

ОТЗЫВ

официального оппонента

на диссертационную работу Федотовой Ольги Вячеславовны
«Процессы переработки целлюлозы в суб- и сверхкритических флюидах,
криотропное гелеобразование и сушка», представленную к защите на
соискание ученой степени кандидата технических наук по научной
специальности 2.6.13. Процессы и аппараты химических технологий

Актуальность темы исследования. Диссертационная работа Федотовой О.В. посвящена решению прикладной научно-исследовательской задаче – разработке процессов переработки целлюлозы и получения функциональных материалов на ее основе с использованием суб- и сверхкритических технологий. Разработка экологичных и ресурсосберегающих технологий переработки возобновляемого сырья является одним из стратегических направлений развития химической промышленности. В данном контексте диссертационная работа Федотовой О.В. представляется актуальной и соответствующей приоритетам научно-технологического развития Российской Федерации.

В рамках работы был исследован и разработан гидротермальный процесс переработки целлюлозы в субкритической воде для получения нанокристаллической целлюлозы. Данный материал представляет значительный интерес как альтернатива синтетическим полимерам, например, в качестве армирующего наполнителя. Разработанный в рамках диссертационной работы метод является экологичной и экономичной альтернативой традиционному кислотному гидролизу.

Значительный вклад составляет разработка процессов получения аэрогелей на основе целлюлозы. Ключевые характеристики аэрогелей определяются на этапе гелеобразования, поэтому исследование данного процесса было проведено наиболее глубоко. Автором был предложен подход к переработке бумажных отходов и созданию на их основе высокоэффективных сорбентов для очистки воды от нефтяных загрязнений. Разработанные процессы демонстрируют значительный синергетический

эффект, объединяя решение экологических проблем (утилизация отходов, ликвидация загрязнений) с созданием научноемкой продукции с высокой добавленной стоимостью.

Следует отметить, что работа была выполнена в рамках реализации Государственного задания по теме «Иерархические пористые материалы для персонифицированных имплантатов и изделий медицинского назначения», что является дополнительным подтверждением востребованности представленной темы.

Основное содержание работы. Диссертационная работа состоит из введения, четырех глав, заключения, списка литературы из 137 наименований. Общий объем составляет 132 страницы, включая 13 таблиц и 54 рисунка. Все главы сопровождаются промежуточными выводами.

Во введении приведены общая характеристика работы и основные положения, выносимые на защиту.

В первой главе выполнен анализ объекта исследования и разработки – технологических процессов и способов получения наноструктурированных функциональных материалов на основе целлюлозы: аэрогелей и нанокристаллической целлюлозы. Представлены обзоры: 1) способов растворения целлюлозы; 2) методов гелеобразования целлюлозных растворов; 3) особенностей процессов получения аэрогелей на основе целлюлозы; 4) гидротермального синтеза и свойств воды в суб- и сверхкритическом состоянии; 5) установок для проведения гидротермального синтеза; 6) переработки целлюлозы в суб- и сверхкритической воде; 7) применения функциональных материалов на основе целлюлозы. На основе литературного обзора определены цели и задачи исследования.

Вторая глава посвящена разработке гидротермального процесса переработки целлюлозы для получения нанокристаллической целлюлозы. Приведено описание лабораторной установки с аппаратом высокого давления объемом 300 мл. Подробно описана методика проведения процесса, которая включает в себя следующие этапы: гидролиз в субкритической воде; очистка

от побочных продуктов реакции и непрореагировавшего исходного материала, сушка. Представлены результаты экспериментальных исследований, в рамках которых исследовалось влияние параметров ведения процесса (температуры, давления, времени) на выход и структурные свойства получаемого материала. Методом регрессионного анализа выявлено уравнение зависимости выхода нанокристаллической целлюлозы от варьируемых параметров процесса. Представлены выводы о влиянии параметров ведения процесса на кристалличность и размер частиц получаемого продукта.

В третьей главе представлена разработка процессов получения аэрогелей на основе целлюлозы. В рамках данной главы исследуются различные способы гелеобразования (химическая сшивка, криотропное гелеобразование и гелеобразование под давлением) и их влияние на структурные характеристики аэрогелей. Описаны предлагаемые механизмы формирования структуры аэрогелей на основе целлюлозы в зависимости от подхода к проведению процесса гелеобразования.

Представлены результаты комплексных аналитических исследований, включающих ИК-спектроскопию, сканирующую электронную микроскопию, азотную порометрию. По полученным данным сделаны выводы о влиянии содержания целлюлозы в исходном растворе и способа гелеобразования на структурные характеристики аэрогелей. Выявлено, что образцы, полученные с использованием процесса криотропного гелеобразования, характеризуются наибольшими значениями удельной площади поверхности (до 406 м²/г) и пористости (до 97,5 %). Полученные аэрогели на основе целлюлозы могут быть использованы в качестве матриксов для культивирования клеток и систем доставки активных фармацевтических ингредиентов.

В четвертой главе представлены результаты разработки процесса переработки бумажных отходов и получения высокопористого материала на основе целлюлозы, клеточно-автоматная модель кинетики процесса сорбции нефти данными материалами и произведен расчет себестоимости высокопористых материалов на основе целлюлозы из вторичного сырья.

Общая методика получения высокопористого материала на основе целлюлозы путем переработки бумажных отходов включает следующие этапы: получение суспензии целлюлозы; криотропное гелеобразование; подготовка к сушке; сушка (сублимационная или сверхкритическая); гидрофобизация. С использованием данной методики был получен материал, пористость которого составила 97-98 %. Исследование сорбционных свойств показали, что полученный высокопористый материал демонстрируют высокую сорбционную емкость по отношению к нефти (18-32 г/г). Автором была исследована кинетика сорбции нефти с поверхности воды полученными материалами и показана их селективность и эффективность для сбора нефтепродуктов.

Представлены результаты разработки гибридной модели, основанной на объединении метода решеточного уравнения Больцмана (для расчета гидродинамики) и клеточно-автоматного подхода (для моделирования процесса сорбции). С использованием данной модели были проведены вычислительные эксперименты по моделированию сорбции в полученных образцах при различном содержании целлюлозы в исходном растворе. Получены расчетные кривые кинетики сорбции, показавшие отклонение от экспериментальных данных не более 11,4 %, что говорит о высокой точности модели.

Представлена технологическая схема процесса переработки бумажных отходов и приведены результаты расчетов себестоимости высокопористых материалов на основе целлюлозы на полупромышленном уровне, которая составила чуть более 190 руб/л.

Заключение содержит основные результаты диссертационной работы.

Научная новизна диссертационной работы состоит в том, что:

1) Установлены зависимости выхода и характеристик нанокристаллической целлюлозы от параметров процесса гидротермальной переработки целлюлозы в субкритической воде и получено регрессионное уравнение для их описания.

2) Описаны предлагаемые механизмы формирования структуры аэрогелей в зависимости от способа проведения процесса гелеобразования (химическая сшивка, криотропное гелеобразование и гелеобразование под давлением).

3) Установлено влияние ультразвукового воздействия на кинетику заморозки растворов целлюлозы при проведении процесса криотропного гелеобразования.

4) Экспериментально изучена кинетическая зависимость процесса сорбции нефти высокопористыми материалами на основе целлюлозы, полученными из вторичного бумажного сырья.

5) Разработана гибридная модель для описания процесса сорбции нефти высокопористыми материалами на основе целлюлозы.

Теоретическая и практическая значимость диссертации:

1) Разработана ресурсосберегающая технология получения нанокристаллической целлюлозы гидротермальным методом, представляющая интерес для создания композиционных материалов.

2) Предложены методы получения биосовместимых аэрогелей для применения в регенеративной медицине в качестве матриксов для роста клеток и систем доставки лекарственных средств.

3) Создана технология переработки бумажных отходов в высокоэффективные сорбенты для решения задач очистки воды от нефтяных загрязнений.

4) Создана математическая модель процесса сорбции, описывающая кинетику массопереноса в иерархически пористых материалах.

5) Выполнена технико-экономическая оценка полупромышленного производства высокопористых материалов на основе целлюлозы из вторичного сырья.

Достоверность результатов исследования подтверждается достаточным объемом теоретических и экспериментальных результатов,

корректным применением современных аналитических методик, отсутствием внутренних противоречий в полученных результатах.

Публикации. По теме диссертации Федотовой О.В. опубликовано 17 научных работах, в том числе в 7 статьях в изданиях, индексируемых в международных базах данных Web of Science и Scopus (3 статьи квартиля Q1). Основные результаты работы доложены на ряде российских и международных конференций.

Соответствие паспорту специальности. Диссертационная работа Федотовой О.В. на тему «Процессы переработки целлюлозы в суб- и сверхкритических флюидах, криотропное гелеобразование и сушка» соответствует паспорту специальности 2.6.13 «Процессы и аппараты химических технологий» в части следующих пунктов:

«п.5. Способы, приемы, методология исследования химических процессов, протекающих в условиях взаимного влияния на них гидродинамики и тепломасообмена, совершенствование их аппаратурного оформления;

п.9. Методы и способы интенсификации химико-технологических процессов, в том числе с помощью физико-химических воздействий на перерабатываемые материалы;

п.10. Методы изучения, совершенствования и создания ресурсо- и энергосберегающих процессов и аппаратов в химической и смежных отраслях промышленности, обеспечивающие минимизацию отходов, газовых выбросов и сточных вод, в том числе разработка химико-технологических процессов переработки отходов».

Замечания по диссертационной работе:

1. На этапе методики переработки целлюлозы в субкритической воде осуществляется отделение твердого осадка от раствора, содержащего побочные продукты реакции. Для чего используется фильтр с диаметром пор 1 мкм? Ведь выбор размера пор фильтра для отделения наночастиц требует экспериментального или литературного обоснования, так как существует риск

прохождения через него более мелких фракций. Также необходимо пояснить причины использования разных материалов фильтров (нейлон, стекловолокно) на различных этапах методики.

2. В главе 3 не обоснован выбор параметров диспергирования (частота оборотов и время) при получении суспензии целлюлозы.

3. На рисунке 3.2 приведена схема установки для проведения сверхкритической сушки. По тексту диссертации сказано, что контроль расхода газообразного потока осуществляется с помощью ротаметра (14). Но его позиция отсутствует на данной схеме.

4. Не представлено обоснование выбора параметров проведения сверхкритической сушки (давление, температура, длительность процесса, скорость сброса давления). Почему были выбраны только единичные условия для эксперимента? Какова оценка диаграммы фазовых равновесий бинарной системы « CO_2 – изопропиловый спирт» при выбранных температурно-барических условиях на предмет соответствия критических параметров состояния для смеси и удаленности от критической точки?

5. Почему влияние ультразвукового воздействия было исследовано только на одной концентрации целлюлозы?

6. Технико-экономический расчет показал себестоимость 190,03 руб/л. Сравнительный анализ с коммерческими сорбентами в пересчете стоимости не на литр объема, а на грамм сорбированной нефти позволил бы более наглядно продемонстрировать экономическую эффективность Вашего материала, учитывая его высокую сорбционную емкость.

7. Насколько стабильны гидрофобные свойства полученных сорбентов при длительном хранении и многократном использовании? Возможно ли проведение регенерации сорбентов после насыщения нефтью?

8. По тексту диссертации имеются незначительные орфографические ошибки.

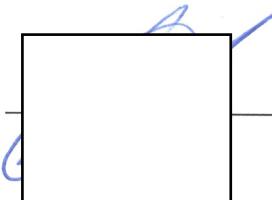
Заключение. Несмотря на сделанные замечания, считаю, что они не снижают значимости полученных научных результатов. Диссертационная

работа Федотовой О.В. является законченной научно-квалификационной работой, в котором решена актуальная задача разработки экологичных процессов переработки целлюлозы. По результатам исследования опубликовано необходимое количество печатных работ в рецензируемых изданиях.

Диссертационная работа Федотовой О.В. соответствует требованиям Положения о порядке присуждения ученых степеней в федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего образования «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева», утвержденного приказом и.о. ректора РХТУ им. Д.И. Менделеева от 14.09.2023 г. № 103 ОД, а ее автор, Федотова Ольга Вячеславовна, заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.13. Процессы и аппараты химических технологий.

Официальный оппонент

Доцент кафедры «Теоретических основ теплотехники»,
ФГБОУ ВО Казанский национальный исследовательский
технологический университет, кандидат технических наук,
доцент



Мазанов Сергей Валерьевич

«01» декабря 2025

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования Казанский национальный исследовательский
технологический университет
420015, РТ, г. Казань, ул. К. Маркса, д. 68
Тел. + ; e-mail: s

