ОТЗЫВ

официального оппонента Ретивова Василия Михайловича на диссертационную работу

МАСЛЕННИКОВА АЛЕКСАНДРА НИКОЛАЕВИЧА

«Получение тетрахлорида титана из титанового сырья Ярегского месторождения хлорированием в кипящем слое»

на соискание научной степени кандидата химических наук

по специальности 05.17.02 – Технология редких, рассеянных и радиоактивных элементов.

Тетрахлорид титана – важный крупнотоннажный продукт, получаемый в результате переработки титановых концентратов. Он, в свою очередь, является сырьем для получения пигментного диоксида титана и титановой губки.

Исходными минералами для производства тетрахлорида титана являются ильменит и рутил, объем производства которых в мире в очень высок. При этом добыча титанового сырья в России ведется только попутно и в малых масштабах; доля страны в мировом производстве титановых концентратов едва превышает 1 %. В результате, все предприятия отечественной титановой подотрасли работают на привозном сырье.

В то же время, наша страна располагает большими запасами титансодержащего сырья. При этом около половины российских запасов диоксида титана заключено в Ярегском нефтетитановом месторождении в Республике Коми. Кварц-лейкоксеновый концентрат, полученный после извлечения нефти, может стать альтернативным импортному сырьем для производства пигментного диоксида титана и титановой губки.

Однако для его более широкого использования должна быть разработана коммерчески эффективная, ресурсосберегающая и обладающая низкой нагрузкой на экологию технология хлорирования. Работа соискателя заключается в исследовании процесса хлорирования титансодержащего сырья Ярегского месторождения и разработке эффективной технологии получения целевого тетрахлорида титана, что является крайне **актуальной** задачей и имеет большое практическое значение.

В рамках заявленной цели - исследования процессов хлорирования кварц-лейкоксенового и автоклавного концентратов Ярегского месторождения, выбора перспективного сырья и разработки принципиальной технологической схемы узла хлорирования, сформулированы задачи, решение которых определяет **научную новизну** данной работы. Так, автором

изучен химический и минералогический состав титановых концентратов Ярегского нефтетитанового месторождения, исследованы процессы хлорирования кварц-лейкоксенового и автоклавного концентратов Ярегского месторождения в реакторе кипящего слоя, исследован процесс хлорирования редких металлов – тантала, ниобия, ванадия и циркония, содержащихся в виде примесей в титановом сырье, впервые определена энергия активации реакции хлорирования диоксида титана, содержащегося в ярегских концентратах, а также предложен механизм процесса хлорирования TiO_2.

Практическая значимость диссертационной работы заключается не только в определении оптимальных условий процесса хлорирования и выборе перспективного сырья в виде автоклавного концентрата, но и в разработке технологической схемы узла хлорирования, которую в дальнейшем планируется воплотить в опытно-промышленной установке.

Следует отметить, что диссертационная работа с точки зрения использованных методов и подходов, обработки результатов экспериментов получения тетрахлорида титана из титанового сырья, выполнена на самом высоком уровне. Все положения, выносимые автором на защиту, выводы и рекомендации, сформулированные в диссертации, полностью **обоснованы**.

Диссертация написана современным научным языком. Отдельные разделы ее могут представлять широкий интерес.

Структура диссертации соответствует требованиям ВАК к кандидатским диссертациям. Она состоит из введения, четырёх глав, заключения и списка литературы. Общий объем работы – 136 страниц, включая 40 рисунков, 28 таблиц и библиографию из 99 наименований.

Во введении сформулированы актуальность, научная новизна работы, ее цель и задачи, а также положения, выносимые на защиту.

В литературном обзоре приводятся данные о титане, запасах титанового сырья в мире и России, технологии получения тетрахлорида титана, сведения о титаносодержащих минералах, различные методы хлорирования, а также методы обогащения кварц-лейкоксенового концентрата. В заключение литературного обзора автором приводятся выводы, в которых сформулирована необходимость проведения исследований, описанных в данной диссертационной работе.

Вторая глава описывает экспериментальную установку, методики проведения экспериментов, методы анализов и обработки экспериментальных данных.

Экспериментальная часть работы приведена в третьей главе, которая состоит из нескольких подразделов: изучение химического и минералогического состава кварц-лейкоксенового концентрата Ярегского месторождения, в которой приведены данные о составе усредненных проб

концентратов их гранулометрическом составе и насыпной плотности. В разделе, посвященном изучению процесса хлорирования кварц-лейкоксенового концентрата приведены результаты экспериментов по хлорированию при различном мольном соотношении углерод/оксид титана, влияние размеров зерен титанового сырья и нефтяного кокса, фракций концентрата, температуры, парциального давления хлора и времени контакта шихты на процесс получения тетрахлорида титана. Аналогично исследован процесс хлорирования продукта автоклавной переработки концентрата.

Наибольший интерес представляет четвертая глава диссертации, которая посвящена обсуждению результатов полученных в ходе экспериментов: исследовано влияние химического и минералогического состава кварц-лейкоксенового концентрата на процессы хлорирования, изучены процессы хлорирования с варьированием различных параметров процесса, подобраны оптимальные режимы его проведения, выбрано оптимальное сырье, и составлены материальный и тепловой балансы. В главе наглядно, в виде графиков, представлены конверсия оксида титана, а также компонентов кварц-лейкоксенового концентрата в зависимости от различных параметров. Представлены многочисленные микрофотографии образцов концентрата. Приведены эскизы реакторов хлорирования с подробным описанием установки. Предложена технологическая схема и данные для проектирования опытно-промышленной установки хлорирования титансодержащего концентрата.

Недостатки работы. Существенных недостатков работа не имеет.

По рецензируемой диссертации имеются следующие замечания.

1) В работе нумерация таблиц и рисунков приведена в привязке к разделам, что не совсем удобно для поиска – возможно нумерацию следовало делать сквозной.

2) Для всех графических данных необходимо указывать доверительные интервалы значений.

3) В автореферате (стр.2) в качестве одного из пунктов научной новизны записано «впервые изучен химический и минералогический состав титановых концентратов Ярегского месторождения», при этом на странице 10 диссертации приведены данные о химическом составе кварц-лейкоксенового концентрата и ссылка на статью Авджиева Г.Р. от 1968 года.

4) Из текста автореферата и диссертации не ясно, какая часть аналитических работ была выполнена непосредственно диссертантом и где проводили эти исследования.

5) Приведенные в разделе «Обсуждение результатов» данные рентгенофазового анализа (страница 68) показывают только пики основных компонентов концентрата и никак не показывают содержания и форму

(оксидная? силикатная?) других соединений в составе концентрата, например алюминия (до 3%) и железа (до 1,6%), при этом на странице 69 диссертации записано, что «роль интерстиций (связок) между зернами выполняет алюмосиликат», на чем основано данное предположение?

6) Приведенные на рисунке 4.2 микрофотографии и спектры тяжелой фракции концентрата имеют крайне низкое качество и не позволяют определить размеры и состав пробы. Не приведены спектры и микрофотографии легкой фракции концентрата.

7) В диссертации не приведены конкретные данные о чистоте получаемого тетрахлорида титана и содержании в нем примесей.

8) В диссертации присутствуют некоторые опечатки и неточности

Данные замечания носят скорее рекомендательный характер и не уменьшают общего положительного отношения к работе.

Автореферат соответствует полному тексту диссертации.

Результаты опубликованы в 9 научных работах, в том числе 6 статьях в журналах, включенных в перечень рецензируемых научных изданий для опубликования основных научных результатов диссертации. Работа прошла апробацию на международных конференциях.

Результаты работы могут быть использованы в научных и учебных организациях, таких как ИОНХ им Н.С. Курнакова РАН, МТУ Институт тонких химических технологий им. М.В. Ломоносова и других, а также производственных предприятиях, таких как ОАО "Ярегская нефтетитановая компания", ОАО "ЯрегаРуда".

По своему содержанию диссертационная работа А.Н. Масленникова соответствует паспорту научной специальности 05.17.02 - Технология редких, рассеянных и радиоактивных элементов в части «Способы разложения сырья различных видов с переводом целевых компонентов в подвижное (удобное для дальнейшей переработки) состояние. Очистка и концентрирование рудных щелоков, газообразных и твердых продуктов разложения рудных концентратов и других видов сырья. Получение промежуточных соединений необходимой степени чистоты, гранулометрического состава и т.п. для производства металла или изделий».

Диссертационная работа Масленникова Александра Николаевича «Получение тетрахлорида титана из титанового сырья Ярегского месторождения хлорированием в кипящем слое» выполнена на высоком и современном научном уровне, она является научно-квалификационной работой, в которой содержится научно-обоснованное решение задачи получения тетрахлорида титана из титанового сырья Ярегского месторождения, имеющей существенное значение для развития технологии редких элементов в России.

По своей актуальности, научной новизне, научно-практической значимости диссертация соответствует требованиям «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденного Постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 г. № 842 (с изменениями и дополнениями), предъявляемым к диссертациям на соискание ученой степени кандидата наук. Масленников Александр Николаевич заслуживает присуждения ему искомой степени кандидата химических наук по специальности 05.17.02 – Технология редких, рассеянных и радиоактивных элементов.

Кандидат химических наук,
заведующий аналитическим
испытательным центром
Федерального государственного унитарного
предприятия «Институт химических реактивов
и особо чистых химических веществ
Национального исследовательского центра
«Курчатовский институт» В.М. Ретивов
10.01.2018г

Контактная информация:
почтовый адрес организации: 107076, г. Москва, Богородский Вал, д.3
рабочий телефон: 8(495)9637089
e-mail: vasilii_retivov@mail.ru

Подпись Ретивова Василия Михайловича удостоверяю:

Заместитель директора по науке
Федерального государственного унитарного
предприятия «Институт химических реактивов
и особо чистых химических веществ
Национального исследовательского центра
«Курчатовский институт»,
доктор технических наук Д.А. Макаренков