

ОТЗЫВ

официального оппонента доктора технических наук, профессора
Котляра Владимира Дмитриевича на диссертационную работу
Дубинецкого Виктора Валерьевича на тему:
**«Керамический кирпич полусухого прессования с применением
минеральных продуктов отходов бурения»,**
представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук
по специальности 2.1.5 Строительные материалы и изделия

Актуальность темы диссертации

Керамический кирпич был и остается одним из востребованных строительных материалов. Однако многие регионы России в настоящее время имеют проблемы с качественной сырьевой базой для керамической отрасли, обеспечивающей высокие показатели качества выпускаемой продукции, и ведутся работы по вовлечению в производство местного доступного сырья с применением добавочных компонентов для регулирования дообжиговых и обжиговых свойств керамических масс и качества изделий на их основе. В то же время для регионов, где развита промышленная добыча и переработка газа и нефти, актуально решение проблемы утилизации отходов бурения скважин, характеризующихся многотоннажностью (более 25000 т/год) и для складирования, которых необходимо устройство шламовых амбаров, что усиливает загрязнение окружающей среды. Вовлечение отходов различных отраслей промышленности в производство керамических материалов, рациональное использование невозобновляемых природных ресурсов, разработка эффективных технологий подготовки сырья и обжига изделий, повышение качества продукции – являются актуальными вопросами развития керамической отрасли.

В связи с этим, работа Дубинецкого В.В. по разработке научно-обоснованных технологических решений, обеспечивающих получение керамического кирпича с применением карбонатсодержащего минерального продукта отхода бурения и умеренно-пластичной глины-суглинка в соответствии с требованиями ГОСТ 530-2012 является актуальной научной и практической задачей.

Работа соответствует Приоритетному направлению развития науки, технологий и техники РФ, 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 подтверждает востребованность решения поставленных вопросов.

Общая характеристика работы

Для отзыва представлена диссертация, изложенная на 208 страницах машинописного текста, которая содержит 32 таблицы, 58 рисунков, список

литературы из 183 наименования работ отечественных и зарубежных авторов, 3 приложения, а также автореферат объемом 23 страницы.

Во введении обоснована актуальность проблемы, отражена степень разработанности темы исследования, сформулированы цель и задачи работы, приводятся научная новизна, теоретическая и практическая значимость работы, сформулированы основные положения, выносимые на защиту. Приведены сведения об апробации работы, внедрении результатов, основных публикациях.

В первой главе соискателем описываются тенденции и перспективы развития стеновой керамики, методы ее получения и управление показателями качества при использовании низкокачественного и техногенного сырья. Приведен анализ работ российских и зарубежных ученых, позволяющий установить, что перспективным направлением, обеспечивающим управление формированием фазового состава, структуры и свойств изделий строительной керамики в процессе обжига, является ввод в состав шихты кальцийсодержащих добавок различного происхождения, отражена перспективность использования минерального продукта отхода бурения. Установлено, что отсутствуют научные положения, позволяющие моделировать технологические параметры глинистого сырья и минеральных отходов бурения, определяющие направленное формирование в процессе производства структуры кирпича, обеспечивающей длительность его эксплуатации и сохранение технических параметров в естественных условиях. На основании проведенного анализа сформулированы цели и задачи исследований по разработке научно-обоснованных технологических решений, обеспечивающих получение керамического кирпича с применением карбонатсодержащего минерального продукта отхода бурения и умеренно-пластичной глины-суглинка в соответствии с требованиями ГОСТ 530-2012.

Во второй главе приведены методы исследований, структурно-минералогические и технологические особенности исходных материалов. Представлены результаты физико-химических, технологических и послеобжиговых исследований свойств суглинков Бузулукского и Бугурусланского месторождений и отхода бурения, дана их характеристика по существующим классификациям.

В третьей главе представлены результаты экспериментов по разработке составов, технологических основ, позволяющих получить керамический кирпич на базе легкоплавкого суглинка и КМПОБ. Определены составы сырьевых компонентов шихты, представлены результаты исследований влияния степени измельчения, формовочной влажности и режима прессования на свойства сырца и установлены их оптимальные параметры. Приведено научно-методологическое обоснование выбора состава для химической активации КМПОБ. Отражены результаты исследования влияния химической активации КМПОБ на режим обжига и структурные свойства керамических изделий на основе легкоплавких суглинков, приведены результаты определения физико-механических свойств изделий, морозостойкости в зависимости от % ввода АКМПОБ.

В четвертой главе приведены результаты исследования структурно-фазовых образований синтезированного керамического материала. Приведен 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. Исследована структура порового пространства керамического кирпича, влияющего на морозостойкость и долговечность керамического кирпича.

В пятой главе изложены результаты опытно-промышленных испытаний в ООО «Керамик», подтвердившие эффективность оптимального состава формовочной массы на основе суглинка с добавкой 40 % АКМПОБ и разработанных технологических режимов производства керамического кирпича методом полусухого прессования, отвечающего требованиям ГОСТ 530-2012. Приведена экономическая эффективность предложенных решений по сырьевым составам на основе суглинка и АКМПОБ и технологии полусухого прессования.

Диссертационная работа написана грамотно, содержит четкие и лаконичные формулировки полученных результатов и выводов. Качество оформления соответствует нормативным положениям и требованиям, предъявляемым к работам на соискание ученой степени кандидата технических наук.

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

Достоверность научных положений в работе Дубинецкого В.В. обеспечена использованием современных методов исследований, реализованных на высокотехнологичном оборудовании, позволяющем выполнять исследования на высоком уровне. Результаты подкреплены теоретическими и экспериментальными исследованиями и промышленными испытаниями, анализ которых не противоречит общепризнанным научным фактам и работам научных коллективов, работающих в данном направлении.

Новизна научных положений, выводов и рекомендаций работы Дубинецкого В.В. заключается в следующем:

1. Установлено, что обработка карбонатсодержащего минерального продукта отхода бурения на амбаровых площадках 6 % раствором HCl влияет на поверхностные и молекулярно-капиллярные связи в поровом пространстве карбонатных пород, обеспечивая до обжига дестабилизацию кристаллической решетки и химическое разрушение структуры арагонита, доломита, безопасное выделение CO₂ и воды, образование CaCl₂ в твердом виде с плотностью 2,51 г/см³ и раствора CaCl₂[OH₂]. Этот прием обеспечивает появление жидкой фазы при температуре обжига кирпича 550-600 °С, в интервале $t = 772-782$ °С плавление CaCl₂, что увеличивает ее количество на 3-4 % и определяет понижение температуры диссоциации карбонатных соединений суглинка (кальцита) с 870 до 820 °С, интенсификацию набора прочности кирпича в среднем на 25 %. Обжиг изделий сопровождается выгоранием органических веществ в образце, увеличением содержания Fe₂O₃ > 4%, благоприятствует восстановительному процессу Fe³⁺ в Fe²⁺ и активизирует протекание реакций образования в структуре синтезированного керамического композита кристаллических фаз анортита, геденбергита, твердых растворов сложного состава с волластонитовой структурой.

2. Выявлено, что легкоплавкая суглинистая оболочка частиц химически активированного карбонатсодержащего минерального продукта отхода бурения оплавляется фрагментально, определяя точечный механизм спекания частиц пресс-порошка, и их последующую агрегацию расплавом.

3. Установлено, что диссоциация кальцита суглинка при обжиге обуславливает укрупнение диаметра пор в среднем на 15 % и формирование переходной, безопасной и опасной пористости в соотношении 1:7,9:8,9, что обеспечивает паропроницаемость и работу кирпича в естественных условиях.

Теоретическая и практическая значимость работы заключается в следующем:

1. Результаты, полученные при разработке керамического кирпича из композиции умеренно-пластичного суглинка и карбонатсодержащего минерального продукта отхода бурения, дополняют и не противоречат теории термического синтеза и структурообразования низкообжиговых изделий и теории композиционных материалов.

2. Установлены зависимости дозировки карбонатсодержащего минерального продукта отхода бурения, способа его активации и условиями направленного формирования в керамическом черепке кальцийсодержащих кристаллических новообразований в условиях восстановительной среды: анортит $\text{CaAl}_2[\text{Si}_2\text{O}_8]$, геденбергит $\text{CaFe}[\text{Si}_2\text{O}_6]$, твердые растворы сложного состава с волластонитовой структурой $\text{Ca}(\text{Mg}_{0,41}\text{Fe}_{0,59})\cdot[\text{Si}_2\text{O}_6]$, которые обеспечивают физико-механические характеристики кирпича в соответствии с требованиями ГОСТ 530-2012.

3. Выявлены особенности химического и минералогического составов, термические свойства минерального продукта отхода бурения, являющегося многотоннажным отходом нефтедобычи, и оценка его активности в процессах фазо- и структурообразования в условиях пирогенного синтеза керамического черепка.

4. Разработана и внедрена в ходе опытно-промышленных испытаний в условиях производства методика активации карбонатсодержащего МПОБ 6 % раствором HCl , исключающая при обжиге разрыхление структуры в результате газовой выделения и снижение плотности готового кирпича, и обеспечивающая структурную прочность керамического кирпича ($0,6 < \text{Kn}$), его стойкость к попеременному замораживанию и оттаиванию без внешних изменений поверхности и потери массы и получение марки по морозостойкости кирпича F75. Технология защищена патентом на изобретение РФ № 2750796.

5. Разработана технология керамического кирпича на основе умеренно-пластичного суглинка при содержании активированного карбонатсодержащего минерального продукта отхода бурения (АКМПОБ) в количестве 40 %, обеспечивающая по отношению к заводскому изделию-аналогу увеличение предела прочности при изгибе на 5,3 %, предела прочности на сжатие – на 21,2 %, снижение водопоглощения на 3,3 %. Технология защищена патентом на изобретение РФ № 2646292

6. Апробирована на предприятиях: ООО «Керамик» (г. Бугуруслан), ООО ТД «Бузулукский кирпичный завод» (г. Бузулук) разработанная ресурсосберегающая технология производства керамического кирпича с улучшенными свойствами на основе композиции суглинистого сырья и 40 %

АКМПОБ методом полусухого прессования, обеспечивающая: сохранение целостности и однородности структуры сырца в течении всего технологического цикла, высокую плотность кирпича 1875 кг/м^3 , марки М150 и F75, общую пористость менее 30 %.

Оценка публикаций автора. Основные результаты исследования опубликованы в 21 научной статье, в том числе 9 статей в российских рецензируемых научных изданиях, входящих в перечень рекомендованных ВАК, 4 статьи в изданиях, входящих в международную реферативную базу данных и систем цитирования Scopus. Получены 2 патента на изобретение: № 2646292 РФ, № 2750796 РФ.

Замечания по содержанию и оформлению диссертационной работы и автореферата

При ознакомлении с материалами диссертации и автореферата Дубинецкого В.В. возникли следующие вопросы и замечания.

1. Во введении отсутствует пункт «Личный вклад автора».
2. В подпункте 1.1 приведен анализ рынка на 2018 год, 2021-2022 гг., что не отражает ситуацию рынка керамических изделий в текущих период времени, с учетом направленности на импортозамещение.
3. Стр. 25 – ГОСТ 9169-2021 уже введен.
4. Стр. 28 – ГОСТ 21216-2014 не регламентирует содержание оксидов в глинистом сырье, а содержит методы их определения.
5. По тексту работы автор использует термины «глины», «суглинки», «глинистое сырье» «суглинистое сырье» для обозначения суглинков Бузулукского и Бугурусланского месторождений, рекомендуется придерживаться общепринятого названия исходя из качественных показателей сырья.
6. При изучении пластичности суглинков приведены единицы до сотых, общепринято пластичность оценивать целыми числами. При оценке керамических свойств суглинков Бузулукского и Бугурусланского месторождений не приведены данные по пределу прочности при изгибе, являющемся важным показателем для керамического кирпича.
7. При описании экспериментов по оценке влияния продолжительности помола на технологические свойства и обжиговые свойства соискателем отражены зависимости, однако более тонкий помол требует корректировки влажности и давления прессования во избежание дефектов перепрессовки.
8. При сравнении эффективности предложенных решений и варьируемых факторов эксперимента приведены результаты с разницей в 1,12% (стр.108), что также может являться погрешностью эксперимента и не отражать динамики процессов.
9. Предложенная соискателем схема обработки КМПОБ 6 % раствором HCl не отражает вопроса по гомогенизации сырья в целях его полной обработки для нейтрализации влияния CaCO_3 и усреднения показателей качества как компонента шихты, не отражен вопрос входного контроля качества минерального отхода бурения.
10. На рис. 10 автореферата ошибка в подписи осей X – приведена температура сушки, вместо температуры обжига.

Вышеуказанные замечания не влияют на общую положительную оценку диссертации Дубинецкого В.В.

**Заключение о соответствии диссертации критериям, установленным
Положением о присуждении ученой степени**

Диссертация Дубинецкого Виктора Валерьевича представляет собой самостоятельно выполненную, законченную научно-квалификационную работу на актуальную тему, в которой содержится решение научной задачи по разработке научно-обоснованных технологических решений, обеспечивающих получение керамического кирпича с применением карбонатсодержащего минерального продукта отхода бурения и умеренно-пластичной глины-суглинка в соответствии с требованиями ГОСТ 530-2012, имеющей значение для развития отрасли керамических материалов и изделий, энергосберегающих технологий и решения экологических проблем.

В связи с вышеизложенным, считаю, что диссертационная работа «Керамический кирпич полусухого прессования с применением минеральных продуктов отходов бурения» соответствует критериям пп. 9-14 Положения о присуждении ученых степеней (Постановление Правительства РФ от 24.09.2013 г. №842 в действующей редакции) для диссертаций, предъявляемых на соискание ученой степени кандидата технических наук, а ее автор Дубинецкий Виктор Валерьевич заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.1.5 Строительные материалы и изделия.

Официальный оппонент:

доктор технических наук, профессор
(специальность 05.23.05 –
«Строительные материалы и
изделия»), заведующий кафедрой
«Строительные материалы»
ФГБОУ ВО «Донской
государственный технический
университет»



Котляр Владимир
Дмитриевич

Согласен на включение моих персональных данных в документы, связанные с работой диссертационного совета и их дальнейшую обработку



Котляр В.Д.

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Донской государственный технический университет»

Адрес университета: 344000, РФ, г. Ростов-на-Дону, ул. Гагарина, 1.

Тел.: +7 (928) 904-72-25 E-mail: diatomit_kv@mail.ru

Сайт: <https://donstu.ru>

Подпись и данные Котляра В.Д.
заверяю

17.04.2024



Ученый секретарь
Ученого совета ДГТУ
Анисимов В.Н.