

УТВЕРЖДАЮ

Вр.и.о. директора ИХТРЭМС КНЦ РАН

_____ Т.Н. Васильева

«____» _____ 2015 г.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Ученого совета Федерального государственного бюджетного учреждения науки

Института химии и технологии редких элементов и минерального сырья

им. И.В. Тананаева Кольского научного центра Российской академии наук

от 14 мая 2015 г.

Председатель совета – зам. директора института
по научной работе, к.т.н. Громов П.Б.

Секретарь – ученый секретарь института,
к.т.н. Васильева Т.Н.

Присутствовали члены ученого совета:

к.т.н. Васильева Т.Н., чл.-корр., д.т.н. Николаев А.И., д.т.н. Герасимова Л.Г., д.т.н. Гришин Н.Н., к.т.н. Громов О.Г., к.х.н. Домонов Д.П., д.т.н. Иваненко В.И., д.х.н. Калинин А.М., к.х.н. Касиков А.Г., д.т.н. Колосов В.Н., д.х.н. Кузнецов С.А., к.х.н. Кузьмич Ю.В., д.т.н. Матвеев В.А., д.т.н. Орлов В.М., д.т.н. Палатников М.Н., к.х.н. Семушин В.В., к.т.н. Скиба Г.С.

СЛУШАЛИ: рассмотрение диссертационной работы инженера Института химии и технологии редких элементов и минерального сырья им. И.В. Тананаева КНЦ РАН (ИХТРЭМС КНЦ РАН) Чекановой Юлии Викторовны «Новые компоненты сварочных материалов с использованием сырья Кольского полуострова: кондиционирование, синтез и взаимодействие», представляемой на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.02 – металлургия черных, цветных и редких металлов. Диссертация выполнена в лаборатории химии и технологии сырья тугоплавких редких элементов ИХТРЭМС КНЦ РАН.

Научный руководитель – член-корреспондент РАН, доктор технических наук Николаев Анатолий Иванович, заместитель директора по научной работе, заведующий лабораторией химии и технологии сырья тугоплавких редких элементов ИХТРЭМС КНЦ РАН.

Рецензенты по диссертационной работе – к.т.н. Кременецкая И.П. и д.т.н. Скороходов В.Ф.

СЛУШАЛИ: доклад Чекановой Ю.В. по диссертационной работе.

В обсуждении доклада Ю.В. Чекановой приняли участие: д.х.н. Кузнецов С.А., д.х.н. Гришин Н.Н., д.т.н. Матвеев В.А., к.т.н. Скиба Г.С., к.х.н. Касиков А.Г., д.т.н. Орлов В.М., к.т.н. Громов П.Б., к.х.н. Кузьмич Ю.В., д.т.н. Иваненко В.И.

В ходе обсуждения доклада были заданы следующие вопросы:

1. *Гришин Н.Н.*: Нефелиновый концентрат обладает высокой химической активностью, каковы особенности поведения щелочных составляющих данного концентрата при лазерной очистке?

Чеканова Ю.В.: В ходе лазерной очистки нефелинового концентрата происходит пассивация поверхности частиц, что благоприятно сказывается на сварочно-технологических свойствах шва.

2. *Касиков А.Г.*: В каком виде находятся лимитируемые примеси в исходных концентратах? От какой серы сульфидной или сульфатной очистка концентратов происходит легче?

Чеканова Ю.В.: В исходных концентратах сера содержится в виде сульфидов, которые присутствуют в виде примеси сульфидных руд, а также в виде сульфатов, которые появляются при кислотной очистке концентратов серной кислотой и при сушке концентратов топочными газами от сжигания мазута, содержащего соединения серы. Легче проходит очистка от сульфидной серы, так как температура разложения сульфидов ниже, чем сульфатов.

3. *Орлов В.М.*: Насколько технологична лазерная очистка? Кто конкретно занимался очисткой сфенового концентрата от радионуклидов? Почему оксидные материалы с лантаном и стронцием по-разному реагируют с жидким стеклом?

Чеканова Ю.В.: Лазерная очистка применяется как опытный метод кондиционирования, установка, имеющаяся в ЦНИИ КМ «Прометей» рассчитана на 7 кг/ч. При проведении экономической оценки данного метода пришли к выводам, что он удорожает компоненты сварочных материалов на 2-4 р/кг. Очистку сфенового концентрата от перовскита проводили совместно с НПК «Механобр-техника» на их оборудовании. Оксидные продукты с лантаном, имеющие в своем составе титанат лантана, образуют кристаллические структуры типа пирохлора, менее активны к взаимодействию с жидким стеклом, чем продукт с титанатом стронция, имеющий кристаллическую решетку типа перовскита.

4. *Палатников М.Н.*: Какие количества легирующих элементов необходимы для введения в покрытия электродов?

Чеканова Ю.В.: Это зависит от цели использования данных электродов. Разрабатываемые нами продукты предназначены для использования их в компонентах покрытий электродов специального назначения. Так введение природнолегированного сфенового концентрата до 30 мас.% в покрытие приводит к улучшению хладостойкости металла шва.

5. *Скиба Г.С.*: В вашей работе очень много материалов, которые не связаны между собой. Нельзя ли сделать доклад более логичным?
Чеканова Ю.В.: Спасибо за замечание, я постараюсь учесть его в докладе на защите диссертации.
6. *Громов П.Б.*: При какой температуре получали миналы?
Чеканова Ю.В.: Миналы получали во флюсоплавильных дуговых печах при температуре 1000-1200°C на ОАО «Севмаш».
7. *Кузнецов С.А.*: Какой радиоактивный газ образуется при сварке? Как введение радиоактивных компонентов в покрытие повлияет на состав сварочных аэрозолей?
Чеканова Ю.В.: При плавлении сварочных материалов выделяется радон. Влияние радиоактивных компонентов на выделяющийся при сварке аэрозоль мы не изучали, так как подобные исследования были выполнены около 10 лет назад специалистами СПбГТУ(ТИ) и ФГУП ЦНИИ КМ «Прометей». Все компоненты, применяемые при сварке, должны отвечать требованиям по радиационной безопасности. Поэтому концентраты, рекомендуемые нами в качестве компонентов сварочных материалов, доводили до соответствующих показателей.
8. *Кузнецов С.А.*: В чем выгода проведения сорбции, если можно вводить природнолегированные минералы и проводить сварку под флюсом?
Чеканова Ю.В.: Природнолегированные минералы довольно редки. Как я упоминала в докладе, не всегда прямое введение природнолегированных минералов приводит к положительному эффекту из-за высокой химической активности продуктов. Применение сорбции позволит ввести заданное количество легирующего элемента, не увеличивая содержание ненужных компонентов. Доля сварки под флюсом в нашей стране не велика, в основном в индустрии используются покрытые электроды.
9. *Кузьмич Ю.В.*: Сравнивали ли вы свою продукцию с зарубежными аналогами?
Чеканова Ю.В.: Конкретного сравнения не проводили. Подобные сравнения должны производить на предприятиях типа ОАО «Севмаш», но для этого требуется источник финансирования работ. Однако применяемые на данный момент электроды специального назначения в своей основе импортные. Введение в состав покрытий предлагаемых нами компонентов улучшают характеристики металла шва, что показано актами опытно-промышленных испытаний.
10. *Матвеев В.А.*: Изучали ли такие характеристики как пористость, текстура исходных минералов, применяемых вами в качестве сорбентов?
Чеканова Ю.В.: Таких систематических исследований не проводили, так как эти характеристики сильно зависят от методов получения и обогащения данных концентратов. Нас же интересовала способность данных концентратов сорбировать требуемые содержания легирующих элементов.
11. *Иваненко В.И.*: Вы замещаете ионы магния ионами LaCl^{2+} . Скажите, не влияет ли введение хлора качество наплавленного металла?
Чеканова Ю.В.: На сегодняшний день точных данных по влиянию хлора на металл шва нет. Его количества никак не регламентируется в ТУ на сварочные компоненты.

В дискуссии приняли участие: д.х.н. Кузнецов С.А., д.х.н. Гришин Н.Н., д.т.н. Орлов В.М.

Заслушав и подробно обсудив доклад инженера Чекановой Ю.В. по диссертации «Новые компоненты сварочных материалов: кондиционирование, синтез и взаимодействие», Ученый совет принял следующее заключение:

1. Диссертация выполнена в соответствии с планом научных работ ИХТРЭМС КНЦ РАН теме 6-2009-2112, №гос. регистрации 01200952193.

2. Диссертация выполнена в соответствии с федеральной целевой научно-технической программой на 2007-2010 гг. в рамках выполнения работ по проекту «Магистраль» на тему «Разработка технологических процессов изготовления исходного сырья и технологий его использования в хладостойких сварочных материалах для сварки труб из стали категории прочности до Х100 и листов из высокопрочных сталей с пределом текучести 500-690 Мпа».

Актуальность работы. В 1990-е годы на фоне резкого общепромышленного спада не избежало кризиса и электродное производство. Однако в новой политической и экономической обстановке ситуация на электродном рынке начинает улучшаться, и вновь появились объективные условия для возникновения и успешного функционирования малых электродных предприятий.

Перспективы развития электродного производства определяется масштабом применения ручной дуговой сварки покрытыми электродами и структурой свариваемых изделий. Применительно к постсоветскому пространству ручная дуговая сварка в обозримый период времени будет являться основным способом дуговой сварки, обеспечивая не менее 50-60 % общего объема сварочных работ. Соответственно основным сварочным материалом останутся электроды для ручной сварки. Однако в будущем доля электродов для автоматической сварки будет расти, а общий выпуск электродов, вероятно, будет изменяться не очень значительно.

Для создания новых более качественных сварочных материалов необходима оптимизация систем легирования металла шва, поиск эффективных способов снижения содержания серы, фосфора, водорода, кислорода и других вредных примесей в металле швов с целью достижения требуемых сварочно-технологических характеристик.

Особого внимания требует изыскание сырьевых материалов стабильного качества, разработка технологии производства сварочных материалов, включая синтез искусственных компонентов, разработка технических условий на новые продукты. Необходим целенаправленный сбор данных для создания компьютеризированных систем, позволяющих обосновать выбор сварочных материалов различного назначения с использованием физического и математического моделирования металлургических процессов дуговой сварки. Решение отмеченных задач будет способствовать повышению качества сварных конструкций и сварочных материалов нового поколения.

Таким образом, разработка и внедрение новых сварочных материалов на основе природного и техногенного сырья России, в частности Кольского полуострова, является актуальной проблемой, решение которой будет способствовать созданию новых рецептур сварочных электродов. Требуется дополнительное изучение свойств сырья, создание технологии получения компонентов сварочных материалов, включающей кондиционирование их по содержанию примесей до требований потребителей. Разрабатываемые схемы являются сложными. Они предполагают необходимость проведения дополнительных систематических исследований и модельных испытаний по наработке компонентов сварочных материалов и формированию на их основе новых рецептур сварочных электродов.

Цель работы: Разработка и обоснование технологии получения компонентов сварочных материалов с использованием сырья Кольского полуострова. Для этого необходимо было решить следующие **основные задачи**:

- разработать условия кондиционирования минеральных продуктов из сырья Кольского полуострова до требований производителей сварочных материалов;
- выполнить синтез ультрадисперсных композиций как перспективных комплексных компонентов сварочных материалов;
- разработать условия введения легирующих элементов в сварочные материалы;
- выполнить предварительную экономическую оценку технологии получения сварочных материалов из сырья Кольского полуострова.

Научная новизна:

• Впервые исследовано поведение лимитируемых примесей серы, фосфора и углерода при обработке компонентов сварочных материалов лазерным излучением. Гидрослоуды при такой обработке образуют полые сферические частицы, причем флогопит подвергается разрушению, сопровождаемому образованием форстерита.

• С использованием метода сорбции исследовано модифицирование минеральных и синтетических компонентов сварочных материалов соединениями легирующих элементов – цветных, редких, включая РЗЭ, способствующими повышению сварочно-технологических характеристик электродов. Установлено, что при сорбции ионов лантана сунгулитовым (лизардитовым) концентратом происходит замещение ионов Mg^{2+} и Ca^{2+} ионами $LaCl^{+2}$.

• Изучено фазообразование при получении плавящихся комплексных минеральных компонентов. По данным РФА установлены отличия реальных фазовых составов миналов от ожидаемых по диаграммам равновесия, что объясняется более сложным составом реальных систем и возможностью протекания большего числа реакций.

Практическая значимость. Выполненные исследования позволили разработать новые технические условия на концентраты (сфеновый, нефелиновый концентраты), а также продукты их переработки (оксиды и карбонаты редкоземельных металлов) как перспективные компоненты сварочных материалов;

• Определены условия, позволившие получить компоненты сварочных материалов из сырья Кольского полуострова, соответствующие требованиям технических условий ТУ 2111-082-00203938-2008, ТУ 1715-081-00203938-2008;

• Предложены составы композиций сварочных материалов, включающих компоненты из сырья Кольского полуострова;

• Предложена схема получения обмазочной массы для покрытия электродов с применением процессов сорбции легирующего элемента основными компонентами шихты.

• Предложена технологическая схема получения покрытия электродов на основе минала сфенового и нефелинового концентратов с их предварительной лазерной доочисткой.

• Разработан и запатентован способ получения обмазочной массы для покрытия электродов.

Основные положения, выносимые на защиту:

- Результаты экспериментальных исследований очистки минеральных компонентов от лимитируемых примесей.
- Условия введения легирующих элементов в состав простых и композитных компонентов сварочных материалов методом сорбции.
- Сравнительные данные фазообразования при получении плавящихся композитных компонентов по данным РФА и диаграммам равновесия.
- Усовершенствованные схемы получения обмазочной массы для покрытия электродов с использованием минералов со сфеновым и нефелиновым концентратами с их предварительной лазерной доочисткой, а также компонентов с введением легирующих элементов методом сорбции.

Личный вклад автора: Исследования, представленные в диссертации, являются результатом работы автора, который непосредственно участвовал в планировании и выполнении экспериментов, обработке результатов, написании публикаций и подготовки заявки на патент. Автор лично участвовал на всех стадиях отработки технологии получения компонентов сварочных материалов.

Апробация работы. Материалы диссертации докладывались и обсуждались на научных форумах, таких как: Научно-техническая конференция «Наука и образование». Апатиты (2007, 2008, 2010, 2011г.г.); II-ом Международном симпозиуме по сорбции и экстракции. Владивосток. 2009; Петраньевских чтениях «Сварочные материалы» (к 70-летию создания электродов УОНИ-13). Санкт-Петербург. 2009; VII Российской ежегодной конференция молодых научных сотрудников и аспирантов. Москва. 8-11 ноября 2010г; 1-ой Всероссийской конференции «Золь-гель синтез и исследование неорганических соединений, гибридных функциональных материалов и дисперсных систем». 22-24 ноября. 2010 г. Санкт-Петербург; Второй Российской конференции с международным участием «Новые подходы в химической технологии минерального сырья. Применение экстракции и сорбции». Санкт-Петербург, 3–6.06.2013; X Российском семинаре по технологической минералогии «Роль технологической минералогии в получении конечных продуктов передела минерального сырья». Белгород, 21-25 апреля 2015 г. Тезисы докладов опубликованы в материалах конференций.

Публикации: По теме диссертации опубликовано 16 работ, в том числе 5 статей в рецензируемых журналах, рекомендованных ВАК, 10 докладов и тезисов докладов на конференциях, получен патент РФ.

Основное содержание диссертации полностью отражено в 6 научных работах автора:

1. Петров В.Б. Поведение компонентов сварочных материалов при лазерной обработке/ Петров В.Б., Адкина Ю.В., Попов В.О., Николаев А.И., Малышевский В.А., Бычяня Ю.Г.// Химическая технология. – 2010. – №5. – С. – 281-287.
2. Адкина Ю.В. Легирующие элементы в минеральных и синтетических компонентах сварочных материалов/ Адкина Ю.В., Николаев А.И., Петров В.Б., Путинцев Н.М.// Журнал прикладной химии. – 2010. – Т.83 – вып. 12. – С. 1960-1964.
3. Чеканова Ю.В. Сорбция ионов лантана лизардитовым концентратом/ Чеканова Ю.В., Савченко Е.Э., Николаев А.И., Петров В.Б.// Химическая технология. – 2012. – №6. – С.354-358.

4. Николаев А.И. Очистка сфенового концентрата от радионуклидов в обогатительном переделе/ Николаев А.И., Мельник Н.А., **Чеканова Ю.В.**, Петров В.Б., Дмитриев С.В.// Обогащение руд. – 2014. – №2(350). – С. 50-52.

5. **Чеканова Ю.В.** Новый подход к получению тонкодисперсных простых и сложных оксидов как функциональных материалов для сварочных работ / **Чеканова Ю.В.**, Бычenea Ю.Г., Николаев А.И., Петров В.Б.// Журнал прикладной химии. 2014. – Т. 87. – Вып. 12. – С. 1749-1755.

6. Пат. 2445198 Российская Федерация, МПК В23К 35/40, В23Л 35/365. Способ получения обмазочной массы для покрытия электродов / Петров В.Б., **Адкина Ю.В.**, Бычenea Ю.Г., Николаев А.И.; Ин-т химии и технологии редких элементов и минерального сырья Кол.науч. центра РАН. - №2010152395/02; заявл. 21.12.10.; опубл. 20.03.12, Бюл. №8

Структура и объем работы: Диссертация состоит из введения, пяти глав, выводов, перечня цитируемой литературы, включающего 155 источников, приложения. Диссертация изложена на 157 страницах, включает 35 таблиц и 32 рисунка. В приложении представлены акты испытаний и технические условия на производство новых компонентов, подтверждающие практическое значение результатов работы.

При выполнении диссертационной работы Чеканова Ю.В. проявила себя инициативным и зрелым научным сотрудником, способным квалифицированно проводить экспериментальные исследования, ставить и успешно решать научные задачи. Диссертационная работа Чекановой Ю.В. «Новые компоненты сварочных материалов с использованием сырья Кольского полуострова: синтез, кондиционирование и взаимодействие» выполнена на актуальную тему на высоком научном уровне, содержит важные научные результаты и имеет практическое значение. Диссертационная работа вносит весомый вклад в разработку технологий по введению в состав сварочных материалов минерального и техногенного сырья Кольского полуострова. По цели и задачам, научной новизне, практической значимости и основным положениям выносимым на защиту диссертационная работа Чекановой Ю.В. полностью соответствует специальности 05.16.02 – «металлургия черных, цветных и редких металлов» и отвечает всем требованиям ВАК, предъявляемым к квалификационным работам на соискание ученой степени кандидата технических наук.

Ученый совет после внесения указанных изменений рекомендует диссертацию Чекановой Ю.В. «Новые компоненты сварочных материалов с использованием сырья Кольского полуострова: синтез, кондиционирование и взаимодействие» к защите на диссертационном совете Д 002.105.01 при Институте химии и технологии редких элементов и минерального сырья им. И.В. Тананаева КНЦ РАН по специальности 05.16.02 – «металлургия черных, цветных и редких металлов» на соискание ученой степени кандидата технических наук.

Голосование: «за» - единогласно.

Председатель совета, к.т.н.
Секретарь совета, к.т.н.

П.Б. Громов
Т.Н. Васильева