

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА 24.1.228.04, СОЗДАННОГО НА
БАЗЕ Федерального государственного бюджетного научного учреждения «Федеральный
исследовательский центр «Красноярский научный центр Сибирского отделения
Российской академии наук» (ФИЦ КНЦ СО РАН), ПО ДИССЕРТАЦИИ НА
СОИСКАНИЕ УЧЕНОЙ СТЕПЕНИ КАНДИДАТА НАУК

аттестационное дело № _____

решение диссертационного совета от 12 марта 2024 г. № 3

О присуждении **Вигулю Дмитрию Олеговичу**, гражданину РФ, ученой степени кандидата химических наук.

Диссертация «Физико-химические основы каталитического окисления древесного сырья и отходов агропромышленного комплекса в ароматические альдегиды» по специальности 1.4.4 – физическая химия принята к защите 26 декабря 2023 года (протокол заседания № 11) диссертационным советом 24.1.228.04, созданным на базе ФИЦ КНЦ СО РАН (660036, г. Красноярск, Академгородок, д. 50), приказ о создании диссертационного совета № 47/нк от 30 января 2017 года.

Соискатель Вигуль Дмитрий Олегович, 13 декабря 1994 года рождения, в 2019 году окончил магистратуру в федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего образования «Сибирский государственный университет науки и технологий имени академика М.Ф. Решетнева» (СибГУ им. М.Ф. Решетнева) по направлению 18.04.01 «Химическая технология», профиль: «Химическая технология продуктов тонкого органического синтеза». С 01 октября 2019 года по 01 октября 2023 года очно обучался в аспирантуре федерального государственного бюджетного научного учреждения «Федеральный исследовательский центр «Красноярский научный центр Сибирского отделения Российской академии наук» (ФИЦ КНЦ СО РАН) по направлению подготовки 04.06.01 - Химические науки, специальности 02.00.04 - «Физическая химия». В настоящее время работает химиком-аналитиком в лаборатории исследований и контроля качества ООО «Компании высоких технологий».

Диссертация выполнена в лаборатории физико-химических методов исследования материалов Института химии и химической технологии Сибирского отделения Российской академии наук – обособленного подразделения федерального государственного бюджетного научного учреждения «Федеральный исследовательский центр «Красноярский научный центр Сибирского отделения Российской академии наук» (ИХХТ СО РАН).

Научный руководитель - доктор химических наук, профессор Тарабанько Валерий Евгеньевич, главный научный сотрудник лаборатории физико-химических методов исследования материалов ИХХТ СО РАН.

Официальные оппоненты:

Васильев Александр Викторович, доктор химических наук, профессор, ФГБОУ ВО

«Санкт-Петербургский государственный лесотехнический университет имени С.М. Кирова» (СПбГЛТУ), директор Института химической переработки биомассы дерева и техносферной безопасности, заведующий кафедрой химии ИХПБДиТБ СПбГЛТУ;

Каретникова Наталья Викторовна, кандидат химических наук, доцент, ФГБОУ ВО «Сибирский государственный университет науки и технологий имени академика М.Ф. Решетнева», доцент кафедры машин и аппаратов промышленных технологий Института химических технологий СибГУ им. М.Ф. Решетнева,

дали **положительные** отзывы о диссертации.

Ведущая организация – Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Северный (Арктический) федеральный университет имени М.В. Ломоносова» (САФУ).

Отзыв положительный. Отзыв подготовлен заместителем директора ЦКП НО «Арктика» - руководителем сектора научных проектов, кандидатом химических наук, Кожевниковым Александром Юрьевичем и утвержден Первым проректором по стратегическому развитию и науке, доктором технических наук, доцентом Марьяндышевым Павлом Андреевичем. В отзыве ведущей организации отмечено, что Вигуль Дмитрий Олегович в ходе выполнения диссертационного исследования продемонстрировал профессионализм в таких областях как подготовка объектов для исследования, характеристика объектов исследования, подготовка и проведение эксперимента, интерпретация полученных экспериментальных данных, что свидетельствует о высокой квалификации соискателя и широком научном кругозоре. Диссертация Вигуля Дмитрия Олеговича написана грамотным научным языком, структура работы выстроена логично. Все приведенные выводы обоснованы и подтверждены экспериментальными результатами. Рассмотренная работа является целостным завершённым исследованием, в котором решена научная задача раскрытия закономерностей влияния кислотного предгидролиза и интенсивности массопереноса на процессы окисления лигноцеллюлозного сырья в ароматические альдегиды и использования установленных закономерностей для повышения эффективности изученных процессов. Решенная задача имеет существенное значение для области физической химии процессов переработки растительного сырья. <...> Автореферат и опубликованные статьи достаточно полно отражают основное содержание диссертационной работы. Содержание работы соответствует заявленной специальности. По полноте решенных задач работа соответствует требованиям ВАК, предъявляемым к кандидатским диссертациям на соискание ученой степени кандидат химических наук по специальности 1.4.4 – физическая химия. Диссертация Вигуля Дмитрия Олеговича «Физико-химические основы каталитического окисления древесного сырья и отходов агропромышленного комплекса в ароматические альдегиды» по своей актуальности, научной новизне, обоснованности научных положений, выводов, практической значимости результатов представляет собой завершённую научно-квалифицированную

работу и полностью отвечает требованиям ВАК РФ (п.9-14 «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденного постановлением Правительства РФ №842 от 24 сентября 2013 года), а ее автор Вигуль Д.О. заслуживает присуждения ученой степени кандидата химических наук по специальности 1.4.4 – физическая химия.

Соискатель имеет по теме диссертации 18 опубликованных работ, из них 4 статьи в рецензируемых изданиях, рекомендованных ВАК РФ. Результаты работы доложены на конференциях различного уровня. Работы посвящены переработке древесного сырья в ванилин и конверсии отходов агропромышленного комплекса в ароматические альдегиды, оптимизации исследуемого процесса и изучению физико-химических закономерностей, в частности, влиянию массопереноса в каталитическом процессе окисления.

Наиболее значимые работы по теме диссертации:

1. Tarabanko V.E., Kaygorodov K.L., Vigul D.O., Tarabanko N.V., Chelbina Yu.V., Smirnova M.A. Influence of Acid Prehydrolysis on the Process of Wood Oxidation into Vanillin and Pulp // *Journal of Wood Chemistry and Technology*. – 2020. – Vol. 40. Iss. 6. – P. 421-433.
2. Tarabanko V.E., Vigul D.O., Kaygorodov K.L., Kosivtsov Y., Tarabanko N., Chelbina Y.V. Influence of mass transfer and acid prehydrolysis on the process of flax shives catalytic oxidation into vanillin and pulp // *Biomass Conversion and Biorefinery*. – 2022. DOI:10.1007/s13399-022-02366-8.
3. Vigul D.O., Tarabanko V.E., Chelbina Y.V., Levdansky V. A. Catalytic oxidation of cedar bark (*Pinus Sibirica*) with oxygen to vanillin and pulp // *Journal of Siberian Federal University Chemistry*. – 2021. – Vol. 14. Iss. 4 – P. 457-463.
4. Tarabanko V.E., Vigul D.O., Kaygorodov K.L., Chelbina Y.V., Mazurova E.V. Catalytic Oxidation of Flax Shives into Vanillin and Pulp // *MDPI. Catalysts*. – 2022. – Vol. 12. – P. 1003.

На диссертацию и автореферат поступило 9 отзывов. Все отзывы положительные. Отзывы ведущей организации, официальных оппонентов д.х.н., проф. Васильева А.В. (СПбГЛТУ), к.х.н., доцента Каретниковой Н.В. (СибГУ им. М.Ф. Решетнева») и на автореферат: д.т.н. Пай З.П. (ФГБУН «ФИЦ Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН» (ИК СО РАН), к.х.н. Елецкого П.М. (ИК СО РАН), к.х.н., доцента Будаевой В.В. (ФГБУН «Институт проблем химико-энергетических технологий СО РАН»), д.х.н. Рощина В.И. и к.х.н. Миксон Д.С. (СПбГЛТУ), д.х.н. Демина В.А. (Институт химии ФИЦ Коми НЦ УрО РАН) к.т.н. Лугового Ю.В. (ФГБОУ ВО «Тверской государственный технический университет») содержат следующие вопросы и замечания:

- В исследовании температура каталитического окисления не варьируется, выбор температуры в 160 °С не комментируется.
- Одной из задач исследования заявлено изучение кинетической неоднородности нативного лигнина сосны, однако в литературном обзоре этот вопрос не рассматривается.
- Кинетические эксперименты предполагают определение скоростей химических реакций

и включают изучение зависимости скорости реакций не только от концентрации реагирующих веществ, но и от температуры и давления.

- В литературе приведена информация о том, что процесс кислородно-щелочной делигнификации является двухстадийным, в технической целлюлозе предполагают присутствие остаточного лигнина, обладающего различной реакционной способностью, определены две константы скорости и две энергии активации. И это явление не связано с предварительным гидролизом. Различия между этими двумя формами кинетической неоднородности четко не обозначены.
- Было бы полезно определить некоторые характеристики, выделенной в эксперименте целлюлозы.
- Использование медного катализатора при окислении костры оказалось не эффективным. Какую роль выполняют ионы меди в реакции?
- Возможны ли альтернативные механизмы образования ванилина, кроме предложенной?
- Выделялась ли конденсированная часть лигнина для анализа её структуры?
- ФПЕ в травянистом лигнине имеют меньший потенциал окисления и меньшую нуклеофильность по сравнению с гваяцильными фрагментами в хвойном лигнине. Поэтому ФПЕ хвойных лигнинов должны окисляться и конденсироваться быстрее, что противоречит предлагаемой автором схеме.
- Чем обусловлен выбор объектов исследования? Почему взято только 2 представителя костры льна? Какая логика была в выборе коры кедр?
- Во всех таблицах работы представлена информация без учета погрешности.
- Данные Таблиц 6 и 18 по содержанию лигнина в коре кедр противоречат друг другу. Какие значения верные? Насколько данное расхождение существенно?
- Химический состав белорусской и тверской костры сильно отличается. Будет ли сильно варьироваться состав у костры из других мест происхождения? Применимы ли подходы, предложенные автором, для костры, произрастающей в других местах?
- При водно-этанольной экстракции сырья происходит делигнификация. Возможно расчетное значение после экстракции коры кедр занижено?
- Как проводили предгидролиз сырья, в том же реакторе или отдельно?
- Какое количество катализатора загружалось в реактор, варьировалось ли оно? Какое влияние оказывает содержание катализатора на эффективность процесса.
- Какова стабильность материала реактора в жестких условиях реакции с применением NaOH и HCl? Не наблюдается ли выщелачивание металлов, входящих в состав стали, с их участием в реакции как сокатализаторов? Проводились ли холостые эксперименты?
- Каковы сложности получения ванилина из недревесных источников растительного сырья? Каковы выходы целевых продуктов при исследуемом окислении костры льна в ванилин и целлюлозу?

- Процессы окисления недревесного сырья нитробензолом и кислородом различаются между собой по выходам ванилина и сиреневого альдегида. Как меняется качество целлюлозы в этих процессах?

- В методической части автореферата и диссертации не приведена методика определения качественного состава окисленных соединений и количественной оценки искомым.

- Каким образом, как полно можно регенерировать оксиды меди из целлюлозы и как дальше использовать остатки костры льна, полученную целлюлозу? Как предполагается утилизировать или использовать удаленные на стадии предгидролиза гемицеллюлозы?

Все присланные отзывы отмечают актуальность выполненной работы, ее научную новизну и практическую значимость. Достоверность результатов ни у кого из приславших отзывы сомнений не вызвала.

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обоснован наличием широко известных публикаций и разработок в области переработки растительного сырья и катализа, что позволяет наиболее полно и квалифицированно оценить научную и практическую ценность рассматриваемой диссертации.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

- установлено, что нативный лигнин древесины сосны кинетически неоднороден в процессе его окисления в ванилин;

- доказано, что в диффузионном режиме процесса окисления лигнинсодержащего сырья молекулярным кислородом достигаются максимально возможные выходы ванилина;

- предложены и обоснованы способы минимизации расхода основных реагентов в исследуемом процессе;

- установлены и интерпретированы закономерности влияния интенсивности массопереноса на скорость окисления лигнинов молекулярным кислородом.

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:

установлены физико-химические закономерности влияния кислотного предгидролиза и массопереноса на кинетику процессов каталитического окисления кислородом нативных лигнинов в ароматические альдегиды, вносящие вклад в расширение представлений о процессах окисления лигнинов.

Применительно к проблематике диссертации

эффективно использован комплекс современных физических и химических методов исследования: газо-жидкостная хроматография, рентгеновская дифракция, электронная микроскопия, элементный анализ.

Значение полученных соискателем результатов исследования для практики подтверждается тем, что:

- предложенные способы минимизации расхода реагентов в исследуемом процессе могут быть использованы для разработки эффективных процессов комплексной переработки растительного сырья в ценные химические продукты;

- среди изученных видов сельскохозяйственных отходов костра льна наиболее перспективна для получения ванилина.

Оценка достоверности результатов исследования выявила:

- воспроизводимость полученных экспериментальных результатов;
- согласованность данных, полученных различными физическими и химическими методами исследования с использованием сертифицированного оборудования;
- использование баз данных и научных электронных библиотек: eLIBRARY.RU, Scopus, Web of Science, Google Scholar, ScienceDirect;
- обоснованность экспериментальными данными и теоретическими исследованиями основных положений и выводов диссертации.

Личный вклад соискателя состоит:

в непосредственном участии в постановке цели и задач диссертационного исследования; в планировании и проведении экспериментов, обработке и интерпретации полученных данных и их представлении на конференциях различного уровня, подготовке научных публикаций.

В ходе защиты диссертации критических замечаний не было. Соискатель Вигуль Д.О. ответил на задаваемые ему в ходе заседания вопросы.

На заседании 12 марта 2024 года диссертационным советом сделан вывод, что диссертация Вигуля Д.О. является законченной научно-квалификационной работой, в которой решена актуальная задача – установлены физико-химические закономерности влияния кислотного предгидролиза и интенсивности массопереноса на кинетику процессов каталитического окисления нативных лигнинов в ароматические альдегиды, имеющая существенное значение для физической химии процессов переработки лигнинов.

Диссертационный совет принял решение присудить Вигулю Дмитрию Олеговичу **ученую степень кандидата химических наук.**

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 15 человек, из них 7 докторов наук по специальности 1.4.4 – физическая химия рассматриваемой диссертации, участвовавших в заседании, из 21 человека, входящих в состав совета, проголосовали: **за - 15, против - нет, недействительных бюллетеней - нет.**

Председатель

диссертационного совета

Ученый секретарь

диссертационного совета



Чесноков Николай Васильевич

Бурмакина Галина Вениаминовна

14 марта 2024 года