. Менделеева «Химическая технология и биотехнология новых материалов и продуктов» Тезисы докладов. – М: РХТУ им. Д. И. Менделеева 2014 – 220 с., с. 43-44.

2. *Лупачев Е.В., Квашнин С.Я., Кулов Н.Н.* Химическое равновесие и кинетика получения фторорганических эфиров и кислот методом каталитической дистилляции // V Конференция молодых ученых по общей и неорганической химии. Тезисы докладов. Москва. 2015, с.134-135.

3. *Лупачев Е.В., Короленко П.П., Квашнин С.Я., Кулов Н.Н.* Получение физико-химических данных для разработки энергоэффективного процесса производства перфторорганических кислот // VI Конференция молодых ученых по общей и неорганической химии. Тезисы докладов. Москва. 2016, с.145-146.

4. *Короленко П.П., Луначёв Е.В., Квашин С.Я., Кулов Н.Н.* Исследование химического равновесия и кинетики получения бромдифторуксусной кислоты методом каталитической дистилляции // XXXIV Всероссийский симпозиум молодых ученых по химической кинетике Московская область. 2016, с. 77.

5. *Кожневникова Н.Е., Луначев Е.В.* Исследование технологии получения бромдифторуксусной кислоты из ее эфиров с применением каталитической дистилляции // VII Конференция молодых ученых по общей и неорганической химии. Тезисы докладов. Москва. 2017, с. 98-99.

6. *Короленко П.П., Луначев Е.В.* Исследование химического равновесия и скоростей химических реакций для новой технологии бромдифторуксусной кислоты на основе каталитической дистилляции // VII Конференция молодых ученых по общей и неорганической химии. Тезисы докладов. Москва. 2017, с. 108-109.

7. *Луначев Е.В., Захлевный А.В., Квашин С.Я., Кулов Н.Н.* Изучение равновесия жидкость-пар в четырехкомпонентной системе  $\text{BrCF}_2\text{COOCH}_3 - \text{CF}_3\text{COOH} - \text{BrCF}_2\text{COOH} - \text{CF}_3\text{COOCH}_3$  // VII Конференция молодых ученых по общей и неорганической химии. Тезисы докладов. Москва. 2017, с. 132-133.

8. *Луначев Е.В., Захлевный А.В., Квашин С.Я., Кулов Н.Н.* Парожидкостное равновесие бинарных составляющих системы  $\text{BrCF}_2\text{COOCH}_3 - \text{CF}_3\text{COOH} - \text{BrCF}_2\text{COOH} - \text{CF}_3\text{COOCH}_3$  // Ресурсо- и энергосберегающие технологии в химической и нефтехимической промышленности. VIII Международная конференция Российского химического общества имени Д. И. Менделеева: тезисы докладов. – М. : РХО имени Д. И. Менделеева : РХТУ им. Д. И. Менделеева, 2017 – 176 с., с. 21-23.

9. *Луначев Е.В., Захлевный А.В., Квашин С.Я., Кулов Н.Н.* Фазовое и химическое равновесие в многокомпонентных смесях с химической реакцией в технологии получения  $\text{BrCF}_2\text{COOH}$  на колонне периодического действия. // Тезисы докладов VIII Конференции молодых ученых по общей и неорганической химии. Тезисы докладов. Москва. 2018, с. 55-56.

10. *Луначев Е.В., Полковниченко А.В., Квашин С.Я., Кулов Н.Н.* Исследование очистки фторорганических спиртов. // Химическая технология и биотехнология новых материалов и продуктов. IX Международная конференция Российского химического общества имени Д. И. Менделеева : тезисы докладов. – М.: РХО им. Д. И. Менделеева : РХТУ им. Д. И. Менделеева, 2018 – 176 с., с. 34-36.

11. *Луначев Е.В., Полковниченко А.В.* Влияние экстрактивных агентов на разделение смеси 2,2,2-трифторэтанол-изопропанол // Концепции современного образования: вопросы теории и практики. Сборник трудов Казань. 2020, с. 214-217.

12. *Лупачев Е.В., Вошкин А.А., Кулов Н.Н.* Применение совмещенных процессов при получении и очистке фторорганических эфиров, спиртов и кислот на аппаратах периодического действия // Тезисы докладов XI Конференции молодых ученых по общей и неорганической химии. Тезисы докладов. Москва. 2021, с. 296.

Таким образом, диссертация Лупачева Егора Владимировича является научно-квалификационной работой, в которой решена важная задача химической технологии – разработаны научные основы технологий получения и очистки фторорганических эфиров, спиртов и кислот на основе процессов реакционной и экстрактивной дистилляции.

Диссертационная работа Лупачева Е.В. полностью соответствует требованиям пп. 9-14 «Положения о порядке присуждения ученых степеней», утвержденного Постановлением Правительства Российской Федерации от 24.09.2013 г. №842 (ред. от 11.09.2021 г.) и пп. 2.1-2.5 «Положения о присуждении ученых степеней в Федеральном государственном учреждении науки Института общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова Российской академии наук», предъявляемым к диссертациям на соискание ученой степени кандидата наук.

Диссертационная работа «Хеморектификационные процессы получения и очистки фторорганических эфиров, спиртов и кислот в аппаратах периодического действия» Лупачева Егора Владимировича рекомендуется к защите на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности 2.6.13. Процессы и аппараты химических технологий.

Заключение принято на заседании расширенного коллоквиума Лаборатории теоретических основ химической технологии от 28 декабря 2021 г. Присутствовало на заседании 17 человек, из них доктора наук – 4, кандидата наук – 4.

Результаты голосования: «за» - 17 чел., «против» - 0 чел., «воздержалось» - 0 чел.

Протокол № 13 от 28 декабря 2021 г.

Председатель коллоквиума,  
заведующий лабораторией теоретических основ  
химической технологии ИОНХ РАН,  
доктор технических наук

А.А. Вошкин

Секретарь коллоквиума,  
младший научный сотрудник  
лаборатории теоретических основ  
химической технологии ИОНХ РАН

А.В. Полковниченко