

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА ГУ.5
ПО ДИССЕРТАЦИИ
НА СОИСКАНИЕ УЧЕНОЙ СТЕПЕНИ КАНДИДАТА (ДОКТОРА) НАУК

аттестационное дело № _____
решение диссертационного совета от 28.06.2023 № 3

О присуждении Габдулхакову Ренату Раилевичу, гражданину Российской Федерации, ученой степени кандидата технических наук.

Диссертация «Разработка технологии графитированных электродов для дуговых сталеплавильных печей при полимерной модификации сырья игольчатых коксов» по специальности 2.6.2. Metallургия черных, цветных и редких металлов принята к защите 26.04.2023, протокол заседания № 2, диссертационным советом ГУ.5 федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Санкт-Петербургский горный университет» Минобрнауки России, 199106, Санкт-Петербург, линия 21-я В.О., дом 2, (приказ о создании от 06.02.2023 № 153 адм, с изменениями от 30.03.2023 № 467 адм, от 27.04.2023 № 653 адм).

Соискатель, Габдулхаков Ренат Раилевич, 18 июня 1995 года рождения, в 2019 году с отличием окончил федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Санкт-Петербургский горный университет» Минобрнауки России по направлению подготовки 18.04.01 Химическая технология.

Работает научным сотрудником в федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего образования «Санкт-Петербургский горный университет» в научном центре «Проблем переработки минеральных и техногенных ресурсов».

Диссертация выполнена на кафедре металлургии федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего

образования «Санкт-Петербургский горный университет» Минобрнауки России.

Научный руководитель – доктор химических наук, **Поваров Владимир Глебович**, федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Санкт-Петербургский горный университет», Научный центр «Оценка техногенной трансформации экосистем», Научный руководитель проекта аппарата управления научного центра «Оценка техногенной трансформации экосистем».

Официальные оппоненты:

Шешуков Олег Юрьевич, доктор технических наук, профессор, федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина», Институт новых материалов и технологий, директор;

Савченков Сергей Анатольевич, кандидат технических наук, общество с ограниченной ответственностью «Газпромнефть Научно-Технический Центр», руководитель направления; дали положительные отзывы на диссертацию.

Ведущая организация – **федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого»**, г. Санкт-Петербург в своем положительном заключении, подписанном Ганиным Сергеем Владимировичем, кандидатом технических наук, и.о. директора – Высшая школа физики и технологий материалов и Богомоловой Еленой Валентиновной, секретарем заседания, ведущим инженером и утвержденном Клочковым Юрием Сергеевичем, доктором технических наук, доцентом, проректором по научно-организационной деятельности, указала, что работа Габдулхакова Р.Р. посвящена актуальным вопросам производства графитированных электродов высокоомощных дуговых сталеплавильных печей (ДСП). Графитированные электроды и ниппели являются основным

расходным элементом ДСП, которые на 85 % состоят из игольчатого кокса. Именно качеством игольчатого кокса определяются физико-механические характеристики электродов и работоспособность всего металлургического агрегата. Теоретическая значимость работы заключается в том, что улучшить физико-механические характеристики электродов ДСП возможно полимерной модификацией базового сырья коксования за счет повышения степени структурированности и физико-химических характеристик игольчатого кокса. Практическая значимость работы: представлен полный цикл получения графитированных электродов в рамках металлургического комбината с утилизацией хвостов предприятия; получен высокоструктурированный игольчатый кокс на основе полимер-модифицированного сырья, соответствующий премиальным маркам и обеспечивающий производство высококачественных графитированных электродов для высокомошных и сверхмошных дуговых сталеплавильных печей.

Результаты диссертации в достаточной степени освещены в 5 печатных работах, в том числе в 2 статьях - в изданиях из перечня рецензируемых научных изданий, в которых должны быть опубликованы основные научные результаты диссертаций на соискание ученой степени кандидата наук, на соискание ученой степени доктора наук (далее – Перечень ВАК), в 2 статьях - в изданиях, входящих в международную базу данных и систему цитирования Scopus. Подана 1 заявка на патент на изобретение, с получением положительного решения о выдаче патента.

Общий объем – 3,8 печатных листов, в том числе 2,8 печатных листов - соискателя.

Публикации в изданиях из перечня рецензируемых научных изданий, в которых должны быть опубликованы основные научные результаты диссертаций на соискание ученой степени кандидата наук, на соискание ученой степени доктора наук:

1. **Gabdulkhakov, R.R.** Quality Assessment of Needle Coke Used in the Production of Graphite Electrodes for Metallurgical Furnaces / **Gabdulkhakov R.R.**, Rudko, V.A., Efimov, I.I., Spektoruk, A.A. // Tsvetnye Metally, July 2022, pp. 46–56. DOI:10.17580/tsm.2022.07.05. (ВАК-МБД №1120 ред. 12.04.2022, CA(pt), Scopus).

Габдулхаков Р.Р. Оценка качества игольчатого кокса для производства графитированных электродов металлургических печей/ **Габдулхаков Р.Р.**, Рудко В.А., Ефимов И.И., Спекторук А.А. // Цветные металлы, Июль 2022, с. 46–56. DOI:10.17580/tsm.2022.07.05. (ВАК-МБД №1120 ред. 12.04.2022, CA(pt), Scopus).

Соискателем проведен анализ научно-технической литературы по теме исследования. Проведен сравнительный анализ промышленных зарубежных образцов игольчатых коксов, на основании которого разработана методика исследования игольчатого кокса для экспертизы и сравнительной оценки качества углеродных материалов

2. **Габдулхаков, Р.Р.** Нефтяная коксующаяся добавка — сырьевой компонент для получения металлургического кокса. Часть 1. Формирование спекающих свойств нефтяной коксующейся добавки / А.И. Насифуллина, **Р.Р. Габдулхаков**, В.А. Рудко, И.Н. Пягай. Черные Металлы, №9, 2022, с. 13–20, DOI:10.17580/chm.2022.09.02. (ВАК-МБД №1128 ред. 12.04.2022, CA(pt), Scopus).

Соискателем рассмотрена возможность применения нефтяного кокса в черной металлургии в качестве замены дефицитного коксующегося угля. Изучено влияние основных физико-химических свойств, группового химического состава, спекающих характеристик коксующей добавки на конечные свойства и качество металлургического кокса и обосновано применение углеродного материала в рамках металлургического предприятия.

Публикации в изданиях, входящих в международные базы данных и системы цитирования (Scopus):

3. **Gabdulkhakov, R.R.** Methods for Modifying Needle Coke Raw Materials by Introducing Additives of Various Origin (Review) / R.R. Gabdulkhakov, V.A. Rudko, and I.N. Pyagay. // Fuel, vol. 310, Feb. 2022, p. 122265. DOI: 10.1016/j.fuel.2021.122265;

Габдулхаков, Р.Р. Способы модификации сырья игольчатого кокса введением добавок различного происхождения (обзор)/ Р.Р. Габдулхаков, В.А. Рудко, И.Н. Пягай // Топливо, Т. 310, Февраль. 2022, с. 122265. DOI: 10.1016/j.fuel.2021.122265;

Соискателем разработаны требования к качеству и составу сырья, обеспечивающие формирование структурированного игольчатого кокса. Показано, что модифицирующие добавки, применяемые на стадии коксования, являются эффективным решением для повышения степени структурированности игольчатого кокса для применения в графитированных электродах ДСП. Все применяемые модифицирующие добавки к сырью игольчатого кокса в ходе анализа классифицированы на 4 группы по механизму действия.

4. **Gabdulkhakov, R.R.** Technology of Petroleum Needle Coke Production in Processing of Decantoil with the Use of Polystyrene as a Polymeric Mesogen Additive / R.R. Gabdulkhakov, V.A. Rudko, V.G. Povarov, V.L. Ugolkov, I.N. Pyagay, K.I. Smyshlyayeva // ACS Omega, vol. 6, no. 30, Aug. 2021, pp. 19995–20005, DOI:10.1021/acsomega.1c02985;

Габдулхаков, Р.Р. Технология производства нефтяного игольчатого кокса при переработке декантоила с использованием полистирола в качестве полимерной мезогенной добавки / Р.Р. Габдулхаков, В.А. Рудко, В.Г. Поваров, В.Л. Уголков, И.Н. Пягай, К.И. Смышляева // Омега, том. 6, № 30, Август 2021, С. 19995–20005, DOI:10.1021/acsomega.1c02985;

Соискателем проведен анализ научно-технической литературы по теме исследования. Получены результаты экспериментальных исследований

по коксованию декантированного тяжелого газойля каталитического крекинга с полистиролом в определенном концентрационном интервале (0 – 15 % масс) с целью получения нефтяного игольчатого кокса с максимально развитой анизотропной структурой струнного характера и баллом микроструктуры не менее 6.2, соответствующей супер премиальной марке. Установлены закономерности по улучшению структурного показателя качества получаемого игольчатого кокса от оптимального содержания полистирола в базовом сырье. Установлена экстремальная зависимость качественных показателей игольчатого кокса от содержания полистирола, с экстремумом 10 % масс. полистирола в исходном сырье.

Публикации в прочих изданиях:

5. Габдулхаков, Р.Р. Влияние генезиса сырья на морфологию игольчатого кокса, оценённую методами оптической и электронной сканирующей микроскопии / Р.Р. Габдулхаков, А.И. Насифуллина, А.В. Чернобривец, В.А. Рудко, В.Г. Поваров // Нефтепереработка и Нефтехимия, 2022, №3, С. 28–33.

Соискателем проведены опытные испытания по изучению морфологии прокаленных игольчатых коксов полученных из угольного и нефтяного сырья методами оптической и электронной сканирующей микроскопии. Проведен анализ полученных результатов, выявлена тенденция формирования более развитой анизотропной структуры из нефтяного сырья.

Патенты/свидетельства на объекты интеллектуальной собственности:

6. Заявка на патент РФ № 20221269327/04. Способ получения игольчатого кокса; заявл. 10.10.2022 / Габдулхаков Р.Р., Рудко В.А., Поваров В.Г., Пягай И.Н., Старков М. Заявитель: федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Санкт-Петербургский горный университет».

Соискателем проведены опытные испытания с получением игольчатого кокса из тяжелой смолы пиролиза (ТСП) предварительно деасфальтизированной и модифицированной полистиролом различной

концентрацией. Установлено модифицирующее влияние предварительной деасфальтизации ТСП и добавки полистирола в (ТСП) на структуру получаемого изольчатого кокса.

Апробация работы проведена на следующих конференциях:

1. XVIII Всероссийская конференция-конкурс студентов и аспирантов «Актуальные проблемы недропользования» (апрель 2020 года, г. Санкт-Петербург).

2. XVI International Forum Contest of Students and Young Researchers «Topical Issues of Rational Use of Natural Resources» – (июнь 2020 года, г. Санкт-Петербург)

3. XI научная конференция «Традиции и Инновации», посвященная 192-й годовщине образования Санкт-Петербургского государственного технологического института (технического университета), которая входит в комплекс мероприятий XV Юбилейного Всероссийского Фестиваля науки (декабрь 2020 года, г. Санкт-Петербург).

4. Конференция студентов и молодых ученых «Полезные ископаемые России и их освоение» (март 2021 года, г. Санкт Петербург).

5. XIV Международная научно-практическая конференция «Актуальные проблемы науки и техники — 2021» (май 2021 г. Уфа).

В диссертации Габдулхакова Рената Раилевича отсутствуют недостоверные сведения об опубликованных соискателем работах, в которых изложены основные научные результаты диссертации.

На диссертацию и автореферат поступили 6 положительных отзывов:

1) Заместителя генерального директора ООО «РУСАЛЛ ИТЦ» к.т.н. **С.Ф. Ордона**;

2) Заведующего кафедрой электрометаллургии Выксунского филиала НИТУ МИСИС к.т.н. доцента **Д.Г. Еланского**;

3) Главного научного сотрудника ИМЕТ УрО РАН, член-корреспондента РАН д.т.н. **О.В. Заякина** и старшего научного сотрудника ИМЕТ УрО РАН к.т.н. **А.В. Сычева**;

4) Начальника ИТЛ ООО «Эл 6 Новочеркасск» к.т.н. **И.Н. Калайда**, и ведущего инженера к.т.н. **О.А. Семенова**;

5) Доцента кафедры неорганической химии ФГБОУ «Российский государственный педагогический университет им. А.И. Герцена» к.х.н. **А.Н. Борисова**;

6) Директора Дирекции по разработке новых технологий процесса ПАО «НЛМК» **Д.А. Ковалева**;

В 6 отзывах дана положительная оценка диссертационного исследования, отмечена актуальность выбранной темы, научная новизна, теоретическая и практическая значимость диссертационного исследования, однако отмечены ряд вопросов и замечаний:

1. В заключении в пункте 3 указано, что графитированные электроды являются расходным материалом, при этом не было приведено результатов исследований механической и химической стойкости предлагаемых графитированных электродов (**к.т.н. С.Ф. Ордон**);

2. Почему в качестве модифицирующей добавки был использован только полистирол? Возможно ли использование иных полимерных отходов? (**к.т.н. С.Ф. Ордон**);

3. Для исследования исходного сырья и игольчатых коксов было бы полезно использование дериватографических методов (**к.т.н. Д.Г. Еланский**);

4. Организация полного цикла производства графитированных электродов непосредственно на металлургическом предприятии представляется затруднительным в силу высокой стоимости требуемых оборудования, аналитических приборов (**к.т.н. Д.Г. Еланский**);

5. Работа в целом носит излишне эмпирический характер, особенно в части исследования взаимосвязи между молекулярной структуры добавки и свойствами игольчатого кокса (**д.т.н. О.В. Заякин и к.т.н. А.В. Сычев**);

6. В работе не представлены результаты испытаний полученного электрода в условиях дуговой плавки (д.т.н. **О.В. Заякин** и к.т.н. **А.В. Сычев**);

7. В работе не рассматривается возможность целевого влияния на модификатор с целью приближения их свойств к оптимальным. Такое воздействие позволило бы расширить перечень применяемых модификаторов, особенно среди невостребованных полимерных материалов. (к.х.н. **А.Н. Борисов**);

8. К сожалению, в работе отсутствуют экспериментальные данные по исследованию поведения электродов в дуговой печи; (к.х.н. **А.Н. Борисов**);

9. Название работы - «Разработка технологии графитированных электродов...» не вполне точно отражает её суть, поскольку автор сосредоточился больше на процессах подготовки сырья для коксования, а не на технологии получения графитированных электродов для ДСП. (Д.А. **Ковалев**);

10. В тексте реферата уделено много внимания методам анализа результатов, однако на наш взгляд не хватает хотя бы общей информации о том, на какой стадии и каким образом может осуществляться подача полистирола в сырье коксования в промышленных условиях. (Д.А. **Ковалев**);

11. Считаю заключение №14 не верным. Во-первых, как справедливо отмечено автором, оборудование и компетенции коксохимического производства, нацеленного на производство металлургического кокса из угольной шихты, существенно отличается от требуемого набора для замедленного коксования тяжелых нефтепродуктов, а оно, в свою очередь, отличается от требуемого для производства электродов. Размещение на территории металлургических предприятий производства по переработке такого сырья требует значительных площадей в ущерб основному производству. Во-вторых, перевозка тяжелых нефтяных продуктов на большие расстояния затруднена, создает большую нагрузку на

логистическую инфраструктуру предприятий, и так достаточно напряженную. В-третьих, установки замедленного коксования производят ценные для нефтеперерабатывающей отрасли продукты, вовлеченные в цикл переработки нефти и их исключение потребует изменения не только на металлургических, но и нефтеперерабатывающих заводах и ведет к нарушению технологии и недополучению прибыли последними, что неминуемо, приведет к серьезному росту цен на такое сырье. В-четвертых, при анализе экономической эффективности автор в п. 5.2 диссертации рассматривает материальный баланс укрупненного производства с учетом продукции углехимии, а в п. 5.5 экономического обоснования (собственно расчет экономики) фигурируют только тяжелые продукты нефтепереработки и полистирол. При этом, поскольку схема себя окупает и не требует привязки к металлургическому предприятию, из главы 5 нельзя сделать однозначный вывод о целесообразности размещения предлагаемой автором линии именно на металлургическом заводе. Кроме того, сопоставление объема собственного потребления графитированных электродов основными металлургическими предприятиями и минимально рентабельного объема производства игольчатого кокса существенно различаются. Поэтому произведенные на одном предприятии электроды должны реализовываться по всей стране, что снижает эффект совмещения производств. Более рациональной представляется схема с отдельными близко расположенными предприятиями, как например, это реализовано в Челябинске, где есть и электродное и металлургические производства. (Д.А. Ковалев).

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается компетентностью оппонентов в соответствующей отрасли науки и наличием у них публикаций в сфере исследования, а также широкой известностью ведущей организации своими достижениями по теме исследования и способностью оценить научную и практическую значимость диссертационной работы.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

разработана методология исследования игольчатого кокса для экспертизы и сравнительной оценки качества игольчатых коксов, включающая оценку по двум группам методов: инструментальный (сканирующая электронная и оптическая микроскопия, порошковая рентгеновская дифрактометрия, рамановская спектроскопия) и анализ физико-химических свойств (КТЛР, действительная плотность, содержание серы, зольность, влажность, удельное электросопротивление);

предложены требования к качеству и составу сырья, обеспечивающие формирование структурированного игольчатого кокса для графитированных электродов, повышающих эффективность работы ДСП; классификация применяемых модифицирующих добавок к сырью игольчатого кокса по механизму действия; организация полного цикла производства игольчатого кокса и графитированных электродов в рамках металлургического комбината с коксохимическим цехом и полезной утилизацией хвостов производства;

доказано, модифицирующее влияние полистирола в качестве полимерной мезогенной добавки к высокоароматизированному сырью при формировании анизотропной структуры игольчатого кокса и показателей качества графитированных электродов ДСП; доказан экстремальный характер зависимости показателей качества игольчатого кокса от содержания полистирола в базовом сырье коксования, обоснованный изменением вязкостных характеристик системы;

установлено, что игольчатый кокс, полученный из полимер-модифицированного сырья (с добавкой полистирола 10 %масс.), имеет более развитую анизотропию, по сравнению с не модифицированным сырьем и может быть использован для производства крупногабаритных графитированных электродов высокомоощных ДСП.

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:

доказано влияние полимерной добавки – полистирола к сырью коксования на физико-химические свойства и морфологию игольчатого кокса и результирующие физико-механические характеристики графитированных электродов ДСП;

применительно к проблематике диссертации эффективно **использованы** инструментальные методы анализа полученных углеродных материалов (сканирующая электронная микроскопия, рентгенофлуоресцентный анализ, спектроскопия комбинационного рассеяния, порошковая рентгеновская дифрактометрия, дилатометрический анализ); для исследования свойств и состава базового сырья коксования были использованы стандартизированные методы исследования, исследовательские методики, а также газовая хромато-масс-спектрометрия;

изложены рекомендации по выбору технологических параметров, вида сырья, типа и количества добавок для получения игольчатого кокса премиальных марок, и его использованию в производстве графитированных электродов дуговых сталеплавильных печей;

изучено влияние полистирола в базовом сырье коксования на изменение физико-химических свойств игольчатого кокса и углекоксовых электродов;

проведена модернизация блока получения игольчатого кокса с внедрением в схему способа подачи полимерного модификатора к базовому сырью коксования;

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

разработаны требования к качеству и составу сырья, обеспечивающие формирование структурированного игольчатого кокса, и технология получения полимер-модифицированного игольчатого кокса повышенной степени структурированности для графитированных электродов премиальных марок, позволяющих повысить эффективность работы дуговых

сталеплавильных печей; комплексная методология исследования состава, структуры и морфологии игольчатого кокса для графитированных электродов ДСП спектральными и физико-химическими методами анализ.

На основе разработанной технологии получен товарный продукт, соответствующий по качеству премиальным маркам игольчатых коксов для производства графитированных электродов, которые обеспечат стабильную работу современных высокопроизводительных и энергоемких ДСП.

определено оптимальное количество полимерной мезогенной добавки (10 %масс) к базовому сырью коксования, обеспечивающее формирование структурированного игольчатого кокса для премиальных марок графитированных электродов ДСП;

рекомендованы к промышленному внедрению результаты диссертации на основании акта внедрения в компании ООО «ЭКСПЕРТАЛ» г. Санкт-Петербург

представлена цель дальнейшего исследования по тематической направленности диссертации.

Оценка достоверности результатов исследования выявила:

результаты экспериментальных работ получены с использованием поверенного оборудования научного центра «Проблем переработки минеральных и техногенных ресурсов», центра коллективного пользования Санкт-Петербургского горного университета

теория построена на известных, проверяемых данных, фактах, согласующихся с опубликованными экспериментальными данными по теме диссертации и смежным отраслям;

идея работы базируется на факте того, что из существующих ресурсов нефтяного и угольного сырья без предварительной модификации невозможно получить высокоструктурированный игольчатый кокс для производства электродов, применяемых в сверхмощных дуговых сталеплавильных печах;

использованы сравнительные методы анализа синтезированного игольчатого кокса и электродов с зарубежными промышленно-

применяемыми образцами игольчатых коксов и электродов; методы масштабирования с наработкой опытной партии материала;

установлено, что полученные по представленной в диссертации технологии образцы игольчатых коксов и электродов соответствуют по качеству премиальным маркам зарубежных промышленных образцов и по некоторым показателям превосходят их;

использованы современные методики сбора и обработки исходной информации, представительные выборочные совокупности с обоснованием подбора объектов исследования.

Личный вклад соискателя состоит в научном обзоре и анализе научно-технической и патентной литературы по теме исследования, включающие установление требований предъявляемых к сырью процесса получения игольчатого кокса, а также разработке классификации по механизму действия добавок применяемых для модификации сырья игольчатого кокса; в определении физико-химических свойств базового сырья коксования с оценкой возможности получения из него игольчатого кокса, а также подборе вида и концентрации модифицирующей добавки для базового сырья; в проведении опытных испытаний по получению и прокатке игольчатого кокса из базового и полимер-модифицированного сырья; постановке и адаптации методики исследования игольчатого кокса для экспертизы и сравнительной оценки качества углеродных материалов, включающая оценку по двум группам методов: инструментальный (сканирующая электронная (получение снимков и интерпретация) и оптическая микроскопии (получение снимков и интерпретация), порошковая рентгеновская дифрактометрия (интерпретация данных), рамановская спектроскопия (интерпретация данных)) и анализ физико-химических свойств прокаленных коксов (КТЛР, действительная плотность, содержание серы, зольность, влажность, удельное электросопротивление); проведении исследований по получению электродов из игольчатого кокса на базе полимер-модифицированного сырья, включающих дозировку шихты

электрода, проведение формовки электрода и высокотемпературный обжиг, дальнейшее исследование свойств полученных углекислых обожженных электродов; в оформлении принципиальной технологической схемы процесса и экономической оценке предлагаемой технологии получения игольчатого кокса на базе полимер-модифицированного сырья.

В ходе защиты диссертации критических замечаний высказано не было.

Соискатель Габдулхаков Ренат Раилевич ответил на задаваемые ему в ходе заседания вопросы и привел собственную аргументацию.


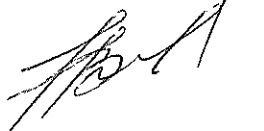
На заседании 28 июня 2023 года диссертационный совет принял решение присудить Габдулхакову Р. Р. ученую степень кандидата технических наук за решение важной научно-практической задачи – разработка технологии получения высокоструктурированного игольчатого кокса из полимер-модифицированного сырья для графитированных электродов современных высокопроизводительных и энергоемких дуговых сталеплавильных печей, имеющей существенное значение для развития металлургической отрасли страны.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 15 человек, из них 10 докторов наук (по научной специальности рассматриваемой диссертации), участвовавших в заседании, из 20 человек, входящих в состав совета, проголосовали: за – 13, против – 2, недействительных бюллетеней – нет.

Председатель
диссертационного совета

Ученый секретарь
диссертационного совета



 Сизяков
Виктор Михайлович
 Николаева
Надежда Валерьевна

28.06.2023 г.