

ОТЗЫВ

Официального оппонента 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 – «Металлургия черных, цветных и редких металлов», 05.17.11 – «Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов» в диссертационный совет Д 002.060.03 при Федеральном государственном бюджетном учреждении науки Институте металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН.

Актуальность темы работы

Диссертационная работа Анисоняна К.Г. посвящена решению актуальной научно-практической задачи - созданию сырьевой базы титана в России. Наиболее перспективным для решения этой проблемы может быть Ярегское месторождение нефтеносных лейкоксеновых песчаников. На долю этого месторождения приходится до половины балансовых запасов титана России. Среднее содержание титана в нем составляет 10-12%, а основным титансодержащим минералом является лейкоксен, представляющий собой структуру тонкого сростания кварца и рутила. Исследования по переработке ярегских руд, проводимые с момента открытия этого месторождения, не привели к эффективному технологическому решению. Близость физических свойств лейкоксена и кварца осложняет разделение этих минералов известными методами обогащения. Флотационными способами удается повысить содержание титана в концентрате только до 50%. Высокие потери титана, снижающие его извлечение, а также высокое остаточное содержание свободного кварца во флотационном концентрате, не позволяют использовать его в качестве сырья для производства титана и его пигментного диоксида. В связи с этим требуется принципиально новый подход к переработке этого сырья, обеспечивающий получение богатого титанового концентрата с минимальными материальными и энергетическими затратами.

Данная диссертационная работа направлена на разработку нового процесса получения кондиционного титанового концентрата (до 65% TiO_2) из лейкоксеновых руд и концентратов Ярегского месторождения, которые в

дальнейшем могут служить полноценным сырьем для титановой промышленности России. Поэтому, выполненная Анисоняном К.Г. работа является, несомненно, актуальной.

Целью диссертационной работы является разработка физико-химических основ процесса магнетизирующего обжига лейкоксеновых руд и концентратов, позволяющего разделить лейкоксен и кварц методами магнитной сепарации.

Для решения поставленной цели проводились исследования процесса восстановления лейкоксенового концентрата, применяемого для придания магнитных свойств лейкоксену. В связи с этим были изучены фазовые превращения, протекающие в условиях восстановительного обжига лейкоксенового концентрата газообразным и твердым восстановителями в широкой температурной области (600-1500°C), а также были определены оптимальные параметры восстановительного магнетизирующего обжига лейкоксенового концентрата, позволяющие наиболее полно удалить свободный кварц из продуктов обжига с применением магнитной сепарации. Результатом проведенных исследований явилась разработка принципиальной технологической схемы обогащения лейкоксеновых руд и концентратов с получением богатого титанового концентрата.

Научная новизна диссертационной работы Анисоняна К.Г. состоит в следующем:

* выявлено, что железо в исходном лейкоксене практически полностью связано с TiO_2 , что и определило возможность получения титансодержащего продукта с магнитными свойствами в условиях магнетизирующего обжига.

* установлена роль железа в придании магнитных свойств продуктам магнетизирующего обжига, а также предложен механизм возникновения магнитных свойств титансодержащих фаз в процессе восстановления. Показано, что магнитные свойства обусловлены выделением ультрадисперсных частиц металлического железа, образующихся в результате распада железосодержащих твердых растворов на основе фаз Магнели (Ti_nO_{2n-1} , где $n \geq 4$) при охлаждении продуктов обжига.

* выявлены общие закономерности процесса восстановления лейкоксена, протекающие при магнетизирующем обжиге твердым и газообразным восстановителями (углеродом и водородом) в широком

температурном интервале (600-1500°C), приводящие к образованию необходимого фазового состава, а также влияние расхода твердого восстановителя и состава газовой фазы на формирование продуктов восстановления.

* установлено, что при использовании твердого восстановителя фазы Магнели образуются при температуре 1150°C и выше, а применение газообразного восстановителя позволяет снизить температуру образования этих фаз до 900°C.

Поставленные перед диссертантом задачи решены в полной мере и научная новизна не вызывает сомнений. Работа Анисоняна К.Г. является законченным научным исследованием. Диссертационная работа изложена на 143 страницах, состоит из введения, четырех глав, заключения (основные выводы), списка литературы, включающего 149 наименований, и приложения.

В первой главе автором дан литературный обзор российского титанового сырья, его особенностей и основные направления его использования. Представлена характеристика нефтеносных песчаников Ярегского месторождения, описаны особенности его минералогического состава, а также основные направления исследований по его обогащению различными ведущими организациями СССР. Достаточно детально описан процесс флотационного обогащения с предварительным измельчением рудного сырья. Показано, что получаемый при этом флотационный лейкоксеновый концентрат содержит в среднем 45-50% TiO_2 , но высокое содержание кварца (до 45%), представленного как свободными зернами, так и зернами лейкоксена, не позволяет перерабатывать его по известным технологиям с получением товарного титанового продукта. Кроме того, соискателем приводятся исследовательские работы по последующему обескремниванию флотационного концентрата.

Во второй главе диссертационной работы представлены характеристики используемых материалов, методики исследований (восстановительный обжиг, электромагнитная сепарация) и методы анализа (рентгенофазовый, оптическая микроскопия, спектральный, химический).

В третьей главе, наиболее значимой по представленным результатам, приведен вещественный состав лейкоксенового концентрата и форма

нахождения в нем железа. Показано, что железо связано с псевдорутилом ($\text{Fe}_2\text{O}_3 \times 3\text{TiO}_2$), находящимся в тесном контакте с зернами лейкоксена. При восстановлении такое взаиморасположение титана и железа позволяет получать железосодержащие фазы Магнели с магнитными свойствами. Проведен термодинамический анализ возможных реакций при восстановлении и оценка вероятности их протекания. Представлено изучение восстановления лейкоксенового концентрата газообразным и твердым восстановителями. Показано, что при восстановлении водородом при температурах 800-1100°C получаются продукты обжига, обладающие максимальными магнитными свойствами. При использовании в качестве твердого углеродсодержащего восстановителя угольной сажи, аналогичные магнитные свойства достигаются при температурах 1250°C и выше. С помощью фазового анализа и оптической микроскопии продуктов восстановления автором установлен химизм процесса магнетизирующего обжига. В работе показано влияние скорости охлаждения продуктов обжига на их магнитные свойства. Установлено, что наиболее магнитными являются продукты обжига, по фазовому составу отвечающие железистым твердым растворам на основе фаз Магнели ($\text{Ti}_n\text{O}_{2n-1}$, $n \geq 4$). Возникновение у них магнитных свойств связано с выделением из них ультардисперсных частиц металлического железа в результате распада железосодержащих фаз Магнели при охлаждении. Образование дититаната железа при низкой степени восстановления и аносовита при высокой степени восстановления приводит к ухудшению магнитных свойств.

В четвертой главе представлены результаты исследований по разделению кварца и лейкоксена при электромагнитной сепарации продуктов магнетизирующего обжига в зависимости от напряженности магнитного поля. Показано, что при реализации данного процесса можно практически полностью удалить зерна свободного кварца и получить концентрат с содержанием TiO_2 до 65%. На основании проведенных исследований, соискателем предлагаются принципиальные технологические схемы переработки флотационного концентрата и рудного сырья с указанием материальных потоков. Приведена сравнительная экономическая оценка схем которая показывает, что замена флотационного обогащения магнетизирующим обжигом позволяет повысить извлечение титана в конечный продукт и снизить его себестоимость.

В заключении обобщены наиболее важные результаты и выводы, полученные в диссертационной работе.

Результаты диссертационной работы не вызывают сомнений, т.к. они получены с использованием современных методов исследований, обеспечивающих их достоверность.

Практическая ценность диссертационной работы заключается в том, что на основе выполненного комплекса физико-химических исследований автором разработана и опробована новая технология обогащения лейкоксеновых руд Ярегского месторождения, основанная на магнетизирующем обжиге с последующей магнитной сепарацией его продуктов, позволяющая практически полностью отделить лейкоксен от свободного кварца и получить титановый концентрат с содержанием TiO_2 до 65%. Полное удаление свободного кварца позволяет повысить эффективность проведения процессов последующего химического обескремнивания, необходимого для получения искусственного рутила – сырья для производства металлического титана и его пигментного диоксида.

По работе имеется ряд замечаний:

1. На стр. 7 диссертационной работы и стр. 4 автореферата вызывает сомнение первый пункт научной новизны, в котором автор говорит о разработке научно обоснованного нового процесса разделения лейкоксена и кварца на основе физико-химических исследований восстановления лейкоксенового концентрата. Сам факт разработки нового технологического процесса не вызывает сомнений, однако данный пункт следует отнести к практической значимости работы, т.е. результату, полученному благодаря получению автором новых научных данных, сформулированных во всех следующих пунктах научной новизны.

2. Термодинамический анализ, представленный в разделе 3.2 диссертационной работы (стр. 46-52), выполнен на основе расчета энергий Гиббса простейших реакций, что было свойственно диссертационным работам 70-80-х годов прошлого века. Сегодняшние возможности термодинамического анализа с использованием современных программных комплексов, расчеты в которых основаны на принципе минимизации энергии Гиббса, дают значительно более представительные результаты для прогнозирования экспериментальных исследований. К сожалению, автор

пренебрег этими возможностями, которые могли позволить ему лучше понять восстановительные процессы и сократить число экспериментальных исследований.

3. Для интерпретации результатов экспериментальных исследований автором, к сожалению, не используется очень важный в научно-исследовательских работах подобного рода метод исследования – рентгеноспектральный микроанализ, называемый также микрозондовым анализом. На основании изучения шлифов методом оптической микроскопии автор делает выводы о наличии в исследуемом образце той или иной структурной составляющей. При этом рассуждения автора выглядели бы убедительными, если бы он представил данные о химическом составе этих структурных составляющих. В частности, это относится к микроструктурам, представленным на рис. 3.15, 3.33 и 3.37 диссертационной работы.

4. В п.8 общих выводов по работе (стр. 108 диссертационной работы и стр. 20 автореферата) сказано о разработке новой технологической схемы обогащения лейкоксеновых руд и концентратов в укрупненном масштабе. Вместе с тем, в главе 2 диссертационной работы, посвященной изложению методик исследований, говорится об использовании установок только лабораторного масштаба. Что подразумевается автором в качестве укрупненного масштаба исследований?

В целом, указанные замечания не влияют на общую положительную оценку представленной работы. Автореферат и опубликованные работы соответствуют представленной диссертационной работе и достаточно полностью ее отражают. Основное содержание работы изложено в 9 опубликованных статьях, 5 из которых входят в перечень ВАК необходимых рецензируемых журналов. Результаты работы прошли апробацию на 18-ти международных и российских конференциях.

Диссертация изложена грамотным литературным языком, выполнена на достаточно высоком научном и техническом уровне, по актуальности темы, научной новизне, практической значимости, содержанию и объему проведенных исследований соответствует требованиям пункта 9 «Положения о порядке присуждения ученых степеней» ВАК РФ, предъявляемого к кандидатским диссертациям, а её автор – Анисонян Карен Григорьевич заслуживает присуждения степени кандидата технических наук

по специальностям 05.16.02 – «Металлургия черных, цветных и редких металлов» и 05.17.11 – «Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов».

Официальный оппонент,
профессор, д.т.н.
Заведующий лабораторией металлургии,
ООО «Институт Гипроникель»

Л.Б. Цымбулов

Почтовый адрес: Россия, 195220,
Санкт-Петербург, Гражданский пр., 11
тел.: + 7 812 335 32 87
e-mail: Lbcym@nickel.spb.ru

Подпись Леонида Борисовича Цымбулова удостоверяю:
Директор департамента по исследованиям и разработкам
ООО «Институт Гипроникель», к.г.-м.н.



С.М. Козырев

07.05.15