

Решение диссертационного совета от 10.12.2015 протокол № 7/15

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА Д 002.060.03

на базе Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук (ИМЕТ РАН) по диссертации на соискание ученой степени кандидата (доктора) наук.

О присуждении Гончарову Константину Васильевичу, гражданину РФ, ученой степени кандидата технических наук.

Диссертация Гончарова К. В. «Одностадийный процесс прямого получения железа и титанованадиевого шлака из титаномагнетитовых концентратов и гидрометаллургическое извлечение ванадия из шлака» в виде рукописи по специальности 05.16.02 – «Металлургия черных, цветных и редких металлов» принята к защите 24 сентября 2015 года, протокол № 5/15 диссертационным советом Д 002.060.03 на базе Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук по адресу: 119991, г. Москва, Ленинский проспект, д.49.

Соискатель, Гончаров Константин Васильевич, 1985 года рождения, в настоящее время является младшим научным сотрудником лаборатории № 1 «Проблем металлургии комплексных руд им. академика И.П. Бардина» Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук. В 2008 г. окончил Московскую государственную академию тонкой химической технологии с присуждением степени магистра техники и технологии по направлению «Материаловедение и технология новых материалов». С 2008 года по 2012 год обучался в аспирантуре ФГБУН Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук (ИМЕТ РАН) по специальности 05.16.02 - «Металлургия черных, цветных и редких металлов».

Диссертация выполнена в лаборатории № 1 «Проблем металлургии комплексных руд им. академика И.П. Бардина» ФГБУН Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук.

Научный руководитель доктор технических наук Садыхов Гусейнгулу Бахлул оглы ФГБУН Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук, заведующий лабораторией №1 «Проблем металлургии комплексных руд им. академика И.П. Бардина».

Официальные оппоненты:

Медведев Александр Сергеевич, гражданство РФ, доктор технических наук, профессор, адрес: 105554, Москва, ул. 9-я Парковая, д.6, корп.1, кв. 43; тел. (+7)903-194-57-88, тел/факс (+7)495-465-59-19; e-mail: medvedev@splav.dol.ru

Серёгин Александр Николаевич, гражданство РФ, кандидат химических наук, директор института «Технологии ферросплавного производства и переработки техногенного сырья имени академика Н.П. Лякишева» в составе Федерального государственного унитарного предприятия «Центральный научно-исследовательский институт черной металлургии им. И.П. Бардина», адрес: 105005, Москва, ул. Радио 23/9, стр. 2; e-mail: ferrosplav@chermet.net

дали положительные отзывы на диссертацию.

Ведущая организация ФГБУН Институт химии и технологии редких элементов и минерального сырья имени И.В. Тананаева Кольского научного центра российской академии наук, адрес: 184209, Мурманская обл., г. Апатиты, Академгородок, д. 26а;

в своем положительном заключении о диссертации, составленном и подписанном заведующим отделом ИХТРЭМС КНЦ РАН, д.х.н Гришиным Н. Н. и утвержденном заместителем директора по научной работе ИХТРЭМС КНЦ РАН д.т.н., член-корр. РАН Николаевым А. И. указала, что диссертационная работа по актуальности темы, научной новизне, практической значимости, содержанию и объему проведенных исследований отвечает требованиям “Положения о присуждении ученых степеней” ВАК РФ, предъявляемым к кандидатским диссертациям.

Ведущая организация делает соискателю следующие замечания:

1. Автор довольно подробно обсуждает DRI – технологии, но не стремится снизить температуру процесса восстановления и получить металлическое железо и оксидный концентрат. Снижение температуры процесса неизбежно должно бы привести к уменьшению энергозатрат.
2. Обсуждая варианты переработки ванадийсодержащих титаномагнетитов, автор не рассматривает вопрос о первоначальном окислении ванадия до пятивалентного состояния

с последующим его удалением из системы как самостоятельного продукта, хотя такой подход упоминается в Заключении ООО «Петропавловск–Черная металлургия». В наших работах также показано, что в этом случае структура железа улучшается и с ним становится легче работать.

3. Автор мог бы с пользой для дела учесть в своей работе результаты других исследователей. В частности из результатов, полученных Институтом металлургии УРО РАН (Рощин А.В.), следует, что при восстановлении углеродом комплексных руд нет необходимости ее тщательно измельчать. Благодаря этому, возможна экономия энергии на операции измельчения руды.

4. Автором в обзоре источников получения ванадия не рассматривается получение ванадия из отходов сжигания тяжелых остатков нефтей, например, мазута, хотя получающиеся при этом золы могут содержать до 20% пентаоксида ванадия и в мире (США, Япония, Франция) уже в 1985 году при переработки таких отходов получали более 2000 тонн ванадия.

Официальными оппонентами были сделаны следующие замечания:

– д.т.н. Медведевым А. С.:

1. Название работы следовало бы откорректировать, поскольку автор получает не железо, а чугуны, который для превращения в сталь, а не в «железо» надо конвертировать.

2. В научной новизне в большей степени перечисляются технологические параметры протекающих процессов, а не причины их достижения.

3. Нет объяснения тому, почему образуются чугуны, в то время как шлак имеет мелкокристаллическую структуру.

4. Откуда брать монооксид марганца в качестве флюсующей добавки и куда он делся после окислительного обжига шлака?

5. Желательно было бы подать заявку на патент или, хотя бы на «ноу-хау», а не довольствоваться заключением компании, заинтересовавшейся работой.

– к.х.н. Серёгин А. Н.:

1. Существенным недостатком работы является отсутствие раздела по термодинамике процессов восстановления титаномагнетитов. Современные программы расчета термодинамических параметров позволяют описать восстановительные процессы и обосновать постановку эксперимента.

2. Утверждение автора, что технология ITmk3 является наиболее перспективной никак не обосновано, сравнение показателей не проведено. Отмечая, что пиromеталлургическая схема переработки титаномагнетитов высокоэффективна и обеспечивает возможность поддерживать рентабельность производства (страница 27) даже при низком уровне цен на ванадий. При этом необходимость создания другой схемы переработки должна быть детально обоснована. Экономическая эффективность автором в дальнейшем не рассчитывается и не сравнивается.

Следует отметить, что технология ITmk3 столкнулась с большими проблемами при масштабировании и позиционируется специалистами как технология для маломасштабной переработки шламов, окалины и некоторых других видов техногенного сырья.

3. На странице 31 ошибочно утверждается, что технология ОАО «Ванадий-Тула» не предъявляет особых требований к содержанию в шлаке оксидов кальция, в то время как ограничение по содержанию оксида кальция является одним из ключевых требований к составу шлака и приводит к технологическим проблемам на конвертерном переделе.

Экспериментальные данные представлены неудачно. Отсутствуют прямые результаты экспериментов, не рассчитан баланс по основным элементам, что снижает ценность результатов и относит их к разряду качественных результатов. Это замечание усугубляется тем, что все результаты представлены без погрешностей, этот важнейший показатель не рассчитывается и не анализируется. Результаты химического анализа приводятся в одном случае до тысячных долей процентов, в других - до десятых долей. Сравнение результатов без оценки погрешностей затруднено.

4. Отсутствие оценки погрешности метода и конкретных экспериментальных результатов особенно важно для рентгенофазового анализа. Метод связан с большими сложностями расшифровки рентгенограмм и имеет погрешность до 10 % и более.

Выводы автора по многим вопросам с опорой на данные РФА сомнительны, в т.ч. идентификация новой фазы - алюмотитаната кальция. Как справедливо отмечено автором на стр. 60, существование этой фазы требует дополнительного исследования.

5. Автор на стр. 65 утверждает, что весь ванадий в шлаках присутствует в форме V^{3+} , однако последние исследования показали, что ванадий обнаружен в виде V^{4+} и даже V^{5+} . Поэтому механизм окисления шлака (стр. 66, 68) автор представляет сильно упрощенно. Умозрительные рассуждения о механизмах процессов встречаются и в других случаях (стр. 74).

6. На стр. 91 автор утверждает, что полученный металлический продукт может быть успешно использован как высококачественный охладитель при конвертировании чугуна. Вывод очень сомнителен. Выбор охладителя сложная проблема. В частности, автор сам приводит на странице 27 данные об используемом эффективном охладителе смеси окалины и антрацита.

7. Вывод о влиянии MnO на вскрываемость шлаков не обоснован, сделан по 2 составам шлака, так как образцы № 22 и № 37 имеют одинаковое содержание MnO. Этот раздел только подтверждает возможность появления технологических проблем: снижение извлечения ванадия, спекание шихты и др.

8. Рекомендация по применению пиролюзита в качестве добавки при обжиге концентрата вообще абсурдна. При переработке 1 млн. т. руды понадобится 20000 т пиролюзита. Россия не производит марганцевых материалов, полностью импортируя их. Импортный пиролюзит стоит около 900 \$ за тонну.

9. Автор вряд ли может претендовать на разработку нового технологического процесса, точнее было бы утверждать об исследовании процессов и разработке основ технологии.

10. Не обоснован вывод (стр. 9) о снижении энергетических затрат. Эта статья расходов не рассчитывалась и не сравнивалась с аналогами.

11. В тексте встречаются опечатки и неудачные выражения, такие как, например, «новый фундаментальный подход» (стр. 11).

Официальные оппоненты отмечают, что приведенные замечания являются дискуссионными и не снижают положительную оценку и высокую значимость выполненных исследований.

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается их компетенцией, наличием публикаций и достижений в области изучения процессов автоклавного выщелачивания и способностью определить научную и практическую значимость представленной диссертационной работы.

На автореферат поступило 8 отзывов. Все отзывы положительные, в некоторых имеются замечания и рекомендации.

1. Отзыв доцента кафедры Цветных металлов и золота ФГАОУ ВПО Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», к.т.н. **Богатырёвой Е.В.** содержит следующие замечания и рекомендации:

– к стр. 12-13. Реакции (1), (4), (5) следовало уравнивать.

– к стр. 21. Наблюдается несоответствие сквозного извлечения ванадия из концентрата в товарный продукт – 87% и пооперационными извлечениями ванадия в шлак и раствор.

2. Отзыв вед.н.с. лаборатории оксидных систем ФГБУН Института химии твердого тела УрО РАН, проф., д.х.н. **Красненко Т. И.** содержит следующие вопросы и замечания:

– Из текста автореферата не ясно, как меняется степень окисления ванадия при восстановительном и окислительном обжиге?

– В реферате на стр. 12 описано образование оксида пятивалентного ванадия при обжиге при температуре 800°C, однако при этой температуре он существует в расплаве.

– Выдвинута гипотеза о том, что при обжиге при 1000°C снижение степени извлечения ванадия обусловлено образованием стекловидной фазы на основе силиката кальция, в которой «растворена некоторая часть V_2O_5 » (стр. 12). На чем основано такое предположение? Может быть стекловидная фаза перекрывает доступ кислорода воздуха к фазам, содержащим ванадия в низких степенях окисления?

– В работе получены важные технологические параметры по извлечению ванадия и получению товарных продуктов на основе титана и железа. Полагаю, что данная информация должна быть представлена в виде патентной документации.

– В автореферате имеются некоторые огрехи, неудачные выражения, в частности: «...степень металлизации железа...» стр.4, на стр.2 отсутствует обозначением фазы под №4, а в подписи к рисунку она перечислена (стр.9), в описании большей части экспериментов не указаны времена обжига.

3. Отзыв исполнительного директора НИЦ подготовки сырья и руднотермических процессов, ОАО «Уральский институт металлов», к.т.н., ст.н.с. **Кобелева В. А.** содержит следующие замечания:

– Уголь является одним из основных компонентов шихты и его свойства существенно влияют на процесс металлизации и состав металла и шлака. В работе не приведен технический анализ угля, используемого для восстановления титаномагнетитового концентрата и выводы по оптимальному расходу носят частный характер.

– Вывод о извлечении ванадия в шлак 94-97 % при содержании FeO в шлаке более 8% не подтверждается результатами исследований в главе 5 (таблица 4), где максимальная степень извлечения ванадия в шлак составляет 77,4 %.

– Недостатком работы является отсутствие технико-экономического обоснования извлечения оксида титана из шлака с содержанием CaO 10-27, Al₂O₃ 18-22, SiO₂ 7-10, TiO₂ 25-30 %.

4. Отзыв гл. н. с. ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт минерального сырья им. Н.М. Федоровского» (ФГУП «ВИМС»), д. г-м. н. **Быховского Л.З.** содержит следующие замечания:

– В автореферате отсутствуют данные об условиях гидрометаллургического извлечения ванадия из шлака и данные о составе Ti-содержащего продукта:

– Что подразумевается под термином «низковалентные элементы» (стр.5)?

– Следует привести к одному наименованию написание титаномагнетиты (стр.3,5,7) или титаномагнетитовые концентраты (стр. 4,5 и т.д.);

– Микроскоп Axio Scope A1 компании Carl Zeiss (стр.7), а не микроскоп Carl Zeiss Axio Scope A1 (стр.7).

5. Отзыв гл. н. с. ФГБУН Институт металлургии Уральского отделения РАН д. т. н., проф. **Дмитриева А.Н.** содержит следующие замечания и вопросы:

– За счет чего удалось достичь такого высокого сквозного извлечения ванадия, возможно ли сохранить его при промышленной реализации предложенного способа? Каково извлечение железа в товарный продукт?

– В автореферате не приведены химические составы исходных материалов и продуктов переработки с указанием их выходов, что затрудняет анализ работы.

6. Отзыв проф. кафедры химии и технологии редких и рассеянных элементов наноразмерных и композиционных материалов им. К. А. Большакова ФГБОУВПО «Московский государственный университет тонких химических технологий им М.В. Ломоносова», заслуженного деятеля науки РФ, д.х.н. **Резника А.М.** содержит следующие замечания по работе:

– Какова судьба ~13% ванадия, перешедшего в чугуны?

– Следует отметить, что ванадат кальция хорошо растворяется лишь в кислой среде.

– Не ясно, в чем состоит операция «Очистка» (рис.9) с учетом того, что отработанный раствор возвращается на операцию выщелачивания.

7. Отзыв заведующего лабораторией металлургии, начальника сектора пирометаллургии ООО «Институт Гипроникель», проф., д.т.н. **Цымбулова Л.Б.** и вед. н. с. лаборатории металлургии ООО «Институт Гипроникель», к. т. н. **Попова В.А.** содержит следующее замечание:

– В автореферате недостаточно подробно рассмотрены вопросы полноты разделения шлага и сплава, образующихся при восстановительном обжиге брикетов, и показатели магнитной сепарации огарка. Известно, что в неподвижном слое брикетов в карусельной печи укрупнение металлических капель, отделение их от шлага значительно затруднены по сравнению с, к примеру, процессом крицеобразования в трубчатой вращающейся печи. В зависимости от степени восстановления железа металлические частицы могут быть очень мелкими или, напротив, образовывать крупные, плохо поддающиеся измельчению конгломераты с шлаковыми включениями.

8. Отзыв вед.н.с. акционерного общества «Сибирский научно-исследовательский институт геологии, геофизики и минерального сырья» (АО «СНИИГГиМС»), д. г.-м. н. **Шабалина Л.И.** содержит следующее замечание:

– К числу недостатков можно отнести то, что автор взял для исследования довольно ограниченное число титаномагнетитовых месторождений. В России, кроме Куранахского и Большой Сейим, имеется огромное разнообразие титаномагнетитовых руд на Урале, в Сибири, на Дальнем Востоке. Они могут варьировать даже в пределах одного и того же месторождения. Например, на изучавшимся мною на Алтае громадном Харловском месторождении верхние горизонты сложены рудами с высокотитанистым титаномагнетитом, а нижние - рудами со среднетитанистым титаномагнетитом, на Малотагульском в Саянах имеются руды кусинского типа с низкотитанистым титаномагнетитом и высокотитанистые титаномагнетиты. Ну это работы, автору диссертации, наверно, на будущее, все сразу невозможно сделать.

Автор взял для исследований ограниченное число титаномагнетитовых месторождений, и в качестве продолжения этой работы в будущем следует исследовать другие титаномагнетитовые месторождения Урала, Сибири и дальнего Востока.

На все критические замечания даны исчерпывающие и подробные ответы (см. стенограмму).

Соискатель имеет 16 печатных работ по теме диссертационной работы, в том числе опубликовано 4 статьи в журналах из перечня ведущих рецензируемых научных журналов и изданий, рекомендованных ВАК РФ. Опубликованные работы в достаточной степени отражают содержание диссертации.

Наиболее значимые публикации по теме диссертационной работы:

1. Гончаров, К. В. Изучение фазового состава ванадийсодержащих титановых шлаков, полученных при металлзации титаномагнетитового концентрата Куранахского месторождения / К. В. Гончаров // Материалы V Российской ежегодной конференции молодых научных сотрудников и аспирантов. Перспективные материалы. – М: – 2008, – спец. вып. №5. – С. 548-553.

2. Садыхов, Г. Б. Особенности фазового состава ванадийсодержащих титановых шлаков от восстановительной плавки титаномагнетитового концентрата Куранахского месторождения / Г. Б. Садыхов, К. В. Гончаров, Т. В. Олюнина, Т. В. Гончаренко // Металлы. – 2010, – №4, – С. 3-10.

3. Гончаров, К. В. Влияние фазового состава титанованадиевых шлаков на извлечение ванадия / К. В. Гончаров, Г. Б. Садыхов, Т. В. Олюнина, Т. В. Гончаренко // Функциональные нано материалы и высокочистые вещества: сб. докл. III Международной конференции с элементами научной школы для молодежи. Перспективные материалы. – М: – 2011, – спец. вып. №11. – С. 135-139.

4. Садыхов, Г. Б. Особенности фазовых превращений при окислении кальцийсодержащих титанованадиевых шлаков и их влияние на образование ванадатов кальция / Г. Б. Садыхов, К. В. Гончаров, Т. В. Олюнина, Т. В. Гончаренко // Металлы. – 2013. – №2. – С.3-11.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

-разработан новый высокоэффективный процесс комплексной переработки титаномагнетитовых концентратов, включающего высокотемпературный восстановительный обжиг концентрата с прямым получением железа и титанованадиевого шлака и гидрOMETаллургического извлечения ванадия из шлака по схеме «окислительный обжиг – выщелачивание».

—изучены влияния различных факторов (состава шихты, степени металлизации железа и др.) на распределение ванадия между металлической и шлаковой фазами в условиях восстановительного обжига;

—установлены особенности формирования фазового состава титанованадиевых шлаков и межфазового распределения ванадия, титана и других элементов в шлаке и влияние содержания CaO и FeO на формирование фазового состава шлаков;

—изучены общие закономерности окислительного обжига титанованадиевых шлаков, фазовые превращения при окислительном обжиге шлаков и влияние этих превращений на поведение ванадия;

—определены оптимальные параметры окислительного обжига и последующего сернокислотного выщелачивания шлаков, позволяющие достичь высокой степени извлечения ванадия;

—отработаны основные параметры восстановительного обжига титаномагнетитового концентрата на угольной подложке для моделирования процесса при реализации в промышленных условиях в печи с вращающимся подом;

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:

—Определены общие закономерности формирования фазового состава титанованадиевых шлаков и межфазового распределения ванадия и других элементов в условиях восстановительного обжига титаномагнетитового концентрата в зависимости от содержания CaO и FeO.

—Установлено, что увеличением содержания CaO до $\geq 20\%$ и уменьшением содержания FeO до 5% в шлаках из-за связывания TiO_2 с CaO формируются ванадийсодержащие титанаты кальция: перовскит и новая кристаллическая фаза сложного состава – алюмотитанат кальция с общей формулой $8CaO \cdot 5MgO \cdot 2FeO \cdot Cr_2O_3 \cdot 18Al_2O_3 \cdot 11TiO_2 \cdot 2V_2O_5 \cdot 3SiO_2$.

—Описан процесс окисления титанованадиевых шлаков и определены температурные области, при которых происходит избирательное окисление и разрушение ванадийсодержащих фаз с переходом ванадия в легкорастворимые ванадаты кальция.

—Установлено, что из-за незначительного содержания низовалентных элементов, в частности двухвалентного железа, окисление ванадия в алюмотитанате кальция начинается

при температуре выше 1100°C, но даже при высоких температурах (1200-1250°C) не идет до конца. В этих условиях самой устойчивой фазой в шлаках является перовскит.

— Установлено, что при восстановительном обжиге титаномагнетитового концентрата с флюсующими добавками 3% CaCO₃ и 2% MnO в области температур 1380-1425°C исключается образование в шлаке нежелательных ванадийсодержащих фаз – перовскита и алюмотитаната кальция, что позволяет достичь высокой степени извлечения ванадия из титанованадиевого шлака.

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

— Разработан новый технологический процесс комплексной переработки титаномагнетитового концентрата с прямым получением гранулированного железа (чугуна) и с гидрометаллургическим извлечением ванадия из титанованадиевого шлака в товарный продукт, отличающийся существенно более низкими энергетическими затратами и более высокими технико-экономическими показателями комплексной переработки титаномагнетитов по сравнению с традиционными схемами переработки титаномагнетитовых концентратов.

— Разработанный процесс позволяет достичь высокой степени сквозного извлечения ванадия из концентрата в товарный продукт (около 87%), что в 1,4-1,8 раза выше, чем в существующих способах. Помимо извлечения ванадия титансодержащий твердый остаток может быть переработан гидрометаллургическим способом для получения высокотитановых продуктов, пригодных для производства металлического титана и пигментного TiO₂.

— На основе полученных результатов Компанией «Петропавловск-Черная металлургия» предусматривается проведение оценки экономической эффективности создания на Дальнем Востоке производства по переработке ванадийсодержащих титаномагнетитов с прямым получением железа и ванадиевой продукции на базе ильменит-титаномагнетитовых руд Куранахского месторождения и месторождения Большой Сейим.

Оценка достоверности полученных результатов исследования выявила:

- результаты экспериментальных исследований получены автором в результате большого объема проведенных исследований с использованием современных и классических методов и методик;

- для экспериментальных работ использовали сертифицированное оборудование, современные методы физико-химического анализа: химического, фотоэлектрического спектрального, рентгенофазового, микронзондового и оптической микроскопии;

- использованы современные методы компьютерного сбора и обработки информации по тематике диссертационной работы с помощью различных электронных ресурсов.

Личный вклад соискателя состоит в подготовке подробного литературного обзора по тематике исследования, непосредственном участии в проведении экспериментальных исследованиях, обработке и обсуждении результатов, докладе полученных результатов на российских и международных конференциях, публикации статей в научных изданиях.

Диссертация соответствует паспорту специальности 05.16.02 - «Металлургия черных, цветных и редких металлов» в пунктах 1, 11, 13 формулы специальности.

Диссертационный совет пришел к выводу, что диссертация Гончарова К.В. представляет собой научно-квалифицированную работу, которая по своему теоретическому, методическому и экспериментальному уровню, представленной научной новизне полученных результатов, теоретической и практической значимости соответствует критериям п.9. «Положения о присуждении ученых степеней», предъявляемым к кандидатским диссертациям.

На заседании 10 декабря 2015 г. диссертационный совет принял решение присудить Гончарову Константину Васильевичу ученую степень кандидата технических наук.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве **19** человек, из них **9** докторов наук по специальности 05.16.02 - «Металлургия черных, цветных и редких металлов», участвовавших в заседании, из **19** человек, входящих в состав совета, проголосовали: **за** присуждение ученой степени - **18**, **против** присуждения ученой степени - **нет**, недействительных бюллетеней - **1**.

Председатель диссертационного совета Д 002.060.03,
академик

Ю.В. Цветков

Учёный секретарь диссертационного совета Д 002.060.03,
к.т.н.

Т.Н. Ветчинкина

«10» декабря 2015 г.

Подписи Ю.В. Цветкова и Т.Н. Ветчинкиной удостоверяю:

учёный секретарь ИМЕТ РАН

к.т.н.



/Фомина О.Н./