

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА Д 212.111.02,
СОЗДАННОГО НА БАЗЕ ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО
БЮДЖЕТНОГО ОБРАЗОВАТЕЛЬНОГО УЧРЕЖДЕНИЯ ВЫСШЕГО
ОБРАЗОВАНИЯ «МАГНИТОГОРСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ
ТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ ИМ. Г.И. НОСОВА», МИНИСТЕРСТВА
НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ ПО
ДИССЕРТАЦИИ НА СОИСКАНИЕ УЧЕНОЙ СТЕПЕНИ КАНДИДАТА
НАУК

аттестационное дело № _____

решение диссертационного совета от 22 апреля 2022 года № 5

О присуждении Масалимову Алексею Валерьевичу, гражданину Российской Федерации, ученой степени кандидата технических наук.

Диссертация «Разработка технологии получения высокочистой магнезии из отсевов тяжелосреднего обогащения магнезита» по специальности 25.00.13 – Обогащение полезных ископаемых принята к защите 17.02.2022, протокол №2, диссертационным советом Д 212.111.02, созданным на базе федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Магнитогорский государственный технический университет им. Г.И. Носова», Министерства образования и науки Российской Федерации, 455000, г.Магнитогорск, пр. Ленина, 38, приказ № 714/нк от 02.11.2012.

Соискатель Масалимов Алексей Валерьевич, 4 марта 1991 года рождения, в 2013 году с отличием окончил федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Магнитогорский государственный технический университет им. Г.И. Носова» по специальности «Химическая технология природных энергоносителей и углеродных материалов». С 2013 по 2016 г. обучался в аспирантуре федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Магнитогорский государственный технический университет им. Г.И. Носова» по специальности 05.16.02 – Metallurgy черных цветных и редких металлов. В 2018 году был прикреплен к федеральному государственному бюджетному образовательному учреждению высшего образования «Магнитогорский государственный технический университет им. Г.И. Носова» для подготовки диссертации на соискание ученой степени кандидата наук без освоения программ подготовки в аспирантуре по направлению 25.00.13 – Обогащение полезных ископаемых.

Работает учителем в муниципальном общеобразовательном учреждении «Средняя общеобразовательная школа №47 г. Магнитогорска».

Диссертация выполнена на кафедре геологии, маркшейдерского дела и обогащения полезных ископаемых, федерального государственного бюджетного учреждения высшего образования «Магнитогорский государственный технический университет им. Г.И. Носова» Министерства науки и высшего образования Российской Федерации.

Научный руководитель – Гришин Игорь Анатольевич, кандидат технических наук, доцент, заведующий кафедрой геологии, маркшейдерского дела и обогащения полезных ископаемых ФГБОУ ВО «Магнитогорский государственный технический университет им. Г.И. Носова»

Официальные оппоненты:

Газалеева Галина Ивановна, доктор технических наук, профессор, заведующая отделом рудоподготовки и специальных методов исследований ОАО «Уралмеханобр», г. Екатеринбург;

Орлов Станислав Львович, кандидат технических наук, главный специалист ООО «Первый горно-металлургический институт», г. Екатеринбург дали положительные отзывы на диссертацию.

Ведущая организация ФГБОУ ВО «Уральский государственный горный университет», г. Екатеринбург, в своем положительном отзыве, подписанном доктором технических наук Козиним Владимиром Зиновьевичем, зав. кафедрой обогащения полезных ископаемых, кандидатом технических наук Овчиниковой Татьяной Юрьевной, доцентом кафедры обогащения полезных ископаемых и утвержденном проректором по научной работе, доктором химических наук, профессором Рафаилом Абдрахмановичем Апакашевым, указала, что «...диссертация является законченной научно-квалификационной работой, в которой результатом теоретических и экспериментальных исследований являются научные и технологические основы эффективной технологии производства высокочистого оксида магния с высокой удельной поверхностью с использованием отходов тяжелосреднего обогащения магнезита, и могут быть рекомендованы к внедрению.

Диссертационное исследование выполнено в рамках паспорта научной специальности 25.00.13 – Обогащение полезных ископаемых и соответствует пунктам: п. 1 «Технологическая минералогия. Изучение взаимосвязи состава, структуры, физических свойств и генетических особенностей минерального вещества с его технологическими свойствами. Технологическая оценка минерального сырья», п. 3 «Физические и химические процессы разделения, концентрации и переработки минералов природного и техногенного

происхождения» и п. 6 «Моделирование, контроль, автоматизация технологических процессов обогащения, их оптимизация».

Диссертация соответствует требованиям п. 9 «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденного Постановлением Правительства РФ от 24.09.2013 г. № 842. Автор диссертации Масалимов Алексей Валерьевич заслуживает присуждения учёной степени кандидата технических наук по специальности 25.00.13 – Обогащение полезных ископаемых».

Соискатель имеет 13 опубликованных работ, в том числе по теме диссертации – 7 работ, опубликованных в рецензируемых научных изданиях, из них: 2 статьи в изданиях, рекомендованных ВАК при Министерстве науки и высшего образования РФ; 1 – в изданиях, индексируемых в базах Web of Science и Scopus; 4 – в прочих изданиях. Сведения об опубликованных работах достоверны. Авторский вклад соискателя объемом 1,0 п.л. в опубликованных работах общим объемом 3,47 п.л. заключается в постановке цели и задач исследования, проведении теоретического анализа, разработке математической модели процесса бикарбонатного выщелачивания отсевов магнезита, постановке и проведении серий экспериментов, апробации математической модели, анализе, систематизации и обобщении полученных результатов и подготовке публикаций.

К наиболее значимым публикациям относятся:

1. Highly reactive magnesia production: modelling and experiment / M.Y. Turchin, A.V. Masalimov, A.N. Smirnov, I.A. Grishin // *Refractories and Industrial Ceramics*. – 2019. – Т. 60. № 3. – С. 254-257.

2. Смирнов, А.Н. Характеристика отсевов тяжелосреднего обогащения магнезита как перспективного техногенного сырья / А.Н. Смирнов, И.А. Гришин, А.В. Масалимов. // *Известия высших учебных заведений. Горный журнал*. – 2021. – № 2. – С. 88-93.

3. Анализ состояния сырьевой базы для обнаружения перспективных источников получения оксида магния в процессах обогащения / А.В. Масалимов, А.Н. Смирнов, Н.Н. Орехова, И.А. Гришин. // *Вестник Забайкальского государственного университета*. – 2021. – Т. 27. №3. – С. 16-25.

В приведенных работах достаточно полно изложены основные исследования, положения и выводы, которые автор использовал в своей диссертационной работе.

На диссертацию и автореферат поступило 8 отзывов, все положительные:

1. Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС» (г. Москва). Замечания: 1) автор не поясняет чем отличаются рациональные параметры от оптимальных и почему используются именно рациональные параметры; 2) Присутствует несогласованность между данными текста и рисунков по использованию температурных шкал – в тексте и описании технологических процессов используются градусы Цельсия, в то время как на рисунке 3 (рис. 12) применены градусы Кельвина.
2. ООО «Группа Магнезит» (г. Сатка) Замечания: 1) Отсутствует информация о направлениях утилизации горнопромышленных отходов магнезита, реализуемых в настоящее время в России и в мире, анализ их эффективности; 2) Не обозначены рекомендации и перспективы развития темы исследования; 3) Отсутствует указание на допустимые значения активности поверхности получаемого оксида магния, измеряемое йодным числом.
3. ООО «Быстринский ГОК» (с. Газимурский завод). Замечания: 1) Возможно ли уменьшение содержания оксида магния в хвостах после выщелачивания? 2) Возможно ли полученные в работе результаты распространить на других магнезиальных техногенных отходах?
4. ООО «Эдванс» (г. Магнитогорск). Замечания: 1) Отсутствует информация об уже имеющихся направлениях утилизации отходов магнезиального сырья, реализуемых в России и в мире. 2) Не обозначены рекомендации и перспективы дальнейших исследований.
5. ООО «УралХимСервис» (г. Екатеринбург) Замечания: 1) На страницах 13 и 16 автореферата, в таблицах 2 и 3 соответственно, приводятся данные об активности поверхности по йодному числу, однако в автореферате не обозначены требования к этому; 2) При рассмотрении методов обогащения и разработке технологического решения не указана возможность применения других методов химического обогащения, обладающих более высокой производительностью.
6. Государственный научный центр ФГУП «ЦНИИ ЧерМет им. И.П. Бардина» (г. Москва). Замечания: 1) Автор разработал математическую модель расчета, реализованную на ЭВМ, но не отметил это в разделе «Личный вклад автора». 2) По результатам термогравиметрического анализа автор заключает, что разложение карбонатов начинается при температуре 476°C. Однако на приведенной в работе термогравиметрической кривой не видно, что пики на ДСК-кривой при этой температуре сопровождаются уменьшением массы. Вероятно, этот пик соответствует фазовому переходу в образце без изменения массы, а само разложение карбонатов начинается в районе 600°C, что отчетливо видно на ТГ-кривой.

7. ЗАО НПО «Центр Химических Технологий» (г. Магнитогорск).

Замечания:

1) Возможно ли распространение разработанной модели на другие виды сырья, обладающие схожим минеральным составом? 2) В автореферате не представлены данные по апробации математической модели. В частности на рисунке 3 представлено значительно больше экспериментальных данных, чем в таблице 2.

8. ФГБОУ ВО «Забайкальский государственный университет» (г. Чита).

Замечания:

1) На стр. 11 автореферата указано, что нижней границей селективности по соотношению ионов магния и кальция принято значение 40:1. Является ли такое соотношение оптимальным и чем обосновывается его выбор? 2) По какой причине не исследована возможность дальнейшего извлечения магния из хвостов обогащения, так как содержание MgO в них выше чем в исходных отсевах?

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается их известными систематическими исследованиями и научными работами в области современного состояния обогащения полезных ископаемых и переработки техногенного сырья, исследовании магнезиальных видов сырья, параметров технологических процессов разделения минерального сырья, разработке новых и совершенствовании существующих технологических процессов обогащения техногенных отходов, о чем свидетельствуют публикации в ведущих рецензируемых изданиях, рекомендованных ВАК РФ, и изданиях, индексируемых в Scopus и Web of Science. Это подтверждает их способность квалифицированно определить и оценить научную и практическую новизну исследований.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

разработана технология химического обогащения отсевов тяжелосреднего обогащения магнезита бикарбонатным методом, отличающаяся тем, что кальцинирующий обжиг перед выщелачиванием проводится при температуре не выше 750 °С, а последующее селективное извлечение бикарбоната магния за счет различной растворимости гидрокарбонатов магния, кальция и железа позволяет получать высокоактивный оксид магния чистотой не менее 99%;

предложен метод определения оптимальных параметров технологического процесса бикарбонатного выщелачивания на основе анализа термодинамических равновесий, который реализован в виде

авторской математической модели, учитывающей влияние вещественного состава техногенного магнезиального сырья;

доказана перспективность использования отсевов тяжелосредного обогащения магнезита, являющихся, вследствие изоморфной структуры образующих их карбонатов и продуктов прокаливания, труднообогатимым техногенным сырьём, для получения высокочистого оксида магния с высокой активностью поверхности;

введен критерий «селективность выщелачивания отсевов магнезита бикарбонатным методом», определяемый как соотношение концентраций ионов Mg^{2+} и Ca^{2+} в продуктивном растворе? и дана количественная оценка его нижнего порогового значения.

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:

доказаны зависимости селективности извлечения соединений магния, при проведении процесса бикарбонатного выщелачивания отсевов тяжелосредного обогащения магнезита, от температуры, парциального давления углекислого газа и химического состава подаваемого сырья; зависимости площади и активности поверхности получаемого оксида магния от технологических параметров процесса прокаливания, вносящее вклад в развитие химических методов обогащения магнезита и ресурсосберегающих технологий обогащения;

применительно к проблематике диссертации результативно использован комплекс существующих базовых методов исследования особенностей вещественного состава руд, включая химический, микроскопический и термогравиметрический анализы, методы химического обогащения, статистические методы обработки экспериментальных данных, методы оптимизации и численного решения систем нелинейных уравнений, методы математического моделирования;

изложены доказательства изоморфной структуры карбонатов, образующих отсева тяжелосредного обогащения магнезита; факты, указывающие на необходимость вовлечение техногенных отходов в переработку для увеличения минерально-сырьевой базы магнезиального сырья; граничные условия проведения выщелачивания соединений магния из отсевов магнезита бикарбонатным методом;

раскрыты противоречия между существующими технологиями обогащения и структурой отсевов магнезита; противоречия между оптимальными условиями выщелачивания и практической целесообразностью технологического процесса; существенные особенности вещественного состава отсевов магнезита, предопределяющие выбор химических методов обогащения;

изучено влияние химического состава отсевов магнезита на условия проведения и технологические показатели процесса обогащения; влияние технологических параметров процесса обжига на величину удельной поверхности получаемого оксида магния;

проведена модернизация методов термодинамических расчетов для создания математической модели процесса бикарбонатного выщелачивания оксида магния, реализованной в виде программы для ЭВМ, основанной на установленных зависимостях, адекватность которой подтверждена экспериментально.

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

разработана перспективная технология обогащения техногенного магнезиального сырья, включающая этапы измельчения, прокаливания, выщелачивания, осаждения и разложения получаемого карбоната магния, и позволяющая получать высокоактивный оксид магния чистотой не менее 99%, что соответствует требованиям, предъявляемым промышленностью;

определены оптимальные режимы и параметры проведения процессов кальцинирующего обжига, бикарбонатного выщелачивания оксида магния из отсевов магнезита и разложения получаемого бикарбоната магния с получением высококачественного оксида магния;

создана программа для ЭВМ «Программа расчета термодинамических равновесий углекислотного выщелачивания» (рег. № 2019614838), основанная на установленных взаимосвязях состава продуктивного раствора выщелачивания с вещественным составом используемого магнезиального сырья и условиями проведения процесса. Программа позволяет определять оптимальные параметры процесса бикарбонатного выщелачивания для осуществления управления технологическим процессом обогащения в зависимости от химического состава магнезиального сырья;

представлены рекомендации по параметрической адаптации химического обогащения магнезиального сырья и разработке схемы цепи аппаратов для предлагаемой технологии.

Оценка достоверности результатов исследования выявила:

для проведения экспериментальных работ применялись апробированные методы анализа и современное сертифицированное оборудование, обеспечивающие воспроизводимость результатов исследований при различных условиях и позволившие создать математическую модель, согласующуюся с экспериментальными данными лабораторных исследований и укрупненных испытаний;

теория построена на известных научных положениях термодинамики и фундаментальных научных законах физической химии, согласуется с установленными зависимостями обогащения магнезиального сырья и опубликованными научными данными;

идея базируется на обобщении отечественного и зарубежного опыта обогащения техногенного магнезиального сырья, анализе параметров технологий получения высококачественного оксида магния, факторов, влияющих на реализацию технологических процессов при применении бикарбонатного метода выщелачивания;

использованы сравнения авторских экспериментальных данных с данными, полученными ранее по тематике обогащения техногенного магнезиального сырья;

установлено качественное совпадение авторских результатов по химической переработке отсеков магнезита с известными химическими свойствами карбонатов магния и щелочноземельных металлов;

использованы современные методики сбора информации, измерения и статистической обработки результатов экспериментов и математического моделирования при определении параметров бикарбонатного выщелачивания, последующего выделения и прокаливания получаемого карбоната магния.

Личный вклад соискателя состоит в формулировании основной идеи работы, цели и задач исследования, изучении вещественного состава техногенного магнезиального сырья, выявлении зависимостей результатов выщелачивания оксида магния от вещественного состава сырья, температуры и парциального давления углекислого газа, разработке математической модели процесса выщелачивания, экспериментальной проверке адекватности математической модели и реализации полученной математической модели в качестве программы для ЭВМ (рег. № 2019614838), обосновании параметров технологических процессов, апробации разработанной технологии, обработке экспериментальных данных, подготовке научных статей по выполненной работе.

В ходе защиты диссертации были высказаны следующие критические замечания.

В отзыве ведущей организации:

1. Введение, стр. 6 диссертации. В научной новизне (третий пункт) говорится о рациональных параметрах процесса. Почему параметры являются рациональными, а не оптимальными?

2. Глава 2, стр. 47 диссертации. В таблицах 10 и 11 приведены данные химического состава в зависимости от крупности и сделан вывод о

том что фракция -0,5+0,0мм содержит больше оксида кремния. Данный факт общеизвестен. В чем суть такого вывода?

3. Глава 3, стр. 72-74 диссертации. На рисунках 22 и 23 единицей измерения давления являются атмосферы, в то время как в тексте используются паскали. Чем объясняется отсутствие единообразия в используемых единицах измерения?

4. Глава 4, стр. 87 диссертации содержит рисунок 29 и указание на то, что максимальное содержание отсевов магнезита в пульпе составляет 15 г/л. При этом предполагается перерабатывать 8000т ежегодно. Это приводит к колоссальному потреблению воды в данной технологии.

5. Разработанная технология предполагает, с одной стороны применение деионизированной воды, а с другой использование раствора выщелачивания в замкнутом цикле. Чем обусловлено требование использовать деионизированную воду и не будет ли в обратном растворе происходить накопление вредных примесей, которые негативно скажутся на качестве готового продукта?

В отзыве официального оппонента Г.И. Газалеевой:

1. Необходимо конкретизировать состав углеродисто-глинистого вещества и его влияние на последующие процессы бикарбонатного выщелачивания, стр. 51 диссертации.

2. Почему не были приведены термогравиметрические исследования на отдельных классах крупности, в то время как была доказана значительная неравномерность гранулометрического состава и различное содержание в них магнезита.

3. На каком основании предполагается, что в заданном температурном интервале не разлагается только СаО? И почему в реакции не участвует Al_2O_3 , который представляет глинистую составляющую.

4. Термодинамический анализ обычно предполагает расчет изменения энергии Гиббса, на рис. 18 и 19 по оси "у" вместо ΔG указана собственно энергия Гиббса, а не её изменение.

5. В таблице 17 на стр. 78 диссертации нет оценки погрешности моделирования общепринятыми методами математической статистики.

6. При проведении испытаний предложенной технологии не было составлено материального баланса и не рассчитаны показатели обогащения извлечение, выход и т.д.

В отзыве официального оппонента С.Л. Орлова:

1. На рис 24, стр. 76 опечатки в словах «получение» и «раствор».

2. Скорость растворения магнезита составляет 2 часа при низком содержании твердого в пульпе 15 г/л, что сказывается на производительности

технологического процесса и приводит к высокому времени окупаемости проекта 6,3 года. Почему не рассматривались способы интенсификации процесса растворения магнезита? Например, снятие диффузионных ограничений при растворении магнезита с использованием ультразвука или кавитации.

3. Рассматривалось ли влияние скорости растворения углекислого газа на процесс выщелачивания магнезита. И как связана скорость растворения углекислого газа от степени его диспергирования при подаче в реактор растворения.

В ходе заседания диссертационного совета:

1. Что является причиной изменения минералогических и технологических свойств отсевов, приводящих к тому, что их свойства значительно отличаются от свойств исходных магнезитов?

2. В работе не указано, каким образом проводилось опробование отвалов отсевов магнезита на площадке в городе Сатка.

3. В работе очень мало посвящено процессам гипергенеза и метосоматоза, происходящим в отсевах в процессе их хранения.

4. В предлагаемой технологии обогащения отсевов магнезита не рассмотрены вопросы водоподготовки, несмотря на то, что используется деионизированная вода.

Соискатель Масалимов Алексей Валерьевич ответил на задаваемые ему в ходе заседания вопросы и привел собственную аргументацию, дополнив информацию касательно некоторых аспектов исследования, в частности: углеродисто-глинистое вещество, входящее в состав отсевов магнезита, представляет с собой алюмосиликат переменного состава, близкого к клинохлору $(Mg,Fe)_3[AlSi_3O_{10}][OH]_2 \cdot Mg_3(OH)_6$, связывающий присутствующий алюминий, что делает его химически инертным в исследуемом температурном интервале; приведена аргументация различий между оптимальными и рациональными параметрами, заключающаяся в соблюдении баланса между достижением высоких значений извлечения оксида магния и селективности его выщелачивания и особенностями реализации технологического процесса и технико-экономическими показателями; даны пояснения по влиянию скорости диффузионных процессов и скорости растворения углекислого газа в растворе на продолжительность процесса бикарбонатного выщелачивания отсевов магнезита и производительность предлагаемой технологии, и указано, что в реакторе присутствует значительный избыток углекислого газа, вследствие чего растворение углекислого газа не является лимитирующим фактором протекания процесса бикарбонатного выщелачивания. Основным фактором,

ограничивающим производительность, является низкая растворимость гидрокарбоната магния в водных растворах. Приведены аргументы в пользу того, что изменения структуры отсевов магнезита при хранении связаны, в основном, с процессами гипергенеза, приводящими к образованию изоморфной структуры.

Соискатель Масалимов А.В. согласился с замечаниями по оформлению и с замечаниями, носящими рекомендательный характер, касательно дальнейших исследований.

В ходе заседания диссертационного совета, выступающие в свободной дискуссии, отметили, что представлен значительный объем исследований в части изучения особенностей структуры и технологических свойств отсевов магнезита, определяющих выбор химических методов обогащения, получен важный для многих отраслей продукт – высокочистый оксид магния с высокой активностью поверхности. Были высказаны замечания по расчету экономического эффекта, недостаточному учету объемов водоподготовки, проработке механизма отбора проб для анализа. Высказанные замечания носят рекомендательный характер. Отмечено, что методически работа построена очень хорошо.

На заседании 22 апреля 2022 года диссертационный совет принял решение за новые научно-обоснованные технологические решения, имеющие существенное значение для обогатительных предприятий, включающие вовлечение в переработку ранее не применявшихся видов техногенного магнезиального сырья, разработку и апробацию технологии обогащения отсевов магнезита с получением высокочистого оксида магния, внедрение которых вносит значительный вклад в развитие экономики страны в целом в связи с действующими приоритетами импортозамещения, присудить Масалимову Алексею Валерьевичу ученую степень кандидата технических наук.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 20 человек, из них 10 докторов наук по специальности рассматриваемой диссертации, участвовавших в заседании, из 23 человек, входящих в состав совета, проголосовали за – 20 против – 0.

Председатель

диссертационного совета

Ученый секретарь

диссертационного совета



Гавришев Сергей Евгеньевич

Корнилов Сергей Николаевич

22.04.2022