

Заключение диссертационного совета 24.2.312.06, созданного на базе
федерального государственного бюджетного образовательного учреждения
высшего образования «Казанский национальный исследовательский
технологический университет», Министерство науки и высшего образования
Российской Федерации,
по диссертации на соискание ученой степени кандидата наук

аттестационное дело № _____
решение диссертационного совета от 06.06.2024 г. № 6

О присуждении Фирсину Алексею Александровичу, гражданину
Российской Федерации, ученой степени кандидата технических наук.

Диссертация «Модификация нефтяных битумов вторичными
полиэтиленами» по специальности 1.4.12. Нефтехимия принята к защите 26
марта 2024 г., протокол №4, диссертационным советом 24.2.312.06,
созданным на базе федерального государственного бюджетного
образовательного учреждения высшего образования (ФГБОУ ВО)
«Казанский национальный исследовательский технологический
университет», Министерство науки и высшего образования Российской
Федерации, 420015, г. Казань, ул. К. Маркса, 68; совет утвержден приказом
Минобрнауки России №1219/нк от 18.12.2019 г.; приказом Минобрнауки
России №561/нк от 03.06.2021 совету 24.2.312.06 установлены полномочия
по защите диссертаций на соискание ученой степени кандидата наук, на
соискание ученой степени доктора наук на срок действия номенклатуры
специальностей.

Фирсин Алексей Александрович, 1991 года рождения, в период
подготовки диссертации являлся аспирантом очной формы обучения
кафедры химической технологии переработки нефти и газа (с 01.10.2014 по
30.09.2018) федерального государственного бюджетного образовательного
учреждения высшего образования «Казанский национальный

исследовательский технологический университет» (ФГБОУ ВО «КНИТУ»), в 2018 году окончил аспирантуру по направлению подготовки 04.06.01 Химические науки в ФГБОУ ВО «Казанский национальный исследовательский технологический университет». В настоящее время Фирсин Алексей Александрович работает в должности старшего преподавателя кафедры химической технологии переработки нефти и газа ФГБОУ ВО «Казанский национальный исследовательский технологический университет», Минобрнауки России.

Диссертация выполнена на кафедре химической технологии переработки нефти и газа ФГБОУ ВО «Казанский национальный исследовательский технологический университет», Минобрнауки России.

Научный руководитель – доктор технических наук, профессор Башкирцева Наталья Юрьевна, заведующая кафедрой химической технологии переработки нефти и газа ФГБОУ ВО «Казанский национальный исследовательский технологический университет».

Официальные оппоненты:

- **Тюкилина Полина Михайловна**, доктор технических наук, заместитель генерального директора по инженерно-техническому сопровождению и внедрению акционерного общества «Средневолжский научно-исследовательский институт по нефтепереработке» (г. Новокуйбышевск),

- **Туманян Борис Петрович**, доктор технических наук, профессор, федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Российский государственный университет нефти и газа (национальный исследовательский университет) имени И.М. Губкина» (г. Москва), кафедра технологии переработки нефти, профессор,

дали положительные отзывы на диссертацию.

Ведущая организация – **федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Пермский национальный исследовательский политехнический университет»**, в

своим положительным отзыве, подписанном доктором технических наук, профессором, заведующим кафедрой химической технологии Рябовым Валерием Германовичем, указала, что диссертация Фирсина Алексея Александровича «Модификация нефтяных битумов вторичными полиэтиленами» соответствует критериям, установленным п. 9 «Положения о присуждении ученых степеней» (Постановление Правительства РФ №842 от 24.09.2013 в действующей редакции), и представляет собой законченную научно-квалификационную работу, в которой решена актуальная задача нефтехимии – разработка научных основ и подходов к вовлечению полимеров вторичного происхождения в производство качественных строительных битумных материалов, а Фирсин А.А. заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 1.4.12. Нефтехимия.

Соискатель имеет 26 опубликованных работ по теме диссертации, из них 5 статей (объем 27 страниц) в журналах, входящих в Перечень ведущих рецензируемых научных журналов и изданий, рекомендованных ВАК Минобрнауки России, 12 статей (объем 82 страниц) в изданиях, входящих в реферативную базу Scopus, 1 статья (объем 5 страниц) в прочих рецензируемых изданиях, 8 публикаций в трудах конференций различного уровня. В диссертации отсутствуют недостоверные сведения о работах, опубликованных соискателем ученой степени, заимствованный материал без ссылки на автора и (или) источник заимствования, а также результаты научных работ, выполненных Фирсиным Алексеем Александровичем в соавторстве, без ссылок на своих соавторов. Авторский вклад соискателя составляет более 85 %.

Наиболее значимые работы соискателя:

1. Фролов, И.Н. Интерпретация эндотермических эффектов на ДСК термограммах битумов / И.Н. Фролов, Н.Ю. Башкирцева, М.А. Зиганшин, **А.А. Фирсин** // Нефтепереработка и нефтехимия. – 2017. – №. 6. – С. 13–17.
2. Okhotnikova, E.S. Plastic properties and structure of bitumen

modified by recycled polyethylene / E.S. Okhotnikova, Y.M. Ganeeva, I.N. Frolov, T.N. Yusupova, **A.A. Firsin** // Petroleum Science and Technology. – 2018. – V. 36, N. 5. – P. 356–360.

3. Okhotnikova, E.S. Thermal and structural characterization of bitumen by modulated differential scanning calorimetry / E.S. Okhotnikova, Y.M. Ganeeva, I.N. Frolov, M.A. Ziganshin, **A.A. Firsin**, A.H. Timirgalieva, T.N. Yusupova // Journal of Thermal Analysis and Calorimetry. – 2020. – V. 142, N. 1. – P. 211–216.

На автореферат диссертации поступили отзывы от: **Аюпова Д.А.**, кандидата технических наук, доцента кафедры технологии строительных материалов, изделий и конструкций ФГБОУ ВО «Казанский государственный архитектурно-строительный университет»; **Пустынникова А.Ю.**, кандидата технических наук, руководителя направления по НИОКР и технологической экспертизе ООО «Газпромнефть-Битумные материалы»; **Тыщенко В.А.**, доктора технических наук, доцента, заведующего кафедрой химической технологии переработки нефти и газа, **Максимова Н.М.**, доктора химических наук, доцента, доцента той же кафедры ФГБОУ ВО «Самарский государственный технический университет»; **Урчевой Ю.А.**, кандидата технических наук, руководителя проектов ООО «Газпромнефть-Битумные материалы»; **Давлетшина А.Р.**, доктора технических наук, директора департамента прикладных научных исследований и разработок АО «Институт нефтехимпереработки».

Все отзывы положительные. Имеются замечания, рекомендации и вопросы: 1. Из автореферата не очевидна обоснованность вывода о необходимости применения для модификации битумов полиэтиленов с широким молекулярно-массовым распределением. (**Аюпов Д.А.**); 1. При сравнении групповых составов исходных и модельных битумов (Таблицы 2 и 3) более удобно использовать одинаковые порядок и наименование групп углеводородов. 2. Известно, что битум-полимерные композиции (БПК) на основе полиолефинов обладают склонностью к расслаиванию при

длительном хранении при повышенных температурах. Изучение зависимости устойчивости к расслаиванию БПК от коэффициента равномерности распределения полиэтилена могло бы дополнить выполненные исследования. (Пустынников А.Ю.); 1. Стр.9. Чем обусловлен выбор интервала температур эксплуатации для БПК: температура размягчения не менее 70°C и температура хрупкости не выше -15°C? Каким видам и маркам промышленно используемых битумов он соответствует? 2. Возможно ли для экспрессной оценки свойств применять рентгенофазовый анализ? (Тыщенко В.А., Максимов Н.М.).

Выбор официальных оппонентов проводился из числа специалистов, компетентных в области исследования и разработки битумов, битумных материалов, полимерно-битумных вяжущих, и обосновывался их публикационной активностью в этой области и способностью дать профессиональную оценку новизны и научно-практической значимости диссертационного исследования.

Ведущая организация – федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Пермский национальный исследовательский политехнический университет» широко известна своими исследованиями в области переработки тяжелого углеводородного сырья, совершенствования технологии получения товарных нефтепродуктов, в том числе и нефтяных битумов. Исследования широко отражены в публикациях ведущих ученых кафедры химической технологии (В.Г. Рябов, А.С. Ширкунов, А.Н. Чудинов, А.В. Долгих и др.): в ведущих российских и международных изданиях, таких как «Химия и технология топлив и масел», «Вестник Пермского национального исследовательского политехнического университета. Химическая технология и биотехнология»; «Известия высших учебных заведений. Серия: Химия и химическая технология» и др.; в монографиях и учебных пособиях.

Диссертационный совет 24.2.312.06 отмечает, что наиболее существенные результаты исследований соискателя и их научная

новизна заключаются в следующем:

- *впервые получены данные* о структурно-фазовых переходах в битуме, и выявлен вклад отдельных групповых компонентов в данные процессы с использованием метода температурно-модулированной дифференциальной сканирующей калориметрии, позволяющей исследовать данные переходы в совокупности, не разрушая физическую структуру образца.

- *определены подходы* к созданию новых битум-полимерных строительных материалов с применением переработанных полиэтиленов высокого давления;

- *получены данные*, описывающие различия в конечных характеристиках битумов и битум-полимерных материалов в зависимости от температуры и времени их выдерживания (хранения) после приготовления, что оказывает значительное влияние как на свойства материала, так и на его стабильность и однородность.

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:

- *определен подход* к отбору модификатора на основе переработанных полиэтиленов высокого давления путем их компаундирования для получения необходимого интервала плавления смеси в зависимости от состава битума;

- *показана возможность* использования метода температурно-модулированной дифференциальной сканирующей калориметрии для определения совместимости полимера и битума;

- *разработан алгоритм* для исследования микрофотографий получаемых битум-полимерных смесей с помощью цифровой обработки для оценки распределения полимерной фазы и стабильности смеси.

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

- *определены оптимальные параметры и дозировки* вторичных полиэтиленовых модификаторов для исследуемых битумов, исходя из их группового состава и закономерностей формирования надмолекулярной структуры;

- предложены критерии выбора битумов и полиэтиленовых модификаторов для производства битум-полимерных кровельных материалов, стабильных при хранении и обладающих достаточно высокими эксплуатационными свойствами, на основе совокупных представлений о формировании совместных надмолекулярных структур компонентами битума и молекулами полимера. Полученные составы имеют на 20 % меньшую себестоимость по сравнению с коммерческими модификаторами типа стирол-бутадиен-стирольными.

Оценка достоверности результатов исследования выявила:

Полученные Фирсиным Алексеем Александровичем результаты диссертационного исследования достоверны, так как основаны на экспериментальных данных, полученных с использованием современного оборудования и аналитических методов исследования, а также с применением стандартных и апробированных методик.

Научные положения выражены в виде четких формулировок, теоретические представления об изменениях компонентного состава, надмолекулярной структуры и свойств битум-полимерных композиций в зависимости от марки битума и состава модификатора имеют научное обоснование, выводы в работе базируются на полученных результатах, проведенных теоретических и экспериментальных исследованиях, которые полностью согласуются с поставленной целью и сформулированными задачами диссертационного исследования.

Личный вклад соискателя состоит в планировании и выполнении экспериментальных исследований по изучению особенностей совмещения битумов разных марок и переработанных полиэтиленов высокого давления, а также сравнительном анализе составов и свойств исходных реагентов и конечных продуктов с использованием аналитических методов, обработке полученных результатов и опубликовании данных, полученных в ходе выполнения работы.

В ходе защиты диссертации были высказаны следующие критические

замечания: для изучения поверхностей образцов вяжущих необходимо применять атомную силовую микроскопию; рекомендовано в дальнейших исследованиях для изучения процессов образования, ассоциации, самоорганизации и перестройки надмолекулярных структур, а также экспресс оценки содержания групповых компонентов и осаждения высокомолекулярных компонентов в модифицированных различного рода полимерами битумных вяжущих использовать метод импульсного ЯМР.

Соискатель Фирсин Алексей Александрович согласился с замечаниями, ответил на заданные в ходе заседания вопросы и привел собственную аргументацию.

Диссертационная работа Фирсина Алексея Александровича соответствует паспорту специальности 1.4.12. Нефтехимия по следующим направлениям исследований: п. 1. Химический состав нефти: анализ, исследование свойств и закономерностей распределения, выделения и использования классов и групп соединений (парафины, нафтены, ароматические углеводороды, серо-, азот- и кислородсодержащие соединения, смолистые, асфальтеновые и металлсодержащие компоненты); в части п. 5. Глубокая переработка нефти, утилизация побочных продуктов и отходов. Мероприятия по охране окружающей среды в процессах нефтехимии. Научное обоснование принципов и разработка методов прогнозирования, предупреждения и ликвидации последствий загрязнения окружающей среды при техногенных авариях и катастрофах на объектах нефтехимической отрасли промышленности.

Рекомендации по использованию результатов диссертационного исследования:

Материалы и результаты диссертационного исследования могут быть использованы в организациях, занимающихся научными исследованиями фундаментального и прикладного характера в области нефтехимии, разработкой технологий производства битум-полимерных материалов строительного назначения, модификаторов и различных добавок для

битумных смесей, а именно: ООО «Газпромнефть-битумные материалы», ООО «РН-Битум», АО «Средневолжский научно-исследовательский институт по нефтепереработке», ПАО «Лукойл», ООО «ЛЛК-Интернешнл».

Результаты диссертационной работы могут быть использованы в научных и образовательных организациях: ФГАОУ ВО «Казанский (Приволжский) федеральный университет», ФГБОУ ВО «Казанский национальный исследовательский технологический университет», ФГАОУ ВО «Российский государственный университет (РГУ) нефти и газа (НИУ) имени И.М. Губкина», «ИОФХ им. А. Е. Арбузова – обособленное структурное подразделение ФГБУН ФИЦ КазНЦ РАН», ФГБОУ ВО «Санкт-Петербургский горный университет императрицы Екатерины II», ФГАОУ ВО «Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого», ФГБОУ ВО «Уфимский государственный нефтяной технический университет», ФГАОУ ВО «Пермский национальный исследовательский политехнический университет», ФГБОУ ВО «Сибирский государственный автомобильно-дорожный университет (СибАДИ)», ФГБОУ ВО «Московский автомобильно-дорожный государственный технический университет (МАДИ)» и др.

Диссертационным советом сделан вывод, что рассматриваемая диссертация является научно-квалификационной работой и завершенным научным исследованием и соответствует п. 9 «Положения о присуждении ученых степеней».

На заседании 06.06.2024 г. диссертационный совет 24.2.312.06 принял решение присудить Фирсину Алексею Александровичу ученую степень кандидата технических наук по специальности 1.4.12. Нефтехимия за решение научной задачи по разработке подходов к получению составов битумно-полимерных композиций для производства кровельных материалов на основе переработанных полиэтиленов высокого давления и битумов товарных марок, обладающих улучшенными характеристиками и стабильностью.

При проведении тайного голосования диссертационный совет 24.2.312.06 в количестве 17 человек, из них 8 докторов наук по специальности 1.4.12. Нефтехимия, участвовавших в заседании, из 22 человек, входящих в состав совета, проголосовал: за – 17, против – нет, недействительных бюллетеней – нет.

Председатель
диссертационного совета,
д.х.н., доцент

Ученый секретарь
диссертационного совета,
к.т.н., доцент



Handwritten signature

Handwritten signature

Светлана
Владимировна
Шилова

Елена
Анатольевна
Емельянычева

06 июня 2024 г.