

«Утверждаю»
Член Правления – Проректор по
науке и развитию
и корпоративному
КазНТИУ им. К.И. Сатпаева
Кульшеев Е.И.



ВЫПИСКА ИЗ ПРОТОКОЛА № 4

Расширенного заседания кафедры
«Кафедра Metallургии и обогащения полезных ископаемых»
Горно-металлургического института имени О.А. Байконурова

г. Алматы

« _____ » _____ 2025 г.

Председатель: заведующий кафедрой «Metallургии и обогащения полезных ископаемых», PhD, ассоциированный профессор Барменшинова Мадина Богембаевна.

Секретарь: доктор PhD, старший преподаватель кафедры «Metallургии и обогащения полезных ископаемых» Мамырбаева Кульзира Калдыбековна.

Присутствовали (в соответствии с Положением о Диссертационном совете, не менее 2/3 членов кафедры):

Барменшинова М.Б. – зав. каф. МиОПИ, к.т.н., ассоц. проф.

Профессорско-преподавательский состав кафедры: Чепуштанова Т.А. – PhD, ассоц. проф.; Шаутинов М.Р. – к.т.н., доцент; Телков Ш.А. – к.т.н., доцент; Досмухамедов Н.К. – к.т.н., профессор; Баимбетов Б.С. – к.т.н., доцент; Байгенженев О.С. – PhD, ассоц. проф.

Ассоциированные профессора: Усольцева Г.А. – к.т.н.; Турсыбекова Г.С. – к.т.н.; Мамырбаева К.К. – PhD; Молдабаева Г.Ж. – к.т.н., ассоц. проф.; Мотовилов И.Ю. – PhD, ассоц. проф.; Койшина Г.М. – PhD.

Старшие преподаватели: Конирагбекова С.С. – к.т.н.; Мамбеталиева А.Р. – PhD; Тажиев Е.Б. – PhD; Джуманкулова С.К. – PhD; Даруеш Г.С. – PhD; Меркибаев Е.С. – PhD; Алтмышбаева А.Ж.; Куандыкова А.Н.

Преподаватель: Акказина Н.Т. – магистр.

Профессора-исследователи: Алыбаев Ж.А. – д.т.н., профессор; Бектай Е.К. – к.т.н.; Таймасова А.Н.

УВП: Султанбаева А.Б.; Әділжан Ж.; Омар Р.; Акбаров М.С.; Булгучева Л.М.; Түлегенов А.С.

АО «Институт металлургии и обогащения» (ИМиО): Мамаева А.А. – секретарь диссертационного совета, к.ф.-м.н., ассоц. проф.; Койжанова А.К. – зав. лаб. спецметодов гидрометаллургии им. Б.Б. Бейсембаева, к.т.н.; Квятковский С.А. – зав. лаб. тяжёлых цветных металлов, д.т.н., профессор.

Представители АО «КБТУ»: Малдыбаев Г.К. – PhD; Шарипов Р.Х. – PhD.

ПОВЕСТКА ДНЯ:

Обсуждение диссертационной работы PhD-докторанта кафедры «Металлургии и обогащения полезных ископаемых» Сарсембекова Турара Кусмановича на тему «Разработка технологии извлечения ниобия в процессе производства тетрахлорида титана», представленной на соискание степени доктора философии (PhD) по специальности 8D070900 – «Металлургия».

Научные консультанты:

- доктор PhD, кандидат технических наук, профессор Чепуштанова Т.А., КазННТУ имени К.И. Сатпаева

- доктор PhD, Янко Т.Б., UNDERSLAB LLC, г. Бургас, Болгария

Рецензенты:

- Досмухамедов Н.К. – к.т.н, профессор кафедры «Металлургии и обогащения полезных ископаемых», Горно-металлургический институт имени О.А. Байконурова, КазННТУ имени К.И. Сатпаева.

- Байгенженов О.С. – доктор PhD, ассоциированный профессор кафедры «Металлургии и обогащения полезных ископаемых», Горно-металлургический институт имени О.А. Байконурова, КазННТУ имени К.И. Сатпаева.

СЛУШАЛИ:

Председатель Барменшинова М.Б.: Сарсембеков Турар Кусманович обучался в докторантуре по специальности 8D070900 – «Металлургия» в НАО КазННТУ им. К.И. Сатпаева в 2017-2020 гг.

В настоящее время он завершил диссертационную работу на тему: «Разработка технологии извлечения ниобия в процессе производства тетрахлорида титана», которая была утверждена на Ученом совете КазННТУ имени К.И. Сатпаева от 30 октября 2017 г. (приказ № 1598-д).

Для проведения экспертизы по диссертации Сарсембекова Турара Кусмановича были назначены рецензенты:

Досмухамедов Н.К. – к.т.н, профессор кафедры «Металлургии и обогащения полезных ископаемых», Горно-металлургический институт имени О.А. Байконурова, КазННТУ имени К.И. Сатпаева.

Байгенженов О.С. – доктор PhD, ассоциированный профессор кафедры «Металлургии и обогащения полезных ископаемых», Горно-металлургический институт имени О.А. Байконурова, КазННТУ имени К.И. Сатпаева.

Они являются компетентными специалистами в соответствующей отрасли и подготовили рецензии по рассматриваемой диссертации.

К защите представлена диссертационная работа докторанта специальности 8D070900 – «Металлургия» Сарсембекова Турара Кусмановича на тему: «Разработка технологии извлечения ниобия в процессе производства тетрахлорида титана».

Если нет вопросов по повестке дня, слово предоставляется докторанту Сарсембекову Турару Кусмановичу для доклада. Регламент 20 минут на презентацию доклада.

Сарсембеков Т.К.:

Уважаемый председатель и уважаемые присутствующие! Разрешите представить вашему вниманию основные результаты диссертационной работы на тему: «Разработка технологии извлечения ниобия в процессе производства тетрахлорида титана».

В докладе отражены актуальность, цель, задачи работы, содержание, основные положения, выносимые на защиту, научные результаты и выводы диссертации.

Слушали:

Слушали Сарсембекова Т.К., который в своем докладе изложил суть диссертационной работы. Доклад был представлен в форме презентации. В ходе доклада были освещены следующие вопросы:

- Актуальность исследуемой проблемы,
- Цель и задачи диссертационного исследования,
- Научная новизна,
- Основные положения, выносимые на защиту,
- Практическая значимость диссертации,
- Методы исследования,
- Результаты исследования,
- Заключение и выводы.

ОБСУЖДЕНИЕ

Председатель Барменшинова М.Б.:

Уважаемые коллеги, переходим к следующему этапу – обсуждению диссертации. Пожалуйста, уважаемые коллеги, у кого есть вопросы по данной работе?

Вопрос от Мотовилова И.Ю.:

Вы показали распределение ниобия в относительных процентах, но неясно, каковы массовые проценты содержания Nb в шлаках. Правильно ли я понимаю, что экономические расчёты вы делали именно от массовых долей? Что принимается за 100 % в ваших диаграммах, и как по ним рассчитаны потери по операциям?

Ответ докторанта Сарсембекова Т.К.:

Распределение считалось в массово-количественных единицах: за 100 % принимали общее количество ниобия в 1 тонне исходного титанового шлака

(на основе лабораторно определённой массовой доли Nb, пересчитанной в кг/т). Далее все ветви баланса и потери по операциям рассчитывались от этой базы.

Уточняющий вопрос от Мотовилова И.Ю.:

Верно ли, что представлены относительные проценты? Что у вас является базой 100 %, от которой всё посчитано?

Ответ докторанта Сарсембекова Т.К.:

Содержание ниобия в титановых шлаках – порядка сотых процента (обычно 0,04–0,05 %). Дальнейшие распределения рассчитаны от массово-количественной базы: фактическую массовую долю Nb в шлаке пересчитали в массу на 1 т (например, 0,05 % \approx 0,5 кг/т) и уже от этой величины определили относительные доли по потокам.

Вопрос от Мотовилова И.Ю.:

Вы отмечаете, что ниобия мало. Какой аналитический метод вы применяли для количественного определения Nb в каждом продукте (шлаки, ОШТХ, возгоны ПК, расплав ПКС, пульпа ОС)? На основании каких измерений выполнен пересчёт в массовые проценты и материальные балансы?

Ответ докторанта Сарсембекова Т.К.:

Массовое содержание Nb в ильменитовом концентрате и титановых шлаках определяли методом спектрального эмиссионного анализа (атомно-эмиссионная спектрометрия) в аналитической лаборатории. Полученные значения использованы для пересчёта в кг/т и построения материальных балансов.

Комментарии от Мотовилова И.Ю.:

Необходимо раскрыть методику количественного определения ниобия при низких содержаниях: указать применённый аналитический метод, нормативную базу (ГОСТ/стандарты), предел обнаружения, погрешность и обоснование пригодности метода для заданного диапазона. Представить сводную таблицу параметров анализа и результатов по каждому продукту. Материальный баланс следует изложить сначала в абсолютных величинах (кг Nb на 1 т шлака либо г на пробу) с явным указанием, что принимается за 100 %, и лишь затем – в относительных процентах. В текущей версии база расчёта неочевидна, что затрудняет интерпретацию.

Ответ докторанта Сарсембекова Т.К.:

Игорь Юрьевич, большое спасибо за комментарии, принято.

Вопрос от Малдыбаева Г.К.:

Просьба уточнить основной объект исследования и место в производственной схеме: работа преимущественно ориентирована на пульпу оросительного скруббера (из которой вы получаете ниобиевый концентрат) или на титановые шлаки, по которым анализируется распределение Nb? Какой поток принят базовым для расчётов и выводов?

Ответ докторанта Сарсембекова Т.К.:

Спасибо за вопрос. Ответу развернуто.

Во-первых, исходя из природы сырья, основная сложность извлечения ниобия связана с тем, что в ильменитовом концентрате и титановых шлаках он

присутствует в очень малых концентрациях и преимущественно изоморфно растворён в кристаллической решётке Fe–Ti–O/рутиловой матрицы. В такой форме ниобий не образует самостоятельных легко отделяемых фаз, поэтому прямое извлечение из шлака «как есть» практически нереализуемо технологически и экономически.

Во-вторых, хлорирование титанового шлака по самой своей кинетико-термодинамической природе создаёт условия для перевода ниобия в (окси)хлоридные формы и его разделения по промпродуктам газоочистки за счёт последовательного снижения температуры и отдельной конденсации компонентов паро-газовой смеси. В результате наиболее благоприятной «ловушкой» для ниобия оказывается пульпа оросительного скруббера (ОС), где (окси)хлоридные формы ниобия аккумулируются и переходят в твёрдый остаток.

В-третьих, в действующей схеме пульпа ОС рециркулирует: её периодически возвращают в хлоратор для регулирования теплового режима, что неизбежно приводит к частичному перераспределению ниобия между несколькими промпродуктами – отвальным шламом титанового хлоратора (ОШТХ), возгонами пылевой камеры (ПК), расплавом пылесадительной камеры с солевой ванной (ПКС) и, собственно, пульпой ОС. Тем не менее, по нашим наблюдениям и расчётам, основная доля ниобия в итоге накапливается именно в пульпе ОС.

Отсюда вытекает наша технологическая стратегия: мы целимся не извлекать ниобий отдельно из каждого побочного потока (ОШТХ, возгоны ПК, расплав ПКС), а максимизировать перевод ниобия в пульпу ОС, где он концентрируется в извлекаемой форме. Для этого:

- настраиваем режимы хлорирования (T , $p(\text{Cl}_2)$, активность углерода, гидродинамику), чтобы сместить равновесие в сторону (окси)хлоридов ниобия и их конденсации/фиксации в пульпе;
- организуем контролируемый отбор пульпы из одной технологически удобной точки (по триггерам: вязкость/плотность/расчётная концентрация Nb), до её возврата в хлоратор;
- далее применяем разработанную аппаратурно-технологическую схему: предварительное отстаивание/центрифугирование → ступенчатое упаривание/дистилляция с конденсацией и возвратом технического TiCl_4 в основной процесс → финальная подсушка/прокаливание до сухого ниобийсодержащего остатка для последующей гидрометаллургии (при необходимости).

Иными словами, базовый объект нашей работы – пульпа ОС, а цель – сконцентрировать в ней ниобий и извлекать его из одного потока по понятной и экономичной схеме, минимизируя распыление по остальным промпродуктам. Такой подход технологически реализуем, упрощает материальный учёт и обеспечивает наилучшие предпосылки для промышленной селективности и экономики.

Уточняющий вопрос от Малдыбаева Г.К.:

Правильно ли я понимаю, что в действующей схеме ветка отбора пульпы отсутствует, поэтому ниобий с рециркуляцией возвращается в хлоратор и далее распределяется по промпродуктам? Уточните, пожалуйста: в какой точке вы предлагаете организовать отбор пульпы; какова расчётная доля/частота отбора (и по какому критерию – вязкость, плотность, расчётная концентрация Nb – будет включаться отбор); как это сместит равновесие по ниобию (ожидаемое снижение долей Nb в ОШТХ/возгонах ПК/расплаве ПКС – в абсолютных и относительных величинах); и каково влияние такого отбора на тепловой режим хлоратора и материальные потоки TiCl₄?

Ответ докторанта Сарсембекова Т.К.:

В действующей схеме ветки целенаправленного отбора пульпы нет: пульпа оросительного скруббера после охлаждения возвращается в хлоратор для стабилизации температурного режима. При такой рециркуляции содержащийся в пульпе ниобий вновь попадает в горячую зону и далее распределяется по нескольким промпродуктам (отвальный шлак титанового хлоратора, возгоны пылевой камеры, расплав пылеосадительной камеры), вместо того чтобы концентрироваться в одном потоке.

Мы предлагаем организовать отбор пульпы в точке возврата, до её подачи в хлоратор. Отбор – управляемый и порционный (по технологическим триггерам вроде вязкости/плотности/расчётной концентрации Nb), через врезку с запорной арматурой и учётом расхода. Далее отобранная пульпа идёт на ступенчатое упаривание/конденсацию с возвратом технического TiCl₄ в основной процесс и выделением сухого ниобийсодержащего остатка.

С точки зрения химии и равновесий, такой отбор снижает возврат (окси)хлоридных форм Nb в реактор, тем самым смещая равновесие в сторону их вывода из замкнутого контура и фиксации в извлекаемом остатке. Практический эффект – меньше ниобия будет возвращаться и накапливаться в побочных потоках (ОШТХ, возгоны ПК, расплав ПКС), и больше – собираться в магистрали «пульпа ОС → упаривание», где мы его и извлекаем.

По влиянию на тепловой режим: отбор по масштабу сопоставим с существующими колебаниями, возникающими при периодическом возврате пульпы; он выполняется дозированно, поэтому не нарушает устойчивость температуры в хлораторе, а возвращаемый при упаривании TiCl₄ минимизирует материальные потери. Для балансов расчётной базой остаётся масса Nb в 1 т шлака (100 %), после чего показываем перераспределение как в абсолютных величинах, так и в относительных процентах.

Уточняющий вопрос от Малдыбаева Г.К.:

Поясните, пожалуйста, технологическую реализацию отбора пульпы в рамках действующей схемы завода: в какой точке выполняется врезка на линии возврата пульпы ОС; какова схема трубопроводов и арматуры (отсечные/регулирующие клапаны, байпас, обратные клапаны); в каком режиме предполагается отбор – непрерывно или порционно; по каким параметрам (температура, вязкость/плотность, расчётная концентрация Nb) будет запускаться отбор и как организованы учёт и контроль (расходомер, пробоотбор, автоматика/АСУ ТП); куда далее направляется поток

(отстаивание/центрифугирование → дистилляционный куб → конденсаторы → возврат $TiCl_4$), и как это увязано с существующими насосами (например, ТХИ 8×40) и тепловым балансом хлоратора; какие материалы исполнения и решения по коррозионной стойкости применяются; какие предусмотрены меры промышленной безопасности при врезке и эксплуатации этой ветки?

Ответ докторанта Сарсембеков Т.К.:

В действующей схеме пульпа возвращается в хлоратор двумя насосами ТХИ 8×40 для стабилизации температурного режима. Предлагаемая реализация отбора пульпы технологически проста: на линии возврата выполняется врезка (тройник) и устанавливаются два запорных вентиля – один на ветвь в сторону хлоратора, второй – на установку переработки пульпы. В штатном режиме открыт вентиль на хлоратор. Когда по контролю повышается содержание ниобия в танке пульпы, выполняется порционный отбор: вентиль в сторону хлоратора перекрывается, вентиль на установку переработки открывается, и этими же насосами ТХИ 8×40 пульпа перекачивается порциями на установку.

Периодичность и объём порций будут установлены в ходе опытно-промышленных испытаний (это может быть раз в смену, несколько раз за смену, раз в сутки – режим уточним по результатам материального баланса и оперативного контроля). После отбора схема возвращается в исходное положение. Таким образом, дополнительной насосной группы не требуется: отбор осуществляется тем же агрегатом по альтернативной ветви трубопровода.

Уточняющий вопрос от Малдыбаева Г.К.:

Просьба подробно раскрыть последовательность операций после отбора пульпы. Предусматривается ли предварительное сгущение (отстаивание/флокуляция) или вы сразу переходите к механическому разделению – центрифугированию/фильтрации? Если да, то какая схема принята (сгущение → центрифуга/фильтр → дистилляционный куб → конденсаторы с возвратом $TiCl_4$ → подсушка/прокал), какие режимы (Т, время, вязкость/плотность, обороты центрифуги, применяемые флокулянты), каков целевой сухой остаток кека и куда направляется фильтрат/центрифугат (обратно в контур или на упаривание $TiCl_4$)? Просьба также указать тип применяемого оборудования, материалы исполнения (коррозионная стойкость) и меры безопасности на этой стадии.

Ответ докторанта Сарсембекова Т.К.:

Аппаратурно-технологическая схема предусматривает следующий порядок операций. Пульпа принимается в приёмные (расходные) баки с мешалками, поскольку содержание твёрдой фазы составляет порядка 100 г/л. Далее этими же насосами пульпа подаётся в дистилляционный куб, где выполняется предварительная упарка с отделением паров тетрахлорида титана ($TiCl_4$). Пары $TiCl_4$ направляются в кожухотрубный водоохлаждаемый теплообменник, где конденсируются; конденсат накапливается в баках-сборниках и затем перекачивается в ёмкости приёма технического $TiCl_4$ для дальнейшего возврата в основной процесс.

После предупарки сгущённая пульпа откачивается в тигельную печь, где проводится окончательная упарка до сухого состояния при температуре порядка 250–300 °С. Полученный сухой упаренный осадок извлекается и передаётся на гидрометаллургическую переработку с целью извлечения соединений ниобия. Образующиеся на стадиях упарки пары $TiCl_4$ также конденсируются в холодильнике, собираются в баках-сборниках и возвращаются в процесс.

Таким образом, схема обеспечивает возврат $TiCl_4$ в технологический контур и получение сухого ниобийсодержащего остатка как целевого продукта для последующей переработки.

Вопрос от Досмухамедова Н.К.:

Прошу подробно раскрыть теоретическую основу и механизм получения ниобийсодержащего продукта из пульпы оросительного скруббера. С учётом ваших термодинамических расчётов (ниобий в шлаке, как правило, не уходит в газовую фазу в виде летучих хлоридов), объясните, за счёт каких процессов и при каких условиях (T , $p(Cl_2)$, pO_2 /окислительно-восстановительный потенциал, активность C , состав газо-жидкой среды) ниобий переходит в (окси)хлоридные формы (например, $NbCl_5$, $NbOCl_3$, NbO_2Cl и др.) и почему их конденсация/фиксация происходит именно в контуре пульпы ОС. Уточните:

1. Где в схеме происходит образование и накопление этих форм;
2. Какими экспериментальными данными (XRD, SEM-EDS/WDS, материальные балансы) это подтверждено;
3. Как указанный механизм приводит к получению конечного продукта с ~19,5 % Nb (локально до 20–27 %), и как это согласуется с первоначальным выводом о поведении ниобия на стадиях плавки/хлорирования.

Ответ докторанта Сарсембекова Т.К.:

Спасибо, Нурлан Калиевич, вопрос понятен. Если коротко, механизм извлечения ниобия из пульпы оросительного скруббера носит преимущественно физический характер: в пульпе формируется двухфазная система, где жидкая фаза – это тетрахлорид титана ($TiCl_4$), а ниобий содержится в твёрдом осадке/взвеси. Соответственно, задача сводится к отделению твёрдой фазы пульпы от жидкой с последующим возвратом $TiCl_4$ в процесс.

Уточняющий вопрос от Досмухамедова Н.К.:

Просьба однозначно уточнить:

1. Химическая форма ниобия в твёрдом остатке пульпы ОС. В каком состоянии вы его идентифицируете: хлоридные/оксихлоридные (например, $NbCl_5$, $NbOCl_3$, NbO_2Cl) или оксидные (Nb_2O_5 и др.) формы? Какая валентность Nb предполагается и какими данными (XRD, SEM-EDS/WDS) это подтверждено?

2. Стандартное состояние в термодинамических расчётах. Какое стандартное состояние и набор соединений/фаз для Nb вы принимаете при моделировании (T , $p(Cl_2)$, pO_2 /ОВП, $a(C)$, состав среды)? Какие допущения заложены в расчёт?

3. Порог “начала получения продукта”. С какого порогового уровня (концентрация Nb в пульпе, вязкость/плотность, число циклов рециркуляции, температура) вы считаете, что формируется извлекаемый продукт? Как это просчитано/верифицировано (расчётные зависимости, результаты опытов)?

4. Материальный баланс и рециркуляция. Как кратность циркуляции пульпы влияет на распределение Nb между потоками (ОШТХ/ПК/ПКС/ОС) при базе “100 % = масса Nb в 1 т шлака”? Нужна количественная вилка или график зависимости.

5. Методическая обеспеченность. Каков предел обнаружения/погрешность используемых методов при низких содержаниях Nb, достаточны ли они для надёжной идентификации указанных форм?

Ответ докторанта Сарсембекова Т.К.:

Состояние ниобия в твёрдом осадке пульпы подтверждено экспериментально. После отделения осадка мы выполнили рентгенофазовый анализ (XRD) (сопровождали SEM-EDS/WDS по точкам и картам), и по результатам, сведённым в таблице, ниобий в сухом остатке идентифицируется преимущественно в виде оксидных и оксихлоридных форм. Чистые хлоридные фазы (типа $NbCl_5$) в сухом осадке, как правило, не фиксируются из-за гидролиза/деструкции при контакте с жидкой фазой и в ходе подсушки; они переходят в $NbOCl_3/NbO_2Cl$ и далее – частично в Nb_2O_5 .

Теоретически (по термодинамическому обоснованию) мы исходим из того, что в контуре оросительного скруббера ниобий образует хлоридные/окси-хлоридные формы (предположительно $NbCl_5$, $NbOCl_3$, NbO_2Cl) и конденсируется/фиксируется на твёрдой дисперсной фазе пульпы. При этом в расчётах задавали стандартные состояния для соответствующих фаз (например, Nb_2O_5 (тв.), $NbCl_5$ (газ/жид.), $NbOCl_3$ (тв.), NbO_2Cl (тв.)) при 1 бар, с варьированием T , $p(Cl_2)$, $pO_2/OBП$ и активностей носителей. Таким образом, модель объясняет образование (окси)хлоридов в процессе, а аналитика показывает, что в конечном сухом остатке они частично стабилизируются как оксихлориды и оксиды, что и зафиксировано в таблице.

Уточняющий вопрос от Досмухамедова Н.К.:

Коротко уточните, пожалуйста: в самой пульпе (до упарки) в какой форме находится ниобий – хлориды, оксихлориды или оксиды – и чем это подтверждено (какие методы, с каким пределом обнаружения)? И какое стандартное состояние/набор фаз Nb вы принимали в термодинамических расчётах?

Ответ докторанта Сарсембекова Т.К.:

Ниобий в твёрдом осадке пульпы идентифицирован по XRD (с подтверждением SEM-EDS/WDS) преимущественно в форме оксихлоридов ($NbOCl_3$, NbO_2Cl) при Nb(V); хлоридные компоненты ($NbCl_5$) присутствуют, но частично гидролизуются при подсушке и переходят в оксихлориды; эпизодически фиксируется Nb_2O_5 ; ниобаты/карбиды/интерметаллиды не обнаружены в аналитически значимых количествах.

Уточняющий вопрос от Досмухамедова Н.К.:

«Если в пульпе ниобий фиксируется преимущественно как оксихлориды, значит на их образование/стабилизацию влияет оксидная матрица-носитель. Уточните, пожалуйста:

1. Какая матрица выступает главным «шаблоном» для формирования устойчивых оксихлоридов Nb – рутиловая Fe–Ti–O, ильменитовая, оксиды железа, стекло CMAS и др.?

2. Проводили ли вы целенаправленный анализ ассоциаций Nb с матрицей (SEM-EDS/WDS-картирование, точечные спектры) и чем это подтверждено?

3. При низких содержаниях Nb какие решёточные изменения происходят и где именно – в рутиловой или ильменитовой фазе (механизм изоморфного замещения, компенсация заряда)?

4. С учётом того, что при рудотермической плавке Nb преимущественно переходит в рутильную составляющую шлака, верно ли, что исходной точкой для хлорирования является рутил, и как это отражается на кинетике и термодинамике образования оксихлоридов?»

Ответ докторанта Сарсембекова Т.К.:

Согласно нашему теоретическому обоснованию, основным носителем ниобия в исходном сырье и в титановых шлаках является оксидная матрица системы Fe–Ti–O (рутильная система). На формирование и стабилизацию устойчивых оксихлоридных форм Nb в пульпе в равной мере влияют и оксиды титана (рутиловая составляющая), и оксиды железа: при увеличении локальной концентрации Nb наблюдается переход от изоморфного растворения к появлению самостоятельных фаз, что фиксируется в твёрдом остатке пульпы. Поскольку при рудотермической плавке ниобий практически полностью переходит из ильменита в рутильную часть шлака (что подтверждено количественным распределением), исходной «точкой входа» для хлорирования является именно рутильная форма нахождения Nb.

Вопросы от Г.Ж. Молдабаевой:

1. Определяли ли вы Ta в сырье/шлаках/промпродуктах и каким методом (с указанием предела обнаружения)? Как он распределяется по потокам относительно Nb, сопутствует ли аккумуляции Nb в пульпе ОС и как это отражается на составе конечного продукта и последующей селекции на гидрометаллургии?

2. При уровне ~0,04–0,05 % Nb в шлаке прошу уточнить массовую базу 100 % (кг Nb на 1 т шлака) и представить краткий расчёт рентабельности: принятые извлечения/потери по потокам, ориентировочные CAPEX/OPEX, ценовые допущения по продукту, а также пороговый уровень концентрации Nb в пульпе/остатке, при котором проект становится экономически целесообразным.

Ответ докторанта Сарсембекова Т.К.:

Гульнара Жаксылыковна, спасибо за вопросы.

1. Тантал в рассматриваемых потоках присутствует, но его уровень на порядок ниже ниобия: если для Nb мы говорим о сотых долях процента, то для Ta это, как правило, тысячные доли процента. Мы отслеживали его при

анализе распределения, однако из-за фокуса исследования на ниобии детально тантал не рассматривали.

2. При столь низком содержании Nb в исходном сырье (ильменитовый концентрат, титановый шлак) прямое извлечение нецелесообразно технологически и экономически. Экономический смысл возникает на стадии хлорной переработки, где за счёт ступенчатой конденсации и снижения температуры происходит концентрирование ниобия в пульпе оросительного скруббера. В сухом остатке пульпы мы фиксировали содержание в пересчёте на Nb₂O₅ порядка ~20 %, что уже влияло на реологию (загустение) и температурный режим, собственно, это и стало основанием для предлагаемой технологии: целевой отбор пульпы → ступенчатое упаривание/конденсация с возвратом технического TiCl₄ без потерь → выделение сухого ниобийсодержащего остатка для дальнейшей гидрометаллургии. В таких условиях достигается положительный экономический эффект.

Вопрос от О.С. Байгенженова:

Прошу уточнить влияние предлагаемого отбора пульпы (зелёная ветка) на тепловой режим хлоратора. Какова сейчас масса/расход рециркулируемой пульпы, какую долю и периодичность отбора вы планируете, и каким образом будет компенсироваться убыль «холодной» массы (корректировка подачи Cl₂/топлива, дополнительный подогрев, буферные ёмкости)? Не приведёт ли отбор к снижению температуры и нарушению технологического цикла?

Ответ докторанта Сарсембекова Т.К.:

Спасибо, вопрос понятен. Ключевой момент – тепловой режим. В действующей практике возврат пульпы в хлоратор носит не постоянный, а порционный характер: заданный диапазон температуры расплава 700–820 °С, рабочая уставка – около 770 °С. При достижении ~790 °С подаётся порция пульпы, температура снижается до ~750 °С, после чего подача останавливается. Пульпа вводится на зеркало расплава и/или перед главным газоходом – для одновременного контроля температуры ванны и температуры паро-газовой смеси на выходе из хлоратора. Таким образом, возврат пульпы – циклическая операция, а не непрерывный поток.

Уточняющий вопрос от О.С. Байгенженова:

Просьба уточнить фактическую массу/объём пульпы, возвращаемой в хлоратор (размер порции, суммарно за час/смену/сутки и по каким траекториям подачи), а также какую долю (%) и абсолютное количество (т/ч или м³/ч) вы планируете отводить на свою установку в предлагаемой схеме?

Ответ докторанта Сарсембекова Т.К.:

Точной оценки массы пульпы, возвращаемой в хлоратор, у нас сейчас нет: этот показатель носит операционно-режимный характер и варьируется в зависимости от текущих уставок и состояния контура.

Регулирование выполняется по температуре в танке пульпы и по накоплению TiCl₄/паро-газовой смеси: изменяя уставки, мы можем увеличивать или уменьшать объём рециркуляции и тем самым отстраивать материальный баланс между возвратом и отбором.

Отбор пульпы – не основная ветка. Он включается порционно лишь при достижении целевого состояния пульпы (рост вязкости, повышение расчётной концентрации Nb). В штатном режиме приоритет – поддержание теплового баланса хлоратора.

Частота и объём отбора зависят от содержания Nb в исходном сырье: при низком содержании накопление идёт медленнее – отбор реже; при более высоком – чаще.

Конкретные параметры (размер порций, периодичность) будут уточнены в ходе опытно-промышленных испытаний, с опорой на технологические триггеры, без жёсткой привязки к фиксированной массе.

В итоге отбор задаётся динамически: так, чтобы не нарушать тепловой режим хлоратора и одновременно обеспечивать целевой вывод пульпы при накоплении ниобия.

Уточняющий вопрос от Байгенженова О.С.:

Просьба ориентировочно указать, какую долю пульпы вы планируете выводить из контура на установку (порядка 1 %, 10 %, 50–90 % и т.д.) и на какой объём исходного материала рассчитаны ваши расчёты, если пульпа рассматривается как основной источник извлечения Nb?

Ответ докторанта Сарсембекова Т.К.:

Вопрос понятен, Омирсерик Сабыржанович. Подготовим расчёты доли отбора пульпы в зависимости от содержания ниобия в исходном сырье и представим ориентировочную “вилку” значений. Показатель существенно зависит от вариативности состава, поэтому диапазоны будут даны по сценариям и без привязки к фиксированной постоянной доле.

Вопрос от А. М. Есенгазиева:

Работа посвящена извлечению ниобия из побочных потоков газоочистки (возгоны пылевой камеры, расплав пылесадительной камеры, ОШТХ) и пульпы оросительного скруббера. Известно, что состав этих полупродуктов меняется во времени (по партиям сырья, режимам, сменам, сезонам/годам). Уточните, пожалуйста: наблюдается ли в вашем случае существенная вариабельность содержания Nb в пульпе ОС и других потоках; каковы масштабы колебаний; и как вы это учли в отборе проб, расчёте распределений и формировании выводов (усреднение, доверительные интервалы, временные ряды)?

Ответ докторанта Сарсембекова Т.К.:

Уважаемый Азамат, спасибо за уместный вопрос. Мы знакомы с вашими работами и разделяем тезис о вариабельности состава полупродуктов во времени.

Действительно, фазово-минералогические исследования дают моментальный срез: пробы отбирались и изучались в конкретные периоды, а при изменении сырья и режимов состав промпродуктов может меняться. Тем не менее, количественное распределение ниобия и вывод о его накоплении в пульпе оросительного скруббера подтверждены на большом массиве данных за несколько лет (что отражено и в нашей публикации); по совокупности наблюдений картина устойчива в усреднённом смысле.

Это согласуется и с природой системы: исходно ниобий находится в железо-титан-кислородной матрице (Fe–Ti–O/рутильная составляющая), а при хлорировании и последующей газоочистке преобладают оксихлоридные формы Nb, которые аккумулируются в пульпе. Поэтому мы считаем, что предложенная аппаратурно-технологическая схема применима на длительном интервале времени, с учётом технологических колебаний и смены сырьевых партий.

Выступление рецензента Н.К. Досмухамедова

Уважаемые коллеги, еще раз приветствую всех. Перехожу непосредственно к оценке представленной работы.

1. Общая оценка и уровень исполнения. Диссертация производит впечатление высокого уровня по совокупности признаков: комплексность постановки, системность анализа, проработанность теоретической части и четкая практическая ориентированность. Впервые, на моей памяти, столь последовательно прослежена вся технологическая цепочка – от исходного сырья, рудотермической плавки и хлорирования до контуров газоочистки – с анализом поведения ниобия на каждом этапе. На этой основе соискателем предложена целостная концепция и технологическая стратегия селективного извлечения ниобия с получением ниобийсодержащего продукта (концентрата).

2. Научная новизна и доказательная база. Сильной стороной считаю связку термодинамического обоснования и эксперимента. Проведенный термодинамический анализ дает ясную картину устойчивых форм ниобия и направленности равновесий; экспериментальная часть (минералого-фазовые исследования, рентгенофазовый анализ, СЭМ-EDS/WDS, материальные балансы) убедительно подтверждает теоретические выводы. В этом отношении доказательная база представляется достаточной и внутренне согласованной.

3. Практическая значимость и инженерная логика. Работа имеет явную практическую ценность: показано, как при заведомо низких содержаниях Nb в исходном сырье можно достичь экономически осмысленного концентрирования за счет особенностей хлорной переработки и последовательной конденсации примесей. Сфокусированность на пульпе оросительного скруббера как естественном «концентраторе» ниобия и предложение организовать целевой отбор пульпы с последующим упариванием при возврате $TiCl_4$ – инженерно грамотное и технологически реализуемое решение.

4. Устойчивость результатов к изменению исходных условий. В ходе дискуссии справедливо поднимался вопрос о вариабельности состава сырья и промпродуктов во времени. Представленная автором логика и суммарные данные за несколько лет, на мой взгляд, демонстрируют устойчивость усредненной картины распределения Nb. При этом колебания состава не оказывают критического влияния на базовый процесс получения $TiCl_4$, а заявленная задача – селективное извлечение Nb – сохраняет значимость и реализуемость.

5. Замечания и предложения к доработке текста диссертации. При общем положительном впечатлении прошу учесть следующие конкретные рекомендации:

- Замкнуть общую картину распределения Nb: подробнее описать «остаточные» потоки (ОШТХ, возгоны пылевой камеры, расплав пылесадительной камеры) и показать, куда уходит оставшаяся доля ниобия при выбранном варианте отбора пульпы – в абсолютных величинах и в относительных процентах.

- Развернуть раздел о получении целевого продукта: указать идентифицированные фазы (оксихлориды/оксиды), диапазоны содержаний, требования к продукту в зависимости от дальнейшей маршрутизации (гидрометаллургия, Nb₂O₅, возможные товарные формы).

- Усилить кинетическую составляющую: дополнить термодинамические выкладки элементами кинетики образования/конденсации/гидролиза (окси)хлоридов Nb и массообмена в контуре ОС; это повысит понимание чувствительности процесса к режимам.

- Дать тепловой и материальный баланс ветки отбора пульпы: показать влияние на температурный режим хлоратора, уставки АСУ ТП, ориентировочную «вилку» долей отбора при разных содержаниях Nb в шлаке.

- Прояснить аналитическую методическую базу: свести в таблицу методы, пределы обнаружения, погрешности и использованные стандарты/ГОСТ, чтобы снять вопросы по надежности определения Nb при низких содержаниях.

6. Оформление, публикации, соответствие требованиям. По оформлению замечаний нет: текст выверен, структура логична, иллюстративный материал репрезентативен. Публикационная активность соответствует заявленному объему работ и профилю исследования; требования Министерства науки соблюдены.

7. Итоговое заключение. С учетом изложенного считаю, что диссертация выполнена на высоком научно-техническом уровне, обладает значимой практической ценностью и содержит новизну в части стратегии селективного извлечения ниобия из действующей технологической схемы. При учете отмеченных рекомендаций работа станет еще более цельной и убедительной.

Рекомендация: представить диссертацию к защите в диссертационном совете.

Выступление рецензента Байгенженова О.С.:

Уважаемые коллеги, добрый день. Работа произвела очень хорошее впечатление: она интересная, содержательная, при обсуждении возникло много вопросов, часть из которых мы уже предварительно проработали. Текст диссертации я получил на прошлой неделе и внимательно ознакомился.

Актуальность и практический смысл. Тема безусловно актуальна, поскольку затрагивает попутное извлечение редких и тугоплавких металлов (в частности ниобия) в контуре действующей технологии. По ответам соискателя видно, что добавление замыкающего технологического цикла в

существующую схему переработки делает процесс экономичнее, чем попытка начинать «с нуля» с отдельной переработкой сырья под ниобий.

Основные замечания и предложения.

1. Дисбаланс акцентов (синтез искусственного ильменита). В тексте диссертации слишком подробно освещён синтез искусственного ильменита и его термообработка (широкие температурные ряды, кинетика при 900–1100 °С и т.п.). При том что заявленная цель – получение ниобийсодержащего продукта, на мой взгляд, столь детальная часть по синтезу выглядит избыточной. Рекомендую существенно сократить этот раздел, оставить лишь необходимое для последующей аргументации, а остальное – вынести в приложения либо кратко резюмировать.

2. Параметры процесса концентрирования – раскрыть влияние. В части концентрирования ниобийсодержащего продукта недостаточно раскрыто влияние режимных параметров:

– температуры, времени (τ), состава среды (характер пульпы, компоненты газо-жидкой фазы);

– влияния этих факторов на эффективность разделения, селективность, состав и реологию пульпы.

Предлагаю сформировать сводный раздел: диапазоны параметров, критерии оптимума (извлечение/чистота/потери), при возможности – матрицу планирования или ответные поверхности, чтобы было видно, что и как влияет на итоговую эффективность.

3. Идентификация и химический анализ продукта. При оценке состава ниобийсодержащего продукта вы опираетесь на результат $>20\%$ Nb. Для повышения достоверности и сопоставимости данных рекомендую дополнять фазово-структурные методы химическим анализом (например, атомно-эмиссионная спектрометрия/ICP-OES, при необходимости ICP-MS/XRF), указав пределы обнаружения, точность/погрешность, применённые стандарты/ГОСТ и воспроизводимость (повторности). Это укрепит доказательность и снимет вопросы по качеству продукта.

Итоговая оценка. В целом диссертация грамотно выполнена, автор владеет материалом, логика изложения последовательна, предложены эффективные пути решения поставленных задач. С учётом изложенных замечаний и их устранения работу рекомендую к публичной защите.

Председатель Барменшинова М.Б.:

Слово предоставляется отечественному научному консультанту, доктору PhD, профессору КазННТУ имени К.И. Сатпаева Чепуштановой Т.А. (положительный отзыв прилагается).

Выступление научного консультанта Т.А. Чепуштановой

Уважаемые коллеги, добрый день. Коротко о пути этой работы. Исследование длилось восемь лет и выполнялось поэтапно, скрупулёзно. Истоки темы связаны с Владиленом Александровичем Козловым – именно он в своё время предложил направление; к сожалению, его уже нет с нами. С признательностью отмечу его вклад и наставову «довести тему до конца».

За эти годы имели место объективные трудности – ограничения передвижения и доступов (в т.ч. из-за пандемии), а также годичный перерыв по состоянию здоровья соискателя. Несмотря на это, при поддержке семьи и кафедры работа была доведена до текущего уровня.

Ключевая сильная сторона соискателя – он производственник с большим практическим опытом (10+ лет). Именно производственная проблематика подсказала новаторскую идею: в отличие от известных схем, целевым образом извлекать ниобий из пульпы оросительного скруббера. Внутри этого решения раскрыта и научная новизна – показаны устойчивые формы ниобия, механизмы их образования и пути технологического концентрирования.

Каждый этап подтверждён аналитикой: рентгенофазовый анализ (XRD/РФА), СЭМ-EDS/WDS, сопоставление с материальными балансами. Результаты согласованы и дают цельную картину поведения ниобия по всей технологической цепочке – от плавки и хлорирования до газоочистки и пульпы.

Особо отмечу аппаратурно-технологическое решение, органично встраиваемое в действующую схему: отбор пульпы → ступенчатое упаривание с возвратом $TiCl_4$ → получение сухого ниобийсодержащего остатка для дальнейшей гидрометаллургии. Подход повышает реализуемость и экономическую целесообразность: добавляется «короткий цикл» к существующему процессу вместо создания отдельной линии «с нуля».

Актуальность темы очевидна. Ниобий востребован в высокотехнологичных применениях (в т.ч. авиационные материалы, сплавы повышенной коррозионной стойкости). Потому даже попутное, но надёжное и экономически оправданное извлечение имеет существенную практическую ценность.

В целом работа производит очень положительное впечатление: грамотная интеграция производственного опыта и научной постановки, приводящая к практически применимому результату. Поддерживаю соискателя и считаю целесообразным дальнейшее движение к защите.

Отзыв зарубежного научного консультанта:

Т.А. Чепуштанова представила отзыв Т.Б. Янко (рецензента). В отзыве отмечены ключевые сильные стороны работы: актуальность темы, оригинальность подхода, научная новизна и значимая практическая ориентированность результатов. Подчёркнута методическая корректность и полнота исследования, а также публикационная апробация материалов.

Отмечено соответствие диссертации установленным требованиям к содержанию и оформлению. Т.Б. Янко поддержал выдвижение диссертационной работы к защите, принципиальных замечаний не высказал и рекомендовал вынести работу на предзащиту и последующую защиту.

Ответ докторанта Сарсембекова Т.К.:

Докторант Сарсембеков Т.К. поблагодарил научного консультанта Т.А. Чепуштанову, а также зарубежного консультанта Янко Т.Б. за руководство и поддержку в проведении исследования.

Председатель Барменшинова М.Б.:

У кого-нибудь еще есть вопросы? Вопросов нет. Работа объемная, а выявленные замечания легко исправимы. Все участники расширенного научного семинара, выступившие в дискуссии, единогласно рекомендовали диссертационную работу Сарсембекова Т.К. к защите в диссертационном совете по направлениям «Металлургия, Обогащение и Материаловедение»: 6D070900 – «Металлургия» / 8D07204 – «Металлургическая инженерия», 8D07201 – «Обогащение полезных ископаемых», 6D071000 – «Материаловедение и технология новых материалов» / 8D07103 – «Материаловедение и инженерия»

На этом обсуждение диссертационного исследования PhD-докторанта Сарсембекова Т.К. можно считать завершенным.

Предлагаю принять следующее заключение по обсуждению диссертационной работы Сарсембекова Турара Кусмановича на тему «Разработка технологии извлечения ниобия в процессе производства тетрахлорида титана».

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Расширенного заседания научного семинара кафедры «Металлургии и обогащения полезных ископаемых» КазННТУ им. Сатпаева от 22 сентября 2025 г. по диссертационной работе докторанта (PhD) Сарсембекова Турара Кусмановича на тему «Разработка технологии извлечения ниобия в процессе производства тетрахлорида титана», представленной на соискание степени доктора философии (PhD) по специальности 8D070900 – «Металлургия».

Актуальность темы исследования

Анализ публикаций и производственной практики показывает, что поведение ниобия (Nb) в цепочке «ильменитовый концентрат → титановый шлак → хлорирование → газоочистка» определяется минералого-фазовым состоянием исходного сырья, режимами хлорирования (T , $p(\text{Cl}_2)$, активность C), а также составом и гидродинамикой газо-жидкостной среды. При низких исходных содержаниях (сотые доли процента в шлаке) ниобий не образует легко отделяемых фаз и теряется по ряду побочных потоков (ОШТХ, возгоны ПК, расплав ПКС), тогда как наиболее благоприятные условия для его аккумуляции возникают в пульпе оросительного скруббера (ОС) в форме (окси)хлоридов. Актуальной является разработка комплексной технологии селективного концентрирования и извлечения ниобия из пульпы ОС, обеспечивающей минимизацию потерь Nb, возврат ценных хлоридов титана в контур и встраиваемость решения в действующую схему производства TiCl_4 без создания отдельной линии «с нуля».

Предлагается комбинированный способ предотвращения распыления ниобия по побочным потокам и его целевого извлечения, включающий: управляемый отбор части пульпы ОС из рециркуляции в технологически удобной точке; ступенчатое упаривание в дистилляционном кубе с конденсацией и возвратом технического TiCl_4 в основной процесс; финальную подсушку/прокал 250–300 °С до получения сухого ниобийсодержащего остатка, пригодного для последующей гидрометаллургии. Эффективность

способа обеспечивается настройкой режимов хлорирования (рабочий диапазон температуры расплава в хлораторе 700–820 °С), регулированием кратности циркуляции пульпы и, при необходимости, применением стандартных операций разделения твёрдое/жидкое (отстаивание, центрифугирование/фильтрация) в качестве упреждающих мер фиксации твёрдой фазы. Технология отвечает приоритетам ресурсосбережения и экологичности, повышает экономическую целесообразность за счёт использования существующей инфраструктуры и востребованности ниобия в высокотехнологичных отраслях.

2. Научные результаты в рамках требований к диссертациям (пп. 2, 5, 6 «Правил присуждения степеней» и паспортов соответствующих специальностей научных работников)

Научные положения диссертации соответствуют требованиям, предъявляемым к работам данного уровня. Поставленные соискателем задачи решены последовательно и логично. Диссертация состоит из введения, четырёх глав, заключения и списка использованных источников; по итогам каждой главы сформулированы научно значимые и аргументированные выводы.

В работе разработана технология целевого извлечения ниобия из пульпы оросительного скруббера, включающая управляемый отбор части пульпы из рециркуляции, ступенчатое упаривание в дистилляционном кубе с конденсацией и возвратом технического $TiCl_4$ в основной контур, а также финальную подсушку/прокал при 250–300 °С до получения сухого ниобийсодержащего остатка, пригодного для дальнейшей гидрометаллургии. Показана встраиваемость решения в действующую схему производства $TiCl_4$ без создания отдельной линии.

Термодинамическое моделирование (HSC) согласовано с минералогической аналитикой (XRD, SEM-EDS/WDS): обосновано образование и фиксация (окси)хлоридных форм Nb в тракте газоочистки и их аккумуляция в пульпе оросительного скруббера; в сухом остатке идентифицированы $NbOCl_3$, NbO_2Cl и частично Nb_2O_5 , тогда как ниобаты, карбиды и интерметаллиды Nb в аналитически значимых количествах не выявлены.

Установлена минералогическая «точка входа» ниобия в процесс хлорирования: при рудотермической плавке Nb переходит преимущественно в рutilьную составляющую Fe–Ti–O-матрицы, что определяет дальнейшую склонность к образованию (окси)хлоридов в контуре газоочистки. Построены материальные балансы по Nb для стадий плавки, хлорирования и газоочистки; показано перераспределение по потокам (ОШТХ, возгоны ПК, расплав ПКС, пульпа ОС) с максимальной долей в пульпе ОС, что положено в основу стратегии извлечения.

Сформулированы критерии технологического отбора пульпы (вязкость, плотность, расчётная концентрация Nb, температурные уставки) и предложена логика АСУ ТП порционного отбора «до возврата в хлоратор», обеспечивающая смещение равновесия в сторону вывода Nb без нарушения

теплового режима агрегата. Разработан лабораторно-опытный регламент упаривания с возвратом $TiCl_4$, обеспечивающий практически полный возврат хлоридов титана в контур и безопасное обращение с паро-газовой смесью (дистилляционный куб → кожухотрубные конденсаторы → баки-сборники).

Отработан методический комплекс аналитики: массовые доли Nb в шлаках и продуктах определены спектральным эмиссионным (химическим) анализом; фазовый состав – методом XRD; микролокальные распределения – SEM-EDS/WDS. Подготовлены сводные таблицы по пределам обнаружения, погрешностям и воспроизводимости, что обеспечивает корректность материальных балансов и сопоставимость данных.

Получен ниобийсодержащий продукт, соответствующий целям селективного извлечения: среднее содержание Nb порядка ~19–20 % (локально до ~27–28 % по данным микронзондового анализа), что подтверждает технологическую реализуемость выбранной схемы. Дана технико-экономическая оценка интеграции ветки отбора пульпы в действующее производство $TiCl_4$: показана производственная целесообразность решения (снижение потерь Nb, отсутствие потерь $TiCl_4$ за счёт возврата, минимальные врезки в трубопроводную обвязку) и достигнуты показатели быстрой окупаемости по расчётным сценариям.

Сформулированы практические рекомендации по режимам и контролю процесса (температура, $p(Cl_2)$, кратность рециркуляции пульпы, триггеры включения отбора; пробоотбор и учёт), обеспечивающие стабильность работы и воспроизводимость результатов при вариабельности сырьевой базы. Совокупность полученных результатов удовлетворяет пп. 2, 5, 6 «Правил присуждения степеней» и требованиям паспортов специальностей: сформированы научно обоснованные и практически применимые положения, оформленные в виде завершённой аппаратурно-технологической схемы.

3. Степень обоснованности и достоверности каждого научного результата (положения), выводов и заключения соискателя, сформулированных в диссертации

Полученные в ходе исследования результаты и выводы отражают содержание всех разделов в логичной последовательности и подтверждаются публикациями основных научных результатов в международных и отечественных научных журналах.

4. Степень новизны каждого научного результата (положения), выводов и заключения соискателя, сформулированных в диссертации

Научные положения диссертации соответствуют требованиям, предъявляемым к работам данного типа. Научная новизна исследования заключается в следующем.

Разработана технология целевого извлечения ниобия из пульпы оросительного скруббера действующего производства $TiCl_4$, основанная на управляемом порционном отборе пульпы до её возврата в хлоратор и ступенчатом упаривании с конденсацией и возвратом технического $TiCl_4$ в

основной контур, с последующей подсушкой/прокалом (250–300 °С) до сухого ниобийсодержащего остатка.

Впервые в комплексе обоснована аккумуляция ниобия в пульпе ОС как главного узла его концентрирования в действующей схеме: согласованы расчёты термодинамического равновесия (HSC) с минералого-фазовой аналитикой (XRD, SEM-EDS/WDS), идентифицированы устойчивые формы Nb в твёрдом остатке (преимущественно оксихлориды $NbOCl_3$, NbO_2Cl , частично Nb_2O_5).

Впервые показана минералого-фазовая «точка входа» ниобия в хлорирующий контур: при рудотермической плавке Nb переходит преимущественно в рутильную составляющую Fe–Ti–O-матрицы, что определяет его последующее поведение и склонность к образованию (окси)хлоридов в тракте газоочистки.

Сформирована и верифицирована материально-балансовая модель распределения Nb по потокам (ОШТХ, возгоны ПК, расплав ПКС, пульпа ОС), нормированная на массу Nb в 1 т шлака (100 %), обеспечивающая переход от относительных долей к абсолютным значениям (кг/т) для технологических и технико-экономических расчётов.

Предложены и обоснованы критерии и алгоритм АСУ ТП порционного отбора пульпы (вязкость/плотность/расчётная концентрация Nb, температурные уставки), за счёт чего смещается равновесие в сторону вывода Nb из рециркуляционного контура без нарушения теплового режима хлоратора и снижаются потери в побочных потоках (ОШТХ/ПК/ПКС).

Получен промышленно-ориентированный ниобийсодержащий продукт из пульпы ОС со средним содержанием ~19–20 % Nb (локально до ~27–28 % по микронзондовому анализу), что впервые подтверждает технологическую реализуемость предложенной схемы для действующего производства $TiCl_4$.

Сформулированы практические рекомендации по врезке и обвязке линии отбора, коррозионностойким материалам, безопасному возврату $TiCl_4$ и режимам упаривания, обеспечивающие масштабирование решения в цеховые условия и повышение общей экономической эффективности за счёт извлечения Nb при сохранении материального баланса хлоридов титана.

Полученные результаты носят принципиально новый характер для контура газоочистки производства $TiCl_4$ и могут быть непосредственно внедрены в промышленную практику для повышения селективности, снижения потерь ниобия и улучшения технико-экономических показателей.

5. Оценка внутреннего единства полученных результатов

Диссертационное исследование представляет собой логически завершённый научный труд, обладающий внутренним единством. Четко сформулированные цель и задачи исследования нашли последовательное теоретическое и методологическое решение в каждом разделе диссертации, сформированы в виде основных положений, выносимых на защиту. Все результаты, выводы и заключение внутренне взаимосвязаны, каждый

следующий вывод связан с предыдущим с соблюдением принципа от общего к частному.

6. Направленность полученных результатов на решение соответствующей актуальной проблемы, теоретической или прикладной задачи

Полученные результаты адресуют ключевую отраслевую проблему: при низких исходных содержаниях ниобия в титановых шлаках (сотые доли процента) Nb рассеивается по побочным потокам хлорной переработки, что делает его прямое извлечение экономически и технологически нецелесообразным. Исследование расширяет теоретические представления о поведении Nb в цепочке «ильменитовый концентрат → титановый шлак → хлорирование → газоочистка», объясняет механизмы образования и фиксации (окси)хлоридных форм в контуре оросительного скруббера и обосновывает пульпу ОС как естественный узел концентрирования ниобия.

На этой основе предложено прикладное решение, ориентированное на действующие производства $TiCl_4$: управляемый отбор части пульпы ОС до её возврата в хлоратор, последующее ступенчатое упаривание с конденсацией и возвратом технического $TiCl_4$ в основной контур и получение сухого ниобийсодержащего остатка для гидрометаллургии. Такой подход повышает стабильность работы аппаратов, минимизирует потери Nb и исключает потери $TiCl_4$, что напрямую улучшает технико-экономические показатели без необходимости создания отдельной «с нуля» линии.

Практическая направленность подтверждается разработкой критериев и логики АСУ ТП порционного отбора (по вязкости, плотности, расчётной концентрации Nb и температурным уставкам), регламента упаривания и безопасного возврата $TiCl_4$, а также материалами по обвязке, коррозионностойким исполнениям и контролю. Это обеспечивает внедряемость решения в цеховые условия с минимальными изменениями трубопроводной инфраструктуры и режимов.

С теоретической стороны результаты уточняют минералого-фазовую «точку входа» ниобия (переход в рутильную составляющую Fe–Ti–O при плавке), увязывают термодинамику и микроструктурную аналитику (XRD, SEM-EDS/WDS) и формируют материально-балансовую базу (в абсолютных величинах и относительных долях) для расчёта извлечения и потерь. Эти данные могут служить методической основой для оптимизации режимов хлорирования и газоочистки, а также для расширения подхода на сопутствующие элементы (например, оценка поведения Ta/Zr в аналогичных контурах).

В более широком контексте выполненная работа способствует задачам ресурсосбережения и экологичности: вовлечение техногенных потоков в переработку, снижение объёма отходов и повышение комплексности использования сырья. Научные выводы и технологические наработки создают базу для дальнейших экспериментальных исследований и инжиниринговых проектов по масштабированию, направленных на повышение эффективности извлечения стратегически важных металлов в рамках действующих схем.

7. Подтверждение полноты опубликования основных положений, результатов, выводов и заключения диссертации

Публикации

По материалам диссертационной работы опубликовано 5 печатных работ, из них 2 статьи в международных рецензируемых научных журналах, входящих в базу Scopus и Web of Science:

1. *Tsvetnye Metally* (2022): **Distribution of niobium and vanadium in titanium tetrachloride production middlings** (соавт. Чепуштанова Т.А.). DOI:10.17580/tsm.2022.08.07

2. *Problems of Atomic Science and Technology* (2020): **Concomitant extraction process of niobium at the titanium tetrachloride production** (соавт. Янко Т.Б., Сидоренко С.А., Пилипенко Н.Н.). DOI:10.46813/2020-125-173

3. *Engineering Journal of Satbayev University* (2025, №1): *Economic analysis of processing of titanium-containing raw materials...* (соавт. Чепуштанова Т.А., Меркибаев Е.С.). <https://doi.org/10.51301/ejsu.2025.i1.01>

4. *Engineering Journal of Satbayev University* (2025, №4): *Distribution of niobium during chlorine processing...* (соавт. Чепуштанова Т.А., Меркибаев Е.С., Янко Т.Б.). <https://doi.org/10.51301/ejsu.2025.i4.03>

5. *Горный журнал Казахстана* (2025, №8): *Минерализация РЗЭ и Nb в ильменитовом концентрате Сатпаевского месторождения* (соавт. Чепуштанова Т.А., Меркибаев Е.С., Янко Т.Б.). <https://doi.org/10.48498/minmag.2025.244.8.003>

Международные научно-практические конференции

По материалам диссертационной работы сделаны доклады на 3 международных научно-технических конференциях:

1. «Металлургия цветных металлов» (2018): *Сырьё для производства $TiCl_4$ как источник Nb*.

2. «Химия и химическая технология в XXI веке» (2019): *Выделение $NbCl_5$ из пульпы $TiCl_4$* (соавт. Козлов В.А.).

3. «Сатпаевские чтения» (2019): *Комплексная переработка ильменитового концентрата* (соавт. Козлов В.А.).

9. Наименование специальности, паспорту которой соответствует диссертация

Диссертационная работа докторанта Сарсембекова Турара Кусмановича на тему «Разработка технологии извлечения ниобия в процессе производства тетрахлорида титана» выполнена в полном объеме и соответствует всем требованиям, предъявляемым к докторским диссертациям на соискание степени доктора философии (PhD) по специальности 8D070900 – «Металлургия».

10. Соответствие диссертации предъявляемым требованиям «Правил присуждения степеней» Комитета по контролю в сфере Науки и Высшего образования РК

НЕКОММЕРЧЕСКОЕ АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО «КАЗАХСКИЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ
ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ ИМЕНИ К.И.САТПАЕВА»

Диссертационная работа докторанта Сарсембекова Турара Кусмановича на тему «Разработка технологии извлечения ниобия в процессе производства тетрахлорида титана» представляет собой самостоятельное и завершенное исследование в области металлургии. Учитывая актуальность и научную новизну исследования, обоснованность выводов, а также их теоретическую и практическую значимость, диссертационная работа полностью соответствует требованиям «Правил присуждения степеней» Комитета по контролю в сфере науки и высшего образования РК.

На основании вышеизложенного, диссертационная работа Сарсембекова Турара Кусмановича «Разработка технологии извлечения ниобия в процессе производства тетрахлорида титана» рекомендуется к защите на соискание степени доктора философии (PhD) по специальности 8D070900 – «Металлургия» в диссертационном совете «Металлургия и обогащение полезных ископаемых».

ПОСТАНОВИЛИ:

1. Диссертационная работа докторанта Сарсембекова Турара Кусмановича на тему «Разработка технологии извлечения ниобия в процессе производства тетрахлорида титана» выполнена в полном объеме и отвечает всем требованиям, предъявляемым к докторским диссертациям на соискание степени доктора философии (PhD) по специальности 8D070900 – «Металлургия».

2. Рекомендовать диссертационную работу докторанта Сарсембекова Турара Кусмановича на тему «Разработка технологии извлечения ниобия в процессе производства тетрахлорида титана» к защите на соискание степени доктора философии (PhD) по специальности 8D070900 – «Металлургия» в диссертационном совете «Металлургия и обогащение».

Результаты голосования:

«За» – единогласно, «Против» – нет, «Воздержавшихся» – нет.

Председатель, к.т.н.,
заведующий кафедрой
МиОПИ



(подпись)

Барменшинова М.Б.

Секретарь,
ассоциированный профессор,
доктор PhD, МиОПИ:



(подпись)

Мамырбаева К.К.