

REVIEW
on the dissertation work of Ainur Battalova on the topic "Development of
hydrogel materials based on cellulose obtained from agricultural waste"
submitted for the degree of Doctor of Philosophy (PhD) in the specialty
"8D05302 - Chemistry"

Recently, global warming caused by climate change has led to water shortage becoming a serious problem for agriculture worldwide. There is also a risk of land degradation due to droughts caused by various factors, including anthropogenic impacts and climate change. In this regard, the development of efficient methods for processing renewable bioresources and extracting valuable materials from them, through a renewable source of raw materials based on the principles of "green chemistry" is in line with the goals of sustainable development.

In this context, the processing of cheap and annually renewable plant raw materials, including agricultural waste, as a source of fibrous components for the production of new materials is of particular interest. Agricultural waste is rich in lignocellulosic substances such as cellulose, hemicellulose and lignin. The unique properties of cellulose – such as high mechanical strength, gelation ability, water-retaining and sorption properties, thermal conductivity, low toxicity and high specific surface area – significantly expand the possibilities of its use for the production of various biocomposite materials. In particular, the synthesis of hydrogel materials based on cellulose and its derivatives, which have high water absorption capacity, biodegradability, the ability to sorb heavy metal ions, and are also promising for use in agriculture, medicine and pharmaceuticals, is of great importance. In this regard, the relevance and practical significance of the doctoral student's research topic seem to be very high.

The aim of the dissertation is to develop hydrogel materials based on cellulose obtained from agricultural waste, study their physical and chemical properties and determine possible areas of application. To achieve this goal, the doctoral student set the following tasks:

1. Obtaining microcrystalline cellulose (MCC) from sunflower seed husks (*Helianthus annuus* L.) and rice husks (*Oryza*) grown in the Republic of Kazakhstan using organosolvent oxidation; studying its physicochemical properties and determining the yield.
2. Synthesis of hydrogels (MCCHydrogel) based on MCC and water-soluble polymer (AAm), study of their physicochemical and kinetic properties.
3. Study of the soil moisture retention capacity and biodegradability of MCCHydrogel.
4. Obtaining cellulose nanofibers (CNF) and nanocrystals (CNC) from cellulose raw materials and studying their physicochemical properties.
5. Study of sorption properties of hydrogels based on CNF, CNC and water-soluble polymer (AAm) in relation to Cu^{2+} ions.

The main results of the dissertation work are to establish the yield, optimal hydromodul and quality characteristics of microcrystalline cellulose (MCC)

obtained from sunflower seed husks (SFH) and rice husks (RH), depending on the varietal characteristics of the SFH and RH raw materials, as well as the geographical conditions of the growing region relative to rice husks. In addition, the optimum concentration of acetic acid was established to optimize the yield and quality characteristics of MCC obtained by organosolvent oxidation. In particular, a decrease in the concentration of acetic acid from 52% to 44% led to the establishment of an effective ratio of raw materials and delignifying agent, which was 1:12 g / ml for SFH and 1:10 g / ml for RH, respectively, which significantly reduces the consumption of delignifying agent. As a result, the yield of MCC was 50.69% and 52.58%, obtained from SFH and RH, respectively. The doctoral student synthesized hydrogels based on MCC and found that when using a cross-linking agent in an amount of 10 mg, a sorbent with a relatively high sorption capacity and mechanical strength is formed. The swelling kinetics of hydrogels under various conditions was revealed, in particular, the effect of pH of the medium, organic solvent, the same electrolytes were established and the physicochemical properties were determined. Under laboratory conditions, it was found that the optimal hydrogel sorbent decomposes in the soil within 77 days. The doctoral student obtained nanocrystalline cellulose and cellulose nanofibers from microcrystalline cellulose (MCC) by hydrolysis with sulfuric and formic acids, respectively. The optimal hydrolysis mode, yield, size characteristics, crystallinity and charge of cellulose nanofibers were determined using formic acid. The sorption capacity of hydrogels synthesized using nanocrystalline and AAm cellulose nanofibers for extracting copper ions from a model solution was studied. It was found that hydrogels from nanocrystalline and cellulose nanofibers sorb 51.5% and 48.4% of copper ions from a copper solution.

In addition, the doctoral student completed a fruitful two-month research internship at the International and Inter-University Centre for Nanoscience and Nanotechnology, Mahatma Gandhi University (Kottayam, Kerala, India) from 10.04. - 09.06.2023. During the internship, she established herself as a researcher with a clear scientific approach, capable of making independent decisions when research problems arise, as well as carrying out work systematically and systematically.

Based on the results of the dissertation work, 7 scientific papers were published. Including: 2 articles in scientific journals recommended by the Committee for Quality Assurance in Science and Higher Education of the Ministry of Science and Higher Education of the Republic of Kazakhstan; 2 articles in peer-reviewed journals indexed by Scopus and Web of Science databases, including *Journal of Polymer Science*: CiteScore – 6.3; percentile – 73%; Q2; IF = 3.9; and 3 abstracts of reports were published in the materials of international conferences. This indicates the high accuracy and reliability of the obtained research results.

Taking into account the above, I believe that the relevance, novelty, practical significance and results of the dissertation work of Battalova Ainur Kumarbekovna meet all the requirements for dissertations by the Committee for Control in the

Sphere of Science and Higher Education of the Ministry of Science and Higher Education of the Republic of Kazakhstan. The doctoral student fully deserves to be awarded the academic degree of Doctor of Philosophy (PhD) in the specialty "8D05302 - Chemistry".


Prof. Dr. Sabu Thomas

**Director, School of Nanoscience
and Nanotechnology of Mahatma
Gandhi University, Professor**



ОТЗЫВ

на диссертационную работу Айнур Батталовой на тему «Разработка гидрогелевых материалов на основе целлюлозы, полученной из сельскохозяйственных отходов» представленную на соискание степени доктора философии (PhD) по специальности «8D05302 - Химия»

В последнее время глобальное потепление, вызванное изменением климата, привело к тому, что дефицит воды стал серьёзной проблемой для сельского хозяйства по всему миру. Существует также риск деградации земель вследствие засух, обусловленных различными факторами, включая антропогенные воздействия и климатические изменения. В связи с этим разработка эффективных методов переработки возобновляемых биоресурсов и извлечения из них ценных материалов, путем возобновляемого источника сырья на основе принципов «зелёной химии» соответствует целям устойчивого развития.

В этом контексте особый интерес представляет переработка дешёвого и ежегодно возобновляемого растительного сырья, в том числе сельскохозяйственных отходов, в качестве источника волокнистых компонентов для получения новых материалов. Сельскохозяйственные отходы богаты лигноцеллюлозными веществами, такими как целлюлоза, гемицеллюлоза и лигнин. Уникальные свойства целлюлозы – такие как высокая механическая прочность, способность к гелеобразованию, влагоудерживающие и сорбционные свойства, теплопроводность, низкая токсичность и высокая удельная поверхность – существенно расширяют возможности её использования для получения различных биокompозитных материалов. В частности, большое значение имеет синтез гидрогелевых материалов на основе целлюлозы и её производных, обладающих высокой водопоглощающей способностью, биоразлагаемостью, способностью сорбировать ионы тяжёлых металлов, а также перспективных для применения в сельском хозяйстве, медицине и фармацевтике. В связи с этим актуальность и практическая значимость темы исследования докторанта представляются весьма высокими.

Целью диссертационной работы является разработка гидрогелевых материалов на основе целлюлозы, полученной из сельскохозяйственных отходов, изучение их физико-химических свойств и определение возможных областей применения. Для достижения поставленной цели докторантом были поставлены следующие задачи:

1. Получение микрокристаллической целлюлозы (МСС) из лузги семян подсолнечника (*Helianthus annuus* L.) и рисовой шелухи (*Oryza*), выращенных на территории Республики Казахстан, методом органосольвентного окисления; изучение её физико-химических свойств и определение выхода.
2. Синтез гидрогелей (МССHydrogel) на основе МСС и водорастворимого полимера (AAm), исследование их физико-химических и кинетических свойств.

3. Изучение способности MCCHydrogel удерживать влагу в почве и его биоразлагаемости.
4. Получение целлюлозных нановолокон (CNF) и нанокристаллов (CNC) из целлюлозного сырья и исследование их физико-химических свойств.
5. Изучение сорбционных свойств гидрогелей на основе CNF, CNC и водорастворимого полимера (AAm) по отношению к ионам Cu^{2+} .

Основные результаты диссертационной работы заключаются в установлении выхода, оптимального гидромодуля и качественной характеристики микрокристаллической целлюлозы (MCC), полученной из лузги семян подсолнечника (SFH) и рисовой шелухи (RH), в зависимости от сортовых особенностей сырья SFH и RH, а также географических условий региона выращивания относительно рисовой шелухи. Кроме того, установлено оптимальная концентрация уксусной кислоты, для оптимизации выхода и качественных характеристик MCC, полученных методом органосольвентного окисления. В частности уменьшение концентрации уксусной кислоты с 52 % до 44 %, привело к установлению эффективного соотношения сырья и делигнифицирующего агента, которое составило 1:12 г/мл для SFH и 1:10 г/мл для RH, соответственно, что в разы уменьшает потребление делегнифицирующего агента. В результате выход MCC составил 50,69 % и 52,58 %, полученных из SFH и RH соответственно. Докторантом на основе MCC были синтезированы гидрогели и установлены, что при использовании сшивающего агента в количестве 10 мг образуется сорбент с относительно высокой сорбционной емкостью и механической прочностью. Выявлена кинетика набухания гидрогелей при различных условиях, в частности установлены влияние pH среды, органического растворителя, одноименных электролитов и определены физико-химические свойства. В лабораторных условиях установлено, что оптимальный гидрогелевый сорбент разлагается в почве в течение 77 суток. Докторантом из микрокристаллической целлюлозы (MCC) была получена нанокристаллическая целлюлоза и нановолокна целлюлозы, путём гидролиза серной и муравьиной кислотами соответственно. Установлены оптимальный режим гидролиза, выход, размерные характеристики, кристалличность и заряд нановолокон целлюлозы при использовании муравьиной кислоты. Изучена сорбционная способность гидрогелей, синтезированных с использованием нанокристаллической и нановолокон целлюлозы AAm по извлечению ионов меди из модельного раствора. Установлено, что гидрогели из нанокристаллической и нановолокон целлюлозы сорбирует 51,5% и 48,4% ионов меди из раствора меди.

Кроме того, докторант прошла плодотворную двухмесячную научную стажировку в Международном и межуниверситетском центре нанонауки и нанотехнологий Махатмы Ганди Университета (Коттаям, Керала, Индия) с 10.04.-09.06.2023 г. В ходе стажировки она зарекомендовала себя как

исследователь с чётким научным подходом, способная самостоятельно принимать решения при возникновении исследовательских задач, а также проводить работу планомерно и систематически.

По результатам выполнения диссертационной работы опубликовано 7 научных работ. В том числе: 2 статьи в научных изданиях, рекомендованных Комитетом по обеспечению качества в сфере науки и высшего образования Министерства науки и высшего образования Республики Казахстан; 2 статьи в рецензируемых журналах, индексируемых по базам данных Scopus и Web of Science в т.ч. Journal of Polymer Science: CiteScore – 6,3; процентиль – 73%; Q2; IF = 3,9; а также опубликованы 3 тезиса докладов, в материалах международных конференций. Это свидетельствует о высокой точности и надёжности полученных результатов исследования.

Учитывая вышеизложенное, считаю, что актуальность, новизна, практическая значимость и результаты диссертационной работы Батталовой Айнура Кумарбековны соответствуют всем требованиям, предъявляемым к диссертациям Комитетом по контролю в сфере науки и высшего образования Министерства науки и высшего образования Республики Казахстан. Докторант полностью заслуживает присуждения учёной степени доктора философии (PhD) по специальности «8D05302 – Химия».

**Директор школы нанонауки и
нанотехнологий Университета
Махатмы Ганди, профессор**

Сабу Томас

Первое чтение Минименовой Денис Кумарқызы

Республика Казахстан. Восточно-Казахстанская область. Город Усть-Каменогорск. Шестнадцатого мая две тысячи двадцать пятого года. Я, Смаилова Индира Еркингожаевна, нотариус нотариального округа Восточно-Казахстанской области РК, лицензия № 14014877 выдана Комитетом регистрационной службы и оказания правовой помощи Министерства Юстиции Республик Казахстан от 06 октября 2014 года, свидетельствую подлинность подписи переводчика Нигманова Даны Кұмарқызы, которая сделана в моем присутствии. Личность, переводчика установлена, дееспособность и полномочия проверены.

Зарегистрировано в реестре за № 2162

Взыскано согласно статье 30, статье 30-1 Закона РК
«О нотариате» 2084 тенге

Нотариус



ST16061252505161022450932

Нотариаттық іс-әрекеттің бірегей нөмірі / Уникальный номер нотариального действия

7/11/2011

бәті нөмірләнген

Данный документ пронумерован и прошнурован
№ 4/1000001

На 7/Севаст листак (те)

Потариус А. С. И.Е. Смаллова

