

**Письменный отзыв официального рецензента  
на диссертационную работу  
Есенгазиева Азамата Муратовича  
"Разработка технологии переработки отходов титаномагниевого производства  
с получением диоксида титана и кальциевой селитры"  
на соискание степени доктора философии (PhD)  
по специальности 6D070900 – Металлургия**

№ п/ п	Критерии	Соответствие критериям (необходимо отметить один из вариантов ответа)	Обоснование позиции официального рецензента
1.	Тема диссертации (на дату ее утверждения) соответствует направлениям развития науки и/или государственным программам	<p>1.1 Соответствие приоритетным направлениям развития науки или государственным программам:</p> <p>1) <u>Диссертация выполнена в рамках проекта или целевой программы, финансируемого(ой) из государственного бюджета (указать название и номер проекта или программы)</u></p> <p>2) Диссертация выполнена в рамках другой государственной программы (указать название программы)</p> <p>3) Диссертация соответствует приоритетному направлению развития науки, утвержденному Высшей научно-технической комиссией при Правительстве Республики Казахстан (указать направление)</p>	<p>Диссертационная работа выполнена на кафедре «Металлургия и обогащение полезных ископаемых» КазННТУ имени К.И. Сатпаева и в лаборатории титана и редких тугоплавких металлов АО «Институт металлургии и обогащения» в рамках государственного гранта Комитета науки МОН РК по проекту на тему: «Разработка технологии комплексной переработки шлама титанового производства» (НИР № AP05130436 от 02.03.2018 на 2018-2020 годы), финансируемого Министерством образования и науки Республики Казахстан.</p>
2.	Важность для науки	<p><u>Работа вносит/не вносит существенный вклад в науку, а ее важность хорошо раскрыта/не раскрыта</u></p>	<p>Работа вносит существенный вклад в науку, в связи с полученными новыми результатами при изучении физико-химического состава шлама шламонакопителей титаномагниевого производства; кинетических закономерностей процесса</p>

			<p>выщелачивания шлама титаномагниевого производства азотной кислотой; в области исследований по переработке кека и раствора от азотнокислотного выщелачивания шлама титаномагниевого производства с получением ценных продуктов. Важность диссертационной работы достаточно хорошо раскрыта и связана с необходимостью переработки шлама шламанакопителей титаномагниевого производства, многотоннажные накопления которого являются актуальной проблемой АО «УКТМК».</p>
3.	Принцип самостоятельности	<p>Уровень самостоятельности:</p> <ol style="list-style-type: none"> <li>1) <u>Высокий</u>;</li> <li>2) Средний;</li> <li>3) Низкий;</li> <li>4) Самостоятельности нет</li> </ol>	<p>Диссертация Есенгазиева А.М. является авторской работой докторанта, выполненной самостоятельно в соответствии с требованиями по выполнению научных работ, что может подтверждаться достаточно полным изложением материалов в статьях и докладах, соавтором которых является соискатель, апробацией диссертационной работы с непосредственным его активным участием на международных конференциях по теме исследования.</p>
4.	Принцип внутреннего единства	<p>4.1 Обоснование актуальности диссертации:</p> <ol style="list-style-type: none"> <li>1) <u>Обоснована</u>;</li> <li>2) Частично обоснована;</li> <li>3) Не обоснована.</li> </ol>	<p>Актуальность диссертации имеет высокую степень обоснованности и своевременности. Запасы отходов шламанакопителей АО «УКТМК» составляют около 1,5 млн. тонн. Осадки шламанакопителей и отходы полигона ТМК, по многим элементам являются потенциально опасными для загрязнения окружающей среды, в том числе почв и подземных вод. В настоящее время отходы не перерабатываются из-за отсутствия технологии, позволяющей комплексно и эффективно извлекать ценные компоненты. Результаты данной работы позволят путем азотнокислого выщелачивания перевести в раствор основной компонент шлама кальций и получить из раствора кальциевую селитру. Одновременно с этим получить обогащённый титансодержащий кек, из которого при взаимодействии с бифторидом аммония вначале селективно отделить возгонкой фториды кремния, а затем фториды титана с получением товарного диоксида титана. В случае практической реализации предлагаемая технология позволит сократить вредные выбросы в окружающую</p>

			среду и получить товарную продукцию, при этом бифторид аммония является регенерируемым фторирующим агентом.
		4.2 Содержание диссертации отражает тему диссертации: 1) <u>Отражает</u> ; 2) Частично отражает; 3) Не отражает	Содержание диссертации в полном объеме отражает ее тему.
		4.3. Цель и задачи соответствуют теме диссертации: 1) <u>соответствуют</u> ; 2) Частично отражает; 3) Не отражает	Целью диссертационной работы является разработка технологии комплексной переработки твердых отходов шламонакопителей АО «УКТМК» с извлечением диоксида титана и кальциевой селитры. Из поставленной цели сформулированы задачи, решение которых обеспечивает её достижение.
		4.4 Все разделы и положения диссертации логически взаимосвязаны: 1) <u>полностью взаимосвязаны</u> ; 2) взаимосвязь частичная; 3) взаимосвязь отсутствует	В диссертации все разделы и их положения взаимосвязаны и имеют соответствующую логическую последовательность. В диссертации поочередно описываются результаты физико-химических методов анализа шлама титаномагниевого производства, кека после азотнокислого выщелачивания шламовых отходов, дальнейшие результаты по переработке кека и раствора с получением диоксида титана и кальциевой селитры.
		4.5 Предложенные автором новые решения (принципы, методы) аргументированы и оценены по сравнению с известными решениями: 1) <u>критический анализ есть</u> ; 2) анализ частичный; 3) анализ представляет собой не собственные мнения, а цитаты других авторов	В литературном обзоре диссертационной работы рассмотрены известные методы по переработке титаносодержащего сырья с получением диоксида титана. А также, рассмотрены известные способы получения кальциевой селитры из традиционного и нетрадиционного сырья. На основании этого анализа автором предложено новое технологическое решение по переработке шлама из шламонакопителей титаномагниевого производства по схеме: шлам→азотнокислотное выщелачивание → кек и раствор; кек→фтороаммонийная переработка →гидролиз →очистка →рутиловый концентрат; раствор → очистка→ грануляция→ кальциевая селитра.
5.	Принцип научной новизны	5.1 Научные результаты и положения являются новыми? 1) <u>полностью новые</u> ;	Основные научные результаты и положения диссертационной работы являются полностью новыми, полученные сведения вносят определенный вклад в переработку отходов титаномагниевого

		<p>2) частично новые (новыми являются 25-75%);  3) не новые (новыми являются менее 25%)</p>	<p>производства. К научным результатам и положениям диссертационной работы, следует отнести:</p> <p>1) Изучение кинетики процесса выщелачивания шлама титаномагниевого производства азотной кислотой, с определением величины энергии активации для извлечения кальция 6,04 кДж/моль, и порядка реакции 0,83, которые свидетельствовали о внутридиффузионном режиме протекания процесса. Изучение влияния основных параметров процесса выщелачивания шлама титаномагниевого производства азотной кислотой, таких как: концентрация азотной кислоты, соотношение Т:Ж, температура и продолжительность, на степень извлечения кальция, титана и других сопутствующих компонентов с установлением оптимальных параметров процесса выщелачивания: 20 % концентрация азотной кислоты, Т:Ж=1:8, температура 20 °С, продолжительность 30 минут. При этом извлечение кальция в раствор достигает ~ 95-96%, а титан переходит в раствор на уровне 5 %.</p> <p>2) Установление оптимальных параметров последовательной возгонки фторидов кремния и титана. Определены параметры возгонки фторидов кремния при температуре 300 °С в течение 360 мин, скорость подачи воздуха 1,2 дм<sup>3</sup>/мин. Извлечение кремния в возгоны составило 94,24 %. Установление оптимальных параметров возгонки фторидов титана: температуре 800 °, продолжительность 120 мин, скорость подачи аргона 1,2 дм<sup>3</sup>/мин. Извлечение титана в возгоны составило 91,82 %.</p> <p>Однако, одним из недостатков гидрометаллургических схем является наличие больших потоков технологических растворов. В работе в некоторых случаях условия проведения процесса характеризуются высоким соотношением Т:Ж, что при промышленной реализации технологии приводит к образованию больших объемов раствора.</p>
		<p>5.2 Выводы диссертации являются новыми?  1) <u>полностью новые;</u></p>	<p>Приведенные в диссертации выводы относительно кинетики процесса выщелачивания для извлечения кальция и определения оптимальных условий азотнокислотного выщелачивания шлама,</p>

		<p>2) частично новые (новыми являются 25-75%);  3) не новые (новыми являются менее 25%)</p>	<p>фтороаммонийная обработка кека от азотнокислотного выщелачивания шлама, гидролиз полученных фторидных соединений и приложенные к этим методам обработки физико-химические исследования полученных продуктов являются новыми, ранее кем-либо (кроме соискателя и его соавторов) не были опубликованы.</p>
		<p>5.3 Технические, технологические, экономические или управленческие решения являются новыми и обоснованными:  1) <u>полностью</u> новые;  2) частично новые (новыми являются 25-75%);  3) не новые (новыми являются менее 25%)</p>	<p>На основании полученных исследований автором диссертации создана новая технология переработки шлама из шламонакопителей титаномагниевого производства, которая предусматривает последовательный технологический цикл переработки с получением основных продуктов в виде диоксида титана и кальциевой селитры, а также промежуточных: аморфный кремнезем и ниобийсодержащий продукт.</p> <p>Также в диссертации приведены технико-экономические сведения по разработанной технологии. Согласно которым при реализации указанной технологии в процессе переработки 10 000,0 тонн шлама в год, срок окупаемости составит 6 лет.</p> <p>Тем не менее, учитывая высокую коррозионность примененного метода фторидной технологии можно предположить, что использование данного способа для переработки кека от азотнокислотного выщелачивания может быть технически не оправдано.</p>
6.	Обоснованность основных выводов	<p>Все основные выводы <u>основаны/не</u> основаны на весомых с научной точки зрения доказательствах либо достаточно хорошо обоснованы (для qualitative research и направлений подготовки по искусству и гуманитарным наукам)</p>	<p>Выводы, приведенные в заключении сделаны на основе результатов теоретических и экспериментальных исследовательских работ, а также результатов физико-химических методов анализа. Полученные результаты не противоречат основным теоретическим и прикладным положениям и принципам в области теории и технологии металлургии.</p>

7.	Основные положения, выносимые на защиту	<p>Необходимо ответить на следующие вопросы по каждому положению в отдельности:</p> <p>7.1 Доказано ли положение?</p> <p>1) <u>доказано</u>;</p> <p>2) скорее доказано;</p> <p>3) скорее не доказано;</p> <p>4) не доказано</p>	<p>Все 9 позиций объявленных основных положений, выносимых на защиту, доказаны теоретически и экспериментально. В работе представлены результаты кинетических исследований процесса азотнокислого выщелачивания шлама и оптимизации процесса, результаты исследований по переработке кека и раствора с получением диоксида титана и кальциевой селитры и проведением укрупненно-лабораторных испытаний.</p>
		<p>7.2 Является ли тривиальным?</p> <p>1) да;</p> <p>2) <u>нет</u></p>	<p>В диссертационной работе тривиальный подход отсутствует. Все выявленные закономерности, полученные при проведении исследований зависимости рассматривались не упрощенно, а с позиций современных знаний и сведений в области металлургической науки и технологии применительно к отходам титаномагниевого производства.</p>
		<p>7.3 Является ли новым?</p> <p>1) <u>да</u>;</p> <p>2) нет</p>	<p>Положения выносимые на защиту являются новыми. Ранее подобные положения и результаты исследований по теме диссертации не были кем-либо (за исключением автора работы) описаны в литературе.</p>
		<p>7.4 Уровень для применения:</p> <p>1) узкий;</p> <p>2) <u>средний</u>;</p> <p>3) широкий</p>	<p>Объектом исследований диссертанта является твердые отходы шламонакопителей АО «УКТМК», которое образуется в результате промышленного получения губчатого титана процессом Кролла. Данная технология получения губчатого титана, помимо казахстанского предприятия, распространена на территории СНГ, где также образуются подобные отходы. В то же время в подавляющем большинстве титансодержащее сырье в мире перерабатывается для получения пигментного диоксида титана. С другой стороны, положения по фтороаммонийной переработке кека могут быть полезны для титансодержащего сырья, имеющего в своем составе высокое содержание кремния, не позволяющего использовать традиционные методы обработки. Положения, относящиеся к азотнокислному выщелачиванию шламового отхода и переработке получаемых растворов, могут быть полезны при переработке кальцийсодержащего сырья для получения нитратной соли. Поэтому</p>

			уровень применения оценивается как средний.
		7.5 Доказано ли в статье? 1) <u>да</u> ; 2) нет	В приложении А диссертации приведен список 12 публикаций по теме диссертации. В список публикаций соискателя входят две статьи в журналах индексируемом в базе Scopus, четыре статьи по перечню журналов рекомендованных КОКСОН МОН РК и одна статья в зарубежном научном издании. В публикациях показаны и нашли отражения положения, выносимые на защиту.
8.	Принцип достоверности Достоверность источников и предоставляемой информации	8.1 Выбор методологии - обоснован или методология достаточно подробно описана <u>1) да</u> ; 2) нет	Выбор методологии исследований проводился с учетом особенностей исходного исследуемого сырья. В работе дано описание методик исследований гидрометаллургических процессов выщелачивания сырья азотной кислотой, разложения фторидных соединений, осаждения нитратных солей, а также пиро процессов проведенных в горизонтальной трубчатой печи. Данные методологии позволили получить соискателю достоверные данные об изучаемых процессах с последующим объективным заключением по работе.
		8.2 Результаты диссертационной работы получены с использованием современных методов научных исследований и методик обработки и интерпретации данных с применением компьютерных технологий: <u>1) да</u> ; 2) нет	В работе наряду с надежными научными методами и приемами экспериментальных исследований, были использованы современные физико-химические методы исследований исходного сырья и продуктов технологических переделов с использованием современных приборов и оборудования: синхронный термический анализатор STA449F3 Jupiter, рентгенофазовый дифрактометр D8 Advance (Bruker AXS GmbH), спектрометр с индуктивно-связанной плазмой Optima 2000 DV, электронный растровый микроскоп с анализатором JEOL JXA 8230 Electron Probe Microanalyzer. Также были использованы следующие лабораторные и крупно-лабораторные оборудования, как горизонтальная трубчатая печь LOIP LF-50/500-1200, тарельчатый гранулятор, для расчетов была использована программа термодинамических расчетов HSC Chemistry 8.0.
		8.3 Теоретические выводы, модели, выявленные взаимосвязи и закономерности доказаны и подтверждены экспериментальным	Закономерности, выявленные в процессе исследования кинетики выщелачивания, а также при проведении термодинамических расчетов для прохождения основных реакций фторирования, возгонки и гидролиза, полностью подтверждены

		<p>исследованием (для направлений подготовки по педагогическим наукам результаты доказаны на основе педагогического эксперимента):</p> <p>1) <u>да</u>;</p> <p>2) нет</p>	<p>экспериментальными исследованиями соответствующих процессов и проведением укрупненно-лабораторных испытаний комплексной переработки шлама титаномагниевого производства с получением диоксида титана, кальциевой селитры, аморфного кремнезема и ниобийсодержащего продукта.</p> <p>В диссертации упоминается образования геля кремниевой кислоты при выщелачивании шлама который в свою очередь способствовал ухудшению фильтрации, однако не предложены пути решения данного вопроса.</p>
		<p>8.4 Важные утверждения <u>подтверждены</u>/частично подтверждены/не подтверждены ссылками на актуальную и достоверную научную литературу</p>	<p>Основные важные утверждения, в том числе и результаты автора, подтверждены соответствующими ссылками на достоверную научную литературу.</p>
		<p>8.5 Используемые источники литературы <u>достаточны</u>/не достаточны для литературного обзора</p>	<p>Список литературных источников диссертации насчитывает 95 научных работ, в том числе для литературного обзора 70, которых достаточно для проведения аналитического литературного обзора по теме диссертации.</p>
9	Принцип практической ценности	<p>9.1 Диссертация имеет теоретическое значение:</p> <p>1) <u>да</u>;</p> <p>2) <u>нет</u></p>	<p>Целью диссертационной работы является разработка технологии комплексной переработки отходов шламонакопителей АО «УКТМК» с извлечением ценных продуктов. Теоретические исследования, представленные в работе, были выполнены для получения дополнительных знаний в области изучаемого процесса, что послужило для осуществления основной цели. Поэтому работа не имеет основного теоретического назначения.</p>
		<p>9.2 Диссертация имеет практическое значение и существует высокая вероятность применения полученных результатов на практике:</p> <p>1) <u>да</u>;</p> <p>2) нет</p>	<p>Приведенные в диссертации прикладные результаты имеют практическое назначение так как в Казахстане отсутствует эффективная комплексная переработка отходов титаномагниевого производства, при ежегодном складировании которых образуются огромные поля-хранилища. Под воздействием природных осадков и ветра отходы размываются и распыливаются, загрязняя водный и почвенный бассейны региона. Создание комплексной технологии переработки данного техногенного сырья позволит получить</p>



			дополнительные продукты в виде диоксида титана и кальциевой селитры. Диоксид титана будет являться товарным продуктом в виде рутилового концентрата, кальциевая селитра будет использоваться в качестве удобрения и составляющего компонента в бетонной промышленности, поэтому эти продукты будут иметь потребителей как в Казахстане, так и на мировом рынке.
		9.3 Предложения для практики являются новыми? 1) <u>полностью новые</u> ; 2) частично новые (новыми являются 25-75%); 3) не новые (новыми являются менее 25%)	Практические предложения для осуществления результатов работы на практике являются новыми. Предложенная технология по переработке шламовых отходов титаномагниевого производства, является актуальной и позволяет получать продукцию, производство которой отсутствует в Казахстане, а также данная технология позволит сократить вредные выбросы в окружающую среду.
10.	Качество написания и оформления	Качество академического письма: 1) <u>высокое</u> ; 2) среднее; 3) ниже среднего; 4) низкое.	Диссертационная работа написана с выдержкой достаточно хорошего профессионального научно-технического стиля. Формулировки основных положений и выводов четкие, ясные и являются недвусмысленными.

### Заключение

Диссертационная работа, выполненная на тему: "Разработка технологии переработки отходов титаномагниевого производства с получением диоксида титана и кальциевой селитры", по содержанию и оформлению соответствует всем требованиям, предъявляемым к диссертационным работам, а ее автор, Есенгазиев Азамат Муратович заслуживает присуждения степени доктора философии (PhD) по специальности 6D070900 – «Металлургия».

**Главный научный сотрудник лаборатории  
редких металлов Государственного предприятия  
«Национальный центр по комплексной переработке  
минерального сырья Республики Казахстан»,  
кандидат технических наук**

