

УТВЕРЖДАЮ



Заместитель директора по науке
АО «Государственный научно-
исследовательский и проектный институт
редкометаллической промышленности
«Гиредмет», канд. техн. наук
Е.Е. Едренникова

ОТЗЫВ ВЕДУЩЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ

на диссертационную работу Анисоняна Карена Григорьевича

«Физико-химические основы магнетизирующего обжига лейкоксеновых руд и концентратов для разделения лейкоксена и кварца магнитной сепарацией», представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальностям: 05.16.02 – Metallургия черных, цветных и редких металлов, 05.17.11 – Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов

В сложившихся современных международных условиях рыночной экономики, наличие собственной сырьевой базы титана для России крайне необходимо. Индивидуальность минералогического состава имеющихся титановых месторождений страны требует разработки исключительных технологий применительно к каждому в отдельности типу руд. Ярегское месторождение является одним из самых крупным по балансовым запасам титана России. Поэтому наиболее интересным представляется перспектива его освоения с получением богатого титансодержащего продукта, который может быть направлен на получение пигментного диоксида титана и титановой губки по классическим технологиям. Проводимые исследования по обогатимости кремнисто-титановой руды в советский период позволили разработать флотационную технологию получения лейкоксенового концентрата, содержащего до 50% TiO_2 . При этом данный концентрат отличался высоким содержанием кварца, что значительно усложняло его

дальнейшую доводку до товарного продукта, способного конкурировать с зарубежными аналогами.

В связи с этим, тема диссертационной работы, направленная на разработку нового процесса разделения лейкоксена и кварца с использованием магнетизирующего обжига с последующей магнитной сепарацией, позволяющего повысить содержание титана за счет удаления свободных зерен и минимизировать потери ценных компонентов, безусловно, **актуальна**.

Научную новизну диссертационной работы определяют такие результаты исследования, как разработка нового процесса магнетизирующего обжига, позволяющего с использованием методов магнитной сепарации провести удаление свободного кварца и тем самым повысить содержание титана в концентрате. В основе данного процесса находятся выявленные индивидуальные минералогические особенности рудного сырья – железо связано именно с титансодержащими минералами, при этом равномерно распределено в них. Установление роли железа в придании магнитных свойств и механизма их возникновения в продуктах магнетизирующего обжига является основой для разработки новой технологии обогащения лейкоксенового сырья с получением богатого титанового концентрата (до 65% TiO_2).

Практическая значимость результатов исследования заключается в том, что разработанный процесс магнетизирующего обжига с последующей магнитной сепарацией позволяет получить более богатый по сравнению с флотационным титановый концентрат (до 65% TiO_2) с высоким сквозным извлечением титана для последующего химического обескремнивания. При этом, процесс может быть реализован как в комплексе с флотационным обогащением при замене окислительного обжига восстановительным, так и с исключением флотации применительно к рудному сырью после классификационных методов доводки.

Сформулированные автором диссертации научные положения и выводы основываются на достаточном объеме экспериментальных данных и хорошо согласуются с литературным теоретическим материалом. Выводы соответствуют поставленным задачам. **Достоверность** экспериментальных данных обеспечена

использованием сертифицированного оборудования, маркированных реагентов, современных средств и методик исследований и не вызывает сомнения. При определении фазового состава исследуемых образцов использованы современные аналитические методы: оптическая микроскопия (CarlZeissAxioScope A1), рентгенофазовый анализ (дифрактометр ДРОН-3М). Количественное определение исследуемых компонентов (Ti, Si, Fe, Mg, Na, Ta, Nb) проводилось методом химического анализа с применением классических, спектрофотометрических и рентгеноспектральных методов.

Диссертация состоит из введения, четырех глав, заключения, списка сокращений и условных обозначений, списка литературы из 149 наименований. Объем диссертации составляет 143 страницы, 47 рисунков и 12 таблиц.

Во **введении** обоснована актуальность проблемы использования лейкоксеновых руд Ярегского месторождения, сформулированы цель и задачи исследований, отражена научная новизна и практическая значимость работы.

В **первой главе** автором представлен анализ научно-технической литературы, посвященной обогащению лейкоксеновой руды, указаны преимущества и недостатки предлагаемых методов. Детально рассмотрен метод флотационного обогащения, который был опробован в опытно-промышленных условиях. На основании критического анализа существующих материалов обоснованы актуальность диссертационной работы, цель и задачи научных исследований.

Во **второй главе** диссертации приводится описание исходных материалов и методик исследований. Исследован процесс восстановления лейкоксенового концентрата твердым углеродом и водородом в широком интервале температур (600-1500 °С). Установлены закономерности процесса восстановительного обжига концентрата и определены его параметры, позволяющие получить титансодержащие фазы с магнитными свойствами, благодаря присутствию в составе лейкоксена небольшого количества оксидов железа (2,5-3,5% Fe₂O₃).

В **главе 3** изложены результаты исследования магнетизирующего обжига лейкоксенового концентрата газообразными восстановителями, выполнен термодинамический расчет свободной энергии Гиббса предполагаемых в

рассматриваемых условиях химических реакций. Определено влияние температуры обжига на магнитные свойства восстановленного концентрата. Установлено, что в области низких температур (800-1000 °С) для получения продукта с высокими магнитными свойствами содержание водорода в газовой смеси должно находиться в пределах 100%. Показано, что при использовании газообразного восстановителя в области 700-900 °С восстановление железа в лейкоксеновом концентрате идет до металлического состояния. При температуре 800-900 °С также имеет место частичное восстановление рутила (TiO₂) с образованием фазы с дефектной структурой, условно называемой «восстановленным рутилом». В области 900-1150 °С в системе формируются фазы Магнели, а выше 1150 °С образуется аносовит. Повышение температуры до 1300 °С и выше приводит к существенному ускорению восстановления рутила и позволяет вести процесс без дополнительной выдержки. Автором исследован процесс магнетизирующего обжига концентрата непосредственно твердым восстановителем. В качестве твердого восстановителя в исследованиях выбрана угольная сажа. При использовании твердого восстановителя процесс начинается при температуре 1150-1200 °С. Понижение температуры сильно ограничивает восстановление оксидов железа и титана. Выше 1200 °С восстановление Ti⁴⁺ до Ti³⁺ ускоряется и при определенном содержании углерода в шихте происходит восстановление рутила с формированием железосодержащих фаз Магнели – (Fe₂+Ti₃)₂Ti_{n-2}O_{2n-1}, где n= 4÷10, которые при охлаждении распадаются с выделением в них ультрадисперсных частиц металлического железа. Увеличение расхода восстановителя способствует образованию нежелательной фазы аносовита (aFeTi₂O₅·bTi₃O₅), который ослабляет магнитные свойства продукта.

Глава 4 посвящена изучению разделения лейкоксена и кварца электромагнитной сепарацией продуктов магнетизирующего обжига лейкоксеновых руд и концентратов, на основании которых разработаны технологические схемы их обогащения. Автором определены оптимальные параметры сепарации. Установлено, что удаление свободных зерен кварца из обожженного концентрата достигается при напряженности магнитного поля в пределах 3-5 кЭ. Полученный титановый концентрат содержит до 63-65% TiO₂, 25-30% SiO₂, 2-2,5% Fe_{общ}, 3-3,5% Al₂O₃ и

небольшое количество других примесей. Показано, что содержащиеся в исходном лейкоксеновом концентрате ниобий, тантал, цирконий и редкоземельные элементы (иттрий, неодим, гадолиний, самарий, европий и др.) концентрируются в магнитной фракции. Извлечение титана в магнитную фракцию составляет 98% и выше. Получаемые хвосты содержат 96% SiO₂ и до 3% TiO₂.

Таким образом, на основании проведенных исследований автором диссертации разработана и предложена новая технологическая схема обогащения лейкоксеновых руд и концентратов с получением титанового концентрата с содержанием TiO₂ до 63-65%. Схема основана на магнетизирующем обжиге концентрата твердым восстановителем с последующей магнитной сепарацией и проверена в укрупненном масштабе. Предложенная схема является экологически чистой, исключает использование агрессивных реагентов, отличается отсутствием не утилизируемых отходов, простотой в исполнении, и предусматривает использование стандартного оборудования. Разработанная схема может быть применима как для обогащения флотационного лейкоксенового концентрата, так и для первичного рудного сырья при условии предварительного удаления нефти.

В качестве замечаний следует отметить:

1. Процесс магнетизирующего обжига лейкоксенового сырья диссертантом рекомендуется проводить во вращающейся трубчатой печи (стр. 93). Однако стоило бы оценить возможность проведения магнетизирующего обжига в других типах обжиговых печей, таких как печь «КС» или «Многоподовая печь».

2. В работе указывается, что возникновение магнитных свойств связано с наличием ультрадисперсных частиц Fe, образующихся при распаде железосодержащих фаз Магнели в инертной среде. Какова минимальная скорость охлаждения для получения их максимального распада.

3. Обращает на себя внимание тот факт, что в списке литературных источников представлено мало зарубежной литературы.

4. Из приведенной на стр. 103 технологической схемы следует, что кварцевые хвосты составляют значительный физический объем, если пересчитать на проектную мощность обогатительной фабрики (проект АО «Гиредмет»), и содержат

до 3% диоксида титана. Следует ли считать эти отходы как безвозвратные потери титана или есть какие-либо соображения, предположения о судьбе этих хвостов.

5. Таблица 4.7 может считаться сравнительной оценкой себестоимости концентрата с большим допущением, т.к. не представлены исходные данные для такого расчета.

6. При оформлении текста отмечены несоответствия ГОСТ 2.105, ГОСТ 7.0.11.

Отмеченные замечания не снижают положительной оценки диссертационной работы Анисоняна К.Г.

По тематике диссертации Анисоняна К.Г. в соавторстве с научными руководителями и коллегами опубликовано 9 статей в научно-технических журналах, 5 из которых входят в перечень ведущих рецензируемых научных журналов и изданий, рекомендованных ВАК РФ, 14 тезисов докладов на международных и российских конференциях.

Выполнены исследования по актуальной практически значимой теме. Диссертация Анисоняна Карена Григорьевича «Физико-химические основы магнетизирующего обжига лейкоксеновых руд и концентратов для разделения лейкоксена и кварца магнитной сепарацией» является законченной научно-квалификационной работой, в которой изложены научно обоснованные разработки по переработке лейкоксенового концентрата.

Предложенная в работе технологическая схема магнетизирующего отжига лейкоксеновых руд может быть **рекомендована** для внедрения и организации в республике Коми на базе Ярегского месторождения устойчивой сырьевой базы для производства титана и его пигментного диоксида. Отдельные положения работы могут быть рекомендованы для развития технологического направления по переработке и получению продуктов на основе титана.

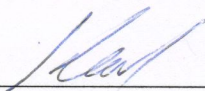
Автореферат диссертации правильно и полно отражает содержание диссертационной работы.

По актуальности темы, научной новизне, практической значимости, содержанию и объему проведенных исследований диссертация Анисоняна К.Г. отвечает требованиям «Положения о присуждении ученых степеней» ВАК РФ,

предъявляемого к кандидатским диссертациям, а ее автор, Анисонян Карен Григорьевич, заслуживает присуждения степени кандидата технических наук по специальностям 05.16.02 – Metallургия черных, цветных и редких металлов и 05.17.11 – Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов.

Работа обсуждена и одобрена на заседании Научно-технического совета АО «Гиредмет» по направлению «Metallургия, материаловедение и технология редких и благородных металлов. Технологическая минералогия и обогащение» 23 апреля 2015 г., протокол №3.

Председатель НТС АО «Гиредмет»,
эксперт по редким металлам,
канд. техн. наук



В.Е. Карцев

Учёный секретарь НТС АО «Гиредмет»,
заведующий лабораторией,
канд. техн. наук



А.Н. Почтарев

Адрес: 119017, г.Москва,
Б.Толмачевский пер., дом 5, стр. 1,
Тел. +7(495) 981-30-10,
VEKartsev@giredmet.ru