

Отзыв

официального оппонента

на диссертационную работу Докучаевой Анастасии Игоревны
на тему «Установление закономерностей термического разложения углей и критериев склонности к самовозгоранию», представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.8.6. – «Геомеханика, разрушение горных пород, рудничная аэrogазодинамика и горная теплофизика»

1. Актуальность темы

Актуальность темы диссертационной работы обусловлена необходимостью совершенствования применяемых в России методов определения склонности углей к самовозгоранию, в частности, метода расчета скорости сорбции кислорода углем, величина которой входит в уравнение определения инкубационного периода самовозгорания угля. На результаты определения химической активности угля по кислороду в условиях, приближенным к реальным (шахтным), влияют многие факторы, что вносит неточность в результаты определяемых величин.

Перспективным методом оценки склонности углей к самовозгоранию является термогравиметрический анализ (ТГА), который применяется для изучения свойств углей и подходит для точных и контролируемых измерений. Попытки адаптации метода ТГА для изучения склонности углей к самовозгоранию предпринимались многими учеными. Но до настоящего времени остались нерешенными такие важные задачи, как определение ТГ-показателя самовозгораемости, критерий разделения углей по склонности к самовозгоранию, которые должны лежать в основу методики определения категории опасности углей по самовозгоранию. Один из вопросов заключается в том, что необходимо считать показателем склонности к самовозгоранию: прирост массы на стадии окисления, объясняющийся сорбцией кислорода; скорость прироста массы; температуру начала реакции; температуру в максимуме реакции или температуры самонагревания и воспламенения, характерные для стадии сгорания летучих веществ в угле. Вторым важным вопросом является то, какие начальные данные (скорость нагрева, конечная температура нагрева, масса и размер образца и др.) задавать для анализа, поскольку выбранный режим анализа влияет на результат. В связи с этим цель диссертационной работы заключается в выявлении закономерностей термического разложения углей для установления критериев их склонности к самовозгоранию.

Тема диссертационной работы соответствует паспорту специальности 2.8.6 – «Геомеханика, разрушение горных пород, рудничная аэrogазодинамика и горная теплофизика».

2. Структура и основное содержание диссертационной работы

Диссертационная работа изложена на 129 страницах и состоит из введения, четырех глав, заключения, списка использованных источников, включающего 133 наименования, и одного приложения.

В первой главе автор приводит результаты анализа проблемы самовозгорания углей. Рассмотрены современные представления о процессе самовозгорания угля, основные теории и концепции механизма самовозгорания угля. Отмечено, что самой распространенной в России и за рубежом является теория комплекса уголь-кислород, объясняющая самовозгорание способностью угля вступать в реакцию с кислородом в

воздухе. Описаны причины самовозгорания угля и основные факторы, влияющие на самовозгорание, а также методы определения склонности угля к самовозгоранию.

Во второй главе приведены результаты лабораторного определения константы скорости сорбции кислорода пробами углей из пластов шахт Комсомольская и Воргашорская. Показано, что данный метод некорректен при значениях констант вблизи пороговых значений. Анализируемые пробы были исследованы с помощью сканирующей электронной микроскопии для изучения микроструктуры; проведены рентгенографические исследования для определения состава минеральной части углей; методом ТГА было изучено термическое разложение углей. Показано, что на ТГ-кривых при температурах 190-270 °С наблюдается различное увеличение массы образцов углей шахт Воргашорской и Комсомольской.

В третьей главе представлены выбор и обоснование режимов ТГА для выявления различий в протекании процессов термического разложения углей, склонных и не склонных к самовозгоранию. Разработана методика лабораторных исследований углей методом ТГА. В результате проведенной серии экспериментов и математического моделирования нагревания угля в тигле получено, что в качестве вводных параметров ТГА корректно использовать скорость нагрева 3 °С/мин до 500 °С. Показано, что выбранная скорость нагрева позволяет добиться более равномерного распределения температуры в образце. Нагрев до 500 °С позволил сократить время эксперимента вдвое и оказался достаточным для разделения углей на стадии окисления в низкотемпературной области.

В четвертой главе получены закономерности процессов термического разложения угля при нагреве до 500 °С. Представлены результаты определения и обоснования ТГ-показателя склонности углей к самовозгоранию и рассчитаны критерии для склонных и несклонных к самовозгоранию углей.

3. Анализ научных положений

В первом научном положении утверждается, что характерный вид термогравиметрических кривых, обусловленный приростом массы в низкотемпературной области, различается для углей, склонных и несклонных к самовозгоранию по величине прироста массы; температурам начала прироста и наклону ТГ-кривых, отвечающему за скорость прироста массы, что позволяет использовать метод ТГА для разделения углей по склонности к самовозгоранию.

Обоснование данного положения представлено в разделе 2.2.3 второй главы при описании результатов термического разложения углей при анализе проб углей, отобранных из пластов «Четвертый» шахты Комсомольская и «Мощный» шахты Воргашорская. Показано, что ход кривых для углей с установленной склонностью к самовозгоранию заметно отличается.

Во втором научном положении утверждается, что разработанная методика лабораторных исследований углей в зоне низкотемпературного разогрева до 500 °С с учетом обоснованного режима нагрева углей со скоростью 3 °С/мин позволяет обнаружить закономерности термического разложения, установить термогравиметрические показатели самовозгораемости и определить критерии склонности углей к самовозгоранию методом ТГА.

Его обоснование приведено в третьей главе диссертации. Показано, что при анализе ТГ- и ДТГ-кривых основные различия в поведении исследованных склонных и

несклонных к самовозгоранию углей наблюдаются в низкотемпературной области до 350 °С. Соответственно, нет необходимости нагревать угли до 1000 °С, как предлагалось раньше. Математическое моделирование нагревания угля в термогравиметре показало, что при скорости 3 °С/мин происходит более равномерное прогревание образца угля, предпочтительно не использовать более быстрое нагревание.

В третьем научном положении утверждается, что для склонных и несклонных к самовозгоранию углей установлены закономерности в диапазоне температур 120–350 °С. При этом для склонных к самовозгоранию углей характерны выраженные пики на ТГ-кривых за счет большей величины и скорости прироста массы, а также отмечена меньшая температура начала окисления по сравнению с углями, относящимся к не опасным по самовозгоранию. Разница среднего значения прироста масс в группах склонных и несклонных к самовозгоранию углей отличается более чем на 0,4 %.

В четвертом научном положении представлены критерии склонности углей к самовозгоранию, а также утверждается, что при нагреве со скоростью 3 °С/мин в среде с кислородом угли склонны к самовозгоранию при $M \geq 0,80\%$ и $T_{\text{нач}} < 175\text{ }^{\circ}\text{C}$ и несклонны – при $M \leq 0,65\%$ и $T_{\text{нач}} \geq 175\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Два последних положения обосновываются проведенными экспериментальными исследованиями воркутинских углей в четвертой главе диссертации и проверкой выполнения найденных критериев для некоторых склонных к самовозгоранию углей Кузнецкого бассейна.

4. Научная новизна работы

Основная новизна проведенного автором диссертационного исследования заключается в установлении оптимального режима термогравиметрического анализа углей и разработке методики лабораторного исследования углей методом ТГА для быстрого определения их склонности к самовозгоранию; установлении закономерностей термического разложения углей и обосновании критериев, позволяющих по термогравиметрическим параметрам (приросту массы M и температуре начала реакции сорбции кислорода), разделить угли по склонности к самовозгоранию

5. Практическая значимость

Установленные закономерности термического разложения углей дают представление о величине и скорости термического эффекта окисления углей при их саморазогреве и позволяют разделить угли на склонные и несклонные к самовозгоранию.

Разработанная методика лабораторных исследований методом ТГА позволила сократить время проведения лабораторных исследований и повысить точность получаемых величин при определении склонности углей к самовозгоранию. Полученные закономерности и установленные критерии склонности углей к самовозгоранию применяются при проведении лабораторных исследованиях углей в ИПКОН РАН.

6. Обоснованность и достоверность

Обоснованность и достоверность работы обеспечивается надёжностью и представительностью исходных данных, подтверждением теоретических выводов результатами экспериментальных и лабораторных испытаний, выполненных по апробированным методикам в ИПКОН РАН.

7. Публикации и апробация результатов работы

Положения и результаты диссертационного исследования были представлены автором на международных и отечественных конференциях, семинарах и симпозиумах.

Результаты исследований опубликованы в 15 научных работах (среди них 5 статей в изданиях, рекомендованных ВАК Минобрнауки России) и отражают содержание диссертации. Содержание автореферата соответствует основным положениям диссертации.

8. Замечания

В ходе прочтения работы возникли следующие замечания:

1. В главе 3 описывается эксперимент в нагревательной камере, но, к сожалению, недостаточно подробно описываются параметры камеры, характер протекания теплообменных процессов в ней (конвекция, диффузия, местоположение греющих элементов, типовой размер исследуемых проб).
2. По рисунку 25 не ясно, почему температура воспламенения определяется как точка пересечения нуля кривой скорости изменения массы (т.е. когда скорость изменения массы становится положительной). Автор ссылается на работу [71], но в этом источнике также отсутствует ответ на указанный вопрос. Вдобавок к этому не ясно, является ли рисунок 25 схематичным, или он получен авторов работы.
3. На основании какой фактуры задавались теплофизические свойства угля (теплоемкость, теплопроводность) при проведении моделирования, описанного в п.3.1.2.? Насколько мне известно, они могут существенно варьироваться в зависимости от типа угля, его состава.
4. К сожалению, в работе не поясняется в какой именно области проводился численный расчет тепловых потоков. Только в самом образце угля? Или также в представленных на рисунке 30 областях воздуха и тигеля? Было бы замечательно, если бы автор подробнее рассказал о том, какие физические процессы учитывались при расчете тепловых процессов внутри угля. Также непонятно как задавались граничные условия.
5. При обсуждении кривых на рисунке 42 и рассуждении о незначительности влияния фракции на результат ТГА не достает количественного анализа рассогласований между кривыми. Возникает вопрос о том, какое отклонение может считаться незначительным.
6. После рисунка 50 автор пишет, что разница прироста масс для склонных и несклонных к самовозгоранию образцов не зависит от скорости нагрева и одинакова при любых скоростях нагрева камеры термогравиметра. Но в работе исследован вполне конкретный диапазон скоростей нагрева от 3 до 10 °C/мин.
7. В разделе 4.3 диссертации автор описывает проведенную апробацию критериев на углях Кузнецкого каменноугольного бассейна, но не приводит информации о составе проб К1-К3. Также не ясно, как эти три пробы соотносятся с пробами 1-6, которые представлены далее в этом разделе диссертации, и для которых автор приводит характеристики их состава.
8. На стр. 103 диссертации вводится понятие «скорость потери массы», которое измеряется в относительных единицах. Однако нигде не поясняется, как происходит пересчет из размерных физических величин к безразмерным относительным единицам. Также не ясно, почему при символической записи скорости потери массы ($\Delta m/\Delta t$) используется вертикальная, а не косая черта, ведь, по сути, данное выражение есть производная по времени.

Указанные замечания не снижают общей положительной оценки научных результатов и практической значимости диссертационной работы.

9. Общее заключение по диссертации

В диссертации Докучаевой Анастасии Игоревны «Установление закономерностей термического разложения углей и критериев склонности к самовозгоранию» на основе выполненных автором теоретических и экспериментальных исследований решена актуальная научная задача обоснования критериев разделения углей по склонности к самовозгоранию, определенных методом термогравиметрического анализа, на основе установленных закономерностей термического разложения углей в низкотемпературной области, имеющей важное практическое значение для прогноза самовозгорания углей в угледобывающей отрасли.

Диссертация соответствует требованиям пунктов 9-14 «Положения о порядке присуждения ученых степеней» от 24 сентября 2013 г. N 842, а ее автор, Докучаева Анастасия Игоревна, заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.8.6 «Геомеханика, разрушение горных пород, рудничная аэрогазодинамика и горная теплофизика».

Официальный оппонент
ученый секретарь «ГИ УрО РАН»,
заведующий лабораторией
математического
моделирования геотехнических
процессов,
доктор технических наук

Семин
Михаил Александрович

e-mail: seminma@inbox.ru, Тел.: +7 (909) 106-20-67

«Горный институт Уральского отделения Российской академии наук» – филиал Федерального государственного бюджетного учреждения науки Пермского федерального исследовательского центра Уральского отделения Российской академии наук

Подпись Семина Михаила Александровича удостоверяю,

Главный специалист по кадрам
«27» апреля 2024 года.

С.Г. Дерюженко

