

АННОТАЦИЯ

**диссертации на соискание степени доктора философии (PhD)
Джексембаевой Асель Ермековны на тему «Обеспечение качества
ремонтных цементных смесей для объектов производственной,
инженерной, социальной инфраструктуры АПК» по специальности
6D073200 «Стандартизация и сертификация»**

Актуальность темы исследования. В соответствии с долгосрочными приоритетами Стратегии «Казахстан-2050» одной из главных задач основных отраслей экономики Республики Казахстан является увеличение производства строительных материалов и конструкций, повышение их конкурентоспособности.

Реализация задач Государственной программы развития АПК Республики Казахстан на 2017-2021 годы непосредственно связана с обеспечением инфраструктуры для создания условий развития всех направлений АПК. Развитие растениеводства, животноводства, перерабатывающих отраслей требует строительства, реконструкции производственных зданий и сооружений, заготовительных хранилищ, элеваторов. Для устойчивого развития сельских территорий необходимо проведение работ по ремонту и модернизации имеющихся объектов производственного, социального и культурного назначения.

На сегодняшний день, развитие инфраструктуры агропромышленного сектора является ведущим драйвером развития сельского хозяйства, необходимого для роста конкурентоспособной экономики страны. 1 сентября 2020 г. глава государства Касым-Жомарт Токаев в послании народу Казахстана поручил Правительству совместно с бизнесом начать разработку качественно нового Национального проекта по развитию АПК на пятилетку, где будут включены вопросы по повышению производительности, уходу от сырьевой направленности, развитию складской и транспортной инфраструктуры АПК.

В соответствии с Концепцией перехода Республики Казахстан к устойчивому развитию на 2007-2024 гг. экономический рост до настоящего времени происходит в основном за счет роста цен на сырье на мировых рынках и использования значительного объема природных ресурсов. Имеют место огромные потери и деградация природного капитала. Прирост валового внутреннего продукта сопровождается высокими эмиссиями в окружающую среду. По имеющимся оценкам, около 75% территории страны подвержены повышенному риску экологической дестабилизации. Остро стоит проблема ее опустынивания. «Исторические загрязнения», накопители отходов, нарастающие выбросы токсичных веществ от стационарных и передвижных источников угрожают состоянию природной среды и здоровью населения.

Развитие производства цемента в условиях сложившейся рыночной экономики диктует необходимость создания эффективных цементных

смесей на основе местного сырья и многотоннажных отходов промышленности с высокими показателями качества по доступным для широкого потребителя ценам.

Отсутствие нормативно-технических документов, таких как стандарты, методические инструкции, регламентирующие технологию производства инновационных строительных материалов с добавкой побочных отходов является актуальной задачей.

Объект исследования. Нормативно-техническая документация на сталеплавильные шлаки, сталеплавильные шлаки кислородно-конверторного производства АО «Арселор Миттал Казахстан» с содержанием β -ортосиликат кальция (типичный $2\text{CaO}\cdot\text{SiO}_2$), цемент типа I 42.5Н.

Предмет исследования. Составы и структурасырьевых материалов и цементных композитов с добавкой сталеплавильных шлаков, процессы гидратации паст, твердение композиционных материалов на основе цементов и сталеплавильных шлаков, физико-механические и эксплуатационные характеристики ремонтных строительных смесей на основе цементов.

Цели исследования. Целями диссертационной работы являются:

1. Разработка научно-технических основ получения композиционных материалов на основе цемента и сталеплавильных шлаков с улучшенными технологическими и эксплуатационными показателями качества.

2. Разработка нормативно-технической документации на материалы и изделия из промышленных отходов для применения технологии в производстве.

Задачи исследования. Для достижения целей были поставлены следующие задачи:

- анализ нормативно-технической документации по использованию шлаков;
- анализ научных и практических данных по использованию отходов металлургической промышленности для получения модифицированных цементных композитов;
- исследование свойств сырьевых материалов физико-химическими и оптическими методами;
- исследование физико-механических и эксплуатационных свойств цементных композитов с добавкой сталеплавильного шлака с целью установления оптимальной дозировки в цементе;
- исследование влияния вторичного сырья на гидратацию и твердение цемента; определение оптимальной дозировки сталеплавильного шлака в цементной смеси и апробация;
- разработка нормативного документа – стандарта качества;
- разработка способов эффективного управления качеством выпускаемой продукции, управления рисками путем разработки, внедрения и поддержания интегрированной системы менеджмента;
- возможности для решения экологических вопросов, вопросов экономии природных ресурсов, повышения экономической составляющей

строительного рынка страны за счет доступной стоимости новых строительных смесей;
-расчет экономической эффективности от внедрения в производство новых композиционных материалов.

Методы исследования. В качестве методологической основы диссертационной работы применялся комплексный анализ сырья и цементных композитов. Применены следующие методы исследования: метод математического планирования эксперимента; метод криогенного измельчения материалов с использованием машины с жидким азотом; энергодисперсионный метод с применением сканированной микроскопии; сканированная электронная микроскопия цементных композитов; рентгенофазовый и рентгенофлуоресцентный методы анализа сырья и образцов; гранулометрический метод анализа; термогравиметрический метод анализа размеров частиц сырья; метод определения количества воды необходимой для нормальной консистенции гидравлической цементной пасты; методы испытаний для определения сроков схватывания гидравлического цемента с помощью иглы Вика; методы испытаний прочности образцов на сжатие и изгиб; полуадиабатический метод; метод вакуумного водопоглощения. Применены методы стандартизации, оценки рисков, оценки соответствия, методы управления качеством, методы прецизионности результатов измерений.

Содержание работы:

В введении, обоснована актуальность исследования, ее научная новизна и практическая значимость. Сформулированы основные положения, выносимые на защиту, определены цели и задачи, рассмотрены состояние вопроса исследования.

В первом разделе, проведен литературный обзор цементной промышленности и нормативно-технической документации для строительных смесей на основе цемента и отходов производства, анализ научных и практических данных по использованию различных промышленных отходов. Теоретические основы были заложены учеными России, США, Китая, Японии, Германии и другими. По результатам научно-аналитического обзора определена перспектива возможности использования сталеплавильных отходов в технологии производства цемента.

В втором разделе, описана характеристика сырьевых материалов и установлены методы испытаний. Исследован кислородно-конверторный сталеплавильный шлак высокой основности, на возможность применения в роли добавки к стандартному портландцементу (ПЦ) типа I. Для проведения исследований были выбраны местные сталеплавильные отходы АО «Арселор Миттал Темиртау». В целях подготовки доказательной базы определены стандартные методы и высокоточные нестандартные методы испытаний.

В третьем разделе, проведено исследование сырьевых материалов и технологических свойств испытуемых образцов согласно установленным методам исследований, определена поэтапная программа исследований. Предложены составы строительных цементных смесей с

потенциально допустимым процентным содержанием сталеплавильного шлака в количестве 1%,3%, 5%, 10%,15%. Результаты испытаний образцов сопоставляли с показателями традиционного цемента типа I. В целях изучения технологических свойств побочного в комбинации с традиционным цементом сырьевые материалы исследованы высочными методами анализа. Крупные частицы побочного отхода измельчали с применением криогенного метода до пудры 75-80 мкм. Результаты анализа рентгенофлуоресцентной спектроскопии определили химический состав шлака и обычного портландцемента типа I. Сталеплавильный шлак имеет оксид кальция CaO в качестве доминирующего соединения в количестве 46,17% и другие соединения как SiO₂(12.03%), Al₂O₃(1,53%), MgO(4.53%) присутствующие в роли гидравлических связующих, которые непосредственно влияют на прочность цементного камня. Согласно полученным результатам, химический состав шлака и цемента схож по составу, что подтверждает научное обоснование схожести физико-механических свойств материалов. Размеры частиц сырья исследовали методом лазерно-дифракционного анализа, минералогический сырьевых материалов – методом рентгенофазовой дифрактографии. Метод энергодисперсионного анализа в сочетании со сканированной микроскопией применяли для исследования химических элементов на поверхности сырья. Установлено, что портландцемент и сталеплавильные шлаки имеют достаточно стабильный состав, отходы пригодны для получения ремонтных строительных смесей на основе цемента. Содержание вредных и нежелательных примесей находится в пределах нормы.

Испытания стандартных и смешанных образцов с добавкой СПШ для определения физико-механических параметров проводились по методам, определяющим: нормальную консистенцию цементной пасты; начальное и конечное время схватывания; прочность на сжатие кубических и призматических образцов; прочность на изгиб; водопоглощение, пористость.

Получены изображения образцов на сканирующем электронном микроскопе для наблюдения за динамикой уменьшения пор, влияющие на прочность и механические характеристики цементной смеси.

В четвертом разделе, исследовано влияние сталеплавильных отходов на гидратацию и твердение цемента. Полуадиабатическая калориметрия использовалась для определения оценки тепловыделения и ее скорости в период гидратации цемента согласно методике стандарта ISO 29582-2:2009. Прослежена экзотермическая эволюция начального температурного развития свежих образцов пасты портландцемента и шлако-цементных паст. РФА был проведен фазовый анализ исследуемых образцов на оборудовании с излучением CuK α . Методом Ритвельда по параметрам дифракционной картины определены межплоскостные расстояния анализируемых кристаллических веществ и их фазовое состояние в структуре. Установлена зависимость влияния температуры гидратации на прочность цементных композитов, получены основные продукты гидратации силикатных, кристаллогидратных фаз, определяющие свойства цементного

камня. Кристаллические фазы алита, белита, портландита ярко выражены при анализе цементного композита с добавкой 5% шлака. Методом термического анализа ТГА прослежена закономерность потери массы образца в 3-х, 7-ми и 28-ми суточном возрасте твердения под воздействием эндотермических реакций.

В пятом разделе, по результатам проведенных исследований установлен оптимальный состав цементной ремонтной смеси на основе цемента с добавкой 5% сталеплавильного шлака, определена технология производства нового цементного композита с установлением его технических характеристик, разработан Стандарт организации СТ ТОО-870921401140-01-2020. Результаты расчетов согласно методике прецизионности измерений демонстрируют, что все тестируемые образцы с содержанием шлака от 1-15% имеют незначительные стандартные отклонения, свидетельствующие о точности результатов измерений механической прочности. Цементный композит с добавкой 5% шлака показал высокие показатели механической прочности имел малозначительное отклонение при сжатии до 0,4 Мпа и при изгибе до 0,07 Мпа в разных периодах твердения, что подтверждают точность проведенных измерений показателей механической прочности. Апробация результатов исследований с достижением мультипликативного эффекта осуществлена путем внедрения новой технологии в производство ТОО «Сервисно-заготовительный центр «Жетісу-агро», разработки стандарта организации, управления качеством посредством поддержания системы интегрированного менеджмента, контроля рисков стандартами ISO и статистическими методами. Результаты научных исследований докладывались на международно-практических конференциях, изложены в публикациях. Имеется патент на полезную модель.

Научная новизна:

Инновация разработки заключается в установлении оптимальной дозировки сталеплавильного шлака и получении нового состава цементной ремонтной смеси для стандартизации инновационной технологии в производстве строительных смесей, реконструкции и ремонта сооружений АПК, а также решении экологических вопросов использования, хранения и утилизации крупнотоннажных отходов промышленности.

Новизна технических решений защищена патентом на полезную модель №4866 РК «Способ использования сталеплавильного шлака для изготовления строительно-ремонтных смесей».

Практическая значимость:

1. Диссертационная работа выполнена в соответствии с инициативной темой НИР «Разработка новых составов ремонтных смесей, содержащих сталеплавильные шлаки для реконструкции и ремонта гидротехнических сооружений» №666.949:626(0,83.94Н71) и международным грантом, финансируемый Всемирным банком развития №APP-PHD-A-18/021P по теме «Разработка новых составов цементных ремонтных смесей с содержанием ферритных отходов промышленности для реконструкции и ремонта

сооружений», с прохождением полугодовой стажировки на базе научно-исследовательской лаборатории Мичиганского государственного университета, США.

2. Подтверждено физико-химическое взаимодействие между сталеплавильными отходами и продуктами гидратации цемента, твердения, влияние отхода на процессы структурообразования, приводящие к повышению показателей прочности при сжатии и изгибе, а также за счет снижения пористости, установлены основные зависимости технологических свойств новых составов цементных растворов с содержанием сталеплавильных шлаков на показатели качества строительных смесей.

3. Разработан стандарт качества новых композиционных материалов с добавкой сталеплавильного шлака. Научно-исследовательские изыскания нацелены на коммерциализацию результатов исследований. Стандарт качества внедрен в производственный процесс организации.

Апробация результатов работы. Результаты диссертационной работы докладывались на республиканских и зарубежных международных научных конференциях: International scientific conference "Science. Research. Practice" ГНИИ НацРазвитие; «Высокие технологии и инновации»; XII International Scientific Practical- Conference "Global Science and Innovations: Central Asia" и др. Основные результаты исследования изложены в статьях: «Анализ нормативно-технической документации по испытанию цемента на предмет гармонизации для повышения качества строительных ремонтных смесей», «Исследование влияния физико-механических свойств ферритных отходов на качество ремонтных смесей и разработка рекомендаций для стандартизации вторичного сырья», «Модификация структуры цементных композитов. Исследования эксплуатационных свойств для стандартизации строительных смесей с добавкой сталеплавильного шлака», а также в изданиях из перечня, утвержденных КОКСОН Республики Казахстан, и статье «Blended Cement Mixed with Basic Oxygen Steelmaking Slag (BOF) as an Alternative Green Building Material», опубликованной в журнале «Materials Journal MDPI», входящего в базу данных «Scopus» с импакт-фактором 3.057, квартилем Q2.

Основные положения, выносимые на защиту:

– новые композиционные материалы, полученные на основе цементов и сталеплавильных шлаков, содержащих содержащие β -ортосиликат кальция для получения ремонтных смесей с улучшенными физико-механическими и эксплуатационными показателями;

– экспериментально установленные строение материалов методами сканированной микроскопии, РФА, ЭДА, ТГА и переход β -ортосиликат кальция в α -форму;

– экспериментально установленные технологические свойства новых цементных композитов;

– экспериментально полученные эксплуатационные показатели новых цементных композитов;

– стандарт качества на строительные смеси с добавкой сталеплавильного шлака.

Структура диссертации. Диссертационная работа включает в себя введение, основную часть, состоящую из 6-ти разделов, заключение, список использованных источников в количестве 133 наименований и приложения в количестве 4. Диссертационная работа изложена на 113 страницах, содержит 12 таблиц и 30 рисунков.

6D073200 «Стандартау және сертификаттау» мамандығы бойынша философия докторы (PhD) дәрежесіне іздену үшін ұсынылған Джексембаева Әсел Ермекқызының «АӨК өндірістік, инженерлік, әлеуметтік инфрақұрылым объектілері үшін жөндеуге арналған цемент қоспаларының сапасын қамтамасыз ету» тақырыбындағы диссертациясының

АННОТАЦИЯСЫ

Зерттеу тақырыбының өзектілігі. "Қазақстан-2050" стратегиясының ұзақ мерзімді басымдықтарына сәйкес Қазақстан Республикасы экономикасының негізгі салаларының басты міндеттерінің бірі құрылыс материалдары мен конструкциялары өндірісін ұлғайту, олардың бәсекеге қабілеттілігін арттыру болып табылады.

Қазақстан Республикасының АӨК дамытудың 2017-2021 жылдарға арналған мемлекеттік бағдарламасының міндеттерін іске асыру АӨК-нің барлық бағыттарын дамытуға жағдай жасау үшін инфрақұрылымды қамтамасыз етумен тікелей байланысты. Өсімдік шаруашылығын, мал шаруашылығын, қайта өңдеу салаларын дамыту өндірістік ғимараттар мен құрылыстарды, дайындау қоймаларын, элеваторларды салуды, реконструкциялауды талап етеді. Ауылдық аумақтарды тұрақты дамыту үшін қолда бар өндірістік, әлеуметтік және мәдени мақсаттағы объектілерді жөндеу және жаңғырту жөнінде жұмыстар жүргізу қажет.

Бүгінгі таңда агроөнеркәсіптік сектордың инфрақұрылымын дамыту ел экономикасының бәсекеге қабілеттілігін арттыру үшін қажетті ауыл шаруашылығын дамытудың жетекші драйвері болып табылады. 2020 жылғы 1 қыркүйекте Мемлекет Басшысы Қасым-Жомарт Тоқаев Қазақстан халқына Жолдауында Үкіметке бизнеспен бірлесіп бес жылға АӨК дамыту бойынша сапалы жаңа ұлттық жобаны әзірлеуді бастауды тапсырды, онда өнімділікті арттыру, шикізаттық бағыттан кету, АӨК қойма және көлік инфрақұрылымын дамыту мәселелері енгізілетін болады.

Қазақстан Республикасының 2007-2024 жылдарға арналған орнықты дамуға көшу тұжырымдамасына сәйкес экономикалық өсу осы уақытқа дейін негізінен әлемдік нарықтардағы шикізат бағасының өсуі және табиғи ресурстардың едәуір көлемін пайдалану есебінен жүреді. Табиғи капиталдың үлкен шығындары мен тозуы бар. Жалпы ішкі өнімнің өсуі қоршаған ортаға жоғары эмиссиямен қатар жүреді. Қолда бар бағалаулар бойынша ел

аумағының шамамен 75% - ы экологиялық тұрақсыздықтың жоғары қаупіне ұшырайды. Оның шөлейттену проблемасы өткір тұр. "Тарихи ластанулар", қалдықтар жинағыштары, стационарлық және жылжымалы көздерден уытты заттардың өсіп келе жатқан шығарындылары табиғи ортаның жай-күйіне және халықтың денсаулығына қауіп төндіреді.

Қалыптасқан нарықтық экономика жағдайында цемент өндірісін дамыту кең тұтынушы үшін қолжетімді бағалар бойынша сапа көрсеткіштері жоғары жергілікті шикізат пен өнеркәсіптің көп тонналық қалдықтарының негізінде тиімді цемент қоспаларын жасау қажеттілігін талап етеді.

Қосымша қалдықтар қосылған инновациялық құрылыс материалдарын өндіру технологиясын регламенттейтін стандарттар, әдістемелік нұсқаулықтар сияқты нормативтік-техникалық құжаттардың болмауы өзекті міндет болып табылады.

Зерттеу нысаны. Құрамында кальций β -ортосиликаты (типтік $2\text{CaO}\cdot\text{SiO}_2$), I 42.5 Н типті цемент бар "Арселор Миттал Қазақстан" АҚ болатты балқыту кезінде қалған қалдықтарына, оттегі-конвертор өндірісінің болат балқыту кезінде қалған қалдықтарына нормативтік-техникалық құжаттама.

Зерттеу пәні. Болат балқыту кезінде қалған қалдықтары қосылған шикізат материалдары мен цемент композиттерінің құрамы мен құрылымы, пасталарды гидратациялау процесі, цементтер мен болат балқыту кезінде қалған қалдықтары негізінде композициялық материалдарды қатайту, цемент негізіндегі жөндеу құрылыс қоспаларының физикалық-механикалық және пайдалану сипаттамалары.

Зерттеу мақсаттары. Диссертациялық жұмыстың мақсаттары болып табылады:

1. Жақсартылған технологиялық және пайдалану сапа көрсеткіштері бар цемент және болат балқыту кезінде қалған қалдықтары негізінде композициялық материалдарды алудың ғылыми-техникалық негіздерін әзірлеу.

2. Өндірісте технологияны қолдану үшін өнеркәсіптік қалдықтардан жасалған материалдар мен бұйымдарға нормативтік-техникалық құжаттама әзірлеу.

Зерттеу міндеттері. Мақсаттарға жету үшін келесі міндеттер қойылды:

- қалдықтарды пайдалану бойынша нормативтік-техникалық құжаттаманы талдау;
- модификацияланған цемент композиттерін алу үшін металлургия өнеркәсібінің қалдықтарын пайдалану бойынша ғылыми және практикалық деректерді талдау;
- шикізат материалдарының қасиеттерін физика-химиялық және оптикалық әдістермен зерттеу;
- цементте оңтайлы мөлшерлеуді белгілеу мақсатында болатты балқыту кезінде қалған қалдықтарды қоса отырып, цемент композиттерінің физикалық-механикалық және пайдалану қасиеттерін зерттеу;

- цементтің гидратациясы мен қатаюына қайталама шикізаттың әсерін зерттеу;
- цемент қоспасында болатын балқыту кезінде қалған қалдықтардың оңтайлы дозасын анықтау және апробациялау;
- нормативтік құжат - сапа стандартын әзірлеу;
- өндірілетін өнімнің сапасын тиімді басқару, менеджменттің интеграцияланған жүйесін әзірлеу, енгізу және қолдау арқылы тәуекелдерді басқару тәсілдерін әзірлеу;
- экологиялық мәселелерді, табиғи ресурстарды үнемдеу мәселелерін шешу, жаңа құрылыс қоспаларының қолжетімді құны есебінен елдің құрылыс нарығының экономикалық құраушысын арттыру мүмкіндіктері;
- өндіріске жаңа композициялық материалдарды енгізуден экономикалық тиімділікті есептеу.

Зерттеу әдістері. Диссертациялық жұмыстың әдіснамалық негізі ретінде шикізат пен цемент композиттерін кешенді талдау қолданылды. Зерттеудің келесі әдістері қолданылды: экспериментті математикалық жоспарлау әдісі; сұйық азоты бар машинаны пайдалана отырып, материалдарды криогенді ұсақтау әдісі; сканерленген микроскопияны қолдана отырып энергия дисперсиялық әдіс; цемент композиттерінің сканерленген электрондық микроскопиясы; шикізат пен үлгілерді талдаудың рентгенофазалық және рентгенофлуоресценттік әдістері; талдаудың гранулометриялық әдісі; шикізат бөлшектерінің мөлшерін талдаудың термогравиметриялық әдісі; гидравликалық цемент пастасының қалыпты консистенциясы үшін қажетті су мөлшерін анықтау әдісі; Вика инесінің көмегімен гидравликалық цементтің орнату мерзімін анықтау үшін сынау әдістері; үлгілердің қысу және иілу беріктігін сынау әдістері; жартылай адиабатикалық әдіс; вакуумдық су сіңіру әдісі. Стандарттау, тәуекелдерді бағалау, сәйкестікті бағалау әдістері, сапаны басқару әдістері, өлшеу нәтижелерінің дәлдігі әдістері қолданылды.

Жұмыстың мазмұны:

Кіріспеде зерттеудің өзектілігі, оның ғылыми жаңалығы мен практикалық маңыздылығы негізделген. Қорғауға ұсынылатын негізгі ережелер тұжырымдалды, мақсаттар мен міндеттер анықталды, зерттеу мәселесінің жағдайы қарастырылды.

Бірінші бөлімде цемент өнеркәсібіне және цемент пен өндіріс қалдықтарына негізделген құрылыс қоспаларына арналған нормативтік-техникалық құжаттамаға әдеби шолу, әртүрлі өнеркәсіптік қалдықтарды пайдалану бойынша ғылыми және практикалық деректерге талдау жүргізілді. Теориялық негізін Ресей, АҚШ, Қытай, Жапония, Германия және т.б. ғалымдар қалады. Ғылыми-талдамалық шолу нәтижелері бойынша цемент өндіру технологиясында болатын балқыту кезінде қалған қалдықтарды пайдалану мүмкіндігінің перспективасы айқындалды.

Екінші бөлімде шикізат материалдарының сипаттамасы сипатталған және сынақ әдістері орнатылған. I типті стандартты портландцементке (ПЦ) қосымша ретінде қолдану мүмкіндігіне негізделген жоғары негіздегі оттегі-

конверторлы болатты балқыту кезінде қалған қалдықтар зерттелді, зерттеу жүргізу үшін "Арселор Миттал Теміртау"АҚ-ның жергілікті болатты балқыту кезінде қалған қалдықтар таңдалды. Дәлелдеу базасын дайындау мақсатында стандартты әдістер мен жоғары дәлдіктегі стандартты емес сынақ әдістері анықталды.

Үшінші бөлімде зерттеулердің белгіленген әдістеріне сәйкес сыналатын үлгілердің шикізат материалдары мен технологиялық қасиеттеріне зерттеу жүргізілді, кезең-кезеңімен зерттеу бағдарламасы анықталды. Болатты балқыту кезінде қалған қалдықтардың ықтимал рұқсат етілген пайыздық мөлшері 1%,3%, 5%, 10%, 15% бар құрылысқа қажет цемент қоспаларының құрамы ұсынылды. Үлгілерді сынау нәтижелері дәстүрлі цементпен бірге жанама өнімнің технологиялық қасиеттерін зерттеу үшін I типті дәстүрлі цементтің көрсеткіштерімен салыстырылды. Жанама қалдықтардың үлкен бөлшектері криогендік әдісті қолдана отырып, 75-80 мкм ұнтаққа дейін ұсақталды. Рентгенофлуоресцентті спектметрия талдау нәтижелері қалдықтың және I типті қарапайым портландцементтің химиялық құрамын анықтады. Болат балқыту кезінде қалған қалдықтардың құрамында 46,17% басым қосылыс ретінде СаО кальций оксиді және басқа қосылыстар бар SiO₂(12.03%), Al₂O₃(1,53%), MgO(4.53%) цемент тасының беріктігіне тікелей әсер ететін гидравликалық байланыстырғыш болды. Алынған нәтижелерге сәйкес, қалдық пен цементтің химиялық құрамы ұқсас, бұл материалдардың физика-механикалық қасиеттерінің ұқсастығының ғылыми негіздемесі расталды. Шикізат бөлшектерінің өлшемдері лазерлік-дифракциялық талдау әдісімен, минералогиялық шикізат материалдары–рентгенофазалық дифрактоскопия әдісімен зерттелді. Энергия дисперсиясын талдау әдісі сканерленген микроскопиямен бірге шикізат бетіндегі химиялық элементтерді зерттеу үшін қолданылды.

Портландцемент пен болат балқыту кезінде қалған қалдықтардың тұрақты құрамы бар екендігі анықталды, қалдықтар цемент негізінде жөндеу құрылыс қоспаларына қосуға жарамды. Зиянды және қажетсіз қоспалардың мөлшері норма шегінде болды.

Физикалық-механикалық параметрлерді анықтау үшін болат балқыту кезінде қалған қалдықтардың қоспасы бар стандартты және аралас үлгілерді сынау: цемент пастасының қалыпты консистенциясын; бастапқы және соңғы орнату уақытын; текше және призмалық үлгілердің сығылу беріктігін; иілу беріктігін; су сіңірілуін, кеуектілігін анықтайтын әдістер бойынша жүргізілді.

Цемент қоспасының беріктігі мен механикалық сипаттамаларына әсер ететін саңылауларды азайту динамикасын бақылау үшін сканерлеуші электронды микроскопта үлгілердің суреттері алынды.

Төртінші бөлімде балқытылған қалдықтардың цементтің ылғалдануы мен қатаюына әсері зерттелді. Жартылай диабатикалық калориметрия ISO 29582-2:2009 стандартына сәйкес цементті ылғалдандыру кезінде жылу шығаруды және оның жылдамдығын анықтау үшін қолданылды. Портландцемент пастасы мен қалдық-цемент пасталарының жаңа үлгілерінің

бастапқы температуралық дамуының экзотермиялық эволюциясы байқалды. RFA сика сәулеленуімен жабдықта зерттелген үлгілерге фазалық талдау жүргізді. Ритвельд әдісімен дифракциялық суреттің параметрлері бойынша талданатын кристалды заттардың жазықтық аралық қашықтықтары және олардың құрылымдағы фазалық жағдайы анықталды. Гидратация температурасының цемент композиттерінің беріктігіне тәуелділігі анықталды, цемент тасының қасиеттерін анықтайтын силикатты, кристалл гидратты фазаларды ылғалдандырудың негізгі өнімдері алынды. Алит, белит, портландиттің кристалды фазалары 5% қалдық қосылған цемент композитін талдауда айқын көрінеді. ТГА термиялық талдау әдісімен эндотермиялық реакциялар әсерінен қатаюдың 3, 7 және 28 тәулікте үлгі массасының азаюы байқалды.

Бесінші бөлімде жүргізілген зерттеулердің нәтижелері бойынша 5% болатты балқыту кезінде қалған қалдықтарды қоса отырып, цемент негізінде цемент жөндеу қоспасының оңтайлы құрамы анықталды, техникалық сипаттамаларын белгілей отырып, жаңа цемент композитін өндіру технологиясы анықталды. Ұйым (ЖШС) стандарты әзірленді - 870921401140-01-2020. Есептеулердің нәтижелері дәлме-дәл өлшеу әдістемесіне сәйкес, құрамында 1-15% қалдық бар барлық сыналатын үлгілердің механикалық беріктікті өлшеу нәтижелерінің дәлдігін куәландыратын шамалы стандартты ауытқуларға ие екендігін көрсетеді. 5% қалдық қосылған цемент композиті механикалық беріктіктің жоғары көрсеткіштерін көрсетті, қатаюдың әртүрлі кезеңдерінде 0,4 Мпа-ға дейін иілу кезінде және 0,07 Мпа-ға дейін шамалы ауытқу болды, бұл механикалық беріктік көрсеткіштерін өлшеу дәлдігін растайды. Мультипликативтік әсерге қол жеткізе отырып, зерттеулер нәтижелерін апробациялау «Жетісу-агро «сервистік-дайындау орталығы» ЖШС өндірісіне жаңа технологияны енгізу, интеграцияланған менеджмент жүйесін қолдану арқылы ұйымдастырылды, сапаны басқару стандартын әзірлеу арқылы жүзеге асырылды. ISO стандарттары мен статистикалық әдістермен тәуекелдерді бақылау жүргізілді. Ғылыми зерттеулердің нәтижелері халықаралық-практикалық конференцияларда баяндалып, жарияланымдарда жарық көрді. Пайдалы модельге патент бар.

Ғылыми жаңалық:

Әзірлеу инновациясы, болатты балқыту кезінде қалған қалдықтардың оңтайлы дозасын белгілеу және құрылыс қоспаларын өндіруде инновациялық технологияны стандарттау, АӨК құрылыстарын қайта құру және жөндеу үшін жөндеуге арналған цемент қоспасының жаңа құрамын алудан, сондай-ақ ірі өнеркәсіптердің көптеген тонналық қалдықтарын пайдалану, сақтау және кәдеге жаратудың экологиялық мәселелерін шешуден тұрады.

Техникалық шешімдердің жаңалығы ҚР №4866 пайдалы моделіне «Құрылыс-жөндеу қоспаларын дайындау үшін болатты балқыту кезінде қалған қалдықтарды пайдалану тәсілі» патентімен қорғалған.

Практикалық маңыздылығы:

1. Диссертациялық жұмыс №666.949:626(0,83.94Н71) "Гидротехникалық құрылыстарды қайта құру және жөндеу үшін болатты балқыту кезінде қалған қалдықтары бар жөндеу қоспаларының жаңа құрамдарын әзірлеу" ҒЗЖ өз бастамамен жүргізілген тақырыпта және Дүниежүзілік даму банкі қаржыландырған №APP-PHD-A-18/021P "Құрылыстарды қайта құру және жөндеу үшін өнеркәсіптің ферритті қалдықтары бар цемент жөндеу қоспаларының жаңа құрамдарын әзірлеу" халықаралық грантына сәйкес, Мичиган мемлекеттік университетінің (АҚШ) ғылыми-зерттеу зертханасының базасында жарты жылдық тағылымдамадан өту кезінде орындалды.

2. Болат балқытатын қалдықтар мен цементті гидратациялау өнімдері арасындағы физика-химиялық өзара іс-қимыл, қатаю, қалдықтың сығылу және иілу кезіндегі беріктік көрсеткіштерінің артуына әкелетін құрылым түзілу процестерінің әсеріне, сондай-ақ кеуектілікті төмендету есебінен, құрылыс қоспаларының сапа көрсеткіштеріне құрамында болат балқыту кезінде қалған қалдықтары бар цемент ерітінділерінің жаңа құрамдарының технологиялық қасиеттерінің негізгі тәуелділігі анықталды.

3. Болатты балқыту кезінде қалған қалдықтарды қоса отырып, жаңа композициялық материалдар сапасының стандарты әзірленді. Ғылыми-зерттеу ізденістері зерттеу нәтижелерін коммерцияландыруға бағытталған. Сапа стандарты ұйымның өндірістік процесіне енгізілген.

Жұмыс нәтижелерін апробациялау. Диссертациялық жұмыстың нәтижелері республикалық және шетелдік халықаралық ғылыми конференцияларда баяндалды: International scientific conference «Science. Research. Practice»; ГНИИНацРазвитие; "Высокие технологии и инновации"; XII International Scientific Practical-Conference "Global Science and Innovations: Central Asia" және т.б. Зерттеудің негізгі нәтижелері: «Құрылыс жөндеу қоспаларының сапасын арттыру үшін цементті сынау бойынша нормативтік-техникалық құжаттаманы үйлестіру тұрғысынан талдау», "Феррит қалдықтарының физикалық-механикалық қасиеттерінің жөндеу қоспаларының сапасына әсерін зерттеу және қайталама шикізатты стандарттау бойынша ұсыныстар әзірлеу", "Цемент композиттерінің құрылымын өзгерту, болатты балқыту кезінде қалған қалдықтарды қосумен құрылыс қоспаларын стандарттау үшін пайдалану қасиеттерін зерттеу", сондай-ақ Қазақстан Республикасының БҒКҰ бекіткен тізбедегі басылымдарда және Scopus импакт-факторы 3.057, квартиль Q2, "Materials Journal MDPI" журналында "Blended Cement mixed with Basic Oxygen Steelmaking Slag (BOF) as an Alternative Green Building Material" мақаласы жарияланған.

Қорғауға шығарылатын негізгі ережелер:

- жақсартылған физикалық-механикалық және пайдалану көрсеткіштері бар жөндеу қоспаларын алу үшін құрамында кальций β-ортосиликаты бар цементтер мен болатты балқыту кезінде қалған қалдықтар негізінде алынған жаңа композициялық материалдар;

- сканерленген микроскопия, РФА, ЭДА, ТГА әдістерімен материалдардың эксперименталдық орнатылған құрылымы және кальций β-ортосиликатының α-пішінге өтуі;
- жаңа цемент композиттерінің технологиялық қасиеттері эксперименталды түрде орнатылды;
- жаңа цемент композиттерінің тәжірибелік алынған пайдалану көрсеткіштері;
- болат балқыту кезінде қалған қалдықтары қосылған құрылыс қоспаларына арналған сапа стандарты.

Диссертация құрылымы. Диссертациялық жұмыс кіріспе, 6 бөлімнен тұратын негізгі бөлім, қорытынды, 133 пайдаланылған әдебиеттер тізімі және 4 қосымшадан тұрады. Диссертациялық жұмыс 113 бетте баяндалған, 12 кесте мен 30 суреттен тұрады.

ANNOTATION

**of the dissertation for the degree of Doctor of Philosophy (PhD)
Assel Yermekovna Jexembayeva on the topic "Quality assurance of
repair cement mixes for industrial, engineering, social infrastructure of
agro-industrial complex", specialty 6D073200 "Standardization and
certification"**

Relevance of the research topic. In accordance with the long-term priorities of the strategy "Kazakhstan-2050", one of the main tasks of the main sectors of the economy of the Republic of Kazakhstan is to increase the production of building materials and structures, increase their competitiveness.

The implementation of the tasks of the State Program for the development of the Agro-industrial complex of the Republic of Kazakhstan for 2017-2021 is directly related to the provision of infrastructure to create conditions for the development of all areas of the agro-industrial complex. The development of crop production, animal husbandry, and processing industries requires the construction and reconstruction of industrial buildings and structures, procurement storages, and elevators. For the sustainable development of rural areas, it is necessary to carry out works on the repair and modernization of existing industrial, social and cultural facilities.

Today, the development of the infrastructure of the agro-industrial sector is the leading driver of the development of agriculture, which is necessary for the growth of a competitive economy of the country. On September 1, 2020, in his address to the people of Kazakhstan, Head of State Kassym-Jomart Tokayev instructed the Government, together with business, to start developing a qualitatively new National Project for the development of the agro-industrial complex for the five-year period, which will include issues on increasing productivity, avoiding the raw materials orientation, developing the warehouse and transport infrastructure of the agro-industrial complex.

In accordance with the Concept of Transition of the Republic of Kazakhstan to sustainable development for 2007-2024, economic growth to date has been mainly due to rising prices for raw materials on world markets and the use of a significant amount of natural resources. There are huge losses and degradation of natural capital. The increase in gross domestic product is accompanied by high emissions into the environment. According to available estimates, about 75% of the country's territory is exposed to an increased risk of environmental destabilization. The problem of its desertification is acute. "Historical pollution", waste accumulations, increasing emissions of toxic substances from stationary and mobile sources threaten the state of the natural environment and the health of the population.

The development of cement production in the conditions of the current market economy dictates the need to create effective cement mixtures based on local raw materials and multi-tonnage industrial waste with high quality indicators at affordable prices for the general consumer.

The lack of regulatory and technical documents, such as standards, methodological Instructions regulating the production technology of innovative building materials with the addition of by-products is an urgent task.

The object of the study. Normative and technical documentation for steelmaking slags, steelmaking slags of oxygen-converter production of JSC "Arcelor Mittal Kazakhstan" with the content of beta-orthosilicate of calcium (typical $2\text{CaO}\cdot\text{SiO}_2$), cement of type I 42.5 N.

The subject of the study. Compositions and structures of raw materials and cement composites with the addition of steelmaking slags, the process of hydration of pastes, hardening of composite materials based on cements and steelmaking slags, physical, mechanical and operational characteristics of repair building mixes based on cements.

Research objectives. The objectives of the dissertation work are:

1. Development of scientific and technical bases for obtaining composite materials based on cement and steelmaking slags with improved technological and operational quality indicators.

2. Development of normative and technical documentation for materials and products from industrial waste for the use of technology in production.

Research objectives. To achieve the goals, the following tasks were set:

- analysis of regulatory and technical documentation on the use of slags;
- analysis of scientific and practical data on the use of waste from the metallurgical industry for the production of modified cement composites;
- study of the properties of raw materials by physico-chemical and optical methods;
- study of the physical, mechanical and operational properties of cement composites with the addition of steelmaking slag in order to establish the optimal dosage in cement;
- study of the effect of secondary raw materials on the hydration and hardening of cement; determination of the optimal dosage of steelmaking slag in the cement mixture and testing;

- development of a regulatory document-a quality standard;
- development of methods for effective product quality management, risk management through the development, implementation and maintenance of an integrated management system;
- opportunities for solving environmental issues, issues of saving natural resources, increasing the economic component of the country's construction market due to the affordable cost of new building mixes;
- calculation of the economic efficiency from the introduction of new composite materials into production.

Research methods. A comprehensive analysis of raw materials and cement composites was used as the methodological basis of the dissertation work. The following research methods were applied: method of mathematical planning of the experiment; method of cryogenic grinding of materials using a machine with liquid nitrogen; energy dispersion method using scanned microscopy; scanned electron microscopy of cement composites; X-ray phase and X-ray fluorescence methods of analysis of raw materials and samples; granulometric method of analysis; thermogravimetric method for analyzing the particle sizes of raw materials; method for determining the amount of water necessary for the normal consistency of hydraulic cement paste; test methods for determining the setting time of hydraulic cement using a Wick needle; test methods for the compressive and bending strength of samples; semi-adiabatic method; method of vacuum water absorption. Methods of standardization, risk assessment, conformity assessment, quality management methods, methods of precision measurement results are applied.

The content of the work:

In the introduction, the relevance of the research, its scientific novelty and practical significance are justified. The main provisions submitted for defense are formulated, goals and objectives are defined, the state of the research issue is considered.

In the first section, a literary review of the cement industry and regulatory and technical documentation for building mixes based on cement and industrial waste, an analysis of scientific and practical data on the use of various industrial waste is carried out. The theoretical foundations were laid by scientists from Russia, the USA, China, Japan, Germany and others. According to the results of the scientific and analytical review, the prospect of the possibility of using steelmaking waste in cement production technology is determined.

In the second section, the characteristics of raw materials are described and test methods are established. Oxygen-converter steelmaking slag of high basicity was studied for the possibility of using it as an additive to standard Portland cement (PC) type I. Local steelmaking wastes of JSC "Arcelor Mittal Temirtau" were selected for the research. In order to prepare the evidence base, standard methods and high-precision non-standard test methods are defined.

In the third section, a study of raw materials and technological properties of the tested samples was carried out according to established research methods, a phased research program was determined. The compositions of construction

cement mixtures with a potentially permissible percentage of steelmaking slag in the amount of 1%,3%, 5%, 10%,15%.The test results of the samples were compared with the indicators of traditional type I cement.In order to study the technological properties of the by-product in combination with traditional cement, raw materials were studied by high-precision analysis methods. Large particles of by-product were crushed using the cryogenic method to a powder of 75-80 microns. The results of the analysis of X-ray fluorescence spectrometry determined the chemical composition of slag and ordinary type I Portland cement. Steelmaking slag has calcium oxide CaO as the dominant compound in the amount of 46.17% and other compounds such as SiO₂(12.03%), Al₂O₃(1.53%), MgO (4.53%) present as hydraulic binders that directly affect the strength of cement stone. According to the results obtained, the chemical composition of slag and cement is similar in composition, which confirms the scientific justification of the similarity of the physical and mechanical properties of materials.The particle sizes of raw materials were studied by laser diffraction analysis, the mineralogical nature of raw materials was studied by X-ray diffraction. The method of energy dispersion analysis in combination with scanned microscopy was used to study chemical elements on the surface of raw materials.

It is established that Portland cement and steelmaking slags have a fairly stable composition, the waste is suitable for obtaining repair building mixes based on cement. The content of harmful and undesirable impurities is within the normal range.

Tests of standard and mixed samples with the addition of SPSH to determine the physical and mechanical parameters were carried out according to the methods that determine: normal consistency of cement paste; initial and final setting time; compressive strength of cubic and prismatic samples; bending strength; water absorption, porosity.

Images of samples were obtained using a scanning electron microscope to observe the dynamics of pore reduction, which affect the strength and mechanical characteristics of the cement mixture.

In the fourth section, the influence of steelmaking waste on the hydration and hardening of cement is studied. Semi-adiabatic calorimetry was used to determine the assessment of heat release and its rate during the hydration of cement according to the methodology of the ISO 29582-2:2009 standard. The exothermic evolution of the initial temperature development of fresh samples of Portland cement paste and slag-cement pastes is traced. The phase analysis of the studied samples was carried out on the equipment with CuK α radiation. By the Rietveld method, the interplane distances of the analyzed crystalline substances and their phase state in the structure are determined by the parameters of the diffraction pattern. The dependence of the influence of the hydration temperature on the strength of cement composites is established, the main hydration products of silicate and crystal hydrate phases that determine the properties of cement stone are obtained.The crystalline phases of alite, belite, and portlandite are pronounced when analyzing a cement composite with the addition of 5% slag. The method of

thermal analysis of TGA traced the pattern of mass loss of the sample at 3, 7 and 28 days of hardening under the influence of endothermic reactions.

In the fifth section, according to the results of the conducted research, the optimal composition of the cement repair mixture based on cement with the addition of 5% steelmaking slag is determined, the technology of production of a new cement composite with the establishment of its technical characteristics is determined, the Standard of the organization of ST LLP is developed-870921401140-01-2020. The results of calculations in accordance with the precision measurement method demonstrate that all tested samples with a slag content of 1-15% have insignificant standard deviations, indicating the accuracy of the results of mechanical strength measurements. The cement composite with the addition of 5% slag showed high mechanical strength indicators and had a minor deviation when compressing up to 0.4 Mpa and when bending up to 0.07 Mpa in different periods of hardening, which confirms the accuracy of the measurements of mechanical strength indicators. The approbation of the research results with the achievement of a multiplicative effect was carried out by introducing a new technology into the production of Zhetisu-Agro Service and Procurement Center LLP, developing an organization standard, quality management by maintaining an integrated management system, risk control by ISO standards and statistical methods. The results of scientific research were reported at international practical conferences, and are presented in publications. There is a patent for a utility model.

Scientific novelty:

The innovation of the development is to establish the optimal dosage of steelmaking slag and obtain a new composition of cement repair mixture for standardization of innovative technology in the production of building mixes, reconstruction and repair of agricultural facilities, as well as solving environmental issues of the use, storage and disposal of large-capacity industrial waste.

The novelty of technical solutions is protected by the patent for utility model No. 4866 of the Republic of Kazakhstan " Method of using steelmaking slag for the manufacture of construction and repair mixtures".

Practical significance:

1. The dissertation work was carried out in accordance with the initiative topic of research "Development of new compositions of repair mixtures containing steelmaking slags for the reconstruction and repair of hydraulic structures" No. 666.949:626(0.83.94H71) and an international grant funded by the World Development Bank No. APP-PHD-A-18/021P on the topic "Development of new compositions of cement repair mixtures containing ferritic industrial waste for the reconstruction and repair of structures", with a six-month internship at the research laboratory of the University of Michigan state University, USA.

2. The physicochemical interaction between steelmaking waste and cement hydration products, hardening, the effect of waste on the structure formation processes leading to an increase in compressive and bending strength, as well as by reducing porosity, has been confirmed, the main dependencies of the technological properties of new cement mortar compositions containing

steelmaking slags on the quality indicators of building mixes have been established.

3. A quality standard has been developed for new composite materials with the addition of steelmaking slag. Research studies are aimed at commercialization of research results. The quality standard is implemented in the production process of the organization.

Approbation of the results of the work. Results The results of the dissertation work were reported at national and foreign international scientific conferences: International scientific conference "Science. Research. Practice "GniiNasrazvitie;" High technologies and innovations"; XII International Scientific Practical-Conference "Global Science and Innovations: Central Asia" etc. The main results of the research are described in the articles: "Analysis of regulatory and technical documentation for testing cement for harmonization to improve the quality of construction repair mixtures", "Study of the influence of physical and mechanical properties of ferritic waste on the quality of repair mixtures and development of recommendations for standardization of secondary raw materials", " Modification of the structure of cement composites. Studies of operational properties for standardization of building mixes with the addition of steelmaking slag", as well as in publications from the list approved by COXON of the Republic of Kazakhstan, and the article "Blended Cement Mixed with Basic Oxygen Steelmaking Slag (BOF) as an Alternative Green Building Material", published in the journal "Materials Journal MDPI", included in the Scopus database with an impact factor of 3.057, quartile Q2.

The main provisions submitted for protection:

- new composite materials obtained on the basis of cements and steelmaking slags containing calcium beta-orthosilicate for the production of repair mixtures with improved physical, mechanical and operational characteristics;
- experimentally established structure of materials by methods of scanned microscopy, XRD, EDA, TGA and the transition of calcium β -orthosilicate to α -form;
- the technological properties of new cement composites have been experimentally established;
- experimentally obtained performance indicators of new cement composites;
- quality standard for building mixes with the addition of steelmaking slag.

The structure of the dissertation. The dissertation work includes an introduction, a main part consisting of 6 sections, a conclusion, a list of used sources in the amount of 133 titles and appendices in the amount of 4. The dissertation work is presented on 113 pages, contains 12 tables and 30 figures.