

ОТЗЫВ

официального рецензента на диссертационную работу Ақатан Қыдырмоллы на тему «Получение и исследование свойств наноцеллюлозных материалов из недревесного растительного сырья», представленную на соискание степени доктора философии (PhD) по специальности 6D060600 – Химия

№ п/п	Критерии	Соответствие критериям (необходимо отметить один из вариантов ответа)	Обоснование позиции официального рецензента
1.	Тема диссертации (на дату ее утверждения) соответствует направлениям развития науки и/или государственным программам	1.1 Соответствие приоритетным направлениям развития науки или государственным программам:	Тема диссертации соответствует приоритетному и специализированному научному направлению <i>«Устойчивое развитие агропромышленного комплекса и безопасность сельско-хозяйственной продукции»</i> .
		<u>1) Диссертация выполнена в рамках проекта или целевой программы, финансируемого(ой) из государственного бюджета (указать название и номер проекта или программы)</u> 2) Диссертация выполнена в рамках другой государственной программы (указать название программы) 3) Диссертация соответствует	Диссертационное исследование выполнено в рамках проекта грантового финансирования научных и (или) научно-технических проектов АР09260644 <i>«Разработка эффективного капсулирующего состава полифункционального назначения для повышения урожайности бобовых культур»</i> .

		приоритетному направлению развития науки, утвержденному Высшей научно-технической комиссией при Правительстве Республики Казахстан (указать направление)	
2.	Важность для науки	Работа вносит /не вносит существенный вклад в науку, а ее важность хорошо раскрыта/не раскрыта	Сегодня одной из основных задач современной химии является решение актуальных проблем агропромышленного комплекса, в том числе использование сельскохозяйственных отходов для получения целевых продуктов. В Казахстане в огромном количестве выращивается подсолнечник для производства растительного масла. Соответственно, из года в год растет отход маслоэкстракционного завода – лузга семян подсолнечника. По данным предварительного исследования, количество целлюлозы в шелухе семян подсолнечника составляет до 60%. Высокое содержание целлюлозного волокна в подсолнечной лузге, делает ее нецелесообразным для использования в качестве корма для животных из-за плохого переваривания. Поэтому ценное сырье в настоящее время в основном используется только в качестве топлива. В диссертационной работе предложен эффективный метод утилизации лузги подсолнечника, в частности рассмотрен вопрос перевода в микрокристаллическую целлюлозу с последующим получением наноцеллюлозы. Путем усовершенствования органосольвентного метода окисления разработан «мягкий» способ получения микрокристаллической целлюлозы из лузги семян

			подсолнечника и определено эффективное соотношение сырья и делигнифицирующего агента, а также изучен цикл повторного применения – пероксиуксусной кислоты (РАА), в «мягких» условиях. Полученная микрокристаллическая целлюлоза была переведена в нанокристаллическую целлюлозу методом кислотного гидролиза и изучена возможность получения пленочного материала из наноцеллюлозы.
3.	Принцип самостоятельности	Уровень самостоятельности: 1) <u>Высокий;</u> 2) Средний; 3) Низкий; 4) Самостоятельности нет	Согласно приведенному описанию работ, все основные результаты получены непосредственно докторантом самостоятельно. Соответственно, есть основания полагать о высокой квалификации подготовки докторанта.
4.	Принцип внутреннего единства	4.1 Обоснование актуальности диссертации: 1) <u>Обоснована;</u> 2) Частично обоснована; 3) Не обоснована.	Актуальность диссертации четко обоснована, так как связана с решением проблем утилизации отходов агропромышленного комплекса и производства пищевых продуктов, которая тесно связана с приоритетными направлениями развития науки Республики Казахстан. Нехватка ресурсов древесины, которая является основным источником целлюлозных материалов, привела ученых к поиску альтернативных источников сырья. В качестве сырья для целлюлозных волокон могут выступить биомасса однолетних растений и сельскохозяйственные отходы. И задача современных исследований состоит в использовании возобновляемого сырья, изучении принципов «зеленой технологии» и снижения себестоимости конечного продукта, а также разработки отечественных технологий. Как показывают результаты литературного обзора, подсолнечная лузга является новым источником сырья для получения

			целлюлозных материалов, количество которых растет из года в год. В этой связи работа является актуальной и посвящена усовершенствованию органосольвентного метода окисления подсолнечной лузги до «мягкого» зеленого способа за счет снижения концентрации делигнифицирующих агентов, в частности, ледяной уксусной кислоты и пероксида водорода для получения микрокристаллической целлюлозы с дальнейшим переводом в наноцеллюлозный материал. К тому же актуальность диссертации подтверждена опубликованием научной статьи в высокорейтинговом профильном журнале «Cellulose» (Q1).
		4.2 Содержание диссертации отражает тему диссертации: 1) <u>Отражает</u>; 2) Частично отражает; 3) Не отражает	Диссертационная работа содержит пять глав, введение и заключение. В первой главе подробно описана актуальность темы исследования и приведены основные методы получения целлюлозных материалов из однолетних растений и сельскохозяйственных отходов. Вторая глава описывает органосольвентный метод окисления однолетних растений и проблемы вторичного использования делигнифицирующих агентов. В третьей главе приведены методы получения нанокристаллических целлюлоз, их свойства и применение. Четвертая глава полностью посвящена подробному описанию использованных материалов и выполнению экспериментальных работ. Пятая глава содержит результаты исследования по разработке «мягкого» способа органосольвентного метода получения целлюлозы, перевода ее в наноцеллюлозу, синтеза пленочных материалов из наноцеллюлозы и их физико-химических свойств. Таким образом, содержание диссертации полностью отражает тему диссертации.

		4.3. Цель и задачи соответствуют теме диссертации: 1) <u>соответствуют</u>; 2) частично соответствуют; 3) не соответствуют	Целью диссертационной работы является получение микрокристаллической целлюлозы (МКЦ) из биомассы однолетних растений, в частности из лузги семян подсолнечника, методом органосольвентного окисления в «мягких» условиях и изучение возможности перевода МКЦ в нанокристаллическую целлюлозу с последующим получением композиционного материала. Задачи диссертации направлены на достижение этой цели. Цель и задачи полностью соответствуют теме диссертации.
		4.4 Все разделы и положения диссертации логически взаимосвязаны: 1) <u>полностью взаимосвязаны</u>; 2) взаимосвязь частичная; 3) взаимосвязь отсутствует	Все разделы и положения диссертации характеризуются полной взаимосвязанностью между собой, предоставленные научные результаты логически связаны между собой, а сама рукопись хорошо построена и структурирована. Диссертационная работа состоит из введения, пяти глав, заключения, списка использованных источников и приложения.
		4.5 Предложенные автором новые решения (принципы, методы) аргументированы и оценены по сравнению с известными решениями: 1) <u>критический анализ есть</u>; 2) анализ частичный; 1) 3) анализ представляет собой не собственные мнения, а цитаты других авторов	Автором предложен новый «мягкий» способ органосольвентного метода окисления однолетних растений для получения микрокристаллической целлюлозы за счет снижения в два раза концентрации делигнифицирующих агентов, в частности ледяной уксусной кислоты и пероксида водорода, установлены оптимальные соотношения сырья и делигнифицирующего агента, исследована возможность получения нанокристаллической целлюлозы методами кислотного гидролиза и механической обработки микрокристаллической целлюлозы, полученной из стеблей конопли в «мягких» условиях, а также пленочного материала из нанокристаллической целлюлозы, имеющей оптическую проводимость, равную 50%.

			Эти результаты отражены в статьях, опубликованных в международных научных изданиях, входящих в базу данных Scopus и Web of Science. Автором был проведен критический анализ, основанный на сравнении с известными решениями, предложенными ранее в других международных и отечественных научных публикациях.
5.	Принцип новизны научной	5.1 Научные результаты и положения являются новыми? 1) <u>полностью новые</u>; 2) частично новые (новыми являются 25-75%); 3) не новые (новыми являются менее 25%)	Полученные научные результаты и выносимые положения обладают высокой степенью новизны, так как путем усовершенствования органосольвентного метода окисления впервые предложен новый «мягкий» способ окисления однолетних растений для получения микрокристаллической целлюлозы за счет снижения в два раза концентрации делигнифицирующих агентов, исследована возможность получения нанокристаллической целлюлозы методами кислотного гидролиза и механической обработки микрокристаллической целлюлозы, полученной из стеблей конопли и подсолнечной лузги в «мягких» условиях, а также пленочного материала из нанокристаллической целлюлозы. Научные результаты и положения являются полностью новыми, что подтверждается 2 статьями в международных изданиях, индексируемых в наукометрических системах Web of Science и Scopus, одна из них опубликована в высокорейтинговом профильном журнале «Cellulose» с квартилем – Q1.
		5.2 Выводы диссертации являются новыми? 1) <u>полностью новые</u>; 2) частично новые (новыми являются 25-75%);	Научные результаты, выводы и заключение, сформулированные в диссертации, являются новыми. Выводы полученных научных результатов по 5 положениям, выносимым на защиту: <i>Результат 1:</i> За счет усовершенствования метода

		3) не новые (новыми являются менее 25%) органосольвентного окисления впервые «мягким способом» были получены МКЦ из однолетнего растительного материала, в частности из конопли сорной (CbR) и подсолнечной лузги (SFH). Установлено, что при снижении концентрации ледяной уксусной кислоты и перекиси водорода, используемых для получения пероксиуксусной кислоты при органосольвентном окислении в 2 раза, выход МКЦ из CbR и SFH составляет 50,6% и 47,8% соответственно. В «мягких» условиях метода органосольвентного окисления оптимальное соотношение сырья и делигнифицирующего агента составляет для CbR 1:14 г/мл и для SFH 1:20 г/мл. При вторичном использовании пероксиуксусной кислоты в качестве делигнифицирующего агента выход CbR и SFH составляет 46,3 и 44,2% соответственно; <i>Результат 2:</i> Исследована возможность получения НКЦ механической обработкой МКЦ, полученных из стеблей конопли в «мягких» условиях, в результате чего кристаллическая структура МКЦ изменяется по определенной закономерности в зависимости от скорости и времени механической обработки, т.е. 0,5 часа при увеличении скорости механической обработки на 50 об/мин размер кристаллитов целлюлозы уменьшается на 4,4%. Установлено, что режим полного перехода на аморфную целлюлозу при предварительной обработке составляет 400 об/мин и 2 часа; <i>Результат 3:</i> Из МКЦ, полученных «мягким» способом путем органосольвентного окисления, были синтезированы НКЦ методом сернокислотного гидролиза МКЦ и установлено оптимальное соотношение МКЦ:серная кислота, которая составляет 1:10 г/мл;
--	--	--

			<i>Результат 4:</i> Исследована возможность получения пленочного материала из НКЦ, имеющая оптическую проводимость, равную 50%.
		5.3 Технические, технологические, экономические или управленческие решения являются новыми и обоснованными: 1) <u>полностью новые</u>; 2) частично новые (новыми являются 25-75%); 1) 3) не новые (новыми являются менее 25%)	Технологические решения, используемые для достижения поставленной задачи, являются новыми, поскольку позволили получить новый «мягкий» способ органосольвентного метода окисления однолетних растений для получения микрокристаллической целлюлозы за счет снижения в два раза концентраций делигнифицирующих агентов; установлена возможность повторного применения пероксиуксусной кислоты (РАА) во второй раз; определены оптимальные соотношения сырья и делигнифицирующего агента; исследована возможность получения нанокристаллической целлюлозы методами кислотного гидролиза и механической обработки микрокристаллической целлюлозы, полученной из стеблей конопли и подсолнечной лузги в «мягких» условиях, а также пленочного материала из нанокристаллической целлюлозы, имеющей оптическую проводимость, равную 50%, что подтверждено публикациями результатов диссертационного исследования в отечественных и зарубежных рецензируемых научных изданиях.
6	Обоснованность основных выводов	Все основные выводы <u>основаны</u>/не основаны на весомых с научной точки зрения доказательствах либо достаточно хорошо обоснованы (для qualitative research и направлений подготовки по искусству и	Полученные докторантом научные результаты, а также сделанные выводы имеют как теоретическую, так и практическую значимость и выполнены на современных исследовательских приборах. На основании этого можно сделать вывод, что поставленные докторантом в диссертационном исследовании цели достигнуты, а задачи полностью выполнены. Выводы, сделанные диссертантом на основе полученных научных результатов, логически

		гуманитарным наукам)	построены и с научной точки зрения могут быть признаны обоснованными.
7	Основные положения, выносимые на защиту	Необходимо ответить на следующие вопросы по каждому положению в отдельности: 7.1 Доказано ли положение? 1) доказано; 2) скорее доказано; 3) скорее не доказано; 4) не доказано	7.1 Соискатель на защиту выносит 5 основных положений: 1. «Мягкий» способ получения МКЦ путем усовершенствования органосольвентного метода окисления однолетних растений за счет снижения концентрации ледяной уксусной кислоты и перекиси водорода, используемых в получении пероксиуксусной кислоты – делигнифицирующего агента в 2 раза. Положение доказано результатами экспериментальных исследований, которые были опубликованы в отечественных и зарубежных научных журналах, в т.ч. Cellulose (2022). https://doi.org/10.1007/s10570-022-04527-4 (CiteScore-6.6, процентиль-88% Q1, IF=5.044); Вестник НЯЦ РК, а также в материалах международных конференций. 2. Оптимальное соотношение сырья и делигнифицирующего агента при получении МКЦ органосольвентным способом в «мягких» условиях, который составляет для CbRи SFH 1:14 и 1:20 г/мл соответственно. При вторичном использовании пероксиуксусной кислоты в качестве делигнифицирующего агента выход CbR и SFH составляет 46,3 и 44,2% соответственно. Положение является новым, основанным на результатах экспериментальных исследований и подтверждается публикациями соискателя, опубликованными в научных журналах, рекомендованных ККСОН МОН РК и зарубежных научных журналах, индексируемых в наукометрических базах Web of Science и Scopus, такие как: Cellulose (2022). https://doi.org/10.1007/s10570-022-04527-4 (CiteScore-6.6,

			процентиль-88% Q1, IF=5.044); Вестник НЯЦ РК, а также в материалах международных конференций. 3. При механической обработке МКЦ, полученных из стеблей конопли в «мягких» условиях, с увеличением скорости механической обработки на 50 об/мин каждые 0,5 часа, размер кристаллов целлюлозы уменьшается на 4.4%, а режим полного перехода на аморфизированную целлюлозу составляет 2 часа и 400 об/мин. Положение подтверждено результатами экспериментальных исследований, которые были опубликованы в отечественных и зарубежных научных журналах, в т.ч. Cellulose (2022). https://doi.org/10.1007/s10570-022-04527-4 (CiteScore-6.6, процентиль-88% Q1, IF=5.044); Oxidation Communications (CiteScore - 0.9, процентиль - 28% Q4 IF=0.5); Вестник национальной инженерной Академии Республики Казахстан и в материале международной конференции. 4. Оптимальное соотношение МКЦ:серная кислота (60%) при получении НКЦ сернокислотным гидролизом для SFH составляет 1:10г/мл соответственно. Подтверждено результатами экспериментальных исследований, опубликованный в журнале Cellulose (2022). https://doi.org/10.1007/s10570-022-04527-4 (CiteScore-6.6, процентиль-88% Q1, IF=5.044). 5. Оптическая проводимость пленки, полученной из нанокристаллов целлюлозы, составляет 50%. Подтверждено результатами экспериментальных исследований, опубликованных в журнале Cellulose (2022). https://doi.org/10.1007/s10570-022-04527-4 (CiteScore-6.6, процентиль-88% Q1, IF=5.044).
--	--	--	--

		7.2 Является ли тривиальным? 1) да; 2) <u>нет</u>	Все положения, выносимые на защиту, не содержат тривиальных элементов и имеют большую научную и научно-практическую значимость.
		7.3 Является ли новым? 1) <u>да</u>; 2) нет	Представленные положения являются новыми, так как результаты опубликованы в высокорейтинговых профильных журналах 2021 и 2022 годов: Cellulose (2022) https://doi.org/10.1007/s10570-022-04527-4 (CiteScore-6.6, процентиль-88% Q1, IF=5.044); Oxidation Communications (2021) (CiteScore - 0.9, процентиль - 28% Q4 IF=0.5).
		7.4 Уровень для применения: 1) узкий; 2) средний; 3) <u>широкий</u>	Применение полученных результатов может быть выполнено в области переработки однолетних растений и сельскохозяйственных отходов в целлюлозные материалы для получения бумаги, носителей лекарственных веществ, наноцеллюлозных и композитных материалов для химической и пищевой промышленности.
		7.5 Доказано ли в статье? 1) <u>да</u>; 2) нет	Результаты исследования отражены в 10 публикациях, включая: 1 статья в научном издании, представленном Комитетом по обеспечению качества образования и науки МОН РК(КОКСОН): 1. Журнал «Вестник Национального ядерного центра Республики Казахстан»; 2 статьи в журналах, индексируемых в базах Web of science и Scopus: 1. Journal «Oxidation Communications» - CiteScore-0.9, процентиль - 28% Q4, IF=0.5; 2. Journal «Cellulose» - CiteScore-6.6, процентиль-88% Q1, IF=5.044. 1 статья в отечественном издании:

			1. Вестник Национальной инженерной академии Республики Казахстан; В материалах Международной и Республиканской конференции были опубликованы 2 статьи и 4 тезисных доклада.
8	Принцип достоверности Достоверность источников и предоставляемой информации	8.1 Выбор методологии - обоснован или методология достаточно подробно подробно описана 1) <u>да</u>; 2) нет	Диссертационное исследование было проведено соискателем с использованием современных аналитических методов. Выбранные автором методы качественно и подробно описаны в четвертой главе диссертации. Методология диссертационной работы основана на широко известных и апробированных научных подходах, при этом характеризуется высокой степенью новизны в сравнении с известными отечественными и зарубежными аналогами.
		8.2 Результаты диссертационной работы получены с использованием современных методов научных исследований и методик обработки и интерпретации данных с применением компьютерных технологий: 1) <u>да</u>; 2) нет	При выполнении данной диссертационной работы были использованы следующие современные, апробированные экспериментальные методы: - фазовый состав, кристаллическая и химическая структура анализировались методами рентгеноструктурного анализа и ИК-спектроскопии; - оптические характеристики были получены с использованием УФ-спектрофотометра (ПЭ-5400УФ, Россия); - морфология поверхности с помощью сканирующего электронного микроскопа (Quanta 200i 3D FEITM, Нидерланд); - размер частиц и дзета-потенциал целлюлозных материалов исследован на Zetasizer NanoZS 90 (Malvern, UK); - термостабильность изучена с помощью дифференциального термогравиметрического анализатора (LabSysevo Setaram, Франция);

			- полученные данные были обработаны с помощью программы OriginPro 9.5.
		8.3 Теоретические выводы, модели, выявленные взаимосвязи и закономерности доказаны и подтверждены экспериментальным исследованием (для направлений подготовки по педагогическим наукам результаты доказаны на основе педагогического эксперимента): 1) да; 2) нет	Диссертационная работа является экспериментальной исследовательской работой, поэтому в ней отсутствуют теоретические выводы, требующие экспериментального подтверждения.
		8.4 Важные утверждения подтверждены/частично <u>подтверждены</u> /не подтверждены ссылками на актуальную и достоверную научную литературу	На материалы, использованные докторантом в процессе исследований, имеются ссылки в диссертации. Полученные результаты проанализированы в сравнении с известными данными, которые опубликованы международных научных изданиях, индексируемых в наукометрических системах Scopus и Web of Science (Q1- Q3).
		8.5 Используемые источники литературы <u>достаточны</u> /не достаточны для литературного обзора	При выполнении диссертации было использовано 249 литературных источников, качество которых не вызывают сомнения, это в основном научные статьи в международных высокорейтинговых журналах.
9	Принцип практической ценности	9.1 Диссертация имеет теоретическое значение: 1) да;	Диссертационная работа имеет теоретическое и прикладное значение. Разработанный в исследовании «мягкий» режим органосольвентного метода позволил снизить концентрации

		2) нет	исходных реагентов для приготовления делигнифицирующего агента в 2 раза. В результате выполнения диссертационной работы «мягкий» метод получения микрокристаллического и наноцеллюлозного материала из стеблей конопли и подсолнечной лузги внедрен в учебный процесс ВКУ им. Аманжолова (Акт внедрения №1 от 19.04.2022 г.).
		9.2 Диссертация имеет практическое значение и существует высокая вероятность применения полученных результатов на практике: 1) <u>да</u> ; 2) нет	Практическая значимость результатов высока. Предложенный способ не требует дополнительной отбелки целлюлозы и имеется возможность использования делигнифицирующего агента в несколько циклов. А также данный способ имеет низкое техногенное воздействие на окружающую среду, отличается высокой экологичностью и одностадийностью. При этом пленочный материал на основе нанокристаллов целлюлозы является относительно биоразлагаемым, поэтому его широко применяют в сельском хозяйстве в качестве «кондиционера» для почв, в пищевой промышленности, фармацевтике и медицине.
		9.3 Предложения для практики являются новыми? 1) <u>полностью новые</u> ; 2) частично новые (новыми являются 25-75%); 3) не новые (новыми являются менее 25%)	Предложения на основе результатов исследования являются полностью новыми, так как предложен новый усовершенствованный «мягкий» и относительно экологичный метод получения микрокристаллической целлюлозы, основанный на принципах «зеленой химии», отработано оптимальное соотношение сырья: делигнифицирующий агент, цикл использования пероксиуксусной кислоты; исследована возможность получения нанокристаллической целлюлозы методами кислотного гидролиза и механической обработки микрокристаллической целлюлозы полученных из стеблей конопли и подсолнечной лузги в «мягких» условиях, а также пленочного материала из нанокристаллической целлюлозы,

			.
10	Качество написания и оформления	Качество академического письма: 1) <u>высокое</u> ; 2) среднее; 3) ниже среднего; 4) низкое.	Диссертационная работа характеризуется высоким качеством академического письма. Оформление работы соответствует общим требованиям, относящимся к диссертационным работам. Диссертация представляет собой законченную научную работу, которую имеет теоретическую и практическую значимость.

Вывод:

На основании вышеизложенного считаю диссертацию Кыдырмоллы Акатан законченным трудом и рекомендую работу к защите и ходатайствую перед КОКСОН МОН РК для присуждения степени доктора философии (PhD) по специальности 6D060600 - «Химия».

Зав. кафедрой «Химическая технология неорганических веществ»

Южно-Казахстанского университета
имени М. Ауэзова, к.т.н., профессор

ҚОЛЫН РАСТАЙМЫН

ҚЖЖ бөлімінің басшысы

ҚЫЗМЕТКЕРЛЕРМЕН ЖҰМЫС ЖҮРГІЗУ БАСҚАРМАСЫ

М. СЕЙТМАГЗИМОВА