ОТЗЫВ

официального оппонента, доктора технических наук, доцента Аюпова Дамира Алиевича на диссертационную работу Фазылзяновой Гульнур Рафисовны «Повышение седиментационной стабильности битумных вяжущих, модифицированных вторичными полиэтиленами», представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 1.4.12. Нефтехимия

Рецензируемая работа состоит из введения, 6 глав, заключения, списка литературы из 182 источников, приложения. Содержит 138 страниц машинописного текста, в том числе 34 таблиц и 35 рисунков.

Актуальность темы диссертационной работы

В настоящее время важнейшим направлением развития нефтехимии является управление коллоидной устойчивостью и свойствами тяжелых нефтяных систем. Одним из наиболее перспективных и экономически целесообразных путей улучшения нефтяных дисперсных систем выступает их модификация полимерами, в том числе вторичными полиэтиленами, что одновременно решает важную экологическую задачу утилизации полимерных отходов. Однако с фундаментальной точки зрения нефтехимии все положительные эффекты модификации нивелируются склонностью битумно-полимерных вяжущих (БПВ) к термодинамически обусловленному фазовому разделению, коалесценции дисперсной фазы и седиментационной нестабильности при высокотемпературном хранении и транспортировке. Нарушение коллоидного равновесия системы делает невозможным прогнозирование ее эксплуатационных характеристик. Таким образом, актуальность темы диссертационной работы Фазылзяновой Г.Р., направленной на решение фундаментальной проблемы стабилизации нефтяных дисперсных систем и предотвращения их расслоения на сегодняшний день не вызывает сомнений.

Новизна исследований и достоинства работы

Среди наиболее значимых результатов, обладающих научной новизной и практической ценностью, следует выделить следующие:

1. Проведен системный анализ влияния фракционного состава битума на седиментационную стабильность БПВ. Убедительно показано, что коллоидная стабильность битума не коррелирует с седиментационной стабильностью вяжущего, а решающую роль играют содержание парафинонафтеновых углеводородов (стабилизаторы) и асфальтенов (дестабилизаторы).

2. Выявлен и экспериментально подтвержден эффект одновременной разнонаправленной сегрегации полимерной и асфальтеновой фаз при высокотемпературном хранении БПВ, что объясняет некорректность оценки стабильности только по реологическим параметрам.

3. Разработана оригинальная экспресс-методика оценки седиментационной стабильности БПВ по данным калориметрии с количественным определением полимера в верхнем и нижнем слоях.

4. Установлено влияние структуры вторичного полиэтилена (полиэтилена высокой плотности (ПЭВП), линейного полиэтилена низкой плотности (ЛПЭНП), полиэтилена низкой плотности (ПЭНП)) на фазовое поведение и совместимость с битумом, а также показана принципиальная возможность получения стабильных БПВ на основе ПЭВП и ПЭНП за счет оптимизации технологических параметров.

5. Изучена кинетика расслоения БПВ, показано, что процесс потери седиментационной устойчивости является кинетически контролируемым и зависит от типа полимера.

6. Предложены альтернативные способы получения БПВ с улучшенными свойствами, в том числе с использованием отработанного нефтесодержащего сорбента на основе ЛПЭНП, что позволяет получать вяжущие с расширенным эксплуатационным интервалом.

7. Результаты работы прошли широкую апробацию и подтверждены актами внедрения на предприятиях реального сектора экономики (АО «Татнефтехиминвест-Холдинг», ООО «Контур», ООО «ТЭПС»), что подтверждает их высокую практическую значимость.

Теоретическая и практическая значимость работы

Теоретическая значимость работы заключается в расширении представлений о коллоидно-химических процессах, протекающих в битумных дисперсных системах при введении полимерных модификаторов, и о роли отдельных компонентов битума (асфальтенов, смол, парафинонафтеновых углеводородов) в обеспечении седиментационной устойчивости.

Практическая значимость подтверждена разработкой конкретных технологических режимов получения стабильных БПВ, а также справками о внедрении результатов исследования на предприятиях, занимающихся производством и модификацией битумов.

Степень обоснованности и достоверности научных положений, выводов и рекомендаций

Достоверность полученных результатов подтверждается применением комплекса современных взаимодополняющих физико-химических методов анализа (ДСК, ИК-Фурье, РФА, ЭПР, ГЖХ, масс-спектрометрия), воспроизводимостью экспериментальных данных и согласованностью результатов лабораторных исследований с данными опытно-промышленных испытаний.

Оценка содержания диссертации и ее завершенности

Диссертация построена по классической схеме. Во введении обоснована актуальность, сформулированы цель и задачи, научная новизна и практическая значимость. В первой главе представлен подробный литературный обзор, посвященный проблемам модификации битумов и методам повышения их стабильности. Вторая глава содержит характеристики объектов и методов исследования. Третья глава посвящена изучению состава и свойств нефтяных битумов и структуры вторичных полиэтиленов. В четвертой главе подробно исследовано поведение вторичных ПЭ в битумной матрице, включая модельные системы. Пятая глава содержит результаты изучения

седиментационной стабильности БПВ на основе товарных битумов и разработанную экспресс-методику. В шестой главе приведены результаты подбора технологических параметров и альтернативных способов получения стабильных БПВ. Работа завершается обоснованными выводами. Текст диссертации изложен логично, технически грамотным языком, оформление соответствует требованиям, предъявляемым к кандидатским диссертациям.

Замечания по диссертационной работе

Несмотря на общую высокую оценку работы, к ней имеется ряд вопросов и замечаний, требующих пояснений:

1. Предложенная формула для расчета степени сегрегации предполагает баланс масс ($P_1+P_2=2P_{исх}$), но при анализе отбрасывается средняя часть цилиндра, из-за чего $(P_1+P_2)/2$ уже не отражает исходное состояние системы. Кроме того, в предложенном методе расчет строится на линейной зависимости энтальпии от концентрации с использованием единого значения $\Delta H_{ПЭ}$ (для чистого полимера). Однако в верхнем слое полимер находится в сильно набухшем состоянии, его кристалличность падает, и удельная энтальпия плавления отличается от таковой в нижнем слое или у исходного сухого ПЭ. Использование единой константы без учета степени набухания приводит к искажению при пересчете массовых долей.

2. В работе постулируется наличие «прямой корреляции между степенью набухания ПЭ и интенсивностью сегрегации смеси» (стр. 11 автореферата, стр. 91 диссертации). Однако этот тезис противоречит ряду экспериментальных данных работы:

2.1 согласно табл. 5 автореферата, табл. 4.4 и табл. 4.7 диссертации, в Масле 2 с преобладанием ПНУ степень набухания всех ПЭ значительно выше, чем в Масле 1. Однако степень их сегрегации при этом, наоборот, ниже (рис. 2 автореферата, рис. 4.9, рис. 4.13 диссертации).

2.2 на рис. 5.2 (стр. 106 диссертации) показана обратная картина. Если следовать логике «прямой корреляции», вяжущее, модифицированное ПЭВП (обладающим минимальным набуханием 1,2; 1,96), должно быть самым стабильным. В действительности при базовых условиях вяжущее с ПЭВП расслаивается быстрее всех (степень сегрегации полимера достигает 100% уже через 2 часа), а медленнее всех расслаивается система на основе ПЭНП. При этом вяжущее с ЛПЭНП, обладающим максимальным набуханием (до 3,19), вообще не удается стабилизировать технологическими параметрами: степень сегрегации остается 200%.

3. В работе присутствует необъясненный переход от независимости к сильной зависимости набухания от структуры полимера при переходе от индивидуальных растворителей к сложным средам. В разделе 4.1 автор делает вывод, что «степень набухания практически не зависит от структуры полиэтилена». Однако в разделе 4.2 и главе 6 показано, что в минеральных маслах и реальных битумах структура ПЭ играет определяющую роль: ЛПЭНП и ПЭНП набухают значительно сильнее, чем ПЭВП, а их поведение при высокотемпературном хранении принципиально различается.

4. В работе не раскрыт механизм стабилизации вяжущих с ПЭВП. Согласно табл. 5 автореферата и табл. 4.4 диссертации (стр. 83), ПЭВП обладает наименьшей степенью набухания в маслах и быстро восстанавливает свою кристаллическую структуру (стр. 85). Однако, как показано на рис. 4 автореферата и рис. 6.1 диссертации (стр. 109), длительное перемешивание (до 600 мин) делает вяжущее с ним наиболее стабильным (степень сегрегации ~5%). Если ПЭВП имеет минимальное сродство к среде, остается неясным, за счет какого физико-химического механизма 10-часовое перемешивание обеспечивает вяжущему с ним наилучшую седиментационную стабильность.

5. В работе присутствует неразрешенное противоречие между результатами, полученными на индивидуальных растворителях (раздел 4.1), и результатами, полученными на минеральных маслах (раздел 4.2). С одной стороны, при изучении индивидуальных растворителей автор делает вывод, что «наибольшая степень набухания вторичных ПЭ наблюдается в среде ароматических и нафтеновых углеводородов» (о-ксилол, декалин), а в среде алканов (н-декан) она минимальна (стр. 10 автореферата, стр. 78, 80 диссертации). На основании этого делается вывод о «высокой совместимости ПЭ с нафтеновыми УВ» (стр. 10 автореферата, стр. 80 диссертации). С другой стороны, при переходе к модельным средам (маслам) устанавливается, что степень набухания ПЭ значительно выше в Масле 2, где преобладают парафинонафтеновые углеводороды (88% ПНУ, 12% ароматики), по сравнению с Маслом 1, содержащим равное количество ПНУ и ароматики (45% и 55% соответственно).

6. 10-часовой нагрев при 180 °С означает значительные энергозатраты, резкое падение производительности и, главное, термоокислительное старение самого битума. Автору следовало бы обосновать, оправдывает ли достигаемая степень сегрегации негативное влияние на эксплуатационные свойства вяжущего.

7. Единый физико-химический принцип управления совместимостью вторичных полиэтиленов с битумом не сформулирован.

Указанные замечания носят дискуссионный характер, не снижают общей положительной оценки работы и не влияют на ее главные научные и практические результаты.

Соответствие автореферата и опубликование результатов

Автореферат в полной мере отражает основное содержание диссертационной работы. По теме диссертации опубликовано 20 работ, из которых 7 статей (в том числе 5 в изданиях, рекомендованных ВАК РФ, и 2 в базе Scopus) и 13 тезисов докладов. Публикации в полном объеме отражают основные положения диссертации.

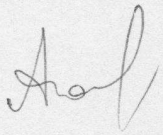
Заключение о соответствии диссертации критериям, установленным Положением о порядке присуждения ученых степеней

Анализ материалов диссертационной работы позволяет сделать вывод, что исследование Фазылзяновой Гульнур Рафисовны на тему «Повышение седиментационной стабильности битумных вяжущих, модифицированных вторичными полиэтиленами» представляет собой завершенную научно-

квалификационную работу, в которой решена важная научная задача разработки и научного обоснования новых технических и технологических решений по повышению стабильности БПВ, имеющая существенное значение для нефтехимической и строительной отраслей. Содержание диссертации соответствует специальности 1.4.12. Нефтехимия.

С учетом актуальности темы, новизны полученных научных результатов и их практической значимости считаю, что настоящая диссертационная работа полностью отвечает требованиям п. 9 «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденного постановлением Правительства Российской Федерации № 842 от 24.09.2013 г. (в действующей редакции), предъявляемым к диссертациям на соискание ученой степени кандидата наук, а ее автор, Фазылзянова Гульнур Рафисовна, достойна присуждения ученой степени кандидата технических наук по научной специальности 1.4.12. Нефтехимия.

Официальный оппонент:
Аюпов Дамир Алиевич
доктор технических наук (2.1.5 – Строительные материалы и изделия), доцент,
ведущий инженер
Службы по композиционным материалам
Центра обслуживания бизнеса
ПАО «Татнефть» им. В.Д. Шашина
423450, Республика Татарстан, г. Альметьевск, ул. Ленина, д. 75.
Тел.: +7(8553) 37-11-11
Факс: +7(8553) 30-78-00
E-mail: tnr@tatneft.ru

подпись 

«02» 11 2026 г.
дата

Подпись Д. А. Аюпова заверяю:

Начальник отдела управления персоналом
Центра обслуживания бизнеса
ПАО «Татнефть» им. В.Д. Шашина



_____ / И.В. Плетюхин/ «02» 11 2026 г.
подпись дата

Вход. № 05-9232
«16» 11 2026 г.
подпись