

ОТЗЫВ ОФИЦИАЛЬНОГО ОППОНЕНТА

доктора технических наук **Тюкилиной Полины Михайловны**
на диссертационную работу Фирсина Алексея Александровича
«Модификация нефтяных битумов вторичными полиэтиленами»,
представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук
по специальности 1.4.12. Нефтехимия

Диссертационная работа Фирсина А.А. посвящена исследованию нефтяных битумов кровельных марок и особенностям их модификации полиэтиленами высокого давления вторичного происхождения (переработанными пластиковыми отходами). Проведенные в оппонируемой работе исследования развивают и углубляют представления о дисперсной структуре нефтяных битумов и особенностях ее формирования в разных условиях.

Производство битумных материалов в России растет на протяжении последних лет. Основным направлением при этом является увеличение производства высококачественных марок битума с высокими эксплуатационными показателями для нужд дорожного и гражданского строительства. Получение таких битумов возможно при модификации обычных битумов путем ввода в них полимерных компонентов различного типа, при этом применение переработанных полимеров решает еще и экологические проблемы, связанные с их утилизацией. Однако, в настоящее время вовлечение полимеров вторичного происхождения затрудняется сложностью подбора и оперативной корректировки рецептур, связанной с нестабильностью параметров и состава полимеров, поэтому вопросы, рассмотренные в данной работе, несомненно являются **актуальными**.

Структура и объем работы. Диссертация Фирсина А.А. изложена на 118 страницах и включает введение, литературный обзор (глава 1), экспериментальную часть (глава 2), обсуждение полученных результатов (глава 3), заключение и список литературы из 168 источников.

В первой главе (литературный обзор) приведены основные способы производства нефтяных битумов в России и мире, а также характеристика основных групповых компонентов битума и их влияние на эксплуатационные свойства конечных материалов. Рассмотрены представления о дисперсной структуре битума. Показаны основные принципы и особенности модификации битумов, а также тенденции применения новых методов для исследования битумов и битумно-полимерных смесей. Большая часть обзора посвящена оценке современного состояния вопросов рециклинга и вторичного использования полимерных отходов различными научными группами.

Во **второй главе** описаны объекты и методы исследования. Выбор кровельных марок битума разных производителей обоснован различным происхождением сырья, использованного при их производстве. Приведено подробное описание используемых методик определения группового состава и алгоритмов термических экспериментов, в том числе с использованием методов жидкостно-адсорбционной и газовой хроматографии, ИК-Фурье спектроскопии, термического анализа, динамического механического анализа, а также флуоресцентной микроскопии и программных алгоритмов.

В **третьей главе** представлены данные, полученные в результате проведенных экспериментов по исследованию битумов, их компонентов и особенностей формирования дисперсной структуры, выполненных с привлечением современных методов термического анализа. Приведенные выводы и рассуждения подтверждаются дополнительными сериями экспериментов по исследованию модельных битумных систем, определению оптимальной длительности и температуры выдерживания для обеспечения «созревания» битума и материалов на его основе. Представлены данные по исследованию выбранных образцов вторичных полиэтиленов высокого давления с различными температурами плавления и молекулярно-массовым распределением. Приведены результаты исследования образцов битумно-полимерных смесей с различным процентным содержанием трех типов полиэтилена. Определена оптимальная дозировка полиэтилена и его тип, исходя из диапазона его температуры плавления. Предложена методика оценки совместимости полимера с битумом, которая может использоваться для ускоренного подбора или корректировки рецептур битум-полимерных смесей и для обеспечения стабильного качества продукции

Завершает работу **заключение**, в котором сформулированы основные выводы проведенного диссертационного исследования. Выводы в полной мере отражают достигнутые в ходе исследования результаты. Использование комплекса физико-химических методов анализа, а также сопоставление полученных результатов с литературными данными обеспечивают **высокую достоверность полученных результатов**.

В целом, работа написана хорошим научным языком, легко читается. Диссертационная работа выполнена на высоком уровне, содержит новые научные результаты, которые могут быть использованы для разработки новых технологий получения высококачественных полимер-модифицированных кровельных битумных материалов. Все главы диссертационной работы взаимосвязаны и дополняют друг друга, создавая впечатление о работе как о целостном законченном научном исследовании. Следует отметить, что в диссертации проанализирован большой объем экспериментального материала, полученного различными физико-химическими методами, что

потребовало от диссертанта, наряду с навыками хорошего экспериментатора, показать высокий уровень теоретической подготовленности и специальных знаний для интерпретации полученных данных. Фирсиным А.А. изучен современный отечественный и зарубежный литературный материал по теме работы, проведены экспериментальные исследования по влиянию группового химического состава исходного битума, свойств и структуры модификатора на устойчивость структуры полученного полимер-модифицированного вяжущего. Работа хорошо оформлена и проиллюстрирована рисунками и таблицами. Диссертационная работа Фирсина Алексея Александровича является законченной научно-квалификационной работой, в которой представлены оптимальные пути решения задач, важных для нефтехимии.

Научная новизна исследований и полученных результатов определяется совокупностью представленных данных, интерпретация которых позволила выявить закономерности формирования дисперсной структуры нефтяных битумов и определить вклад отдельных групповых компонентов битума в ее формирование, в том числе при введении в состав битума вторичных полиэтиленов, в диапазоне температур эксплуатации битумных материалов. Выявлены закономерности структурных и фазовых переходов в битумах и битумных материалах в зависимости от температурно-временных рамок, что оказывает значительное влияние на эксплуатационные показатели и стабильность полученных смесей.

Практическая значимость диссертационной работы заключается в определении оптимальных условий приготовления битум-полимерных материалов на основе кровельных марок битума и вторичных полиэтиленов высокого давления, дозировок и температурно-временных условий их получения и хранения. Разработан подход к оценке качества распределения полимера в смеси с применением программных алгоритмов обработки информации. Накопленный практический материал по микроструктуре может применяться в процессе производства полимерно-битумного вяжущего, а также для пополнения нейросетевой модели. Полученные результаты носят как фундаментальный, так и прикладной характер и являются весьма перспективными.

По материалам работы опубликовано 26 работ, в том числе 5 статей в российских рецензируемых научных изданиях из перечня рекомендованных ВАК Министерства науки и высшего образования Российской Федерации, 12 статей в журналах, входящих в реферативные базы Web of Science и Scopus, 1 статья в других источниках, 8 публикаций в трудах конференций различного уровня.

Автореферат полностью отражает положения и результаты, представленные в диссертации, ее основное содержание, новизну и практическую значимость.

Однако, при прочтении диссертационной работы возникли следующие **вопросы, замечания и предложения**:

1. Чем обусловлен выбор объектов исследования для модификации, учитывая, что указанные в исследовании марки битума выпускаются также и рядом других крупных НПЗ?

2. В диссертационной работе подробно рассмотрена возможность метода температурно-модулированной дифференциальной сканирующей калориметрии для исследования формирования в образцах битума надмолекулярных структур различного типа, и также приводится интерпретация получаемых при этом эффектов. Возможно ли использование данного метода при изучении других битумных вяжущих для подбора типа модификатора?

3. Чем обоснован выбор критериев отбора «наиболее удачных композиций битума»: температура размягчения менее 70 °С, температура хрупкости не выше -15 °С и динамическая вязкость при 60 °С не выше 2000 Па*с, т.к. качество конечного продукта, битум-полимерной композиции, не представлено?

4. Представляет интерес возможность реализации разработанного подхода к оценке совместимости битума с конкретной партией полиэтилена. Контроль микроскопией (согласно схеме) происходит, когда смесь битума с полимером уже находится в реакторе. Предусмотрена ли оценка структуры битума до начала промышленного производства, т.е. до введения в реактор?

5. В диссертационной работе детально и качественно описаны 1 и 2 главы, однако, в автореферате эти главы, в частности, объекты и методы исследования, практически не освещены, что затрудняет восприятие материала без прочтения полного текста диссертации.

6. Данные по существующей потребности строительной отрасли в кровельных материалах на территории РФ или отдельных субъектах не представлены, что было бы полезно в качестве обоснования заявленного автором объема утилизации вторичного полиэтилена (420 тыс. тонн).

Отмечу, что сделанные замечания не влияют на положительную оценку работы и не ставят под сомнение ее основные выводы.

Считаю, что диссертационная работа «Модификация нефтяных битумов вторичными полиэтиленами» по своей актуальности, новизне, научной и практической значимости, объему исследований и достигнутым результатам полностью отвечает квалификационным требованиям ВАК РФ (п. 9 «Положения о присуждении ученых степеней»), утвержденного

постановлением Правительства Российской Федерации от 24.09.2013 г. № 842 в действующей редакции), предъявляемым к кандидатским диссертациям. В рецензируемой научно-квалификационной работе изложены научно-обоснованные технологические решения, имеющие существенное значение для нефтехимии и для развития страны, поскольку содержат решение задачи, связанной с разработкой новых строительных материалов на основе кровельных битумов и решением проблем утилизации вторичных полиэтиленов. Автор диссертационной работы – Фирсин Алексей Александрович заслуживает присуждения ему ученой степени кандидата технических наук по специальности 1.4.12. Нефтехимия.

Официальный оппонент,
заместитель генерального директора
по инженерно-техническому сопровождению
и внедрению акционерного общества
«Средневожский научно-исследовательский
институт по нефтепереработке»,
доктор технических наук
(2.6.12. Химическая технология топлива
и высокоэнергетических веществ)
446200, Самарская область,
г. Новокуйбышевск, ул. Научная, д. 1
+7 (846) 353-59-50

tukilinapm@sni.rosneft.ru

Тюкилина

Тюкилина Полина Михайловна

16.05.2024.

Подпись Тюкилиной П.М. удостоверяю

Секретарь ученого совета АО «СвНИИ НП», к.х.н.

М.В. Бабинцева



Сход. № 05-864d
«22» 05 2024.
Подпись *М.В. Бабинцева*