

**ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА ДС.ТПУ.21,
СОЗДАННОГО НА БАЗЕ ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО
АВТОНОМНОГО ОБРАЗОВАТЕЛЬНОГО УЧРЕЖДЕНИЯ ВЫСШЕГО
ОБРАЗОВАНИЯ «НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ТОМСКИЙ ПО-
ЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ», МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО
ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ, ПО ДИССЕРТАЦИИ НА
СОИСКАНИЕ УЧЕНОЙ СТЕПЕНИ КАНДИДАТА НАУК**

Решение диссертационного совета ДС.ТПУ.21 от 07.12.2023 г. № 19

О присуждении Овсянниковой Надежде Владимировне ученой степени кандидата **технических наук**.

Диссертация «Разработка фторидной технологии получения титана высокой степени чистоты» по специальности 2.6.8 - Технология редких, рассеянных и радиоактивных элементов принята к защите 25 сентября 2023 г. (протокол заседания № 17) диссертационным советом ДС.ТПУ.21, созданным на базе федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский Томский политехнический университет», Министерство науки и высшего образования Российской Федерации, 634050, г. Томск, пр. Ленина, 30, утвержденным приказом ректора Национального исследовательского Томского политехнического университета № 15895 от 06.12.2018 г.

Соискатель Овсянникова Надежда Владимировна, 1993 года рождения.

В 2017 г. Овсянникова Надежда Владимировна окончила магистратуру федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Санкт-Петербургский горный университет императрицы Екатерины II» по специальности 18.04.01 «Химическая технология» с присвоением квалификации «магистр». В 2022 г. окончила аспирантуру Национального исследовательского Томского политехнического университета по направлению подготовки 14.06.01 Ядерная, тепловая и возобновляемая энергетика и сопутствующие технологии.

Диплом об окончании аспирантуры выдан в 2022 г. федеральным государственным автономным образовательным учреждением высшего образования Национальным исследовательским Томским политехническим университетом с присвоением квалификации «Исследователь. Преподаватель-исследователь».

Работает в должности ведущего специалиста отдела документационного обеспечения управления Публичного акционерного общества «Территориальная генерирующая компания № 1» г. Санкт-Петербург.

Диссертация выполнена в отделении ядерно-топливного цикла Инженерной школы ядерных технологий федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский Томский политехнический университет», Министерство науки и высшего образования РФ.

Научный руководитель - Егоров Николай Борисович, федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский Томский политехнический университет»,

Министерство науки и высшего образования РФ, кандидат химических наук, доцент отделения ядерно-топливного цикла Инженерной школы ядерных технологий.

Дополнительно введенные члены диссертационного совета ДС.ТПУ.21:

Ивашкина Елена Николаевна, доктор технических наук, доцент Отделения химической инженерии, федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский Томский политехнический университет», профессор Отделения химической инженерии.

Юсубов Мехман Сулейман оглы, доктор химических наук, профессор, федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский Томский политехнический университет», профессор Исследовательской школы химических и биомедицинских технологий.

Официальные оппоненты:

Ложкомоев Александр Сергеевич, доктор технических наук, Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения Российской академии наук, заведующий лабораторией нанобиоинженерии;

Пашкевич Дмитрий Станиславович, доктор технических наук, старший научный сотрудник, федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого», профессор Высшей школы прикладной математики и вычислительной физики.

дали положительные отзывы на диссертацию.

Выбор официальных оппонентов и дополнительно введенных членов диссертационного совета обосновывается их высоким авторитетом в научном сообществе и неоспоримой профессиональной компетенцией в области технологии редких, рассеянных и радиоактивных элементов, а также физической и неорганической химии, достижениями и наличием публикаций в данных областях науки и практики за последние 5 лет, в соответствии с установленными требованиями.

Соискатель имеет по теме диссертации 14 опубликованных работ, из них в рецензируемых научных изданиях опубликовано 6 работ. Общий объем публикаций не менее 4 печатных листов с долей авторского участия не менее 70 %. В диссертации отсутствуют недостоверные сведения о работах, опубликованных соискателем.

Наиболее значимые научные работы (из числа рецензируемых научных изданий) по теме диссертации:

1. Карелин В.А., Ле Ш.Х., Овсянникова (Карелина) Н.В., Ле Х.Т.М. Процессы электростатической сепарации и флотации в обогащении ильменитовых руд из Вьетнама и химическая переработка полученных концентратов // Известия Томского политехнического университета. Инжиниринг георесурсов. – 2022. – Т. 333. – № 2. – С. 38-52.

2. Карелин В.А., Егоров Н.Б., Ле Х.Ш., Овсянникова (Карелина) Н.В., Киеу Б.Т., Ле Х.Т.М. Исследование напряжения разложения системы $K_2TiF_6-LiF-NaF-KF$ // Бутлеровские сообщения. – 2022. – Т.71. – № 8. – С. 51-58.

3. Karelin V.A., Hai L.S., **Ovsiannikova (Karelina) N.V.**, Strashko A.N., Sazonov A.V., Le H.M.T. Thermodynamics and Kinetics Research of the Fluorination Process of the Concentrate Rutile // *Metals*. – 2021. – V. 12. – № 1. – Article Number 34.

4. Le S.H. **Ovsiannikova (Karelina) N.V.**, Kieu B.T., Karelin V.A., Zherin I.I. Application of electrostatic and electromagnetic separation for beneficiation of ilmenite ores from Vietnam // *International Journal of Electronics and Communication Engineering (IJECE)*. – 2022. – V. 11. – № 1. – P. 15-29.

5. Karelin V.A., Voroshilov F.A., Strashko A.N., Sazonov A.V., **Ovsiannikova (Karelina) N.V.** Fluorination of rutile, electrochemical reduction of titanium fluoride to titanium, and its separation from the electrolyte salts melt // *Journal of Chemical Technology and Metallurgy*. – 2020. – V. 55. – № 5. – P. 1111-1119.

6. Karelin V.A., Strashko A.N., Sobolev V.I., Sazonov A.V., **Ovsiannikova (Karelina) N.V.** Titanium powder segregation out of cathode deposit of titanium electrolyzers // *Journal of Chemical Technology and Metallurgy*. – 2018. – V. 53. – № 5. – P. 856-863.

На диссертацию и автореферат поступили отзывы:

1) Санкт-Петербургский государственный технологический институт (технический университет), г. Санкт-Петербург, заведующий кафедрой технологии редких элементов и наноматериалов на их основе, д.т.н., профессор Блохин А.А.

2) АО «ПО «Электрохимический завод», г. Зеленогорск, Красноярского края, начальник химико-технологического участка – заместитель начальника цеха по производству изотопов, к.т.н., Тимофеев Д.В.

3) ФГУП «ПО «Маяк», г. Озерск, Челябинская область, к.х.н., начальник группы ЦЗЛ Волкова Т.С.

4) ФГБОУ ВО «Кабардино-Балкарский государственный университет им. Х.М. Бербекова», г. Нальчик., д.х.н, заведующий кафедрой неорганической и физической химии Кушхов Х.Б.

5) АО «Машиностроительный завод», Московская обл., г. Электросталь, технический директор Петров И.В.

6) НИЦ «Курчатовский институт», Центральный научно-исследовательский институт конструкционных материалов «ПРОМЕТЕЙ» имени И.В. Горынина Государственный Научный центр, г. Москва, Заместитель генерального директора по научной работе - начальник научно-производственного комплекса «Титановые сплавы» Леонов В.П.

7) ПАО «Новосибирский завод химконцентратов», г. Новосибирск, Заместитель генерального директора главный инженер Буймов С.А.

Все поступившие отзывы положительные, замечания, указанные в отзывах, носят рекомендательный характер или касаются уточнения некоторых результатов исследований, например, использования конструкционных материалов при изготовлении промышленного оборудования, результатов анализа примесного состава катодного осадка титана, кинетики фторирования, использования фторидного электролита, коррозионной активности фтора и экономической эффективности предлагаемой технологии. Также имеются замечания, которые касаются уточнения

терминов и формулировок. Некоторые замечания касаются оформления текста автореферата.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

разработана фторидная технология получения титана высокой степени чистоты из ильменитовых концентратов месторождения Ха Тинь, расположенного во Вьетнаме, и из рутиловых концентратов Тарского месторождения титановых концентратов, расположенного в Омской области (Россия) методами фторирования молекулярным фтором, электролиза тетрафторида титана в расплаве смеси фторидов щелочных металлов, а также выделения полученного титанового порошка из катодного осадка его отмывкой в среде безводного фтороводорода;

предложен способ синтеза титановых порошков с использованием в качестве исходных веществ ильменитового и рутилового концентратов;

доказана возможность применения молекулярного фтора для фторирования ильменитовых и рутиловых концентратов и последующего получения порошка титана в эвтектической смеси фторидов лития, натрия и калия;

введены: новые понятия, термины, трактовки не вводились.

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:

доказана возможность использования примененных в работе методов и механизмов фторирования, электролиза и выделения титанового порошка из катодного осадка при проведении фторидной переработки ильменитовых и рутиловых концентратов и найдены оптимальные условия проведения этих процессов;

применительно к проблематике диссертации результативно (эффективно, то есть с получением обладающих новизной результатов) использован комплекс существующих базовых методов исследования: масс-спектрометрический анализ (масс-спектрометр ELAN DRC-II), спектрофотометрический анализ (спектрофотометр КФК-3) и оригинальные лабораторные установки фторирования электролиза и отмывки полученного титанового порошка;

изложены термодинамические особенности проведения фторирования исследуемых титановых концентратов различными фторирующими реагентами, на основании анализа которых в качестве фторирующего реагента выбран молекулярный фтор;

раскрыты параметры проведения процесса электролитического восстановления титана и показано, что этот процесс необходимо проводить во фторидном электролите, состоящем из фторидов лития, калия и натрия при температуре 490-590 °С и концентрации TiF_4 в электролите от 1 до 3 % в пересчете на Ti; отмывки образовавшегося порошка Ti от солей катодного осадка, установлено, что этот процесс необходимо проводить при минус 40 °С и 20 %-ном избытке HF;

предложенные принципиальные схемы позволят **обеспечить высокую надежность** проведения соответствующих процессов, а схема фторидной технологии синтеза титанового порошка из ильменитового или рутилового концентратов обеспечит возможность многократного проведения рецикла двух ключевых

реагентов – молекулярного фтора и безводного фтороводорода, обеспечивая при этом минимизацию выбросов, что сводит к минимуму воздействие на экологию территории, прилегающей к предприятию.

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

разработаны и определены оптимальные параметры и условия, обеспечивающие возможность совместного использования методов фторирования, электролиза и отмывки образующегося титана от солей электролита катодного осадка, позволяющие обеспечить высокую степень чистоты полученного титанового порошка;

определены особенности и преимущества применения 2-х стадийного процесса в ходе фторирования ильменитовых и рутиловых концентратов, позволяющие обеспечить практически 100%-ное использование молекулярного фтора;

создана принципиальная схема фторидной технологии синтеза титанового порошка из ильменитового или рутилового концентратов, позволяющая сначала отделить летучие и нелетучие промеси от тетрафторида титана, затем провести его электролитическое восстановление, и, наконец, достичь максимально возможной степени чистоты титанового порошка, отмытого от фторидных солей электролита;

полученные результаты **представлены** в проектные организации Вьетнама для создания конкурентоспособных технологий, в которых используются процессы фторирования, электролиза и отмывки, ранее не применявшийся во Вьетнаме.

Оценка достоверности результатов исследования выявила:

для экспериментальных работ: результаты получены на современном сертифицированном аналитическом и технологическом оборудовании; показана воспроизводимость экспериментальных результатов (коэффициент Стьюдента 0,95);

теория согласуется с уже имеющимися общепризнанными достижениями в рассматриваемой области и подтверждается представленными результатами экспериментальных исследований;

идея базируется на анализе, обобщении передового опыта и ранее проведенных исследований в области глубокой химической переработки ильменитового и рутилового концентратов, обладающих различными свойствами;

проведены сравнения авторских данных с данными, полученными ранее по схожим тематикам и опубликованным в открытой печати;

установлено качественное и количественное соответствие представленных в диссертации результатов результатам, известным из открытых источников по данной тематике;

использованы современные методики сбора и обработки информации, представительные совокупности измерений и экспериментов.

Личный вклад соискателя состоит в формулировке постановки задачи, методологическом подходе к решению проблемы, проведению исследований по определению закономерностей фторирования титановых концентратов,

электролитическом выделении титанового порошка и отмывке полученного порошка от солей катодного осадка.

Лично автору принадлежат результаты, изложенные в разделах «Положения, выносимые на защиту», «Научная новизна», «Теоретическая и практическая значимость», «Выводы» диссертационной работы.

Диссертация является законченной научно-квалификационной работой, в которой содержится решение задачи обоснования возможности проведения процессов фторирования, электролиза и отмывки титанового порошка от солей электролита, имеющее существенное значение для получения конкурентоспособной продукции в виде высокочистого титанового порошка, который на международном рынке может оказывать сильное влияние на структуру цен на титановую продукцию.

Тема и содержание диссертации соответствуют формуле специальности, пунктам 4, 6 и 11 паспорта специальности 2.6.8 – Технология редких, рассеянных и радиоактивных элементов. По своей актуальности, новизне, научной и практической значимости диссертационная работа Овсянниковой Надежды Владимировны полностью соответствует требованиям п.п. 2.1-2.5 «Порядка присуждения учёных степеней», утверждённого приказом ректора Национального исследовательского Томского политехнического университета 28 декабря 2021 г. № 362-1/од.

На заседании 07.12.2023 г. диссертационный совет ДС.ТПУ.21 принял решение присудить Овсянниковой Надежде Владимировне ученую степень кандидата технических наук.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 6 человек (из них 5 докторов наук и 1 кандидат наук по специальности рассматриваемой диссертации), участвовавших в заседании, из 3-х человек, входящих в состав совета, и дополнительно введенных на защиту 3-х человек проголосовали: за – 6, против – нет, воздержались – нет.

Председатель заседания,
Председатель диссертационного
совета ДС.ТПУ.21



Скуридин Виктор Сергеевич

Ученый секретарь
диссертационного совета
ДС.ТПУ.21



Егоров Николай Борисович

Дата оформления заключения: 7 декабря 2023 года

