

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА Д 002.060.03

на базе Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук (ИМЕТ РАН) по диссертации на соискание ученой степени кандидата (доктора) наук.

О присуждении Заблочкой Юлии Витальевны, гражданке РФ, ученой степени кандидата технических наук.

Диссертация Заблочкой Ю. В. "Автоклавное обескремнивание лейкоксенового концентрата гидроксидом кальция с получением искусственного рутила" в виде рукописи по специальности 05.16.02 – "Металлургия черных, цветных и редких металлов" принята к защите 19 марта 2015 года, протокол № 2/15 диссертационным советом Д 002.060.03 на базе Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук по адресу: 119991, г. Москва, Ленинский проспект, д.49.

Соискатель, Заблочкая Юлия Витальевна, 1979 года рождения, в настоящее время является научным сотрудником лаборатории № 1 "Проблем металлургии комплексных руд им. академика И.П. Бардина" Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук. В 2001 г. окончила Московский государственный институт стали и сплавов по специальности «Металлургия цветных металлов». С 2001 года по 2004 год обучалась в аспирантуре ФГБУН Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук (ИМЕТ РАН) по специальности 05.16.02 - «Металлургия черных, цветных и редких металлов».

Диссертация выполнена в лаборатории № 1 "Проблем металлургии комплексных руд им. академика И.П. Бардина" ФГБУН Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук.

Научный руководитель доктор технических наук Садыхов Гусейнгулу Бахлул оглы ФГБУН Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук, заведующий лабораторией №1 "Проблем металлургии комплексных руд им. академика И.П. Бардина".

Официальные оппоненты:

Медведев Александр Сергеевич, гражданство РФ, доктор технических наук, профессор, Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», адрес: 119049, г. Москва, Ленинский проспект, д.4; тел. (495) 638-46-90;

e-mail: medvedev@splav.dol.ru

Акатьева Лидия Викторовна, гражданство РФ, кандидат химических наук, старший научный сотрудник лаборатории химии и технологии экстракции, Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт общей и неорганической химии имени Н.С. Курнакова РАН (ИОНХ РАН), адрес: 119991, Москва, Ленинский, дом 31; e-mail: akatieva@mail.ru

дали положительные отзывы на диссертацию.

Ведущая организация АО «Государственный научно-исследовательский и проектный институт редкометаллической промышленности «Гиредмет», адрес: 119017, г.Москва, Б.Толмачевский пер., дом 5, стр. 1;

в своем положительном заключении о диссертации, составленном и подписанном экспертом по редким металлам института «Гиредмет» к.т.н. Карцевым В.Е. и ученым секретарем НТС «Гиредмет» по направлению "Металлургия и материаловедение редких металлов" к.т.н. Почтаревым А.Н. и утвержденном заместителем директора по науке АО «Государственный научно-исследовательский и проектный институт редкометаллической промышленности «Гиредмет» к.т.н. Едренниковой Е.Е. указала, что диссертационная работа по актуальности темы, научной новизне, практической значимости, содержанию и объему проведенных исследований отвечает требованиям "Положения о присуждении ученых степеней" ВАК РФ, предъявляемым к кандидатским диссертациям.

Ведущая организация делает соискателю следующие замечания:

1. В разработанной технологической схеме не представлены материальные потоки по твердым и жидким материалам и технологические потери титана по операциям.
2. Диссертантом изучается автоклавное обескремнивание лейкоксенового концентрата и кремнисто-титанового концентрата после предварительного магнетизирующего обжига, но в работе не представлены исходные фазовые составы исследуемых объектов.
3. Имеются неточности по тексту, например, на стр.116 (выводы к главе 4) «товарный продукт с содержанием 90-92% диоксида титана», а на стр. 119 (основные результаты и выводы) уже 90-94%.

4. При оформлении текста отмечены несоответствия ГОСТ 2.105, ГОСТ 7.0.11.
5. В качестве дискуссии представляется целесообразным провести сравнение достоинств и недостатков хлорной технологии и авторской.

Ведущая организация отмечает, что сделанные замечания не снижают положительной оценки диссертации.

Официальными оппонентами были сделаны следующие замечания:

- д.т.н. Медведевым А. С.:

1. Поскольку работа выполнена в Академическом институте РАН, являющимся законодателем в области научной терминологии, то первое замечание касается именно этого (иначе учёные не будут понимать друг друга). Не ясно почему автор отождествляет понятия каталитические и транспортные реакции. Почему вместо внутридиффузионного и внешнедиффузионного режима выщелачивания используются устаревшие термины внутрикинетический и внешнекинетический режим. Содержание ассоциируется с концентрацией, вместо кислотной обработки используется кислая и др.

2. Первый пункт научной новизны, касающийся разработки нового процесса к научной новизне не относится.

3. При исследовании кинетики процесса выщелачивания с целью определения лимитирующей стадии эту стадию нельзя определять только по величине энергии активации.

4. Что касается разложения метасиликата кальция солянокислым раствором, то надо контролировать процесс не по исходному значению рН, а по конечному, поскольку в ходе разложения рН меняется.

5. Желательно было бы предлагаемую принципиальную схему переработки лейкоксенового концентрата уточнить, а именно показать куда уходят РЗМ и что с ними делать, как обезвоживается искусственный рутил, чем разбавляется пульпа после автоклавного выщелачивания.

- к.х.н. Акатъевой Л.В.:

1. На стр. 51 диссертации автором обсуждаются результаты исследования зависимости степени извлечения SiO_2 в раствор от продолжительности процесса автоклавного выщелачивания лейкоксенового концентрата гидроксидом натрия в диапазоне температур 140–180 °С. Не точным является утверждение, что «при температуре 160 °С процесс выщелачивания ускоряется в 2 раза» (далее приводится извлечение SiO_2 в раствор в процентах?)

2. Не совсем понятно, о какой реакции (2) на стр. 52 (первый и последний абзацы) идёт речь (раздел 3.2.). Видимо, это реакция (3) на стр. 48. Было бы неплохо привести ионное уравнение реакции. На чём основывается представление автора о том, что «после полного расходования NaOH растворение кварца продолжается за счёт его взаимодействия с метасиликатом натрия»?

3. В разработанном технологическом процессе для очистки достаточно пористого рутильного продукта от остаточного гидрата метасиликата кальция предложено использовать обработку водным раствором соляной кислоты, в результате которой образуются труднорастворимые метакремниевая и поликремниевые кислоты. Эти соединения задерживаются порами рутила? На стр.103 представлен химический состав рутильного продукта после кислотной обработки. А каков был состав до обработки и как изменялось содержание соединений кремния в исследуемых образцах?

4. На стр. 72 приведён «средний химический состав» осадков, полученных в результате обескремнивания щелочных силикатных растворов обожжённой известью. По мнению оппонента, не совсем уместно включение воды в перечень оксидов, формирующих химический состав образцов. Содержание воды может значительно варьироваться под воздействием целого ряда факторов как в процессе осаждения, так и в процессе пробоподготовки.

5. В ряде случаев представлены единичные данные о химическом составе продуктов (стр. 88, 96, 103, 107 диссертации, стр. 16 и 17 автореферата). Какова воспроизводимость полученных результатов?

6. В тексте автореферата и диссертации имеются редакционные неточности, например на стр. 6 автореферата в разделе «Публикации» не указано количество докладов и тезисов докладов; на стр. 17 (2-ой абзац снизу), скорее всего, указана не расчётная оценочная стоимость полученного по разработанной технологии искусственного рутила, а диапазон цен на мировом рынке на данный вид продукции (стр. 115 диссертации).

Официальные оппоненты отмечают, что приведенные замечания являются дискуссионными и не снижают положительную оценку и высокую значимость выполненных исследований.

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается их компетенцией, наличием публикаций и достижений в области изучения процессов автоклавного выщелачивания и способностью определить научную и практическую значимость представленной диссертационной работы.

На автореферат поступило 8 отзывов. Все отзывы положительные, в некоторых имеются замечания и рекомендации.

1. Отзыв директора ООО “НВП Центр - ЭСТАгео” Башлыковой Т.В. и к.т.н., ст. н. с. ООО “НВП Центр - ЭСТАгео” Данильченко Л.М. содержит следующие замечания:

- Если при оптимальных расходах извести (CaO) концентрация гидроксида натрия в растворе может быть снижена до 3-5 г/л (т.е. уже возникла задача снижения концентрации гидроксида натрия), то может было бы лучше сократить расход гидроксида сразу?
- На схеме (рис. 7) не показана точка подачи гидроксида натрия.
- При обосновании конкурентоспособности разработанной схемы (стр. 17) приводится оценочная стоимость получаемого искусственного рутила (1100-1300 долл. США за тонну), но отсутствуют сравнительные данные о современной стоимости рутила.
- Рекомендация: согласно текста автореферата, выводов и принципиальной схемы (рис. 7) на автоклавное выщелачивание направляется не исходный лейкоксеновый концентрат, а кремнисто-титановый концентрат, получаемый после магнетизирующего обжига и электромагнитной сепарации. Следовало бы и внести этот продукт в название темы работы.

2. Отзыв к.т.н., доцента НИТУ “МИСиС” Исаева В.А. содержит следующие замечания:

- Автор не без оснований отмечает, что скорость образования CaB_2O_7 зависит от кристаллической модификации кремнезема (известно, что даже в воде растворимость кристобалита и тридимита значительно выше, чем для кварца). Используя в работе лейкоксеновые концентраты после высокотемпературного обжига, рассмотрение химизма их процесса выщелачивания в присутствии NaOH должно было выполняться с учетом превращения кварца в кристобалит.
- Приведенная на рисунке 7 автореферата технологическая схема была бы более информативной, если бы содержала данные по выходам всех получаемых продуктов: волластониту, рутилу, гипсу и кварцу.

3. Отзыв к.т.н., главного технолога ООО “ПЕТРОПАВЛОВСК - ЧЕРНАЯ МЕТАЛЛУРГИЯ” Самойловой Г.Г. содержит следующие замечания:

- К недостаткам работы следует отнести недостаточно унифицированное представление результатов, что затрудняет в ряде случаев их оценку. Так, добавление NaOH в систему представлено в г/л, в то время как соотношение Т:Ж в экспериментах не является постоянным 1:3-5,5. Затем, в ряде экспериментов расход кальциевого реагента представлен то в виде CaO , то в виде Ca(OH)_2 . Для сравнения расходов необходим пересчет в обоих приведенных примерах.

4. Отзыв к.т.н., ст.н.с. ФГБУ ИХТРЭМС Кольского научного центра РАН Петрова В.Б. содержит следующие замечания:

- В автореферате, к сожалению, не приведены радиационные характеристики исходного сырья.
- Не представлены патенты, если они есть. Технология новая поэтому, по мнению рецензента, они должны быть.
- На рисунке 3 четвертая зависимость логарифмических скоростей взаимодействия кварца с NaOH проведена только по двум точкам, в то время как остальные по 4.

5. Отзыв к.х.н., ст.н.с., доцента Института химии Коми научного центра УрО РАН Истомина П.В. содержит следующие замечания:

- В качестве замечания следует указать, что в работе не рассмотрена возможность протекания в ходе автоклавного выщелачивания побочных реакций, например, с участием содержащихся в лейкоксеновом концентрате примесей алюминия и железа, которые могут сопровождаться связыванием натрия, что приведет к повышенному расходу щелочи.

6. Отзыв к.х.н., заведующей технологическим отделом ФГУП «ВИМС» Ануфриевой С. И., и ведущего научного сотрудника технологического отдела ФГУП «ВИМС» Лихникевич Е. Г. содержит следующие замечания:

- автором не приведено содержание органической фазы ни в исходном лейкоксене, ни в конечных продуктах;
- не приведены данные по выходам синтетического волластонита и искусственного рутила;
- не проанализировано распределение редких и редкоземельных элементов, содержащихся в лейкоксеновом концентрате, по продуктам передела.

7. Отзыв директора по науке и технологии АВИСМА Рымкевича Д.А. содержит следующие замечания:

- Не ясно, зачем нужно было изучать физико-химические основы процесса выщелачивания, флотационного концентрата, включая кинетику, если этот процесс не позволяет достичь желаемого результата?
- Кроме того, соискатель в автореферате указывает, что в состав исходных концентратов входят соединения железа, алюминия и др. Однако, в представленной работе не говорится о превращениях этих соединений железа и алюминия, с какими потоками продуктов они выводятся из схемы и как влияют на качество получаемых искусственного рутила и синтетического волластонита.

- Что же касается приведенной кинетики, то автор не привел вид кинетического уравнения, не указал, концентрации каких реагентов в него входят, и как эти концентрации определялись. Без кинетических уравнений знания констант скорости и величин наблюдаемой энергии активации не позволяет создать кинетическую модель процесса. В этом случае не понятно, зачем нужно было определять эти кинетические параметры.

8. Отзыв академика МИА и РАЕН, д.т.н., профессора НИТУ МИСиС Кармазина В.В. содержит следующие замечания:

- в работе не представлено ни одного патента или авторского свидетельства.

На все критические замечания даны исчерпывающие и подробные ответы (см. стенограмму).

Соискатель имеет 19 печатных работ по теме диссертационной работы, в том числе опубликовано 6 статей в журналах из перечня ведущих рецензируемых научных журналов и изданий, рекомендованных ВАК РФ. Опубликованные работы в достаточной степени отражают содержание диссертации.

Наиболее значимые публикации по теме диссертационной работы:

1. Заблоцкая, Ю. В. К вопросу утилизации силикатных растворов - отходов от извлечения TiO_2 из лейкоксеновых концентратов / Ю. В. Заблоцкая, Г. Б. Садыхов, В. А. Петрова // Технология металлов. - 2004. - №3.- С. 2-4.
2. Садыхов, Г.Б. Исследование процессов автоклавного выщелачивания лейкоксенового концентрата растворами $NaOH$ / Г. Б. Садыхов, Ю. В. Заблоцкая, В. А. Резниченко, Р. К. Тагиров // Технология металлов. – 2006. - №8. - С. 2-6.
3. Заблоцкая, Ю. В. Автоклавное выщелачивание лейкоксенового концентрата метасиликатом натрия / Ю. В. Заблоцкая, Г. Б. Садыхов, В. А. Резниченко, Т. В. Олюнина, Р. К. Тагиров // Технология металлов. – 2006. - №9. - С. 2-7.
4. Садыхов, Г. Б. Нефтеносные пески Ярегского месторождения - решение проблемы титанового сырья в России / Г. Б. Садыхов, В. А. Резниченко, Ю. В. Заблоцкая, Т. В. Олюнина, Н. Ю. Кирюшкина, К. Г. Анисонян, Д. Ю. Копьев, И. М. Зеленова // Титан. – 2006.- №1 (18). - С. 12-19.
5. Заблоцкая, Ю.В. Особенности процессов автоклавного выщелачивания лейкоксенового концентрата с участием $Ca(OH)_2$ / Ю.В. Заблоцкая, Г.Б. Садыхов, Т.В. Гончаренко, Т.В. Олюнина, К.Г. Анисонян, Р.К. Тагиров. // Металлы. - 2011. - №6. - С. 9-14.
6. Садыхов, Г.Б. Получение игольчатого волластонита при каталитическом автоклавном выщелачивании лейкоксенового концентрата известковым молоком / Г. Б. Садыхов, Ю. В.

Заблоцкая, К. Г. Анисонян, Д. Ю. Копьев, Т. В. Олюнина, Т. В. Гончаренко // Перспективные материалы. - 2015. - №1. – С. 65-71.

7. Заблоцкая, Ю.В. Исследование кинетики автоклавного выщелачивания лейкоксенового концентрата щелочными растворами / Ю.В. Заблоцкая, Г.Б. Садыхов, Т.В. Гончаренко // Металлы. - 2015. - №1. – С. 3-7.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

- разработан новый технологический процесс каталитического автоклавного выщелачивания лейкоксенового концентрата известковым молоком с одновременным получением искусственного рутила и синтетического волластонита с игольчатой структурой;
- установлено распределение кварца в лейкоксеновом концентрате и изучено влияние кристаллической структуры и дисперсности кремнезема, крупности используемого концентрата на степень обескремнивания лейкоксенового концентрата;
- выявлен химизм взаимодействия кремнезема с $\text{Ca}(\text{OH})_2$ при автоклавном выщелачивании лейкоксенового концентрата в присутствии NaOH , применяемого в качестве активирующей добавки. Показано, что роль ионов Na^+ обусловлена их участием в качестве транспортного агента для переноса SiO_2 .

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:

- применительно к тематике диссертационной работы результативно использованы современные методы анализа, а также классические методы изучения кинетики автоклавных процессов и термодинамики протекающих при этом реакций, так и.
- изложены физико-химические закономерности процессов автоклавного выщелачивания лейкоксенового концентрата известковым молоком с участием NaOH ;
- показано, что в оптимальных условиях автоклавного выщелачивания лейкоксенового концентрата процесс обескремнивания происходит селективно в зернах лейкоксена за счет растворения «внутреннего кварца»;
- изучено разделение продуктов автоклавного выщелачивания (рутильного продукта от гидрата метасиликата кальция и непрореагировавших частиц кварца), которое обеспечивается за счет использования концентрата с магнитными свойствами, приобретенными в процессе магнетизирующего обжига.

Значение полученных соискателем результатов исследования для практики подтверждается тем, что:

- разработана экологически чистая и эффективная технологическая схема переработки лейкоксенового концентрата Ярегского месторождения с получением искусственного рутила (более 90% TiO_2) и синтетического волластонита, замкнутая по жидким стокам, проведены укрупненные испытания;
- определены перспективы реализации разработанного процесса, которые позволят создать в России на основе использования руд крупнейшего Ярегского месторождения устойчивую собственную сырьевую базу для производства титана и пигментного TiO_2 .

Оценка достоверности полученных результатов исследования выявила:

- результаты экспериментальных исследований получены автором в результате большого объема проведенных исследований с использованием современных и классических методов и методик;
- для экспериментальных работ использовали сертифицированное оборудование, современные методы физико-химического анализа: химического, спектрального, рентгенофазового, термогравиметрического, оптической микроскопии;
- установлено совпадение ряда авторских результатов с данными, полученными в независимых источниках по данной тематике диссертационной работы;
- использованы современные методы компьютерного сбора и обработки информации по тематике диссертационной работы с помощью различных электронных ресурсов.

Личный вклад соискателя состоит в постановке целей и задач исследования, проведение основных экспериментов, интерпретации и обобщению полученных результатов, обработки исходной информации по литературному обзору, подготовке основных публикаций по выполненной работе, в апробации результатов работы на российских и международных конференциях.

Диссертация соответствует паспорту специальности 05.16.02 - «Металлургия черных, цветных и редких металлов» в пунктах 1, 4, 13 формулы специальности.

Диссертационный совет пришел к выводу, что диссертация Заблоцкой Ю.В. представляет собой научно-квалифицированную работу, которая по своему теоретическому, методическому и экспериментальному уровню, представленной научной новизне полученных результатов, теоретической и практической значимости соответствует критериям п.9. "Положения о присуждении ученых степеней", предъявляемым к кандидатским диссертациям.

На заседании 28 мая 2015 г. диссертационный совет принял решение присудить Заблоцкой Юлии Витальевне ученую степень кандидата технических наук.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 14 человек, из них 7 докторов наук по специальности 05.16.02 - «Металлургия черных, цветных и редких металлов», участвовавших в заседании, из 19 человек, входящих в состав совета, проголосовали: **за** присуждение ученой степени - **14**, **против** присуждения ученой степени - **нет**, недействительных бюллетеней - **нет**.

Председатель диссертационного совета Д 002.060.03,
академик

Ю.В. Цветков

Ученый секретарь диссертационного совета Д 002.060.03,
к.т.н.

Т.Н. Ветчинкина

«29» мая 2015 г.

Подписи Ю.В. Цветкова и Т.Н. Ветчинкиной удостоверяю:

ученый секретарь ИМЕТ РАН

к.т.н.

(Фомина О.Н.)

