

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

В настоящее время большое внимание уделяется совершенствованию производственных технологий и разработке новых материалов с уникальными свойствами. В этом контексте использование возобновляемых биополимеров, таких как целлюлоза, для получения функциональных материалов, включая нанокристаллическую целлюлозу и высокопористые аэрогели, представляет значительный научный и практический интерес.

Диссертационная работа Федотовой О.В. посвящена разработке процессов переработки целлюлозы в суб- и сверхкритических флюидах и получения наноструктурированных материалов на ее основе, что соответствует современным тенденциям ресурсосбережения и экологической безопасности. Особую актуальность имеет предложенный автором подход к утилизации бумажных отходов и созданию на их основе высокоэффективных сорбентов для ликвидации нефтяных загрязнений.

Работа выполнена в рамках государственного задания при поддержке Министерства науки и высшего образования Российской Федерации, что подтверждает её востребованность и значимость для развития наукоемких отраслей промышленности.

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.

В *введении* обоснованы актуальность, научная новизна, практическая и теоретическая значимость и цель работы, сформулированы задачи исследования, отмечен личный вклад автора и указаны сведения об апробации работы.

В *первой главе* проведен анализ научно-технической литературы. Рассмотрены способы переработки целлюлозы, методы гелеобразования и получения аэрогелей на основе целлюлозы. Описаны свойства воды в суб- и сверхкритическом состоянии. Подробно рассмотрены установки для проведения процессов гидротермального синтеза в

суб- и сверхкритической воде. Представлены области применения функциональных материалов на основе целлюлозы. На основе литературного обзора определены цели и задачи исследования.

Во второй главе представлены результаты экспериментальных исследований процесса переработки целлюлозы в субкритической воде для получения нанокристаллической целлюлозы (НКЦ). Экспериментальные исследования проводились с использованием установки периодического действия, включающей аппарат высокого давления объемом 300 мл. Установлены зависимости выхода и характеристик НКЦ от параметров процесса (температуры, давления, времени). Получено уравнение регрессии, отражающее влияние этих параметров на выход продукта. Структурные характеристики полученной нанокристаллической целлюлозы были проанализированы автором с использованием современных инструментальных средств ИК-спектроскопии, рентгенофазового анализа, сканирующей электронной микроскопии, динамического светорассеивания. Полученная НКЦ обладает высокой степенью кристалличности (до 87,4%) и размером частиц, лежащем в наноразмерном диапазоне. Определено, что размер частиц уменьшается с увеличением времени гидролиза, а более высокие температура и давление способствуют образованию частиц НКЦ, склонных к агломерации. Разработанный метод является экологичной альтернативой традиционному методу получения нанокристаллической целлюлозы.

В третьей главе исследованы процессы получения аэрогелей на основе целлюлозы с использованием различных подходов к гелеобразованию: химической сшивки, криотропного гелеобразования и гелеобразования под давлением CO₂. Изучено влияние ультразвукового воздействия на кинетику заморозки и структуру аэрогелей при криотропном гелеобразовании. Проведен комплекс аналитических исследований полученных образцов, представлены выводы о влиянии содержания целлюлозы в исходном растворе и способа гелеобразования на структурные характеристики аэрогелей. Показано, что методы криотропного гелеобразования и гелеобразования под давлением позволяют получать материалы с более высокой пористостью (более 90%) и удельной поверхностью (до 406 м²/г для образцов, полученных с использованием криотропного гелеобразования, и 343 м²/г для образцов, полученных с использованием гелеобразования под давлением) по сравнению с методом химической сшивки. Полученные аэрогели на основе целлюлозы на основе целлюлозы могут быть использованы в области медицины и фармацевтики.

В четвертой главе разработан процесс переработки бумажных отходов (газетной макулатуры) в гидрофобные высокопористые материалы, исследована их сорбционная емкость по отношению к нефти и другим органическим жидкостям. Пористость

полученного материала составила 97-98%. Материалы демонстрируют высокую сорбционную емкость по отношению к нефти 18-32 грамм нефти на грамм сорбента. Представлено исследование кинетики сорбции нефти с поверхности воды высокопористыми материалами на основе целлюлозы. Доказана их селективность и эффективность для сбора нефтепродуктов. Представлена разработанная гибридная модель, основанная на объединении метода решеточного уравнения Больцмана для расчета гидродинамики и клеточно-автоматного подхода для моделирования процесса сорбции, показавшая высокую точность (отклонение от экспериментальных данных не более 11,4%). Приведены результаты экономического расчета себестоимости высокопористых материалов для полупромышленного производства.

Заключение содержит основные результаты диссертационной работы.

Научная новизна диссертации

В результате комплекса экспериментов и аналитических исследований были установлены зависимости выхода и характеристик нанокристаллической целлюлозы от параметров процесса переработки целлюлозы в субкритической воде.

Предложены механизмы формирования структуры аэрогелей в зависимости от способа проведения процесса гелеобразования.

Исследована кинетика заморозки растворов целлюлозы при проведении процесса криотропного гелеобразования, в том числе с ультразвуковым воздействием.

Установлено влияние ультразвукового воздействия, подведенного при проведении процесса криотропного гелеобразования, на структурные характеристики получаемых аэрогелей на основе целлюлозы.

Исследована кинетика сорбции нефти высокопористыми материалами, полученными путем переработки бумажных отходов.

Разработана гибридная модель, основанная на объединении метода решеточного уравнения Больцмана и клеточно-автоматного подхода, для описания процесса сорбции нефти высокопористыми материалами на основе целлюлозы.

Теоретическая и практическая значимость диссертации

Разработана новая оригинальная методика переработки целлюлозы в субкритической воде для получения нанокристаллической целлюлозы, которая может быть использована в качестве армирующего наполнителя.

Разработаны методики получения аэрогелей на основе целлюлозы, которые могут быть использованы в качестве матриксов для культивирования клеток и систем доставки активных фармацевтических ингредиентов.

Предложен процесс переработки бумажных отходов в гидрофобные высокопористые сорбенты для ликвидации нефтяных загрязнений.

Создана математическая модель процесса сорбции, позволяющая прогнозировать кинетику сорбции в пористых материалах.

Проведены экономические расчеты полупромышленного производства высокопористых материалов на основе целлюлозы из вторичного сырья.

Степень обоснованности и достоверности научных положений и выводов

Достоверность результатов подтверждается достаточным объемом экспериментальных данных и использованием современных аналитических методов (СЭМ, азотная порометрия, динамическое светорассеяние и др.), а также согласованностью экспериментальных и расчетных данных.

Результаты работы апробированы на международных и всероссийских конференциях и опубликованы в рецензируемых научных изданиях.

Достоверность полученных результатов также определяется выполнением диссертационной работы в научной школе с богатым успешным опытом в области исследования химико-технологических процессов.

Публикации

Основные положения и выводы диссертации отражены в 17 научных работах, в том числе в 7 статьях в изданиях, индексируемых в международных базах данных Web of Science, Scopus, Chemical Abstracts и GeoRef.

Замечания и рекомендации

1. На с. 52 диссертации указано «Из данных, приведенных в таблице 2.1, можно сделать вывод о том, что наилучший результат по диспергированию агломератов был достигнут при амплитуде 65% и продолжительности 7,5 минут». Как автор объясняет более благоприятный результат по сравнению, например, с обработкой при амплитуде 80% и продолжительности 10 минут? Следовало бы также уточнить, по какому количественному критерию оценивался результат диспергирования агломератов.

2. В формуле (2.1) используется переменная «индекс кристалличности». Следовало бы сразу же дать определение данной характеристики материала, в том числе применительно к микрокристаллической целлюлозе. Впервые расчетная формула представлена на с. 61 (формула 2.17).
3. В п. 2.3. сначала приведены данные по влиянию температуры, давления и времени реакции на выход (в табл. 2.2), а сразу за этим (на рис. 2.4) представлены данные по выходу нанокристаллической целлюлозы от плотности воды и времени. Здесь следовало бы привести комментарии о том, как произведен переход от первого набора входных переменных ко второму, в том числе по каким формулам проводился расчет плотности воды.
4. Результаты расчетов, представленных в таблице 2.6, отличаются не столь значимо. Относительный размах значений не превышает 17%. Необходимо было бы рассчитать относительную погрешность рассчитанных значений и определить статистическую значимость различий между опытами 1-8 в таблице 2.6.
5. На рис. 3.6 непонятна надпись «Начало УЗ-воздействия» – то ли начало УЗ-воздействия совпадает с достижением температуры начала кристаллизации, то ли УЗ-воздействия включаются в нулевой момент времени.
6. С. 69. Было бы уместно указать технические характеристики ротор-статорного гомогенезатора IKA T 25 digital ULTRA-TURRAX: размеры ротора и статора, количество прорезей, размер радиального зазора, диапазон частот вращения ротора и т.п. Оценить уровень касательных напряжений в зазоре, амплитуду и частоту пульсаций давления и скорости в прорезях, а также их влияние на процессы диспергирования.
7. В формуле (3.2) используется понятие «диаметр образца». Нужно было бы представить информацию об отклонении формы образцов от цилиндрической. Для этого следовало проводить измерения в разных плоскостях и при различных азимутальных углах. Здесь же следовало бы определить погрешность измерений.
8. В разделе 4.1.1 следовало бы не только привести фотографию гидрофобного сорбента с каплей воды, но и определить угол смачивания, а также удельную поверхностную энергию образца сорбента.
9. В п. 4.2 следовало бы пояснить, почему не были использованы классические методы, с использованием уравнений гидродинамики, конвекции и диффузии для моделирования процесса сорбции в высокопористых материалах на основе целлюлозы.

В диссертации замечены некоторые опечатки и стилистические неточности: на рис. 1.10, с. 23 («под давлением давления»), на рис. 1.14, с. 31 («монометр»), с. 51. («Рабочая частота 20 кПа»), на рис. 4.1, с. 92 («гомогинезатор»). На с. 60 потерялась ссылка на источник. Неудачна формулировка «сильных гидродинамических сил, таких как сдвиговые усилия, турбулентность и кавитация» на с. 68, термин «сильно ниже» на с. 85.

Однако количество опечаток не столь велико, а сделанные замечания ни в коей мере не снижают общее положительное впечатление от диссертационной работы.

Соответствие диссертации предъявляемым требованиям

Диссертационная работа Федотовой О.В. на тему «Процессы переработки целлюлозы в суб- и сверхкритических флюидах, криотропное гелеобразование и сушка» соответствует паспорту специальности научных работников 2.6.13 Процессы и аппараты химических технологий в части: п. 5. Способы, приемы, методология исследования химических процессов, протекающих в условиях взаимного влияния на них гидродинамики и тепломассообмена, 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. По результатам исследования опубликовано необходимое количество печатных работ в рецензируемых изданиях. Оформление диссертации и автореферата выполнено в соответствии с требованиями, изложение выстроено логично. Автореферат в полной мере отражает содержание диссертационной работы.

Диссертационная работа Федотовой Ольги Вячеславовны 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.

Заключение

Диссертационная работа Федотовой Ольги Вячеславовны является законченным научным исследованием, в котором решена актуальная научно-техническая задача

разработки процессов переработки целлюлозы в суб- и сверхкритических флюидах. Автором было проведено большое количество экспериментальных, аналитических и теоретических исследований. Полученные результаты имеют теоретическую и практическую значимость для химической технологии, экологии и медицины.

Федотова Ольга Вячеславовна заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.13. Процессы и аппараты химических технологий.

Официальный оппонент

Заведующий кафедрой «Оптимизация химической и биотехнологической аппаратуры», ФГБОУ ВО Санкт-Петербургский государственный технологический институт (технический университет) д.т.н., профессор



Абиев Руфат Шовкетович

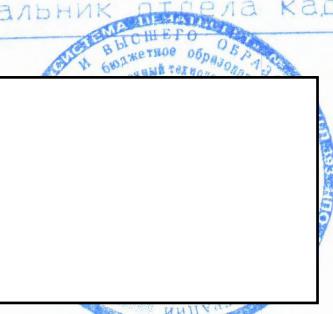
01 декабря 2025 г.

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования Санкт-Петербургский государственный технологический институт (технический университет)

190013, Россия, Санкт-Петербург, Московский проспект, дом 26

Телефон: +7 (812) 494-92-76

E-mail: [REDACTED]

Подпись Р. И.
Начальник отдела кадров [REDACTED]


7.10. Богофорова
 [REDACTED]