

ВІДГУК

офіційного опонента на дисертаційну роботу Малого Євгена Івановича за темою «Наукові основи способів модифікації вугілля та вугільних шихт для отримання доменного коксу високої якості», що представлена на здобуття наукового ступеня доктора технічних наук у спеціалізованій вченій раді Д 08.084.05 за спеціальністю 05.17.07 – хімічна технологія палива і паливно-мастильних матеріалів

Дисертаційна робота (ДР) присвячена вирішенню важливого науково-технічного завдання, а саме залучення у виробництво доменного коксу більших кількостей вітчизняного низькометаморфізованого кам'яного вугілля марки Г. Виходячи з вищенаведеного, **актуальність** роботи не викликає сумніву. У ході досліджень автором здійснено розширення, поглиблення і систематизацію уявлень про процес модифікації вугілля з поганою здатністю до спікання з метою його подальшого застосування у якості компонентів шихти процесу коксування. Дана модифікація здійснюється принципово новим способом – внаслідок застосування продуктів деструкції органічної маси вугілля (ОМВ) ще нижчого ступеня вуглефікації. Це дасть змогу залучати у процес виробництва доменного та, можливо, інших видів коксу значно більші кількості газового й довгополум'яного вугілля, поклади яких є найбільшими в Україні.

В роботі чітко сформульовані **мета та задачі** дослідження. Ретельне ознайомлення з дисертацією дозволяє стверджувати, що вони виконані.

Варто зауважити, що заплановані дослідження проводилися у рамках науково-дослідних робіт, перелік яких подано у вступі дисертаційної роботи.

Наукова новизна ДР полягає в тому, що її автор вперше розробив та/або розширив уявлення про ряд наукових положень у галузі високотемпературного коксування вугілля, а саме:

- запропоновано новий підхід до вивчення процесу утворення пластичного стану та спікання у ході коксування модифікованого вугілля, для чого використано модельні суміші на основі пеку та термоантрациту;
- обгрунтовано застосування для модифікування вугілля марки Г легких продуктів, що утворюю у ході різних процесів термічної деструкції кам'яного вугілля найнижчих ступенів метаморфізму (марок ДГ та Д), які раніше в процесі коксування вугілля практично ніколи не застосовувалися. Доведено гіпотезу, що основними речовинами, які містяться у вищезгаданих легких продуктах термодеструкції вугілля марок ДГ і Д та проявляють модифікуючий ефект, є фенол та його похідні;
- запропоновано здійснювати модифікування вугілля марки Г внаслідок його сумісного нагрівання з вугіллям марки ДГ. При цьому останнє нагрівалося з більшою швидкістю та до вищих температур, внаслідок чого продукти

- термодеструкції ОМВ марки ДГ модифікували вугілля марки Г. Після модифікування вугілля марки Г за пластометричними показниками та коксівною здатністю наближалось до вугілля марки Ж;
- встановлено, що внаслідок модифікування вугілля марки Г та його подальшого використання у шихті вихід коксу може збільшуватися або зменшуватися, міцнісні характеристики можуть не змінюватися або покращуватися, що залежить, першочергово, від складу шихти та способу коксування;
 - за результатами теоретичних та експериментальних досліджень доведено можливість використання для модифікування вугільної шихти високочастотного опромінення;
 - на основі аналізу отриманих характеристик термічно підготовленого в надвисокочастотному опроміненні вугілля з поганою здатністю до спікання, розмір зерна якого знаходився у межах 0,5-6 мм, встановлено, що у випадку дії надвисокочастотного опромінення протягом 300-400 с змінюються (покращуються) пластометричні властивості та, відповідно, коксівна здатність досліджуваного вугілля марки Г внаслідок перебігу реакцій (покращуються) пластометричні властивості та, відповідно, коксівна здатність досліджуваного вугілля марки Г внаслідок перебігу реакцій перерозподілу водню. Тому автором запропоновано здійснювати попередню термічну обробку (перед процесом коксування) не всієї шихти, а тільки окремих її компонентів низького ступеня метаморфізму, що мають погану здатність до спікання.

Практична значимість описаних у дисертації досліджень дисертації не викликає сумніву, оскільки отримані результати дали змогу на КХВ ПАТ «АМК» у 2010 – 2012 роках провести промислові випробування і отримати кокс з покращеними якісними характеристиками, а також розробити рекомендації щодо складання вугільних шихт з підвищеним вмістом вугілля низького ступеня вуглефікації, наприклад, на ПАТ «АрселорМіттал Кривий Ріг».

У більшості випадків після модифікування вугілля марки Г спостерігалось збільшення виходів коксу та/або його найбільш крупних фракцій.

Слід відмітити, що експериментальні результати та їх інтерпретація використовуються в навчальному процесі п'яти вищих навчальних закладів України.

Оцінка обґрунтованості наукових положень в дисертації, їх достовірності і новизни. Наукові положення, висновки та рекомендації, що сформульовані в роботі, теоретично обґрунтовані, а їх достовірність підтверджується результатами експериментальних, промислових і теоретичних досліджень. Використання широкого комплексу сучасних і класичних методів дослідження та кваліфікована інтерпретація експериментальних даних в межах поставлених завдань привели автора до одержання достовірних результатів та дозволили зробити аргументовані висновки.

Аналіз змісту і структура дисертаційної роботи.

Дисертаційна робота Малого Є.І. складається з вступу, основної частини (6-ти розділів), висновків та списку літературних джерел (253 найменування) і 14-ти додатків. Робота викладена на 290 стор., містить 81 рисунок і 68 таблиць. Обсяг роботи, зайнятий переліком посилань та додатками складає 63 стор.

У «Вступі» сформульовано мету і задачі досліджень, наукову новизну, стан проблеми та її актуальність, а також практичне значення одержаних результатів. Наведено дані стосовно складу дисертаційної роботи, її апробації, кількості публікацій.

У розділі 1 «Аналіз сучасних методів модифікації вугілля та вугільної шихти як сировини для отримання доменного коксу» здійснено огляд критичний огляд літератури з посиланням як на «класичні» роботи, виконані у минулому столітті, так і сучасну періодичну та патентну літературу. З цього огляду і аналізу логічно випливає необхідність розробки нового технологічного підходу до модифікації тільки кам'яного вугілля низького ступеня вуглефікації з поганою здатністю до спікання.

У розділі 2 «Основи методології та експериментальна база досліджень», обґрунтовано вибір об'єкту та предмету досліджень, описано методики експериментів і аналізів, які використовувалися в роботі, наведено показники якості вихідних речовин.

У розділі 3 «Теоретичні основи моделювання процесу модифікації в складних гетерогенних системах» подані результати великого об'єму різноманітних експериментальних досліджень, основними з яких є вивчення складу, властивостей і структури суміші зв'язуючого (пеку) та наповнювача (термоантрациту), що дало змогу моделювати процес модифікації низькометаморфізованого вугілля та його подальшу поведінку у ході термічних перетворень. Дані дослідження також дозволили обґрунтувати та вибрати основний модифікатор, що застосовувався у подальших дослідженнях, а саме смолу, яка отримується під час термодеструкції органічної маси вугілля марок ДГ або Д, чи окремих фракцій цієї смоли. Структура розділу побудована логічно, описи експериментальних результатів, у більшості випадків, є послідовними та зрозумілими.

У розділі 4 «Теоретичні основи модифікації вугілля та шихти продуктами КВС слабкоспікливого вугілля» вивчено комплекс закономірностей процесу хімічної модифікації вугілля та шихт різноманітних складів компонентами кам'яновугільної смоли. Розглянуто вплив основних чинників на вихід та якість продуктів коксування (першочергово, коксу); запропоновано пояснення отриманих закономірностей.

У розділі 5 «Термічна підготовка вугілля з використанням ІВЧ-опромінення як процес модифікації властивостей вугілля та вугільних шихт» описано технологічні принципи впливу надвисокочастотного опромінення на

властивості речовин органічного походження та експериментальні дослідження підготовки (модифікації) низькометаморфізованого вугілля з допомогою НВЧ-хвиль. Експериментально показано, що введення такого модифікованого вугілля у склад шихти приводить до поліпшення показників якості доменного коксу та/або збільшення його виходу.

Розділ 6 «Дослідження і розробка комплексу заходів щодо модифікації вугілля та вугільної шихти» має технологічне й економічне спрямування. Шостий розділ також присвячений проведенню опису промислових досліджень.

Публікації та апробація результатів роботи. За темою дисертації Євгена Івановича опубліковано 42 наукових праці, з них 25 статей у фахових виданнях (13 статей входять до наукометричної бази Scopus), 4 патенти України, 13 тез доповідей на наукових конференціях. Всі основні положення дисертаційної роботи висвітлені в наукових публікаціях. Вклад автора у вирішення питань, які виносяться на захист, є основним.

Зауваження та дискусійні положення.

1. Стиль викладення роботи характеризується рядом недоліків, а саме:
 - в «Актуальності» практично не наведено конкретних недоліків існуючих методів модифікації вугільної шихти, яка застосовується у промисловому коксуванні;
 - в підрозділах «Наукова новизна» та «Висновки» подано мало значень технічних параметрів (чинників) технологій модифікації, які було вперше встановлено у ході експериментальних досліджень;
 - у розд. 2 не наведено характеристик вихідного вугілля марки Д;
 - на ст. 114, 119, 125 (розд. 3) подано методики дослідження та аналізу, характеристики вихідних речовин, які логічно наводити у розд. 2 «Основи методології та експериментальна база досліджень»;
 - у розд. 5 (ст. 253-259) описано технологічні й економічні аспекти модифікації вугілля з допомогою НВЧ-опромінення. Цю інформацію доцільно навести у розд. 6, який, власне, має технологічне та економічне спрямування;
 - у ДР подано інформацію про розроблені математичні моделі різних процесів модифікації та їх оптимізацію на базі даних моделей. Проте практично відсутня інформація про методики розроблення моделей; перевірку їх адекватності; критерії функцій відклику, які приймали за оптимальні при знаходженні необхідних чинників процесу. Такі інформацію доцільно наводити у додатках.

2. У п. 2.2.2 подано опис всіх (за виключенням однієї, яку наведено окремо у п. 2.2.3) методик здійснення досліджень процесу модифікації вугілля та/або шихти без розділення на окремі підпункти. У цьому ж пункті наведено

характеристики вихідних зразків вугілля чи шихти, методику аналізу виходу коксу та основних летких продуктів при високотемпературному коксуванні. Така відсутність системного викладення матеріалу надзвичайно утруднює його сприйняття.

3. Починаючи зі ст. 116-117, автором описано вибір оптимальних умов модифікації пеку фенолом. У табл. 3.1 наведено вміст α , β , γ фракцій до та після модифікації пеку за температури 160 °С, а у табл. 3.2 та на рис. 3.5, який, до речі, дублює дані табл. 3.2, наведено зміну вмісту цих фракцій ($\Delta\alpha$, $\Delta\beta$, $\Delta\gamma$) у випадку модифікації при 140 °С. Надалі автор стверджує, що оптимальною температурою модифікації є 140 °С і це встановлено на основі математичного моделювання, не наводячи при цьому критеріїв, які лягли в основу визначення оптимальної температури. Відсутність критеріїв визначення оптимальних параметрів (не вказано якого результату у ході моделювання хотів досягнути автор) та різноплановість даних табл. 3.1, 3.2 не дають змогу погодитися чи заперечити правильність визначення оптимальної температури модифікації та вимагають додаткових пояснень.

4. Для підтвердження основного впливу на процес модифікації вугілля марки Г сполук ряду фенолу бажано б було у розд. 3 порівняти результати, отримані внаслідок оброблення цього вугілля кам'яновугільною смолою (КВС) та смолою, з якої вилучили фенольну фракцію.

5. Не зрозумілими є причини наведення у дисертації наступних досліджень і теоретичних положень, їх зв'язок із темою роботи:

- опис смол, отриманих з бурого вугілля (ст. 125-126);
- результати вивчення брнкетування термоантрациту та пеку (починаючи зі ст. 136).

6. На початку розд. 4 автор наводить результати дериватографічних досліджень вихідних зразків вугілля марок Д, ДГ, Г. Для більш повного опису у відмінностях поведінки різних типів вугілля під час нагрівання без доступу повітря логічним видавалося б наведення графічних залежностей хімізму термічних перетворень (температур початку інтенсивної деструкції ОМВ, переходу у пластичний стан тощо) від ступеня метаморфізму (виходу летких, вмісту вуглецю тощо).

7. У дисертації занадто скрупульозно описано ряд загальноновідомих закономірностей (наприклад, ст. 148-149). Також не зрозуміло навіщо здійснювалися аналіз робіт інших авторів та симуляція з допомогою спеціальних програм (ст. 161). На основі цього було встановлено можливий хімізм термічних перетворень ароматичних сполук з довгими боковими ланцюгами (табл. 4.2, ст. 164), хоча давно відомо, що дані сполуки під час нагрівання перетворюються у голоядерну ароматику, що супроводжується відривом бокових аліфатичних ланцюгів.

8. Для опису хімізму й механізму впливу летких продуктів деструкції

ОВМ вугілля марки ДГ на характеристики вугілля Г автор часто вживає термін «збільшення ресурсів водню». На мою, коректно вживати терміни «збільшення вмісту водню», «зменшення вмісту ароматичних і ненасичених структур внаслідок їх гідрування». Також, для більш повного доведення гіпотези про те, що у ході модифікації вугілля марки Г парами летких речовин смоли деструкції, отриманої з вугілля ДГ, відбуваються реакції синтезу (об'єднання макромолекул) з подальшим/паралельним їх гідруванням, доцільно було б порівняти елементний аналіз вихідного та модифікованого вугілля марки Г.

9. Не є зрозуміло, навіщо у табл. 4.14-4.17 подано характеристики ряду коксів, отриманих із вихідних зразків вугілля без порівняння з коксами, одержаними з модифікованих зразків. Адже у цих таблицях є також порівняння зразків, отриманих з немодифікованих й модифікованих видів сировини.

10. У дисертації не приділено достатньої уваги напрямку застосування твердого залишку, отриманого з вугілля марки ДГ, у випадку його коксування для отримання речовин, які будуть модифікувати спікливе вугілля. У ДР лише здійснена спроба запропонувати його застосування як сировини для отримання пиловугільного палива (табл. 6.1), хоча не зрозуміло яким чином можна отримати зольність твердого залишку після коксування до 10 % мас. при її значенні у вихідному вугіллі 9,8 % мас.

11. В тексті дисертації присутні ряд відносно некоректних назв, термінів, неточності: «досліджували на в'язкість» (визначали в'язкість?) (ст. 74), «вільний водень» (атомарний?, молекулярний?) (ст. 80), «речовинний склад газу» (компонентний склад?) (ст. 94), «масова доля» (масова частка?) (ст. 106), «підвергаються» (піддаються?) (ст. 123), перший абзац ст. 122 повторює останні абзац ст. 121, «з'єднання смоли» (сполуки смоли?) ст. 127, перше речення ст. 170: на рис. 4.11 та 4.1 наведена не та інформація, яка вказана у тексті, «участь» (вміст?, склад?) (табл. 4.4), «мета- та пара-...орто-фенол» (таких сполук нема; є мета-, пара-, орто- похідні (гомологи) фенолу) (ст. 110), табл. 4.14-4.17: нема примітки, що означає виноска ¹, табл. 5.2: нема примітки стосовно чисельника і знаменника, табл. 5.10: середній розмір зерен не може позначатися двома цифрами (наприклад, 0-1), ст. 248: посилання на неіснуючу табл. 5.16.

Висновок. Зазначені зауваження суттєво не впливають на загальну позитивну оцінку роботи та визнання її значення для сучасної коксохімічної науки. Частина зауважень стосується стилю оформлення роботи.

Дисертаційна робота Малого Євгена Івановича «Наукові основи способів модифікації вугілля та вугільних шихт для отримання доменного коксу високої якості» є цілісною завершеною працею, яка вирішує масштабну науково-прикладну проблему: розробку комплексу технологічних заходів модифікації вугільних шихт з підвищеним вмістом вугілля низького ступеня вуглефікації

для одержання доменного коксу високої якості. Дисертаційна робота та автореферат написані українською мовою. Зміст автореферату висвітлює основні аспекти роботи.

Дисертаційна робота має наукове та практичне значення і за ступенем обґрунтування викладених науково-теоретичних і практичних положень, достовірністю та новизною наукових результатів, висновків і рівнем виконаних експериментів, обробки й аналізу їх результатів повністю відповідає вимогам до докторських дисертацій згідно п. 9, 10, 12 «Порядок присудження наукових ступенів і присвоєння вченого звання старшого наукового співробітника» (Постанова Кабінету Міністрів України від 24.07.2013 р. №567).

Автор дисертаційної роботи – Малий Євген Іванович – зарекомендував себе зрілим вченим, здатним вирішувати масштабні науково-технологічні задачі та заслуговує присудження наукового ступеня доктора технічних наук за спеціальністю 05.17.07 – хімічна технологія палива і паливно-мастильних матеріалів.

Д.т.н., проф. кафедри хімічної технології
переробки нафти та газу Національного
університету "Львівська політехніка"



Пиш'єва С.В.

"Підпис д. т. н., проф.
Пиш'єва С.В. завіряю"
Вчений секретар Національного
університету "Львівська політехніка"



Брилінський Р.Б.