

Отзыв

официального оппонента на диссертацию **Федоровой Олеси Вячеславовны** на тему: **«Многоступенчатое выделение лигнинного комплекса из черного щелока при производстве сульфатной целлюлозы»**, представленную на соискание учёной степени кандидата технических наук по специальности 05.21.03 – «Технология и оборудование химической переработки биомассы дерева; химия древесины»

Актуальность темы диссертационного исследования

Техническая целлюлоза и продукты её переработки были и будут востребованы. Многие целлюлозно-бумажные предприятия работают на пределе технологических и энергетических возможностей, что приводит к необходимости реконструкции технологических переделов. При этом для ряда комбинатов «узким местом» увеличения мощности является низкая пропускная способность системы регенерации химикатов – содорегенерационного котла (СРК). Данная работа нацелена на снижение нагрузки на СРК путем частичного осаждения лигнинного комплекса из черного щелока. Предложенная технология позволит увеличить выпуск целлюлозы, товарного лигноуглеводного комплекса без существенных капитальных затрат на расширение производства целлюлозы. В связи с этим тема диссертационной работы Федоровой Олеси Вячеславовны, посвященная разработке многоступенчатого выделения лигнинного комплекса из черного щелока при производстве сульфатной целлюлозы, является актуальной.

Степень обоснованности научных положений выводов и рекомендаций, сформулированных в диссертации

Обоснованность и достоверность полученных данных и выводов основана на использовании современных экспериментальных методов, а также на согласовании результатов теоретических и экспериментальных исследований выделения лигнина из черного щелока сульфатной варки целлюлозы.

Достоверность и новизна научных положений, выводов и рекомендаций

Научная новизна заключается: в полученных закономерностях процесса извлечения полимерных компонентов из черного щелока диоксидом углерода под давлением, с осаждением по нуклеационному механизму; в получении регрессионного уравнения процесса для расчета выхода органических соединений; в разработке комбинированного способа многоступенчатого осаждения лигнинного комплекса.

Обоснованность и достоверность полученных данных и выводов основана на использовании современных экспериментальных методов, а также на согласовании результатов теоретических и экспериментальных исследований выделения лигнина из черного щелока сульфатной варки целлюлозы. Результаты полученные в ходе выполнения диссертации использованы при разработке установки для выделения лигнина из черного щелока Братского филиала АО «Илим», что подтверждает достоверность выводов и рекомендаций, сделанных диссертантом.

Личный вклад соискателя в разработку научной проблемы

Основываясь на списке работ, опубликованных автором, соискатель занимается решением вопросов модернизации технологического процесса переработки черных щелоков сульфатной целлюлозы достаточно интенсивно. Тематика научных трудов полностью соответствует теме диссертации. Личный вклад автора заключается в непосредственном участии во всех этапах работы от постановки задач, планирования и выполнения экспериментов, до анализа полученных экспериментальных данных, их интерпретации, обобщения, подготовки докладов и публикаций.

Оценка содержания диссертации

Диссертация Федоровой О.В. включает введение, литературный обзор, методическую, экспериментальную части, выводы по диссертационной работе, список сокращений и список литературы из 163 наименований, приложения. Работа изложена на 150 страницах, включая 41 рисунок, 25 таблиц и двух приложений.

Во введении обоснована актуальность темы диссертации, сформулированы цель и задачи исследований, научная новизна работы и её практическая значимость, основные положения, выносимые на защиту. Во введении большая часть пунктов практической и теоретической значимости совпадают.

В первой главе, рассмотрены вопросы образования и сжигания черного щелока в технологическом процессе производства сульфатной целлюлозы. Даны характеристики свойств и химического состава черного щелока. Представлены устройства современных содорегенерационных котлоагрегатов и технологии сжигания черного щелока. Выполнен критический анализ методов выделения лигнина из черных щелоков и получения различных продуктов из него. В заключении главы дан обзор вопросов получения биотоплива второго поколения, как одного из направлений биорефайнинга древесины. Глава заканчивается заключением по литературному обзору.

Замечания по первой главе. В заключении по литературному обзору рассмотрены вопросы технологии углебрикетов, что несомненно важно, однако мало соответствует информации представленной в литературном обзоре.

Во второй главе приведено описание объектов и методов исследования. В качестве объектов использовали черные щелока отечественных целлюлозно-бумажных предприятий с различной плотностью. Наряду со стандартными методами анализа черного щелока, автором предложен оригинальный метод осаждения лигнинного комплекса углекислым газом под давлением в лабораторных условиях. Теплоту сгорания полученных образцов лигноуглеводного комплекса определяли с помощью Калориметра ИКА С 2000. Содержание общей серы в лигнинном комплексе определяли методом ASTM D4294 и рентгеновский флуоресцентный спектрометр Oxford Lab-X 3500.

В главе 3 приведены результаты исследований физико-химических характеристик исходного черного щелока и экспериментальные данные по выделению из черного щелока органических соединений тремя способами: серно-кислотным, углекислотным и многоступенчатым. Интересным решением, с учетом полученных результатов, является реализация ступенчатого метода осаждения. Этот метод учитывает все положительные возможности промежуточных ступеней. В результате получается хорошо фильтруемый осадок лигноуглеводного комплекса и прозрачный фильтрат с органическими соединениями. В заключение в главе представлены результаты по десульфуризации, определению теплоты сгорания и применению полученного лигнинного комплекса.

Замечания по третьей главе. Подраздел 3.5 воспринимается как часть литературного обзора. Сложно определить, что же сделано автором. В последнем абзаце приводятся диапазоны значений содержания общей серы в очищенных образцах сульфатного лигнина. При каких условиях обработки достигнуты те или иные значения? Подраздел 3.7 можно было бы написать более развернуто.

Соответствие диссертации и автореферата требованиям Положения о порядке присуждения учёных степеней

Основные положения диссертации изложены в 20 публикациях, в том числе пять публикаций – статьи в журналах из списка ВАК РФ. Получено пять патентов РФ. Материалы диссертации были доложены и обсуждены на международных научно-технических конференциях начиная с 2016 года.

Автореферат и диссертация полностью соответствуют требованиям Положения о порядке присуждения учёной степени кандидата технических наук по специальности 05.21.03 – Технология и оборудование химической переработки биомассы дерева; химия древесины.

Вопросы по работе

При оценке работы возникли следующие вопросы:

1. В качестве катализатора использовали продукт ацетилирования бензола. Что это за продукт? (стр. 103 дисс.). Каков механизм катализа? Гомогенный, гетерогенный? В работе указана концентрация катализатора, а каков расход катализатора к субстрату? В подрисуночных подписях (рис. 3,4 стр. 105) концентрация катализатора указана 319, 200, 81 г/дм³, в тексте 0,319 г/дм³. Как правильно? Из каких соображений выбраны такие концентрации катализатора? Каталитические ли это количества?

2. Утверждение, что концентрация катализатора при выделении органических соединений 0,4 или 400 г/дм³ является оптимальной не убедительно, так как эта концентрация является граничной в исследовании. А если взять концентрацию 0,5 (500 г/дм³) может быть будет еще лучше? Предусмотрено ли использование катализатора в технологической схеме рис. 3.2 стр. 102?

3. При решении задачи снижения содержания серы в выделенном лигнотуголеводном комплексе используют бензол, диметилформаид и уксусный ангидрид. В каком объеме планируется использовать эти реагенты и как их утилизировать (рекуперировать) после применения на целлюлозно-бумажных предприятиях?

4. При использовании лигнотуголеводного комплекса для изготовления углебрикетов операция обессеривания не предусмотрена. Как повлияет наличие серы на процесс карбонизации? Не будут ли накапливаться соединения серы в дымовых газах?

Замечания по работе

1. Научная новизна. Написано «...регрессионное уравнение для выхода органических соединений». Нужно «...регрессионное уравнение *процесса* для *расчета* выхода органических соединений».

2. Методы исследования. Написано «...хроматография, элементный анализатор...». Элементный анализатор – это прибор (аппарат), а не метод исследований.

3. В разделе «Структура и объем работы» ошибочно приведены разделы технологический и экономический. Этих разделов в диссертации нет.

4. Вместо фотографий оборудования на рисунке 1 (стр. 6, автореферат) и 2,4; 2,5 (стр. 91 диссертация) для изучения методов исследования, целесообразно показать технологические схемы или графики процессов распыления и осаждения.

5. Выводы п.1. стр. 13, автореферат и стр. 127, диссертации. Написано «Установлена целесообразность выведения... при реконструкции ЦБК.». Автор не занималась реконструкцией. Более точно содержанию работы автора соот-

ветствует формулировка «Установлена целесообразность выведения из системы регенерации 10...20 % черного щелока...при модернизации технологического процесса переработки сульфатных щелоков».

Рисунок 3.2 не имеет нумерации кривых 1 и 2.

Связи между фенилпропановыми единицами лигнина вместо обозначений α , β , γ обозначены, а, б, в стр. 40-43 диссертации.

В работе много опечаток: стр. 4, дисс. эклектическую... вместо электрическую...; второй абзац и стр. 46, дисс.; на стр. 54 ссылка на табл. 7.5; на стр. 55 ссылка на рис. 7.5 – таблицы и рисунка с такой нумерацией нет; стр. 114 ссылка на рис. 1, которого нет. Стр. 58 кипящим, вместо кипящем. Опечатки на стр. 115. Стр. 13, автореферат, верхняя строка «...теплоты сгорания полученных образцов...» – наверное образцов.

Стр. 6, автореферат «(под давлением 3-6 атм.)». Обозначение устарело, правильно писать «(под давлением 0,3-0,6 МПа)», как на стр. 5.

Недостатки, отмеченные по работе, не снижают ценности диссертационного исследования.

Заключение

Диссертация Федоровой Олеси Вячеславовны является законченной научно-квалификационной работой, в которой, на основании выполненных автором исследований, решена научно-техническая задача по разработке технологии многоступенчатого частичного осаждения лигноуглеводного комплекса из черного щелока при модернизации технологического процесса переработки сульфатных щелоков, увеличения производительности сульфатного производства, получения комбинированного биотоплива, что является новым направлением решения актуальной научной задачи совершенствования технологии химической переработки биомассы дерева. Результаты работы являются решением проблемы, имеющей важное хозяйственное значение.

Диссертационная работа Федоровой Олеси Вячеславовны на тему: «**Многоступенчатое выделение лигнинного комплекса из черного щелока при производстве сульфатной целлюлозы**» соответствует требованиям п. 9 «Положения о присуждении учёных степеней», утверждённого Постановлением Правительства РФ от 24 сентября 2013 г. № 842, ред. от 01.10.2018 г., а область исследований соответствует п. 10, 19 паспорта специальности (химия и технология переработки сульфитных и сульфатных щелоков, лигнина и предгидролизатов целлюлозного производства; (п. 10); энергосберегающие и интенсивные технологические процессы более эффективного использования вторичных топливных и энергетических ресурсов химической технологии древесины с це-

лью экономии натуральных видов топлива в технологии химической переработки биомассы дерева (в ЦБП, ГП, ЛХП, ДСПи ДВП) (п.19)).

Автор работы Федорова Олеся Вячеславовна, заслуживает присуждения учёной степени кандидата технических наук по специальности 05.21.03 – «Технология и оборудование химической переработки биомассы дерева; химия древесины».

Официальный оппонент

доктор технических наук (специальность 05.21.03. «Технология и оборудование химической переработки биомассы дерева; химия древесины»), профессор, Заведующая кафедрой Технологии целлюлозно-бумажных производств и переработки полимеров, ФГБОУ ВО Уральский государственный лесотехнический университет.

620100, Свердловская область,
г. Екатеринбург, Сибирский тракт, д.37
тел. +7(343) 254-65-05
8-904-383-46-63
e-mail: Vurasko2010@yandex.ru

Вураско Алеся Валерьевна

«09» ноября 2020 г.