

## **О Т З Ы В**

официального оппонента, доктора технических наук, доцента

Столбоушкина Андрея Юрьевича,

на диссертационную работу Шакуровой Наталии Васильевны по теме: «Повышение морозостойкости керамического кирпича регулированием процессов структурообразования», представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.14. – Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов

**Актуальность темы диссертационного исследования.** Развитие строительной отрасли всегда соответствовало уровню достижений науки и техники своего времени. В наш современный век, характеризующийся повальной цифровизацией и созданием искусственного интеллекта, значительно возросли потребности в создании материалов с высокими эксплуатационными характеристиками: супертвердых, суперпрочных, суперстойких и др. Применительно к стеновым керамическим материалам значительно возросли требования к прочности и морозостойкости кирпича. В частности, нормативные марки по морозостойкости изделий сегодня определяются интервалом от F25 до F300.

Диссертационная работа Шакуровой Наталии Васильевны как раз посвящена повышению морозостойкости керамического кирпича. Автор совершенно оправданно связала зависимость морозостойкости керамического черепка, как пористо-капиллярного твердого тела, со структурной организацией материала. Под структурой обычно понимают пространственное расположение и соотношение между собой слагающих материал компонентов различного фазового состава, включая и газообразную фазу.

Общеизвестно, что тип, форма, размеры и другие характеристики пор определяют их отношение к воздействию отрицательных температур в увлажненном состоянии. С этой точки зрения, они, в упрощенном виде, могут быть морозоопасными или морозобезопасными и, в конечном итоге, оказывают значительное влияние на морозостойкость кирпича.

В процессе исследования автором выявлены зависимости влияния фазового состава глинистого сырья, модуля крупности песчаной добавки, способа формования и температуры обжига изделий на процессы структурообразования и организацию порового пространства керамического черепка. Предложены количественные критерии прогнозирования, позволяющие оценивать морозостойкость изделий.

Таким образом, основной целью диссертационного исследования является повышение морозостойкости керамического кирпича за счет «целенаправленного» формирования рациональной поровой структуры, а рецензируемая работа по степени важности и актуальности не вызывает никаких сомнений.

**Степень обоснованности научных положений и выводов диссертационной работы.** Научные положения, выводы и практические рекомендации, сделанные в диссертационной работе Шакуровой Н.В., базируются на основных законах физической химии силикатных материалов и общепринятых положениях в технологии керамического кирпича. По результатам литературного обзора и анализа данных научных и практических исследований в области процессов структурообразования пористо-капиллярных систем автором сформулированы рабочая гипотеза, цель и задачи исследований. На их основе ей была разработана методология исследования, включающая четыре этапа, и проведены научные исследования с использованием стандартных и прецизионных методик. Таким образом, степень обоснованности научных положений, выводов и рекомендаций по повышению морозостойкости керамического кирпича за счет регулирования процессов структурообразования не вызывает сомнений.

**Достоверность научных результатов** подтверждена использованием автором проверенного и аттестованного оборудования, современных апробированных методов, включающих рентгенофлуоресцентный, рентгенофазовый, дифференциально-термический анализы, лазерную гранулометрию, сканирующую электронную микроскопию и другие современные методы исследования. Диссертационная работа включает большой объем экспериментальных исследований, при проведении которых использован комплексный методологический подход. Полученные результаты не противоречат законам естествознания и сопоставимы с результатами исследований, выполненных другими учеными в данной области.

**Структура и объем диссертационной работы.** Для отзыва представлена диссертация и автореферат. Диссертация изложена на 169 страницах машинописного текста и состоит из введения, 5 глав и заключения, содержит 62 рисунка, 33 таблицы и 6 приложений. Список используемых источников насчитывает 157 наименований.

*Во введении* приводится обоснование актуальности темы диссертационной работы, излагаются цель и задачи исследований, научная новизна, теоретическая и практическая значимость, представлены основные положения, выносимые на защиту, и сведения об апробации результатов исследований.

*В первой главе* (стр. 10-39) Шакурова Н.В. представляет обзор научной литературы по влиянию различных факторов на формирование пористой структуры керамического черепка, проводит анализ влияния формы и размера пор на морозостойкость изделий. Соискатель описывает взаимосвязь поровой структуры и гидрофизических свойств керамического материала, рассматривает существующие методы оценки и прогнозирования морозостойкости, что дает ей возможность предложить новый метод определения морозостойкости пористых материалов.

*Во второй главе* (стр. 40-73) рассмотрены объекты и методы экспериментального исследования, подробно описан метод определения эффективных размеров сечений капилляров по скорости капиллярного водонасыщения и приведена поэтапная методология диссертационного исследования, отражающая логическую последовательность проведения работ, начиная с исследования состава и свойств сырьевых материалов, факторов, влияющих на формирование пористой структуры, и заканчивая показателями качества керамического кирпича.

*В третьей главе* (стр. 74-104) автор приводит результаты исследования структурно-текстурных особенностей формирования керамического черепка в зависимости от минералогического состава и модуля крупности кварцевого песка. На примере трех модельных составов керамических шихт представлены комплексные исследования микроструктуры, энергодисперсионных спектров отдельных участков и минеральных фаз керамических материалов, обожженных при 1050 °С.

*В четвертой главе* (стр. 105-111) представлены результаты исследований по формированию оптимальной пористой структуры керамического черепка и предложен механизм образования такой структуры, включающий три этапа, с формированием на начальном этапе эффективных капилляров крупных размеров (предположительно 150-200 мкм) и последующем их укрупнении на конечном этапе за счет устранения мелких капилляров.

*В пятой главе* (стр. 112-130) приведены результаты разработки количественных критериев прогнозирования и оценки морозостойкости керамического кирпича.

*В приложениях* (стр. 153-169) приведены примеры расчета минералогического состава глины (приложение А), расчета площади петли гистерезиса (приложение Б), акт о результатах испытания кирпича на морозостойкость (приложение В), акт о внедрении результатов диссертационного исследования автора в учебный процесс БГТУ(приложение Г), патенты на изобретение способа определения морозостойкости пористых материалов (приложение Д, Е).

Материалы, представленные в диссертации, соответствуют паспорту научной специальности 2.6.14. – Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов.

**Научная новизна работы.** В соответствии с целью и задачами научного исследования Шакуровой Н.В. установлены новые научные результаты в области целенаправленного формирования поровой структуры керамики на основе глинистого сырья за счет регулирования смесевых и технологических факторов, обеспечивающего повышение морозостойкости керамических стеновых материалов. По мнению оппонента, наиболее значимые положения научной новизны заключаются в следующем:

- установлена зависимость между соотношением каолинита к монтмориллониту для смеси глинистых минералов в интервале 0,8-1,6, использованием кварцевого песка с модулем крупности 2,5-3,0 в исходной шихте и формированием в процессе обжига при 1050 °С пористой структуры керамического материала, содержащей поры с радиусом эффективных капилляров 70-100 мкм в количестве 65-75 % и поры с радиусом 10-15 мкм в количестве не менее 20 %, которая обеспечивает повышение морозостойкости керамического материала более 50 циклов попеременного замораживания и оттаивания.

- выявлен трехстадийный механизм образования оптимальной пористой структуры, включающий:

- формирование на *стадии сушики* первоначальной пористой структуры с преобладанием эффективных капилляров крупных размеров (150-200 мкм) за счет геометрического фактора (крупных зерен кварца);
- разрушение кристаллической структуры глинистых минералов и полиморфные превращения кварца на *стадии дегидратации* (540-710 °C), уменьшающие размер образовавшихся пор;
- увеличение количества пиропластичной фазы, снижение вязкости расплава и кристаллизацию гематита в поровом пространстве на *стадии обжига* (1000-1050 °C), приводящих к укрупнению крупных капилляров и устраниению мелких.

**Теоретическая значимость результатов работы** заключается в обобщении полученных автором результатов научных исследований по влиянию смесевых и технологических факторов, включающих соотношение количества глинистых минералов диформного и триформного пакетного строения кристаллической решетки, модуль крупности кварцевого песка, температурный режим, на параметры пористой структуры керамики, что позволило дополнить теоретические сведения о процессах структурообразования керамического черепка, обеспечивающих повышение морозостойкости материала.

**Практическая значимость результатов работы** заключается в разработке способа определения морозостойкости пористых материалов, предназначенного прежде всего для испытания керамического кирпича. Техническим результатом изобретения автора является сокращение времени и упрощение методики проведения испытаний на морозостойкость. При более широкой апробации метода и корреляции полученных данных с результатами определения морозостойкости по ГОСТу, перспективным является внедрение разработанного автором способа на действующих кирпичных заводах.

**Личный вклад автора в получение результатов, изложенных в диссертации.** Научные результаты, выносимые на защиту и составляющие основное содержание и новизну диссертационной работы, получены и сформулированы автором самостоятельно. Шакурова Н.В. лично принимала участие в разработке

методологической схемы диссертационного исследования, обосновании и выборе современных экспериментальных методов исследования пористой структуры керамического черепка, проведении экспериментов по определению физико-химических и физико-механических свойств керамических материалов.

**Степень завершенности и качество оформления диссертационной работы.** Диссертация Шакуровой Н.В. является завершенным научным исследованием, выполненным на актуальную тему, содержит ряд новых научных результатов, имеющих практическую ценность, и соответствует по содержанию и структуре специальности 2.6.14. – Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов. Пункты заключения по итогам выполненного исследования вполне конкретны и обоснованы. Следует отметить соблюдение методологии и последовательный подход при постановке и проведении экспериментов. Диссертация написана хорошим техническим языком, однако по тексту встречаются досадные опечатки, в основном связанные с пунктуацией, и отдельные несогласованные словосочетания, не носящие принципиального характера (стр. 12, 14, 15, 16, 19, 31, 34 и др.).

В автореферате на диссертационную работу достаточно полно раскрыто ее содержание и сохранено структурное построение. Основные результаты диссертации опубликованы в 15 печатных работах, в том числе 4 статьи в рецензируемых научных изданиях, рекомендованных ВАК РФ, получено два патента РФ на изобретение.

**Замечания по диссертации и автореферату.** При положительной оценке диссертационной работы Шакуровой Н.В. по тексту диссертации и авторефера-та имеются следующие замечания:

1. При формулировании цели диссертационного исследования на стр. 5 диссертации и на стр. 3 авторефера автором заявлена «*Разработка научно-технологических основ формирования макро- и микроструктуры керамического черепка с высокими эксплуатационными показателями...*». На мой взгляд, Наталия Васильевна обозначила очень глобальную тему, раскрыть которую весьма не просто даже в диссертации более высокого уровня. По мнению оппонента, цель работы заключалась, исходя из названия, в повышении морозостойкости керамического кирпича регулированием процессов структурообразования.

В качестве одного из аргументов можно отметить, например, весьма узкую постановку первой задачи: «*исследование структурно-текстурных особенностей формирования керамического черепка в зависимости от соотношения количества каолинита к количеству монтмориллонита и модуля крупности кварцевого песка*». Для разработки научных основ нужны более глубокие обобщения на уровне соотношения глинистых минералов различного пакетного строения кристаллической решетки, увязанные с химическим составом глинистого сырья.

2. При формулировании научной новизны диссертационного исследования на стр. 5-6 диссертации и на стр. 4 авторефера пункты 1 и 2, по мнению оппонента, следовало бы объединить и изложить в редакции, предложенной на стр. 4 настоящего отзыва при описании научной новизны. В качестве аргументации можно отметить, что для «*установления закономерностей управления процессами структурообразования с целью повышения морозостойкости...*» выявление взаимосвязей между соотношением каолинита к монтмориллониту в интервале 0,8-1,6 и использованием кварцевого песка с модулем крупности 2,5-3,0 не кажется полностью достаточным. Кроме того, образование «*пор первого типа с радиусом эффективных капилляров 70-100 мкм*» и «*пор второго типа с радиусом 10-15 мкм*», заполненных гематитом» не является общепринятым определением в классификации и характеристике пор, о чем свидетельствуют и данные литературного обзора, выполненного автором.

3. При описании классификации с выделением промежуточной группы пор, предложенной Н.А. Лоховой в литературном источнике [16], ссылка на проф. Геннадия Ильича Бердова является неоправданной. По мнению оппонента, более уместным по этому вопросу следовало бы сослаться на работу А.С. Беркмана и И.Г. Мельниковой.

4. В первой главе нарушены порядок и соответствие нумерации пунктов 1.1, (стр. 17), 1.2 (стр. 22), 1.6 (стр. 32), 1.7 (стр. 38) в оглавлении и по тексту диссертации.

5. При анализе литературы в главе 1.3. «*Способы регулирования пористой структуры материалов*» автор допускает неоднозначную и не совсем корректную аргументацию и терминологию. Например, в абзаце на стр. 22 диссертации «*Для достижения оптимальных структурных характеристик, обеспечивающих ... формируют поры малого размера, не представляющие опасности с точки зрения морозостойкости.*» упоминается о тех случаях, когда состав глин не соответствует области морозостойких материалов на тройной диаграмме гранулометрического состава. При этом существуют различные тройные диаграммы состояния глинистых пород и пригодности глин по гранулометрическому составу (диаграмма для полнотелого кирпича, диаграмма Винклера, диаграмма Униморандо и др.), в которых не обозначены области морозостойкости материалов, не понятно, о какой идет речь в работе? Учитывая, что единой общепринятой и четкой классификации пор в зависимости от размера на сегодняшний день нет, не ясно, что подразумевается под порами среднего и малого размера? Не корректны и не имеют однозначной интерпретации также выражения «...повысить прочность керамического кирпича и его долговечность на несколько циклов», «...формирования более крупной - морозостойкой структуры керамического черепка» (стр. 24) и др.

6. Во второй главе при характеристике минерального состава исследуемого глинистого сырья автор не всегда точно определяет его тип. Например, по результатам рентгенофазового анализа (стр. 55-57) глина Саздинского месторождения отнесена к каолинит-монтмориллонитовому типу, однако, по ГОСТ 9169-75\* «Сырье глинистое для керамической промышленности. Классификация» данная глина относится к полиминеральному типу.

7. При описании результатов термического анализа таблицы на стр. 59 «Данные по ДТА глинистых минералов» и на стр. 66 «Расчетный минералогический состав глин» имеют одинаковую нумерацию. Также в таблице на стр. 59 вызывает большое сомнение интерпретация экзотермического эффекта высокой интенсивности при 980-990 °С, связанного с образованием новой кристаллической фазы – муллита, что противоречит общеизвестным научным данным.

8. При описании проведения экспериментальных исследований на стр. 68 способом полусухого прессования отмечено, что из молотого сухого порошка методом пульверизации готовился пресс-порошок. Не совсем понятно, что автор подразумевает под этим методом, т. к. в химической технологии метод пульверизации обычно подразумевает распыление растворов сжатым воздухом из специального пистолета. Также вызывает вопрос: чем обусловлено удельное давление прессования на второй ступени 30 МПа? По мнению оппонента, процесс полусухого прессования, прежде всего, требует исследования зависимости прессового давления от влажности и фракционного состава пресс-порошка, а в заводской практике этот параметр обычно не превышает 18-20 МПа.

9. Пункты 1 и 2 выводов по второй главе на стр. 73 представляют собой простую констатацию факта применения того или иного вида сырья, пункт 4 выводов является предположением и не имеет утвердительного характера.

10. В таблице 3.1 на стр. 74 при рассмотрении физико-механических и эксплуатационных характеристик керамического кирпича ООО «Тербунский гончар» не приведена расшифровка шифра кирпича. Также вызывают вопросы по сравнению результатов пористо-капиллярной структуры эталонного кирпича, рассчитанной по преобладающим радиусам эффективных капилляров, и пористо-капиллярной структуры заводского кирпича, определенной с использованием современных физико-химических методов, для корреляции результатов морозостойкости, определенной по ГОСТу и по методике Шакуровой Н.В.

11. По мнению оппонента, при исследовании микроструктуры методом СЭМ имеются несоответствия в масштабной линейке фотоизображений, выраженные на рис. 3.9, 3.10. и др.

В целом, указанные замечания не ставят под сомнение научные и практические результаты диссертационной работы и не сказываются на ее положительной оценке.

**Заключение о соответствии диссертации критериям, установленным Положением о присуждении ученых степеней.**

Диссертационная работа **Шакуровой Наталии Васильевны** представляет собой самостоятельно выполненную, законченную научно-квалификационную работу на актуальную тему, в которой **содержится решение научной задачи**, заключающейся в оптимизации процессов структурообразования керамического черепка и повышении морозостойкости керамических изделий, **имеющей значение для развития технологий силикатных и тугоплавких неметаллических материалов.**

В связи с вышеизложенным, считаю, что диссертационная работа на тему: «**Повышение морозостойкости керамического кирпича регулированием процессов структурообразования**» соответствует критериям пп. 9-14 Положения о присуждении ученых степеней (Постановление Правительства РФ № 842 от 24.09.2013 г. (в действующей редакции) для диссертаций, представленных на соискание ученой степени кандидата наук, а ее автор, Шакурова Наталия Васильевна, заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.14. Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов (технические науки).

Официальный оппонент:  
доктор технических наук  
(05.23.05 – строительные  
материалы и изделия), доцент,  
профессор кафедры инженерных  
конструкций, строительных  
технологий и материалов  
(ИКСТиМ)  
тел.: 8 (3843) 46-34-56  
e-mail: stanyr@list.ru



Столбоушkin  
Андрей Юрьевич

18 августа 2025 г.

ФГБОУ ВО «Сибирский  
государственный индустриальный  
университет»  
654007, Кемеровская область –  
Кузбасс, г. Новокузнецк,  
Центральный район,  
ул. Кирова, 42  
тел.: 8 (3843) 77-79-79  
e-mail: rector@sibsiu.ru  
сайт: <https://www.sibsiu.ru>

Подпись и реквизиты Столбоушкина А.Ю. удостоверяю.  
Начальник отдела кадров СибГИУ

Миронова Татьяна  
Анатольевна

