

ОТЗЫВ

официального оппонента на диссертацию Глотовой Валентины Николаевны «Усовершенствование технологии синтеза и очистки лактида», представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.17.04 – «Технология органических веществ».

Лактид является крупнотоннажным сырьем для производства полимеров и сополимеров как для изготовления изделий медицинского назначения, так и экологически чистых упаковочных материалов. **Актуальность** диссертационной работы Глотовой В.Н. заключается в целенаправленном усовершенствовании технологии синтеза и очистки лактида для производства биоразлагаемых и биорезорбируемых полимеров. Одной из важных задач современной технологии органических веществ вообще является, в первую очередь, создание технологий их синтеза и очистки. Поэтому выбор темы и постановка цели диссертационной работы вызваны очевидной необходимостью таких исследований, а участие докторанта в трех Госконтрактах по Федеральным целевым программам является подтверждением важности выбранного направления.

Структура работы и основные результаты

Диссертация Глотовой В.Н. состоит из введения, литературного обзора, экспериментальной части, обсуждения собственных результатов, выводов, приложения и списка литературы, включающего 261 источник. Обширный обзор литературы включает анализ современной научной и патентной литературы по синтезу и технологии получения и очистки лактида, получению из него продукции, содержит характеристики используемого сырья.

Как известно, традиционный способ получения лактида включает стадии концентрирования растворов молочной кислоты (МК) с последующим синтезом олигомеров МК и превращением их в циклические диэфиры МК –

лактид. Реакционная смесь, состоящая главным образом из олигомеров МК и лактида, является достаточно вязкой, что затрудняет масс- и теплообмен в аппарате и приводит к снижению эффективности всех процессов. Поэтому в большинстве случаев приходится повышать температуру, что приводит к осмолению и снижению выхода лактида. Материал, изложенный в литературном обзоре, позволил диссертанту сформулировать цель и четко поставить задачи диссертационной работы.

Вторая глава посвящена собственным результатам исследования технологии синтеза, очистки лактида и утилизации образующихся при этом отходов. Для увеличения масс- и теплообмена в процессах синтеза лактида Глотова В.Н. предложила азеотропную отгонку воды из растворов МК и тщательно исследовала этот процесс с использованием азеотропообразователей, относящихся к различным классам органических соединений, что позволило, в свою очередь, сократить длительность процесса деполимеризации олигомеров, протекающего синхронно с циклизацией с образованием лактида, который, в свою очередь, является хиральным мономером, используемым при синтезе полилактида. Полилактид и его сополимеры используются при производстве хирургических нитей, композитов и упаковочных материалов.

Лактид-рацемат получается после азеотропной отгонки воды с ароматическими углеводородами и их хлор- и бром производными. Использование же парафиновых углеводородов для этой цели приводит к получению *L*-лактида с достаточно высокими выходами. Диссертант исследовала состав МК различных производителей и показала его влияние на выход целевого лактида-сырца. Полученный лактид-сырец содержит в качестве примесей МК, воду, олигомеры, лактид-рацемат и другие соединения, которые препятствуют получению полимеров с большой молекулярной массой, из которых получают изделия с нужными физико-механическими свойствами.

Для эффективной очистки необходимо знать растворимость участников всех стадий технологического процесса. Автор работы определила растворимость лактида, олигомеров МК, провела сравнительные исследования способов очистки лактида-сырца. Для эффективного удаления лактида-рацемата и МК из лактида-сырца, предложена комплексная очистка, включающая дистилляцию, обработку водой с последующей перекристаллизацией лактида из различных растворителей. Диссертант решила поставленную в работе технологическую задачу. В частности, она показала, что для синтеза полилактида с заданными физико-механическими свойствами необходимо проводить вполне определенную очистку для получения лактида как мономера для синтеза полилактида.

Основанная на азеотропной отгонке воды технология получения олигомеров МК для последующего синтеза лактида очевидно является основной **научной новизной** рецензируемой работы. Важными являются результаты, которые получены при использовании азеотропной отгонки воды как с ароматическими углеводородами, их хлорпроизводными и смесями, так и с парафиновыми углеводородами. Получен ряд новых данных по растворимости лактида и олигомеров МК в нескольких органических растворителях. Разработана технология очистки лактида-сырца, включающая дистилляцию, обработку водой и перекристаллизацию, а также предложена технология выделения лактида из отходов производства.

Практическая значимость диссертационной работы Глотовой В.Н. заключается в разработке подхода к повышению масс- и теплообмена реакционной среды при получении олигомеров МК, в сокращении общей продолжительности процессов. Найдено, что для получения *L*-лактида, эффективными растворителями для азеотропной отгонки воды являются парафиновые углеводороды. Использование ароматических углеводородов, их хлор-, бром производных и их смесей приводит к образованию главным образом лактида-рацемата. Показана возможность использования разработанных методов, в том числе для синтеза гликолида – второго

важного циклического диэфира для получения изделий медицинского назначения.

Для технологических расчетов практическую ценность имеют полученные параметры синтеза и очистки лактида, данные по растворимости лактида и олигомеров МК. Разработка комплекса способов (дистилляция, обработка водой и перекристаллизация) для очистки лактида приводит к нужным показателям продукта (лактида), а дополнительное выделение лактида из остатков позволяет значительно повысить эффективность.

Достоверность полученных результатов

В экспериментальной части описаны законченные исследования, результаты анализов, позволяющие считать выводы достоверными. Диссертант использовала современные физико-химические методы анализа (ИК-спектроскопию, ГХ-МС, ВЭЖХ, ДТА и др.) с соответствующим программным обеспечением. Полученный экспериментальный материал обсуждается автором в логической последовательности.

Работа хорошо оформлена, однако имеются следующие замечания:

1. Следовало обосновать использование двух разных по природе азеотропообразователей с физико-химической точки зрения.
2. Исследование стабильности лактида при хранении проведено в условиях вариации контакта с атмосферой и не исследовано влияние температуры, которая сильно влияет на термодинамическое состояние циклических диэфиров.
3. Из работы не ясно как влияет молекулярная масса олигомеров МК на выхода лактида-сырца и, возможно, его чистоту.

Указанные замечания не носят принципиального характера в отношении цели и задач работы, а также выводов, не снижают качества представленной работы как квалификационной.

Заключение

Диссертационная работа Глотовой Валентины Николаевны «Усовершенствование технологии синтеза и очистки лактида» является актуальным научным исследованием, которая выполнена в рамках приоритетных направлений фундаментальных исследований на современном экспериментальном уровне. По своей актуальности, научной новизне, объему выполненных исследований, обоснованности научных положений и выводов, достоверности и практической значимости полученных результатов, диссертационная работа удовлетворяет требованиям п. 9 Положения о присуждении ученых степеней, утвержденного постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 г. № 842, предъявляемым к кандидатским диссертациям, а ее автор, Глотова Валентина Николаевна, заслуживает присвоения ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.17.04 – технология органических веществ. Автореферат и опубликованные работы в полной мере отражают представленные в диссертации результаты.

Официальный оппонент
профессор кафедры высокомолекулярных соединений
и нефтехимии ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский
Томский государственный университет»

д.х.н., профессор

 Филимошкин Анатолий Георгиевич

634050, Томск пр. Ленина, 36, e-mail: filag05@rambler.ru. Тел 8 (3822)491721

Дата 01.09.16

