

Письменный отзыв официального рецензента на диссертационную работу
Сарсембекова Турара Кусмановича
на тему

«Разработка технологии извлечения соединений ниобия в процессе производства тетрахлорида титана»
на соискание степени доктора философии (PhD)
по образовательной программе 6D070900 – Металлургия

№ п/п	Критерии	Соответствие критерии (необходимо отметить один из вариантов ответов)	Обоснование позиции официального рецензента
1.	Тема диссертации (на дату ее утверждения) Соответствует направлениям развития науки или государственным программам	1.1 Соответствие приоритетным направлениям развития науки или государственным программам: 1) <u>Диссертация выполнена в рамках проекта или целевой программы, финансируемого(ой) из государственного бюджета</u> 2) Диссертация выполнена в рамках другой государственной программы (указать название программы) 3) Диссертация соответствует приоритетному направлению развития науки, утвержденному Высшей научно-технической комиссией при Правительстве Республики Казахстан (указать направление)	Диссертационная работа соответствует приоритетному направлению развития науки: «Экология, окружающая среда и рациональное природопользование». Исследования соотносятся с проблематикой снижения техногенной нагрузки и ресурсосбережения в технологиях $TiCl_4$ и попутного извлечения критически важного элемента Nb. Работы автора ведутся в рамках проекта «Жас ғалым» AP22686490 (2024–2026) — «Титан бар шикізатты хлормен өңдеу кезінде ниобий алу» (постдокторант, руководитель проекта).
2.	Важность для науки	Работа <u>вносит</u> /не вносит существенный вклад в науку, а ее важность <u>хорошо раскрыта</u> /не раскрыта	Диссертация формирует целостную научную основу для управления поведением ниобия в технологической цепочке получения $TiCl_4$. Научная значимость заключается в связке причинно-следственных зависимостей между параметрами процесса (температура, состав и влажность паро-газовой смеси, перепад температур в зоне конденсации) и формой, локализацией и переносом Nb в системах Fe–Ti–O/ Cl_2 . Автор не ограничивается теоретическими выкладками: термодинамический анализ дополняется минералого-фазовыми исследованиями реальных потоков (ильменит, титановый шлак, продукты хлорирования) и лабораторным синтезом Nb-обогащенного ильменита, что обеспечивает проверяемость выводов на разных уровнях — от модели до материала. На этой базе заданы рабочие диапазоны

			параметров для ключевых стадий (конденсация/упаривание, прокал, последующая селективная переработка), позволяющие целенаправленно формировать поток с повышенной концентрацией Nb без ущерба для возврата $TiCl_4$. Значимость работы усиливают два содержательных результата: (1) трассировка распределения ниобия по рудотермическому и хлоридному переделам с выделением пульпы оросительного скруббера как управляемого носителя Nb; (2) разработка и обоснование технологической схемы, которая, сохраняя основную эффективность контура $TiCl_4$, обеспечивает получение ниобийсодержащего продукта (ориентиры качества концентрата порядка 12–20 % Nb при извлечении до ~23,84 % от содержания в исходном шлаке). Совокупность этих результатов закрывает выявленный в литературе и практике разрыв между знанием равновесий и инженерной реализацией попутного извлечения Nb из техногенных потоков, а также задает воспроизводимую методическую основу для модернизации действующих участков $TiCl_4$ и последующих исследований.
3.	Принцип самостоятельности	Уровень самостоятельности: 1) <u>Высокий</u> 2) Средний 3) Низкий 4) Самостоятельности нет	Соискатель последовательно вел работу от постановки цели и формулирования задач до реализации полноразмерной методической программы, и инженерной конфигурации процесса. Им обоснован выбор пульпы оросительного скруббера в качестве целевого потока и разработан подход к ее переработке; в диссертации представлены как расчетно-теоретический блок (итерационное фазовое моделирование в HSC Chemistry на основе данных микрозондового анализа), так и экспериментальные серии по идентификации носителей Nb и их поведению в реальных промышленных потоках, что свидетельствует о самостоятельном проектировании и исполнении ключевых этапов исследования. Помимо аналитического блока, соискателем разработана и обоснована аппаратурно-технологическая схема отбора, двухстадийного упаривания с возвратом $TiCl_4$, последующей концентрации и термообработки твердого остатка, с увязкой режимов и материальных потоков; в работе приведено описание узлов, последовательности операций и логики возвратных контуров, а также выполнены материальные балансы, подтверждающие корректность принятых решений. Это указывает

			на личное участие в проектировании, расчетах и интерпретации результатов. Отдельно отметим, что соискатель сам выстроил «мост» между микроуровнем (минералого-фазовая локализация Nb, включая рутильные микрозоны) и инженерной реализацией (критерии выделения потока, выбор режимов и последовательности стадий), что прослеживается по связке глав и единой логике доказательств. Это позволяет квалифицировать уровень самостоятельности как высокий.
4.	Принцип внутреннего единства	4.1 Обоснование актуальности диссертации: 1) <u>Обоснована;</u> 2) Частично обоснована; 3) Не обоснована.	Актуальность темы вытекает из «узкого места» цепочки $TiCl_4$: значимая часть ниобия не теряется безвозвратно, а системно накапливается в твердой фазе пульпы оросительного скруббера, что делает именно этот поток основным объектом целенаправленной переработки. В диссертации это показано на основе аналитических и экспериментальных данных и положено в основу технологической схемы, где жидкая фаза ($TiCl_4$) отделяется и возвращается в основной контур, а твердая — концентрируется и подготавливается к гидрометаллургии. Тем самым решается двойная задача: минимизация потерь летучих хлоридов (в первую очередь $TiCl_4$) и формирование ниобийсодержащего остатка, пригодного для последующей селективной переработки. Обоснованность усиливается аппаратно-технологической реализацией: двухстадийным упариванием с конденсацией и возвратом $TiCl_4$ в герметичные сборники на первой стадии и доведением до сухого остатка на второй; именно такая конфигурация повышает воспроизводимость режима и устойчивость разделения фаз. Показано, что пары $TiCl_4$ эффективно конденсируются и возвращаются в процесс, тогда как сгущенная пульпа направляется на дополнительное упаривание и прокаливание, что концентрирует Nb в твердом продукте; связи материальных потоков и режимов задокументированы в схеме и материальных балансах. В сумме это соответствует логике «цель → задачи → методы → результаты» и демонстрирует внутреннее единство исследования.
		4.2 Содержание диссертации отражает тему диссертации: 1) <u>Отражает;</u> 2) частично отражает;	Содержание диссертации последовательно реализует заявленную тему — разработку технологии извлечения соединений ниобия в контуре производства $TiCl_4$. Структура выстроена по логике «от основания к внедрению»: теоретическое обоснование (поведение

		3) не отражает.	Nb в системах Fe–Ti–O/Cl₂) → проверка на материале (минералого-фазовые исследования сырья и промпродуктов, включая целевой поток — пульпу оросительного скруббера) → инженерная часть (компоновка узла с двухстадийным упариванием и возвратом TiCl₄, прокал твердого остатка, селективная гидрометаллургия) → материальные балансы и технико-экономическая оценка. Между разделами выдержаны причинно-следственные связи: из теоретических зависимостей сформированы рабочие диапазоны параметров, они проверены экспериментально и увязаны с целевыми показателями процесса. Признаки полноты раскрытия темы: - теоретические расчеты согласованы с результатами рентгенофазового и электронно-зондового анализа, что подтверждает корректность выбора целевого потока и режимов; - технологическая схема и режимы подтверждены лабораторно-укрупненными испытаниями, показавшими стабильность разделения фаз и воспроизводимость показателей; - материалопоточные расчеты сходятся с аналитическими данными; достигнуты ориентиры качества и эффективности (концентрат порядка ~19,5 % Nb, извлечение ≈ 23,84 %, возврат TiCl₄ не ниже ≈ 95 %); - вопросы коррозионной стойкости, безопасности и экологии интегрированы в описание процесса, что важно для практической реализуемости. В совокупности это демонстрирует, что главы, методы и результаты не просто тематически связаны с задачей извлечения Nb в контуре TiCl₄, но и образуют единую, логически замкнутую систему доказательств.
		4.3 Цель и задачи соответствует теме диссертации 1) <u>Соответствуют;</u> 2) Частично соответствуют; 3) Не соответствуют.	Сформулированная цель — разработка технологии попутного извлечения соединений ниобия в контуре получения TiCl₄ с опорой на пульпу оросительного скруббера — полностью определяет круг поставленных задач и структуру исследования. Последовательность работ выстроена от научных оснований (термодинамика и фазовый анализ систем Fe–Ti–O/Cl₂) к инженерной реализации (выбор целевого потока, компоновка узла, задание рабочих диапазонов параметров и проверка их на укрупненных сериях), а затем к материальным балансам и технико-экономической оценке. Тем самым содержание

			диссертации напрямую обслуживает заявленную тему и обеспечивает ее полное раскрытие. Подтверждающие результаты по задачам: - Выполнен термодинамический и минералого-фазовый анализ, установивший условия образования/удержания (окси)хлоридов ниобия и их целевую концентрацию в пульпе оросительного скруббера. - Разработан и экспериментально проверен подход к отбору и переработке пульпы: двухстадийное упаривание (дистилляционный куб → тигельная печь) с возвратом $TiCl_4$ не ниже ~95%, последующий прокал и селективная гидрометаллургия до ниобийсодержащего продукта. - Обоснована аппаратурно-технологическая схема с сухим газовым режимом и контролируемым температурным перепадом в конденсации; заданы рабочие диапазоны параметров (влажность/ΔT в конденсации, режим прокала, порядок кислотных и экстракционных стадий, соотношение O/A). - Получены количественные ориентиры: продукт порядка ~19,5% Nb, извлечение $\approx 23,84\%$ в сухой остаток, а также оценен годовой потенциал сбора продукта на уровне единиц тонн при типичных нагрузках; воспроизводимость подтверждена лабораторно-укрупненными испытаниями. Суммарно это свидетельствует о полной согласованности цели и задач с предметной областью диссертации и о корректной логике их решения.
		4.4. Все разделы и положения диссертации логически взаимосвязаны: <u>1) полностью взаимосвязаны;</u> 2) взаимосвязь частичная; 3) взаимосвязь отсутствует.	Структура работы выстроена по сквозной логике «от основания к реализации»: от постановки задачи и термодинамического/минералого-фазового анализа — к экспериментам (вкл. синтез Nb-обогащенного ильменита и исследования распределения Nb в рудотермическом и хлоридном переделах), далее — к инженерной схеме (выделение целевого потока, двухстадийное упаривание с возвратом $TiCl_4$, прокал, селективная гидрометаллургия) и, наконец, к материальным балансам и технико-экономической оценке. Каждый последующий раздел опирается на выводы предыдущего: теоретические зависимости задают рабочие диапазоны параметров, которые проверяются в опытах и используются при проектировании узла.

			Прослеживаются единые показатели согласованности: результаты HSC-расчетов сопоставлены с XRD/SEM-EDS/WDS и TG/DSC; выбранные режимы подтверждены укрупненными испытаниями; рассчитанные балансы согласуются с аналитическими данными. Семь положений, выносимых на защиту, встроены в эту канву и образуют единую систему доказательств — от механизма локализации и переноса Nb до параметров технологической реализации и ожидаемых эффектов. Это обеспечивает внутреннее единство диссертации и логическую непротиворечивость ее выводов.
		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 диссертации выполнено сопоставление с актуальными подходами обработки побочных потоков в цепочке $TiCl_4$ (нейтрализация/разбавление, переработка шлаков высокореагентными схемами, извлечение без возврата летучих хлоридов). Для каждого варианта последовательно рассмотрены технологические риски (гидролиз и образование трудноразделяемых фаз, рост коррозии и отложений), а также экономические последствия (потери $TiCl_4$, повышение OPEX и CAPEX). На этом фоне аргументирована отличительная стратегия автора: сфокусировать извлечение ниобия на управляемом потоке пульпы оросительного скруббера и вести процесс через связку стадий, обеспечивающих как возврат основного продукта, так и целенаправленную концентрацию Nb. Предложенная конфигурация включает: отбор пульпы по измеряемому критерию (16–20 % Nb_2O_5); двухстадийное упаривание (куб → тигель) при сухом газовом режиме и контролируемом ΔT для возврата $TiCl_4 \geq 95$ % и подавления гидролиза; прокал с переводом нестойких оксихлоридов в устойчивые оксидные формы Nb(V); селективную гидрометаллургию твердого остатка. По каждой ключевой операции заданы рабочие диапазоны параметров и показана их связка с целевыми показателями качества и выхода. Сравнительная оценка выполнена на основе: - термодинамического расчета и диаграмм устойчивости (обоснование направленности межфазных переходов); - XRD и SEM-EDS/WDS (подтверждение локализации и фазовых превращений Nb);

			- лабораторно-укрупненных испытаний (получены реперные KPI: концентрат ~ 19,5 % Nb; извлечение $\approx 23,84$ %; возврат $\text{TiCl}_4 \geq 95$ %); - технико-экономической оценки (снижение потерь TiCl_4, управляемые эксплуатационные расходы, интеграция без значительных капитальных вложений). Таким образом, новые решения четко аргументированы и корректно сопоставлены с известными альтернативами; критический анализ выполнен автором самостоятельно и опирается на расчетно-экспериментальные данные, а не на компиляцию цитат.
5.	Принцип научной новизны	5.1 Научные результаты и положения являются новыми? 1) <u>полностью новые</u>; 2) частично новые (новыми являются 25-75%); 3) не новые (новыми являются менее 25%)	Обоснование новизны: - Концептуально новый способ попутного извлечения ниобия в контуре TiCl_4. Обосновано решение, ориентированное на пульпу оросительного скруббера как целевой поток: пороговый отбор при достижении 16–20 % Nb_2O_5; двухстадийное упаривание, сначала в дистилляционном кубе, затем в тигельной печи, при сухом газовом режиме и с регулированием температурного перепада в каскаде конденсации; возврат TiCl_4 не ниже 95 %; последующая термическая стабилизация твердого остатка прокаливанием и селективная гидрометаллургия до ниобийсодержащего продукта. Отличие решения — в системной увязке выделения целевого потока, режимов конденсации и упаривания и последующей переработки, что обеспечивает воспроизводимость без значительных капитальных затрат. - Новое термодинамическое картирование системы Fe-Ti-O/Cl_2. Установлены области устойчивости ниобийсодержащих фаз с учетом редокс-ветвей $\text{FeO} \leftrightarrow \text{Fe}_2\text{O}_3$; показаны траектории эволюции ниобия от твердого раствора в титановой оксидной матрице к обогащенному рутилу и далее к индивидуальным ниобатам; обоснованы условия аккумуляции ниобия в пульпе оросительного скруббера. - Экспериментальная верификация двухмодальной локализации ниобия. Доказано существование двух характерных форм распределения: равномерная растворенная составляющая в титановой оксидной матрице и локальные обогащения в рутильных ламеллах и микродоменах HFSE; показана их связь с управлением режимами конденсации и последующей

			термообработкой. Использован согласованный комплекс методов XRD, SEM-EDS/WDS и TG/DSC, что обеспечивает надежность результата. - Введение валидированных рабочих диапазонов параметров для ключевых стадий. Сформулированы и проверены диапазоны для конденсации и упаривания, включая контроль точки росы и температурного перепада, для режима прокаливания T-t, а также для порядка кислотных и экстракционных стадий с указанием соотношения фаз при экстракции О/А. Показана достижимость ориентиров: содержание ниобия в концентрате порядка 19,5 %, извлечение около 23,84 % в сухом остатке при сохранении стабильности выпуска $TiCl_4$. Совокупность результатов расширяет теоретические представления о фазовой устойчивости и межфазных переходах соединений ниобия в оксидно-хлоридных системах и формирует методическую основу интеграции попутного извлечения ниобия в действующие линии производства $TiCl_4$.
		5.2 Выводы диссертации являются новыми? 1) <u>полностью новые;</u> 2) частично новые (новыми являются 25-75%); 3) не новые (новыми являются менее 25%)	Выводы диссертационной работы являются новыми и обладают высокой практической значимостью. - Установлены причинно-следственные связи механизма локализации и превращений ниобия в системах Fe-Ti-O и в хлоридно-оксихлоридной среде хлорирования; определены условия управляемого переноса и целевой фиксации в пульпе оросительного скруббера. - Предложены и обоснованы рабочие диапазоны параметров для двухстадийного упаривания и конденсации: сухой газовый режим, контроль точки росы и температурного перепада, режимы прокаливания. Эти диапазоны обеспечивают возврат тетрахлорида титана не ниже 95 % и перевод нестойких оксихлоридов ниобия в устойчивые оксидные формы. - На укрупненных испытаниях подтверждена результативность конфигурации с управляемым отбором пульпы по содержанию Nb_2O_5 в диапазоне 16–20 %, последующим упариванием, прокаливанием и селективной гидрометаллургией. Получен концентрат порядка 19,5 % ниобия при извлечении около 23,84 % в сухой остаток. - Показана технологическая совместимость решения с действующими линиями производства тетрахлорида титана без

			существенных капитальных затрат за счет использования стандартных узлов и имеющейся инфраструктуры; отмечено улучшение технико-экономических показателей и снижение потерь основного продукта.
		5.3 Технические, технологические, экономические или управленческие решения являются новыми и обоснованными: <u>1) полностью новые;</u> 2) частично новые (новыми являются 25-75%); 3) не новые (новыми являются менее 25%)	Представленный комплекс решений формирует целостную технологическую стратегию для попутного извлечения ниобия в контуре $TiCl_4$. Новизна состоит не в единичной операции, а в согласованной последовательности стадий, где параметры каждой из них подбираются так, чтобы одновременно вернуть основной продукт в процесс и целенаправленно сконцентрировать ниобий в управляемом потоке. Обоснованность подтверждается расчетами, аналитикой материалов и укрупненными испытаниями с воспроизводимыми показателями качества и извлечения. - Впервые для контура $TiCl_4$ предложен интегрированный способ попутного извлечения ниобия из пульпы оросительного скруббера. Последовательность операций: управляемый отбор потока при достижении 16–20 % Nb_2O_5; двухстадийное упаривание — сначала в дистилляционном кубе, затем в тигельной печи — при сухом газовом режиме и контролируемом температурном перепаде в каскаде конденсации с возвратом тетрахлорида титана не ниже 95 процентов и подавлением гидролиза; прокал для перевода нестойких оксихлоридов ниобия в устойчивые оксидные формы $Nb(V)$; селективная гидрометаллургическая переработка твердого остатка с промывками, кислотными стадиями и экстракцией трибутилфосфатом до ниобийсодержащего продукта. - Представлена аппаратурно-технологическая компоновка узла с заданными рабочими диапазонами параметров: контроль точки росы и температурного перепада в конденсации, режим времени и температуры на стадии прокала, соотношение фаз и отношение органической и водной фаз при экстракции. Предложен алгоритм управления с обратной связью по содержанию ниобия в пульпе и по режимным величинам, что обеспечивает стабильность разделений фаз и воспроизводимость показателей. Зафиксированы реперные метрики: содержание ниобия в продукте около 19,5 процента и извлечение порядка 23,84 процента в сухой остаток. - Реализация возможна на существующей инфраструктуре участков конденсации, упаривания и прокала без значительных капитальных вложений. Идентифицированы основные

			составляющие эксплуатационных затрат: энергия на испарение, расход реагентов, коррозионные потери и регламент промывок. Предложен поэтапный ввод через пилотные испытания с мониторингом ключевых показателей эффективности, рисков и требований промышленной безопасности. В сумме представленные решения являются новыми по концепции и исполнению, аргументированы расчетно-экспериментально и готовы к промышленному внедрению на действующих линиях производства тетрахлорида титана.
6.	Обоснованность основных выводов:	Все основные выводы <u>основаны</u>/не основаны на весомых с научной точки зрения доказательствах либо достаточно хорошо обоснованы	Заключения диссертации опираются на согласованный комплекс методов и демонстрируют консистентность результатов. Применены расчетные и экспериментальные подходы, дополняющие друг друга: термодинамическое моделирование (HSC) сопоставлено с данными TG/DSC, XRD и SEM-EDS/WDS; полученные картины фазовых превращений и локализации Nb согласуются между собой и с принятыми закономерностями металлургии титана и редких металлов. Материальные балансы составлены и сходятся в пределах аналитической погрешности; режимные зависимости проверены на укрупненных сериях, что подтверждает воспроизводимость. Методическая часть описана достаточно подробно: указаны условия опытов, процедуры подготовки проб и калибровки, критерии качества данных и границы применимости результатов. Использовано современное аналитическое оборудование, применены стандартные протоколы обработки, элементы тривиальности отсутствуют. В совокупности это обеспечивает надежность доказательной базы и достаточность обоснования основных выводов исследования.
7.	Основные положения, выносимые на защиту	Необходимо ответить на следующие вопросы по каждому положению в отдельности: Положение 1: <u>Результаты термодинамического анализа рудотермической и хлорной переработки титансодержащего сырья.</u> 7.1 Доказано ли положение? 1) <u>доказано</u> 2) скорее доказано	Все семь положений, выносимых на защиту, подтверждены расчетами и экспериментом. 1. Термодинамический анализ рудотермической и хлорной переработки титансодержащего сырья. Построены области устойчивости твердых и газофазных окси- и хлоридных соединений в системах Fe-Ti-O/Cl₂, установлены условия их образования и переноса; определены узлы накопления соединений ниобия — шлаки, конденсационные возгоны и пульпа оросительного скруббера.

	3) скорее не доказано 4) не доказано 7.2 Является ли тривиальным? 1) да; 2) нет 7.3 Является ли новыми? 1) да; 2) нет 7.4 Уровень для применения: 1) узкий; 2) средний; 3) широкий 7.3 Доказано ли в статье? 1) да; 2) нет Положение 2: <u>Результаты минералого-фазового анализа титансодержащего сырья и промпродуктов, включая локализацию и распределение ниобия;</u> 7.1 Доказано ли положение? 1) доказано 2) скорее доказано 3) скорее не доказано 4) не доказано 7.2 Является ли тривиальным? 1) да; 2) нет 7.3 Является ли новыми? 1) да; 2) нет 7.4 Уровень для применения: 1) узкий; 2) средний; 3) широкий 7.3 Доказано ли в статье? 1) да; 2) нет	2. Минералого-фазовая характеристика сырья и промпродуктов, локализация и распределение ниобия. Подтверждена двухмодальная картина распределения: равномерная матричная составляющая в оксидной решетке титана и локальные зоны обогащения в рутильных участках и HFSE-микродоменах. Распределение ниобия по потокам отработанного шлака, возгонов и расплава подтверждено методами XRD и SEM-EDS/WDS. 3. Лабораторный синтез ильменита с повышенным содержанием ниобия и его фазовые особенности. Получены опорные образцы с контролируемым уровнем Nb; определены границы растворимости и влияние ниобия на фазовый состав и структуру ильменитовых и рутилоподобных фаз, а также на последующее хлорирование. 4. Количественное распределение ниобия при восстановительной плавке и при хлорной переработке титанового шлака. Составлены материальные балансы, рассчитаны доли ниобия в твердых остатках, конденсатах и пульпе оросительного скруббера; последний поток обоснован как основной объект целевого отбора для последующей переработки. 5. Технология получения ниобийсодержащего продукта из промпродуктов хлорной переработки. Обоснован технологический маршрут: целевой отбор пульпы при содержании Nb₂O₅ 16–20 %, двухступенчатое выпаривание в дистилляционном кубе и тигельной печи при «сухом» газовом режиме и контролируемом температурном перепаде, термическая стабилизация твердого остатка с переводом нестойких оксихлоридов в устойчивые оксидные формы Nb(V), селективная гидрометаллургия до товарного ниобиевого продукта (в том числе с использованием ТВР-экстракции). Получены реперные показатели: содержание ниобия порядка 19,5 % и извлечение около 23,84 % в сухой остаток.
--	--	--

	Положение 3: <u>Результаты лабораторного синтеза искусственного ильменита с повышенным содержанием ниобия и изучения его фазовых характеристик:</u> 7.1 Доказано ли положение? <u>1) доказано</u> 2) скорее доказано 3) скорее не доказано 4) не доказано 7.2 Является ли тривиальным? 1) да; <u>2) нет</u> 7.3 Является ли новыми? <u>1) да;</u> 2) нет 7.4 Уровень для применения: 1) узкий; 2) средний; <u>3) широкий</u> 7.3 Доказано ли в статье? <u>1) да;</u> 2) нет Положение 4: <u>Результаты исследования количественного распределения ниобия при рудотермической восстановительной плавке ильменитового концентрата и при хлорной переработке титанового шлака:</u> 7.1 Доказано ли положение? <u>1) доказано</u> 2) скорее доказано 3) скорее не доказано 4) не доказано 7.2 Является ли тривиальным? 1) да; <u>2) нет</u> 7.3 Является ли новыми? <u>1) да;</u> 2) нет	6. Аппаратурно-технологическая схема извлечения ниобийсодержащего продукта из пульпы оросительного скруббера. Предложена компоновка узла с возвратом $TiCl_4$ не ниже 95 %, заданными рабочими диапазонами параметров для конденсации, упаривания, прокаливания и экстракции, подбором материалов исполнения и алгоритмом управления с обратной связью по содержанию ниобия и режимным показателям. 7. Экономическая оценка внедрения переработки пульпы оросительного скруббера. Представлены оценки капитальных и операционных затрат, анализ чувствительности к энергоемкости и расходу реагентов, ожидаемая окупаемость и эффект от снижения потерь $TiCl_4$ и реализации ниобиевого продукта; подтверждена возможность интеграции решения в действующие линии без существенных дополнительных вложений. Новизна исследования проявляется в связке термодинамики, минералогии и инженерной реализации: поведение ниобия в оксидно-хлоридных системах увязано с целевым отбором пульпы оросительного скруббера и двухступенчатым выпариванием с возвратом $TiCl_4$ до уровня технологической схемы и режимов. Аналогичных комплексных работ в доступной литературе не выявлено. Апробация и публикации. По теме диссертации опубликовано пять статей: две — в изданиях, индексируемых Web of Science/Scopus, три — в журналах из перечня КОКСОН МОН РК. Результаты представлены на трех международных и отраслевых конференциях.
--	---	--

		7.4 Уровень для применения: 1) узкий; 2) средний; 3) широкий 7.3 Доказано ли в статье? 1) да; 2) нет Положение 5: <u>Результаты разработки технологии получения ниобий содержащего продукта из промпродуктов хлорной переработки;</u> 7.1 Доказано ли положение? 1) доказано 2) скорее доказано 3) скорее не доказано 4) не доказано 7.2 Является ли тривиальным? 1) да; 2) нет 7.3 Является ли новыми? 1) да; 2) нет 7.4 Уровень для применения: 1) узкий; 2) средний; 3) широкий 7.3 Доказано ли в статье? 1) да; 2) нет Положение 6: <u>Результаты разработки аппаратно-технологической схемы извлечения ниобий содержащего продукта из пульпы оросительного скруббера хлорирующей установки;</u> 7.1 Доказано ли положение? 1) доказано 2) скорее доказано	
--	--	--	--

		3) скорее не доказано 4) не доказано 7.2 Является ли тривиальным? 1) да; 2) нет 7.3 Является ли новыми? 1) да; 2) нет 7.4 Уровень для применения: 1) узкий; 2) средний; 3) широкий 7.3 Доказано ли в статье? 1) да; 2) нет Положение 7: <u>Результаты экономической оценки внедрения переработки пульпы оросительного скруббера;</u> 7.1 Доказано ли положение? 1) доказано 2) скорее доказано 3) скорее не доказано 4) не доказано 7.2 Является ли тривиальным? 1) да; 2) нет 7.3 Является ли новыми? 1) да; 2) нет 7.4 Уровень для применения: 1) узкий; 2) средний; 3) широкий 7.3 Доказано ли в статье? 1) да; 2) нет	
8.	Достоверность источников и	8.1 Выбор методологии - обоснован или методология достаточно	Выбор методологии обоснован физико-химическими особенностями систем Fe-Ti-O и условий хлорирования в контуре

	предоставляемой информации	описана: <u>1) да</u> 2) нет	TiCl₄, а также требованиями промышленной воспроизводимости процесса (минимизация гидролиза, отложений и коррозии при одновременном возвращении TiCl₄ в основной контур и целенаправленном концентрировании ниобия). Применен согласованный комплекс методов: термодинамическое моделирование в HSC для оценки устойчивости фаз и (окси)хлоридов; рентгенофазовый анализ и электронно-зондовые исследования (XRD, SEM-EDS/WDS) для подтверждения минералого-фазовой локализации Nb; TG/DSC для подбора температурно-временных режимов прокаливания; лабораторно-укрупненные испытания узла двухстадийного упаривания/конденсации; расчет материальных балансов и технико-экономическая оценка. Методическая часть описана достаточно детально: указаны режимы, схема отбора и подготовки проб, критерии качества данных и допуски воспроизводимости. Результаты, полученные на основе выбранного подхода: - Сформулированы рабочие диапазоны параметров для двухстадийного упаривания и конденсации (сухой газовый режим, контроль точки росы и температурного перепада вдоль конденсаторов), а также для режима прокаливания и последовательности стадий селективной гидрометаллургии (включая экстракцию трибутилфосфатом). Эти диапазоны обеспечивают стабильное разделение фаз и возврат TiCl₄ не ниже 95 %. - Показана технологическая эффективность предлагаемой схемы: формирование твердого остатка с ~19,5 % Nb при извлечении ≈23,84 % в сухой остаток без ущерба для основного продукта; снижены риски гидролиза и образования отложений при корректном выборе материалов и режимов. - Обоснована интеграция технологии в действующие линии производства TiCl₄ без значительных капитальных вложений (используются стандартные узлы — дистилляционный куб, каскад конденсаторов, тигельная печь, узел прокала), что улучшает технико-экономические показатели за счет снижения потерь TiCl₄ и монетизации потока ниобия.
		8.2 Результаты диссертационной работы получены с использованием современных методов научных исследований и методик	В диссертации применен комплексный, технологически актуальный инструментарий, сочетающий современные методы

		обработки и интерпретации данных с применением компьютерных технологий <u>1) да</u> 2) нет	эксперимента, вычислительного моделирования и цифровой обработки данных. Экспериментальные методы. Рентгенофазовый анализ с уточнением состава по методу Ритвельда, электронная микроскопия с энергодисперсионным и волново-дисперсионным анализом, термический анализ TG/DSC для подбора режимов нагрева и стабилизации твердого остатка. Вычислительное моделирование. Термодинамические расчеты в HSC Chemistry для построения диаграмм устойчивости и прогнозирования направлений межфазных переходов и переноса ниобия в системах Fe–Ti–O–Cl. Обработка и интерпретация. Стандартизованные процедуры калибровки и количественной оценки EDS/WDS, обработка дифрактограмм с проверкой качества аппроксимации, сведение результатов в материалопоточные схемы и расчет материальных балансов. Статистическая состоятельность. Повторяемость серий, оценка неопределенности измерений, контроль согласованности независимых методов и консилиентная интерпретация данных. Цифровые инструменты представления. Графо-аналитические отчеты, таблицы с балансовыми расчетами, визуализация режимных зависимостей для принятия инженерных решений. Такой набор методов и приемов соответствует современным стандартам исследований в области хлоридной металлургии титана и извлечения редких металлов и обеспечивает достоверность и воспроизводимость полученных результатов.
		8.3 Теоретические выводы, модели, выявленные взаимосвязи и закономерности доказаны и подтверждены экспериментальным исследованием (для направлений подготовки по педагогическим наукам результаты доказаны на основе педагогического эксперимента): <u>1) да</u> 2) нет	В работе построены термодинамические модели для систем Fe–Ti–O/Cl₂ с учетом ветвей $\text{FeO} \leftrightarrow \text{Fe}_2\text{O}_3$, парциальных давлений и влажности газа. Получены карты устойчивости ниобийсодержащих оксидов и (окси)хлоридов, определены направления переноса и условия накопления в пульпе оросительного скруббера. Теоретические зависимости сопоставлены с результатами XRD (идентификация фаз и подтверждение превращений при прокаливании), SEM-EDS/WDS (локализация и распределение Nb; двухмодальная картина — матричная составляющая в Ti-оксидной решетке и локальные обогащения), TG/DSC (установление рабочих диапазонов параметров для стабилизации форм Nb(V) и

			для дегидрохлорирования), XRF и химического анализа (балансовые концентрации). Независимые методы дают согласованную картину. Проведены лабораторно-укрупненные опыты узла двухстадийного упаривания/конденсации при «сухом» газовом режиме и контролируемом температурном перепаде, далее — прокал (режим T-t-атмосфера) и селективная гидрометаллургия. Получены воспроизводимые ориентиры: возврат $TiCl_4 \geq 95\%$, формирование твердого остатка с $\sim 19,5\%$ Nb, извлечение $\approx 23,84\%$ в сухой остаток. Материальные балансы сходятся в пределах аналитической погрешности. Теоретические модели и выявленные закономерности (механизм локализации и переноса Nb, условия фиксации в пульпе оросительного скруббера, стабилизация форм Nb(V) при термообработке) подтверждены совокупностью физико-химических методов и технологических испытаний; методология описана достаточно подробно для повторения и контроля качества данных.
		8.4 Важные утверждения <u>подтверждены</u> /частично подтверждены/не подтверждены ссылками на актуальную и достоверную научную литературу.	Полученные в ходе исследования результаты и выводы отражают содержание всех разделов и представлены в публикациях в рецензируемых международных и отечественных научных изданиях. Достоверность научных выводов не вызывает сомнений и согласуются с выводами, полученными другими авторами.
		8.5 Используемые источники литературы <u>достаточны</u> /не достаточны для литературного обзора.	В работе приведены список литературы из 165 наименования. Приведенные источники более чем достаточны для формирования литературного обзора диссертационной работы.
9.	Принцип практической ценности	9.1 Диссертация имеет теоретическое значение <u>1) да</u> 2) нет	Работа вносит существенный теоретический вклад. Сформирована и обоснована механистическая модель поведения ниобия в системах Fe-Ti-O/Cl ₂ , которая устанавливает причинно-следственные связи между параметрами среды — температурой, окислительно-восстановительными условиями, влажностью газовой смеси и температурным перепадом в зоне конденсации — и формой, локализацией и межфазным переносом Nb. На ее основе заданы рабочие диапазоны параметров для стабилизации оксидных форм Nb(V) и для целенаправленной аккумуляции ниобия в потоке пульпы оросительного скруббера. Корректность модели подтверждена согласованностью независимых методов (HSC-моделирование, XRD, SEM-EDS/WDS, TG/DSC), что расширяет

			фундаментальные представления о термодинамических равновесиях и межфазных переходах в оксидно-хлоридных системах титана и редких металлов.
	9.2 Диссертация имеет практическое значение и существует высокая вероятность применения полученных результатов на практике <u>1) да</u> 2) нет		Предложенная автором конфигурация — целевой отбор пульпы оросительного скруббера с последующим двухступенчатым выпариванием, возвратом в процесс не ниже 95 % $TiCl_4$, термической стабилизацией твердого остатка и селективной гидрометаллургией — решает типовые производственные ограничения контуров $TiCl_4$. Она переводит «рассеянный» ниобий в управляемый поток, одновременно удерживая основной продукт в обороте, что снижает гидролиз, уменьшает отложения на оборудовании и стабилизирует режим разделения фаз. Исполнимость подтверждается тем, что все ключевые операции выполняются на штатных узлах (дистилляционный куб, каскад конденсаторов, тигельная печь, блок прокала/экстракции) при заранее заданных рабочих диапазонах параметров и не требуют существенных капитальных вложений. В экспериментально отработанных режимах получен воспроизводимый уровень качества и выхода: твердый продукт с содержанием порядка 19,5 % Nb и извлечением около 23,84 % в сухой остаток. Для предприятия это означает снижение материальных потерь $TiCl_4$, сокращение простоев, контролируемую коррозионную нагрузку и дополнительную выручку за счет реализации ниобийсодержащего продукта — т.е. высокий потенциал к промышленному применению в рамках действующих линий.
	9.3 Предложения для практики являются новыми? <u>1) полностью новые;</u> 2) частично новые (новыми являются 25-75%); 3) не новые (новыми являются менее 25%)		Предложенный автором комплекс практических мер формирует новый стандарт работы с побочными потоками в контуре $TiCl_4$. Вместо нейтрализации и рассредоточения предлагается управляемое формирование единого целевого потока, для которого заданы измеримые критерии отбора, последовательность операций и контрольные показатели качества. Ключевой новизной является увязка отбора пульпы оросительного скруббера с возвратом основного продукта в контур, последующим концентрированием ниобия и поддержанием режимов, обеспечивающих стабильное разделение фаз и воспроизводимый результат. Технические решения оформлены как технологически исполнимый регламент. Определены рабочие диапазоны параметров для стадий выпаривания, конденсации и

			термообработки, описана логика управления с обратной связью по составу и режимам, предусмотрено использование существующих узлов дистилляционного, конденсационного и прокального оборудования. Предлагается поэтапное внедрение через пилот с четким набором показателей эффективности и рисков, последующая тиражируемость на основной мощности. Такой подход обеспечивает минимальные капитальные затраты, сокращение потерь $TiCl_4$ и получение стабильного ниобийсодержащего продукта, что подтверждает полную новизну и практическую пригодность рекомендаций. <i>Рекомендация: В будущих исследованиях необходимо синтезировать искусственный ильменит, более приближенный по составу к природному образцу, что позволило бы достовернее оценить технологические особенности выщелачивания и поведение примесных элементов в процессе хлоридной переработки.</i>
10.	10. Качество написания и оформления	Качество академического письма: 1) высокое; 2) среднее; 3) ниже среднего; 4) низкое.	Качество академического письма высокое. Диссертационная работа соответствует всем требованиям, предъявляемым к таким работам и отличается внутренним единством. Разделы диссертационной работы логически объединены и направлены на решение поставленных задач.
11.	11. Замечания к диссертации	1. Аббревиатура КОКСНВО МНВО РК (Комитет по обеспечению качества в сфере науки и высшего образования Министерства науки и высшего образования Республики Казахстан) должна использоваться во всех местах текста единообразно и корректно. Необходимо внести следующие исправления: - На странице 122 заменить «КОКСОН МОН РК» на «КОКСНВО МНВО РК». - В Приложении III заменить «КОКСОН МОН РК» на «КОКСНВО МНВО РК». 2. Во всех разделах диссертации наблюдается несоблюдение требований к оформлению реакции. В частности, у ряда реакции отсутствует нумерация. Некоторые реакции расположены не по центру строки и отсутствует нумерация, что нарушает единый стиль оформления. Необходимо исправить: - Все реакции следует располагать по центру страницы. - Нумерацию реакции необходимо выполнить справа, заключая номер в круглые скобки. 3. Рекомендация: В будущих исследованиях необходимо синтезировать искусственный ильменит, более приближенный по составу к природному образцу, что позволило бы достовернее оценить технологические особенности выщелачивания и поведение примесных элементов в процессе хлоридной переработки.	
12.	12. Научный уровень статей докторанта по теме исследования (в	Публикационный портфель по теме диссертации соответствует требованиям к защите степени доктора философии (PhD): результаты исследования опубликованы в рецензируемых изданиях международных баз (Scopus — журналы с необходимым подтвержденным процентилем по CiteScore), а также в изданиях, рекомендованных	

	случае защиты диссертации в форме серии статей официальные рецензенты комментируют научный уровень каждой статьи докторанта по теме исследования)	ККСНВО МНВО РК. Часть результатов апробирована на международных отраслевых конференциях, что подтверждает публичное обсуждение и экспертную оценку. Тематика публикаций полно и последовательно охватывает ключевые блоки диссертации: термодинамический анализ систем Fe–Ti–O/Cl ₂ ; минералого-фазовые исследования и локализация Nb; технологические решения по целевому отбору и переработке пульпы оросительного скруббера; элементы технико-экономической оценки. Научный уровень работ оценивается как высокий. Отмечаются: (i) чёткая постановка задач и ориентация на научную новизну (связь фазовых равновесий с инженерными параметрами процесса), (ii) методическая корректность (сочетание расчётных и инструментальных методов, перекрёстная верификация XRD/SEM-EDS/WDS и аналитики по потокам), (iii) воспроизводимость и прикладная значимость (демонстрация схемы с возвратом TiCl ₄ и селективным извлечением Nb). Публикации содержательно согласованы между собой и с текстом диссертации; вклад автора прослеживается в постановке экспериментов, интерпретации результатов и формулировке технологических выводов.
13.	13. Решение официального рецензента	Диссертационная работа Сарсембекова Т.К. на тему «Разработка технологии извлечения соединений ниобия в процессе производства тетрахлорида титана» выполнена в полном объеме, соответствует всем требованиям, предъявляемым к диссертациям на соискание степени доктора философии (PhD), обладает научной новизной, актуальностью и высокой практической значимостью. Представленная работа заслуживает присуждения степени PhD по образовательной программе 6D070900 – Металлургия.

Официальный рецензент:

PhD, ассоциированный профессор (доцент),

заместитель директора по научной работе, ведущий научный сотрудник,

Государственное научно-производственное объединение промышленной экологии «Казмеханобр»



Сурымбаев Бауыржан Нуржанович

«17» ноября 2025 г.