

Отзыв

официального оппонента, доктора технических наук, доцента, Яценко Натальи Дмитриевны на диссертационную работу Дубинецкого Виктора Валерьевича на тему «Керамический кирпич с применением карбонатсодержащего отхода бурения», представленную на соискание учёной степени кандидата технических наук по специальности 05.23.05 – «Строительные материалы и изделия»

Структура и объем диссертационной работы

На отзыв представлены:

- текст диссертационной работы, изложенный на 191 странице машинописного текста, содержащий 31 таблицу, 56 рисунков, состоящий из введения, 5 глав, заключения, общих выводов, списка литературы из 170 наименований, 3 приложений.

- автореферат объемом 23 страницы.

Актуальность темы исследования

Проблемы современного строительного материаловедения, особенно в производстве обжиговых керамических изделий, связаны с необходимостью повышения их качества, которое обеспечивается, с одной стороны, работой технологического и теплотехнического оборудования, а с другой – использованием качественного природного сырья с постоянным химическим, минералогическим составом, дообжиговыми и полеобжиговыми свойствами.

Если реконструкция и техническое перевооружение предприятий проходит достаточно успешно, то истощение сырьевой базы в производстве керамических материалов и, прежде всего, стеновой керамики, вызывает необходимость в использовании мало качественного, некондиционного и техногенного сырья, которое не обеспечивает заданные эксплуатационные свойства.

Именно поэтому получение керамического кирпича высокой марочности на основе суглинков и карбонатсодержащих отходов бурения возможно только при условии создания научно-обоснованной системы управления дообжиговой и послеобжиговой структурой, за счет установления основных технологических факторов и физико-химических процессов, обеспечивающих формирование фазового состава с необходимыми свойствами керамического кирпича.

Научные разработки по использованию кальцийсодержащих карбонатных природных и техногенных материалов широко известны.

Однако они в большей мере связаны с применением их совместно с более качественным глинистым сырьем.

В данной работе соискателем поставлена сложная задача - получение качественной продукции на основе отходов бурения и суглинистых пород. Решение этой задачи заключается не только в оптимальном использовании техногенного материала, но и предварительной его активации, что в дальнейшем обеспечит протекание процессов, обеспечивающих формирование структуры и фазового состава кирпича с улучшенными физико-механическими свойствами при более низких температурах обжига. Это свидетельствует о глубоком понимании автором поставленной цели и детальном выборе научно-технологических путей ее достижения.

В связи с этим диссертационная работа, выполненная Дубинецким В.В., посвященная разработке технологии стеновых керамических изделий на основе карбонатсодержащего отхода бурения (КОБ), за счет предлагаемых технологических решений, утилизация отходов, образующихся при бурении нефтескважин, является **актуальной**.

Кроме того, работа выполнялась в рамках научно-технической программы: «Научные исследования высшей школы по приоритетным направлениям науки и техники» и в соответствии с договором на выполнение НИР № 266/13 от 15.05.13 «Разработка технологии и исследование структуры строительных материалов, модифицированных техногенными продуктами минерального и органического происхождения», что также свидетельствует об её актуальности.

Степень обоснованности научных положений, выводов и рекомендаций, сформулированных в диссертации

Основные научные положения, выводы и рекомендации, представленные в работе, являются достаточно обоснованными, экспериментально доказанными и не противоречат известным физико-химическим положениям в области строительного материаловедения силикатов.

Цель диссертационной работы и задачи дальнейших исследований закономерно вытекают из приведенных в аналитическом обзоре сведений об эффективности использования кальцийсодержащих материалов различного происхождения, позволяющих управлять формированием фазового состава и свойствами строительной керамики при низкотемпературном обжиге.

Анализ отечественного и зарубежного опыта в данном направлении, а также детальное изучение суглинков Бузулукского и Бугурусланского месторождений и отхода бурения позволил теоретически обосновать

возможность использования предлагаемой композиции и экспериментально установить влияние содержания отходов на технологические свойства масс, послеобжиговые свойства черепка и основные технологические режимы подготовки.

Предложенный автором метод обработки КОБ позволяет прогнозировать активацию процессов спекания керамического кирпича за счет образования расплава при более низких температурах, обеспечивая в дальнейшем ускорение процессов структуро- и фазообразования, что подтверждается результатами, полученными в данной работе.

Следует отметить методичность и последовательность выполнения исследований, которые позволили автору оптимизировать полученные результаты за счет использования математического метода планирования эксперимента, разработать и запатентовать технологию изготовления керамического кирпича, включающую наряду с оптимальными составами энергосберегающие технологические режимы производства.

Все главы диссертации завершаются выводами, которые логически обобщены в заключении. Представленные результаты, научные положения, выводы и рекомендации не противоречат известным теоретическим исследованиям в данной области, не вызывают сомнения в необходимости их использования для развития строительной индустрии в направлении создания энергоэффективных технологий мало материалоемких композитных материалов с высокими эксплуатационными свойствами.

Достоверность и новизна положений, выводов и рекомендаций, сформулированных в диссертации

В работе представлены результаты лабораторных, методически правильно построенных и проведенных экспериментальных и физико-химических исследований, **достоверность** которых доказывается применением комплекса стандартных методик и методов (рентгенофазовый анализ, оптическая и растровая электронная микроскопия, дифференциально-термический анализ и др.), выполненных на современном оборудовании, обработкой результатов экспериментов статистическими методами, представительным объемом проведенных лабораторно-технологических исследований и актом внедрения этих результатов на ООО «ТД Бузулукский кирпичный завод».

Научная новизна выполненной работы определяется, с моей точки зрения, следующими основными положениями:

1. Установлены основные технологические принципы и показатели

свойств при подготовке прессовых масс с заданной тонкостью помола и влажностью, обеспечивающие в процессе формования увеличение прочности полуфабриката, стойкость к деформации при сушке и обжиге, повышение эксплуатационных свойств керамического кирпича. Предложенная автором технология механической активации сырьевых материалов для увеличения реакционной способности пресс-порошка, полученного в лабораторных условиях, позволит интенсифицировать процессы низкотемпературного спекания масс.

2. Выявлено влияние жидкой фазы, образующейся в результате плавления CaCl_2 , полученного при обработке отхода бурения раствором соляной кислоты, на формирование фазового состава и свойств керамического кирпича и снижения температуры обжига на 100°C .

3. Установлено, что формирование макроструктуры керамического кирпича обеспечивается за счет точечного плавления легкоплавкой оболочки суглинка, ее контакта с другими частицами и последующего цементирования их расплавом, а микроструктура образованием кальцийсодержащих кристаллических фаз и твердых растворов анортита, геденбергита и волластанитовых структур, что обеспечивает получение стеновой керамики улучшенных свойств.

Практическая ценность диссертационной работы

На основании научных выводов соискатель предлагает целый ряд технических решений, связанных с усреднением, обработкой отходов бурения соляной кислотой, обосновывает возможность его использования в смеси с суглинками при конкретных технологических показателях: гранулометрическом составе пресспорошка, его влажности, давлении прессования полуфабриката, режимов сушки и обжига, что в конечном итоге приводит к получению керамического кирпича марок М150, М175 с повышенной морозостойкостью, прочностью при сжатии и рядом других показателей.

Дубинецким В.В., разработан технологический регламент производства керамического кирпича полусухого формования на основе суглинка и карбонатсодержащего отхода бурения.

Практическая значимость работы заключается также в утилизации многотоннажного техногенного продукта – отхода бурения, который в огромных количествах накапливается на территории нефтегазовых скважин, что позволяет решать экологические и экономические задачи нефтегазовой отрасли и региона.

Новизна результатов работы подтверждена патентом Российской

Федерации.

Личный вклад автора в получение результатов, изложенных в диссертационной работе

Дубинецким В.В. получены и сформулированы научные результаты на основании анализа проведенных самостоятельно экспериментальных исследований. Его активное участие в разработке технологических решений и их апробация в промышленных условиях позволила сформулировать основные выводы работы и их практическую значимость.

Степень завершенности и качество оформления работы

Оппонируемая диссертация представляет собой завершенную научно-исследовательскую квалификационную работу, направленную на решение актуальной задачи, связанной с расширением сырьевой базы, улучшением качества изделий стеновой керамики, практическим результатом которой является разработка технологического регламента, позволяющего внедрить данную технологию в производство.

Диссертация содержит ценные экспериментальные данные и представляет научный интерес для специалистов, работающих в области силикатного материаловедения и экологических проблем.

Диссертация изложена логично и последовательно, грамотным и лаконичным языком, доступным для понимания широкому кругу специалистов.

Результаты диссертационной работы апробированы на международных и других научно-технических конференциях, опубликованы в 14 печатных работах, в том числе 6 статей, рекомендованных ВАК РФ, 2 статьи в издании, входящем в базу Scopus и отражают основные положения диссертации. Получен патент на изобретение РФ.

В представленном соискателем автореферате достаточно полно раскрыто содержание диссертационной работы при одновременном сохранении ее структурного построения. Выводы по диссертации сделаны с достаточной полнотой и научной обоснованностью и соответствуют полученным результатам. Оформление диссертационной работы в основном соответствует требованиям ГОСТ Р 7.0.11–2011 «Диссертация и автореферат диссертации. Структура и правила оформления».

Общая характеристика работы

Во введении соискателем обоснована актуальность темы диссертационной работы, сформулированы цель и задачи исследования, научная новизна, теоретическая и практическая значимость.

Первая глава посвящена анализу и обобщению отечественного и зарубежного опыта в производстве изделий стеновой керамики с улучшенными свойствами, расширению использования малоизученного и техногенного сырья, анализу применения в современном керамическом производстве карбонатсодержащего природного и техногенного сырья, на основе которого формируется различный фазовый состав и свойства материала.

Представленный в главе 1 литературный обзор, включающий 170 наименований источников, в том числе зарубежных авторов, достаточно полно отражает современное состояние исследований в области технологий стеновых керамических материалов.

Во второй главе приведены методы оценки свойств исходных материалов, структуры и свойств готовой продукции.

Представлены результаты физико-химических, технологических и послеобжиговых исследований свойств суглинков Бузулукского и Бугурусланского месторождений и отхода бурения, дана их характеристика по существующим классификациям, согласно требованиям соответствующих ГОСТов.

Определены структурно-фазовые превращения, протекающие при термической обработке в суглинистых породах и отходах бурения, а также динамика изменения сушильных и обжиговых свойств в интервале температур 900-1200⁰С. Полученные результаты позволили автору предположить возможность использования КОБ в качестве сырьевого компонента массы и обосновать полусухой способ формования изделий.

В третьей главе определены составы сырьевых компонентов шихты, представлены результаты исследований влияния степени измельчения, формовочной влажности и режима прессования на свойства полуфабриката и установлены их оптимальные параметры. Механическое диспергирование исходных компонентов продолжительностью 120 минут обеспечивает получение пресс-порошка, зерновой состав частиц которого определяет структурные изменения при обжиге.

Соискателем разработаны энергосберегающие режимы сушки и обжига, изучена динамика изменения свойств в зависимости от температуры обжига композиционной керамики.

Автором установлена необходимость активации отхода и разработан способ предварительной его обработки 3% раствором HCl, обеспечивающем разрушение структуры карбонатных пород и образованием CaCl₂, который в дальнейшем способствует формированию структуры керамического кирпича с повышенной плотностью и прочностью.

В четвёртой главе проведены термодинамический расчет вероятности образования кальцийсодержащих кристаллических фаз и физико-химические

исследования, установлена последовательность структурно-фазовых превращений, которая подтверждается результатами термографических и рентгенофазовых исследований составов керамического черепка, на основе обработанных соляной кислотой и необработанных отходов бурения.

На кривой ДТА, при термической обработке массы на основе обработанного отхода бурения, образуется эндозффект при температуре 780°C , соответствующий плавлению CaCl_2 . Увеличение содержания расплава при низких температурах обжига интенсифицирует процессы декарбонизации, и соответственно, процессы кристаллизации новых фаз, а также цементирование всей керамической системы.

Электронномикроскопические и рентгеноспектральные исследования показали отличие отдельных компонентов структуры по химическому составу, что позволило сделать вывод о протекании химических реакций и формировании твердых растворов сложного состава. Кроме того, эти исследования позволили выявить структуру порового пространства, обеспечивающую при эксплуатации повышение морозостойкости кирпича.

В пятой главе приведены результаты опытно-промышленной апробации результатов экспериментальных исследований на кирпичных заводах г.Бузулук и г.Бугуруслан.

Автором предложены технологические условия, которые должны обеспечить необходимые свойства шихте и готовой продукции: организация площадок для обработки соляной кислотой, установка мельницы, обеспечивающий помол компонентов до класса 0,3, режимы сушки и обжига. Произведены расчеты технико-экономической эффективности производства керамического кирпича и его себестоимости на основе карбонатсодержащего отхода бурения.

Замечания по диссертационной работе

Положительно оценивая диссертацию в целом, считаю необходимым сделать следующие замечания:

1. В разделе 1.3 (стр.25) неверно представлена информация о том, карбонатные соединения кальция и магния : мел, доломит и др. являются плавнями 1 рода, так как они относятся к плавням 2 рода, сами не расплавляются, а образуют легкоплавкие эвтектики.

2. Вывод о том, что исследуемые суглинки имеют узкий интервал спекания не соответствует действительности, так как интервал спекания- это интервал температур, в котором водопоглощение изменяется от 18 до 5%. В ваших исследованиях в интервале температур $900-1100^{\circ}\text{C}$ водопоглощение изменяется от 14,4 до 12,6% и при этом сохраняется одинаковая прочность черепка.

3. Каким образом будет решаться вопрос о постоянстве

химического и минерального состава отхода бурения, так как в табл. 2.8 его состав очень сильно изменяется по горизонтам. Причем в отличие от табл.2.9 в табл. 2.8 вообще отсутствует Al_2O_3 .

4. В работе большое внимание уделяется исследованиям пластичности суглинков и коэффициента чувствительности к сушке, а предлагается полусухой способ формования с влажностью шихты 9%. Объясните?

5. Не совсем понятна схема образования анортита в результате перекристаллизации полевых шпатов (анортит является полевым шпатом) при температуре обжига $1000^{\circ}C$.

6. Вывод о формировании на оплавленных поверхностях зерен спутанно-волоконистых агрегатов, подтверждающих образование анортита не совсем корректен, так как анортит это каркасный алюмосиликат, и при увеличении в 1000 или 2000 раз представлен в виде призматической формы.

7. При проведении опытно-промышленных испытаний на предприятиях Оренбургской области сухие тонкодисперсные порошки готовились в измельчительно-сушильной установке УСП-С-04.55, а в технологическом регламенте предлагается использование шаровой мельницы. Как замена оборудования повлияет на тонкость помола и качество шихты?

8. Вызывает сомнение, что использование тонкоизмельченного пресспорошка для формования керамического кирпича нормального размера обеспечит возможность равномерного заполнения прессформы, качественной пропрессовки и другие вопросы, связанные с формованием.

Однако данные замечания не влияют на основные теоретические и практические результаты диссертационной работы и не снижают общую положительную оценку выполненного исследования.

Заключение

Диссертационная работа Дубинецкого Виктора Валерьевича является завершённой научно-квалификационной работой, в которой на основании выполненных автором исследований изложены новые научно-обоснованные технические и технологические решения, затрагивающие не только повышение качества изделий строительной керамики и снижение ресурсозатрат на их производство, но и экологические проблемы, связанные с утилизацией многотоннажных отходов нефтегазовой отрасли.

Направление и методы исследований диссертации соответствуют паспорту научной специальности 05.23.05 – «Строительные материалы и изделия», а именно, формуле специальности, предусматривающей

«...разработку научных основ получения строительных материалов различного назначения и природы, включая выбор сырья, проектирование состава, управление физико-химическими процессами структурообразования и технологией, обеспечивающими высокие эксплуатационные свойства изделий", и п. 1, 3. 7 областей исследований.

Диссертация «Керамический кирпич с применением карбонатсодержащего отхода бурения» отвечает всем критериям (пп. 9-14) «Положения о присуждении учёных степеней» ВАК РФ (Постановление Правительства РФ № 842 от 24.09.2013 г. в ред. Постановления правительства РФ № 748 от 02.08.2016 г.), предъявляемым к диссертационным работам на соискание ученой степени кандидата технических наук, а её автор Дубинецкий Виктор Валерьевич заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.23.05 – Строительные материалы и изделия.

Официальный оппонент:

доктор технических наук (специальность 05.23.05 - Строительные материалы и изделия), доцент заведующий кафедрой «Материалы, технологии и техническое регулирование дорожного строительства» Шахтинского автодорожного института (филиала) ЮРГПУ (НПИ) им. М.И.Платова

Яценко Наталья Дмитриевна

346500 Ростовская область, г. Шахты, пл. Ленина 1,
ФГБОУ ВО Шахтинский автодорожный институт
(филиал) ЮРГПУ (НПИ) им. М.И.Платова
Тел. 89085144621
e-mail: natyacen@yandex.ru

Подпись официального оппонента Яценко Натальи Дмитриевны заверяю:
Научный руководитель, зам. директора
Шахтинского автодорожного института



И.Е.Колесниченко

20.11.2019 г.