

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 Анисоняну Карену Григорьевичу, гражданину РФ, ученой степени кандидата технических наук.

Диссертация Анисоняна К.Г. «Физико-химические основы магнетизирующего обжига лейкоксеновых руд и концентратов для разделения лейкоксена и кварца магнитной сепарацией» в виде рукописи по специальности 05.16.02 – «Металлургия черных, цветных и редких металлов» и по специальности 05.17.11 – «Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов» принята к защите 19 марта 2015 года, протокол № 2/15 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, Анисонян Карен Григорьевич, 1984 года рождения, в настоящее время является 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 2006 г. окончил Московский государственный институт стали и сплавов по специальности «Металлургия цветных металлов». С 2006 года по 2009 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 руководители академик РАН, профессор, доктор технических наук Леонтьев Леопольд Игоревич и доктор технических наук Садыхов Гусейнгулу Бахлул оглы, заведующий лабораторией №1 «Проблем металлургии комплексных руд им. академика И.П.

Бардина» ФГБУН Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук.

Официальные оппоненты:

Цымбулов Леонид Борисович, гражданство РФ, доктор технических наук, профессор, заведующий лабораторией пирометаллургии ООО «Институт Гипроникель», адрес: 195220, г. Санкт-Петербург, Гражданский пр. 11, тел.: +7 921 989 52 01, E-mail: Lbcym@mail.ru;

Левченко Елена Николаевна, гражданство РФ, доктор геолого-минералогических наук, заместитель директора по технологическим исследованиям Федерального государственного унитарного предприятия Института минералогии, геохимии и кристаллохимии редких элементов (ФГУП «ИМГРЭ»), адрес: 121357, г. Москва, ул. Вересаева, д.15, тел.: 8 (495) 443 89 77, E-mail: levchenko@imgre.ru;

дали положительные отзывы на диссертацию.

Ведущая организация АО «Государственный научно-исследовательский и проектный институт редкометаллической промышленности «Гиредмет», адрес: 119017, г.Москва, Б.Толмачевский пер., дом 5, стр. 1;

в своем положительном заключении о диссертации, составленном и подписанном экспертом по редким металлам института «Гиредмет» к.т.н. Карцевым В.Е. и ученым секретарем НТС «Гиредмет» по направлению «Металлургия и материаловедение редких металлов» к.т.н. Почtareвым А.Н. и утвержденном заместителем директора по науке АО «Государственный научно-исследовательский и проектный институт редкометаллической промышленности «Гиредмет» к.т.н. Едренниковой Е.Е. 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. 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 «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.

Ведущая организация отмечает, что сделанные замечания не снижают положительной оценки диссертации.

Официальными оппонентами были сделаны следующие замечания:

– д.т.н. Цымбулов Л.Б.:

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 микронзондовым анализом. На основании изучения аншлифов методом оптической микроскопии автор делает выводы о наличии в исследуемом образце той или иной структурной составляющей. При этом рассуждения автора выглядели бы более 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?

– д.г.-м.н. Левченко Е.Н.:

1. Литературный анализ титанового сырья России ограничен в основном источниками 2005-2007 гг. Однако, за период 2005-2014 гг. запасы титана возросли более чем в 1,5 раза, а число месторождений, учтённых Государственным балансом запасов полезных ископаемых, увеличилось до 26.

2. Стр. 12 – МСБ оценивается по балансовым и забалансовым запасам, а не по прогнозным ресурсам. На долю россыпных (преимущественно комплексных прибрежно-морских) месторождений приходится лишь 5,5% запасов TiO_2 . Остальные 94,5% распределяются между коренными месторождениями титана. В структуре запасов страны преобладают (2/3 запасов) нетрадиционные виды титанового сырья (высококремнистые лейкоксены, титаномagnetиты, сфен), среди которых высококремнистые лейкоксеновые песчаники Ярегского месторождения (32,4% запасов TiO_2).

3. Руды характеризуются по «минеральному составу», а не по «минералогическому», т.к. слагаются из минералов, а не минералогов.

4. Стр. 36. По методике исследования процесса обжига концентрата с использованием углерода (сажи). Соискатель готовил смесь реагентов, помещал её в тигель и нагревал. Перемешивание смеси во время проведения процесса обжига отсутствовало. Однако обеспечить максимальный контакт поверхности двух твердых фаз без перемешивания во время процесса обжига практически невозможно. Следовательно, соискателем выбрана методика эксперимента, не гарантирующая получение достоверных результатов. Данное замечание тем более справедливо, если учесть что предложенной технологической схеме

соискатель рекомендует проводить процесс обжига во вращающейся печи, т.е. при перемешивании твердых фаз.

5. На стр. 42 в табл. 3.1 приведен гранулометрический состав лейкоксенового концентрата (два образца), с использованием которых была проведена вся работа. Магнетизирующий обжиг руд основан на взаимодействии оксидов железа и титана с газообразным (водород) или твердым (сажа) восстановителями. Понятно, что скорость взаимодействия твердого реагента (концентрата) с газообразным и твердым реагентами определяется, прежде всего, поверхностью контакта фаз. С учетом данных табл. 3.1, размер поверхности зерен концентрата изменялся в 39,7 раз при переходе от зерна 0,63 мм к зернам 0,1 мм, и объем зерна уменьшается в 250 раз. Для гетерофазных реакций это очень существенные изменения, которые, без всяких сомнений, должны сказываться на скоростях протекающих реакций. При взаимодействии частиц концентрата с восстановителями, наибольшая скорость и конверсия оксидов металлов будет наблюдаться у частиц с наименьшим диаметром, т.к. они имеют наиболее оптимальное соотношение поверхности к объему. Так, например, у частиц диаметром 0,1 это соотношение в 6,3 раза превышает аналогичное соотношение для частиц диаметром 0,63.

К сожалению в диссертационной работе нигде не учтено влияние размера частиц на процесс обжига, а все сводится лишь к влиянию температуры и концентрации восстановителя. Это очень важные параметры процесса и их влияние нельзя рассматривать в отрыве от размера частиц.

6. На стр. 45 рис. 3.3 представлены данные дифрактограммы зерен лейкоксена полученные методом РФА. На основании полученных данных, соискатель делает вывод, что в исходном лейкоксене всё железо входит в состав псевдорутила. При этом, на дифрактограмме видно, что линии рефлексов псевдорутила и анатаза перекрывают друг друга. Выбранный диапазон измерений угла 2θ от 18 до 34 градусов не позволяет качественно определить кристаллический состав зерен лейкоксена.

7. Стр. 46. В уравнениях (1-15) не приведены стехиометрические коэффициенты, которые есть начиная с реакции (16).

8. Стр. 52. Соискатель объясняет эксперименты с водородом тем, что в промышленных условиях будет иметь место газификация угля с образованием водорода и оксида углерода. Однако, разогрев реакционной массы в трубчатых и барабанных печах всегда ведется с определенным избытком кислорода, гарантирующим окисление топлива.

Следовательно, часть угля сгорит за счет этого избытка, и, даже если дело дойдет до газификации угля, то с учетом количества дымовых газов, концентрация водорода будет настолько мала, что вряд ли окажет какое-либо заметное влияние на восстановление компонентов концентрата. Тем более бессмысленны с практической точки зрения эксперименты при концентрациях водорода 80-100% об.

9. Стр. 55, рис. 3.9. При прокаливании в интервале температур 600-1050^оС исходного концентрата в отсутствие восстанавливающего реагента – водорода, также может иметь место изменение массы образца. Следовательно, соискатель на рис. 3.9 должен был привести зависимость изменения массы концентрата без восстановителя и с водородом. Полученная разница и будет относиться к процессу восстановления. Кроме того, исходя из вида уравнения Аррениуса, описывающего изменение константы скорости от температуры, ясно, что рис.3.9 должен быть представлен лекальной кривой без каких-либо горизонтальных участков. Полученный соискателем вид кривой объясняется небольшим числом экспериментальных в интервале температур 700-900^оС.

10. Стр. 60. На графике 3.9 и далее по тексту соискатель рассуждает, что в зависимости от температуры изменяется масса образца и его свойства. Однако если сравнить результаты, представленные на графике 3.16 (а и б) для времени обработки 30-60 минут, то обращает на себя внимание, что кривые 3 на обоих графиках совпадают. Это означает, что выход магнитной фракции во всем изученном интервале напряженности магнитного поля один и тот же и при температуре 800^оС и 1000^оС, достигает почти 90% и не зависит от температуры процесса обжига. Зачем нужно было повышать температуру, если максимальный эффект достигается уже при 800^оС, тем более, что в промышленных условиях заметных количеств водорода в топочных газах получить невозможно.

11. На стр. 72 диссертации указывается, что высшие фазы Магнели обладают достаточно высокой электропроводностью, в связи с чем было бы целесообразно рассмотреть возможность применения электросепарации для обогащения продуктов магнетизирующего обжига.

12. На стр. 89 в табл. 4.1 представлены данные о распределении основных компонентов по фракциям магнитной сепарации. В магнитную фракцию отделяются зерна лейкоксена содержащие 2,6% Al₂O₃, 1,72-2,3% Fe_{общ}. Из чего становится ясно, что основная масса алюминия в концентрате, входит в состав зерен лейкоксена. При этом, в литературном обзоре на стр. 20 говорится, что зерна лейкоксена – это полиминеральный кристаллический агрегат, который помимо всех прочих минералов, содержит хлорит. Из этого следует, что в

зернах лейкоксена содержатся значительные количества минералов группы хлоритов, в состав которых, помимо алюминия и кремния, входит железо и магний. Поскольку на дифрактограмме зерен лейкоксена (рис.3.3) отсутствуют рефлексы, характерные для хлорита, можно предположить, что хлорит присутствует в виде рентгеноаморфной смеси целого ряда слюдоподобных минералов. Таким образом, утверждение, что всё железо в зернах лейкоксена входит в состав псевдорутила является неверным.

13. В диссертации показано, что содержащиеся в лейкоксеновом концентрате редкие (ниобий, тантал, цирконий) и редкоземельные элементы концентрируются вместе с титаном в магнитной фракции. Содержание диоксида циркония в магнитной фракции составляет 0,053%, а в хвостах – 0,09%. Циркон ($ZrSiO_4$) – не магнитный минерал и в магнитную фракцию не извлекается.

14. Т.к. в работе разработана и предложена принципиальная новая технологическая схема обогащения лейкоксеновых руд и концентратов, следовало бы показать и возможные пути извлечения попутных ценных компонентов в товарные продукты.

15. В выводах (и в работе) соискатель указывает, что при использовании твердого восстановителя процесс начинается при температуре 1150-1200°C. В то же самое время на стр. 86 сказано, что при температуре 1150°C и выше в зависимости от содержания водорода в газовой фазе возможно образование дититаната железа или аносовита, присутствие которых снижает магнитные свойства продуктов восстановления. Следовательно, процесс обжига необходимо вести таким образом, чтобы до минимума свести газификацию угля, поскольку оптимальные области работы водорода и угля не совпадают. При оптимальной температуре работы угля наличие водорода приводит к снижению магнитных свойств обожженного концентрата.

16. В работе соискатель в качестве восстановителя использовал сажу – мелкодисперсный и специфический продукт. С использованием этого реагента выполнена вся работа, а полученные результаты заложены в разработанную технологическую схему. В промышленности, конечно, будет применяться нефтяной или каменноугольный кокс. В работе не показано, как изменятся выявленные закономерности при переходе на реальный промышленный восстановитель. Это тем более актуально в связи с тем, что соискатель предполагает использовать разработанную технологию при освоении месторождения Ярегских лейкоксеновых руд.

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 обогащения титансодержащего сырья, процессов его пирометаллургической переработки, способностью определить научную и практическую значимость представленной диссертационной работы.

На автореферат поступило 12 отзывов. Все отзывы положительные, в некоторых имеются замечания и рекомендации.

1. Отзыв заведующего технологическим отделом ФГУП «ВИМС» к.т.н. Ануфриевой С.И. и ведущего научного сотрудника технологического отдела ФГУП «ВИМС» к.т.н. Броницкой Е.С. содержит следующее замечание:

- из автореферата неясно, по какой технологии будут извлекаться попутные редкие и редкоземельные элементы.

2. Отзыв чл.корр РАН, профессора, д.т.н. Бамбурова В.Г. содержит следующие замечания:

- Не ясно, с чем связано усиление магнитных свойств восстановленных зерен лейкоксена (стр.9)?

- Выделение металлического железа в результате распада аносовита (стр.10) желательно показать в подрисуночном тексте к рис.3.

- Чем вызвано обратное концентрационное влияние твердого восстановителя на выход магнитной фракции (стр.13)?

- Объяснение наличия ионов Fe^{2+} на стр.15 желательно показать данными РФА.

3. Отзыв директора ООО «НВП Центр – ЭСТАгео» Башлыковой Т.В. и к.т.н, старшего научного сотрудника ООО «НВП Центр - ЭСТАгео», к.т.н. Данильченко Л.М. содержит следующие замечания:

- В тексте и выводах автор подчеркивает, что разработанная схема является экологически чистой и исключает использование агрессивных реагентов. Категоричность этого заключения вызывает некоторое сомнение, поскольку высокотемпературное восстановление углеродом в среде водорода (при его концентрации 80-90%) не такой уж «безобидный» и «чистый» способ, требующий специальных мер безопасности.

– Делается несколько стилистически некорректный вывод (стр. 20, вывод 9), что «реализация предложенной схемы при разработке лейкоксеновых руд Ярегского месторождения позволит создать устойчивую сырьевую базу для производства титана и пигментного диоксида титана в России с попутным извлечением редких и редкоземельных элементов». Схема не может «создать устойчивую сырьевую базу...», а вот разработанная и внедренная технология позволит повысить эффективность переработки лейкоксен-кварцевых нефтеносных песчаников, расширяя при этом минерально-сырьевую базу титана.

– Согласно рис.10 (стр. 18), в операцию магнетизирующего обжига подаются воздух и природный газ. Что понимается под «природным газом», поскольку в тексте неоднократно отмечается, что в качестве газа используется водород, да еще в высоких концентрациях?

4. Отзыв заведующего отделом СМ ФГБУН ИХТРЕМС КНЦ РАН, д.х.н. Гришина Н.Н. содержит следующее замечание:

– Без учета влияния органической фазы, остающейся в системе после отделения тяжелой нефти, физико-химическое исследование процессов, происходящих в системе, не производит впечатления законченности.

5. Отзыв заведующего кафедрой технологии стекла и керамики БГТУ им. В.Г. Шухова, профессора, д.т.н. Евтушенко Е.И., и профессора кафедры промышленная экология, доцента, к.т.н. Рубанова Ю.К. содержит следующие замечания:

– Из рис. 1 автореферата можно сделать вывод, что выход магнитной фракции при высоких напряженностях магнитного поля практически не зависит от температуры обжига. Поэтому следовало бы привести зависимость изменения величины магнитной восприимчивости от температуры обжига при фиксированной напряженности магнитного поля.

– На стр. 11 автореферата указано, что «наилучшие результаты выхода магнитной фракции достигаются при содержании водорода в газовой смеси 80-90%. Уменьшение и увеличение содержания водорода от указанного интервала приводит к уменьшению выхода магнитной фракции». Однако, на графиках рис. 4 оптимум отсутствует. И далее автор делает заключение, что содержание водорода в газовой смеси должно находиться в пределах 100%.

– На стр. 12 показаны зависимости выхода магнитной фракции от количества углеродного восстановителя. Но количество углеродного восстановителя может зависеть только от содержания оксидов металлов, а его стехиометрическое количество определяется по уравнению восстановительных реакций. Избыток углерода приводит к обратному образованию оксидов.

6. Отзыв доцента НИТУ «МИСиС», к.т.н. Исаева В.А. содержит следующие замечания:

- Учитывая, что в выводах работы утверждается применение разработанной схемы не только для флотационного лейкоксенового концентрата, но и для первичного рудного сырья, необходимо было представить предложения по удалению нефти.

- Представленные на рисунке 3 участки дифрактограмм продуктов восстановления для разных скоростей охлаждения необходимо было прокомментировать на предмет сравнения режимов восстановления, а также вынести обозначения дифракционных отражений в подрисуночную надпись.

- На стр. 11 со ссылкой на рис. 4 отмечается, что максимальный выход магнитной фракции достигается при напряженности магнитного поля 3 кЭ и содержании водорода в газовой смеси 80-90%, а с уменьшением и увеличением содержания водорода – выход магнитной фракции уменьшается. Однако приведенный рисунок этот вывод не подтверждает.

- В тексте автореферата отсутствуют результаты сравнительного анализа литературных данных по разработке технологий переработки лейкоксеновых концентратов. В частности, известны работы Перовского И.А. по разработке технологии обескремнивания лейкоксена с использованием фторидных компонентов и получением высокотитановых продуктов с содержанием TiO_2 до 95%.

7. Отзыв старшего научного сотрудника лаборатории керамического материаловедения ИХК НЦ УрО РАН, доцента, к.т.н. Истомина П.В. содержит следующее замечание:

- В работе не изучено влияние других примесей, содержащихся в лейкоксеновом сырье (например, алюминия), на процессы кристаллизации металлического железа из твердых растворов на основе сложных оксидом титана. Также не рассмотрена возможность образования в ходе восстановительного обжига справов на основе ферросилиция.

8. Отзыв профессора кафедры обогащения полезных ископаемых НИТУ «МИСиС», д.т.н. Кармазина В.В. содержит следующее замечание:

- Качественная технологическая схема (без показателей), приведенная в автореферате недостаточно характеризует предлагаемую технологию.

9. Отзыв главного технолога ООО «ПЕТРОПАВЛОВСК - ЧЕРНАЯ МЕТАЛЛУРГИЯ», к.т.н. Самойловой Г.Г. содержит следующее замечание:

- К недостаткам работы, поскольку она претендует в будущем на практическое применение, является отсутствие данных о предварительности состава и свойства образцов, использованных в исследовании, особенно это касается образца исходной руды.

10. Отзыв профессора кафедры химии и строительного материаловедения ФГБУН ИХТРЭМС КНЦ РАН, чл.-корр. РАН, профессора, д.т.н. Николаева А.И. содержит следующие замечания и вопросы:

– Исходные песчаники, черновой флотационный лейкоксеновый концентрат и конечный очищенный помимо лейкоксена и кварца содержат другие минералы, в частности циркон, ксенотим, монацит, которые являются носителями редких металлов и одновременно радиоактивности. Но в автореферате не приводятся данные минералогического состава и радиационные характеристики исходных и конечных продуктов. Возможно, такие данные есть в тексте диссертации.

– Есть ли внешнее заключение о возможности использования нового продукта взамен традиционных продуктов? При отсутствии ограничений по радиационному фактору он может представлять интерес в рецептурах сварочных электродов рутилового типа (наиболее массовые марки электродов).

– Хочется согласиться с диссертантом об энергоэффективности предложенной технологии, но желательно подкрепить эти утверждения расчетами. Предполагается ли рекуперация тепла при охлаждении восстановленного концентрата? Было бы интересно просто дать предварительную экономическую оценку процесса получения богатого концентрата.

– Каков масштаб выполненных укрупненных испытаний?

11. Отзыв ведущего научного сотрудника отдела черных и цветных металлов ФГУП СНИИГТиМС, д.г.-м.н. Шабалина Л.И. замечаний не имеет.

12. Отзыв директора по науке и технологии ОАО «АВИСМА» Рымкевича Д.А. содержит следующие вопросы и замечания:

– На рис. 2 автореферата представлена зависимость потери массы лейкоксенового концентрата от температуры при восстановлении водородом. Не понятно, почему соискатель приводит относительные данные (в %), а не результаты прямых измерений изменения массы с указанием точности измерения параметра. Кроме того, в изученном интервале температур изменение массы образца концентрата может происходить и без участия в этом водорода. Соискатель не приводит информацию об изменении массы образцов при прокаливании в инертной среде, и при обсуждении полученных результатов считает, что полученные зависимости относятся лишь к процессу восстановительного обжига.

– Кроме того, соискатель в своих экспериментах использовал сажу – мелкодисперсный продукт со своими специфическими свойствами. И если в выводах, он называет этот

восстановитель твердым углеродом, то на так называемой технологической схеме этот твердый углерод превращается в уголь. Но какой уголь? Антрацит или нефтяной кокс? С каким содержанием примесей и какой дисперсности и т.д.? На каком основании была проведена замена восстановителя и какие исследования были проведены при решении замены сажи на уголь.

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

Соискатель имеет 23 печатных работы по теме диссертационной работы, в том числе опубликовано 5 статей 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. Садыхов, Г.Б. Получение игольчатого волластонита при каталитическом автоклавном выщелачивании лейкоксенового концентрата известковым молоком / Садыхов Г.Б., Заблочкая Ю.В., Анисонян К.Г., Копьев Д.Ю., Олюнина Т.В., Гончаренко Т.В. // Перспективные материалы. – 2015. – №1. – С. 65-71.

2. Заблочкая, Ю.В. Особенности процессов автоклавного выщелачивания лейкоксенового концентрата с участием $\text{Ca}(\text{OH})_2$ / Ю.В. Заблочкая, Г.Б. Садыхов, Т.В. Гончаренко, Т.В. Олюнина, К.Г. Анисонян, Р.К. Тагиров // Металлы. – 2011. – № 6. – С. 9-14.

3. Анисонян, К.Г. Исследование процесса магнетизирующего обжига лейкоксенового концентрата / К.Г. Анисонян, Г.Б. Садыхов, Т.В. Олюнина, Т.В. Гончаренко, Л.И. Леонтьев // Металлы. – 2011. – № 4. – С. 62-66.

4. Анисонян, К.Г. Обогащение нефтеносных лейкоксеновых руд и концентратов с применением магнетизирующего обжига / К.Г. Анисонян, Г.Б. Садыхов, Т.В. Олюнина, Т.В. Гончаренко, Л.И. Леонтьев // Проблемы и перспективы развития металлургии и машиностроения с использованием завершенных фундаментальных исследований и НИОКР: тр. науч.-технич. конф. – Екатеринбург: ИздатНаукаСервис, 2011. – Т. 1. – С. 163-167.

5. Анисонян, К.Г. О явлении ферромагнетизма в фазах Магнели, образующихся при магнетизирующем обжиге лейкоксенового концентрата / К.Г. Анисонян // Перспективные материалы. Спец. выпуск (5). – 2008. – С. 527-531.

6. Анисонян, К.Г. Термическая обработка лейкоксенового концентрата с получением титансодержащих фаз с магнитными свойствами / К.Г. Анисонян // Перспективные материалы. Спец. выпуск. – 2007. – С. 355-359.

7. Садыхов, Г.Б. Нефтеносные титановые пески Ярегского месторождения – решение проблемы Титанового сырья в России / Г.Б. Садыхов, В.А. Резниченко, Ю.В. Заблоцкая, Т.В. Олюнина, Н.Ю. Кирюшкина, К.Г. Анисонян, Д.Ю. Копьев, И.М. Зеленова // Титан. – 2006. – № 1 (18). – С. 12-19.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

- разработан на основании физико-химических закономерностей процесс магнетизирующего обжига лейкоксеновых руд и концентратов, позволяющего разделить лейкоксен и кварц методами магнитной сепарации.

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:

- применительно к проблематике диссертации результативно использованы современные методы анализа фазового состава получаемых продуктов;

- выявлено, что железо в лейкоксене практически полностью связано с TiO_2 , что определило возможность получения титансодержащего продукта с магнитными свойствами в условиях магнетизирующего обжига;

- установлена роль железа и механизм возникновения магнитных свойств титансодержащих фаз в процессе восстановления. Показано, что магнитные свойства обусловлены выделением ультрадисперсных частиц металлического железа 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 процессов, протекающих при магнетизирующем обжиге лейкоксенового концентрата твердым и газообразным восстановителями (углеродом и водородом) в широком температурном интервале (600-1500°C), а также влияние расхода твердого восстановителя и состава газовой фазы на формирование заданного фазового состава продуктов восстановления;

- установлено, что при использовании твердого восстановителя образование фаз Магнели происходит при температуре 1150°C и выше, а применение газообразного восстановителя позволяет снизить температуру образования фаз Магнели до 900°C.

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

Разработана принципиально новая технологическая схема обогащения лейкоксеновых концентратов, основанная на их магнетизирующем обжиге и последующей магнитной сепарации продуктов обжига. Данная схема применима и для обогащения первичного рудного сырья после удаления из него нефти. Реализация разработанной технологии для

труднообогатимых руд Ярегского месторождения позволит получить титановый концентрат (63-65 % TiO_2) с минимальными потерями титана и других ценных составляющих, в частности редких и редкоземельных элементов и существенно повысить сквозное извлечение титана.

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, спектрального, рентгенофазового, оптической микроскопии;

- установлено совпадение ряда авторских результатов с данными, полученными в независимых источниках по данной тематике диссертационной работы;

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

Личный вклад соискателя состоит в постановке целей и задач исследования, проведение основных экспериментов, интерпретации и обобщению полученных результатов, обработки исходной информации по литературному обзору, подготовке основных публикаций по выполненной работе, в апробации результатов работы на российских и международных конференциях.

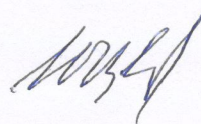
Диссертация соответствует паспорту специальности 05.16.02 – «Металлургия черных, цветных и редких металлов» в пунктах 3, 4, 9, 10, 11 формулы специальности и паспорту специальности 05.17.11 – «Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов» в пункте 2 формулы специальности.

Диссертационный совет пришел к выводу, что диссертация Анисоняна К.Г. 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 28 мая 2015 г. диссертационный совет принял решение присудить Анисоняну Карену Григорьевичу ученую степень кандидата технических наук.

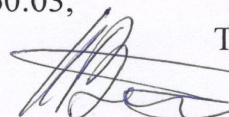
При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 17 человек, из них 6 докторов наук по специальности 05.16.02 - «Металлургия черных, цветных и редких металлов», участвовавших в заседании, из 19 человек, входящих в состав диссертационного совета Д 002.060.03, и 3 доктора наук по специальности 05.17.11- «Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов», введенных на разовую защиту и состоящих в диссертационном совете Д 002.060.04. Проголосовали: **за** присуждение ученой степени 17, **против** присуждения ученой степени нет, недействительных бюллетеней нет.

Председатель диссертационного совета Д 002.060.03,
академик



Ю.В. Цветков

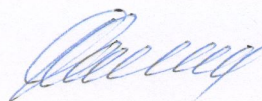
Ученый секретарь диссертационного совета Д 002.060.03,
к.т.н.



Т.Н. Ветчинкина

«29» мая 2015 г.

Подписи Ю.В. Цветкова и Т.Н. Ветчинкиной удостоверяю:
ученый секретарь ИМЕТ РАН
к.т.н.



(Фомина О.Н.)