

УТВЕРЖДАЮ

Проректор по науке и инновациям
НИТУ МИСИС

М.Р. Филонов

«11» марта 2025г.



Отзыв ведущей организации

на диссертационную работу Смирнова Константина Игоревича
по теме «Твердофазное селективное восстановление железа в ильменитовом
концентрате с целью получения мягкого железа и концентрата диоксида титана»,
представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук
по специальности 2.6.2 – «Металлургия черных, цветных и редких металлов».

Тема комплексной переработки титансодержащих железорудных материалов является **актуальной и перспективной** для развития отечественной промышленности. В настоящее время в России наблюдается дефицит сырья для производства продукции из титана. Это связано с отсутствием технологий рациональной комплексной переработки титансодержащих руд.

Разработка и освоение таких технологий позволит обеспечить сырьём предприятия сталеплавильной, титановой, ферросплавной, лакокрасочной и химической промышленности. Это, в свою очередь, будет способствовать развитию ряда отраслей экономики и сокращению или полному исключению образования техногенных отходов.

Особое внимание следует уделить тенденциям развития пирометаллургических способов переработки титансодержащих материалов.

Одним из перспективных направлений является использование водорода как восстановителя металлов при переработке ильменитовых концентратов. Это позволит избежать образования тугоплавких карбидов титана и восстановления титана до низших оксидов. Кроме того, использование водорода как восстановителя

может стать важным шагом в разработке и освоении «зелёных» технологий в металлургии, что соответствует официальным документам, принятым правительством Российской Федерации.

Во введении обоснована актуальность темы диссертационной работы, степень разработанности проблемы, показана научная новизна, практическая значимость и достоверность результатов исследования, представлены основные научные положения, выносимые на защиту.

В первой главе проведён анализ сырьевой базы титансодержащего железорудного сырья. Показано, что существующие технологии обогащения железных руд и переработки концентратов не отвечают представлениям о рациональном природопользовании. Переработка низкотитанистых концентратов реализована по схеме «доменная печь – кислородный конвертор», но титан теряется со шлаком. Технологии переработки ильменитовых концентратов также не являются рациональными.

Основная технология нацелена на извлечение диоксида титана гидрометаллургическими методами, которые образуют малоостребованные соли железа и ванадия. При пирометаллургических методах получают ванадиевый чугун и высокотитанистый шлак, но в шлаке оставляют около 10% оксидов железа.

В результате переработки ильменитовых концентратов совместно с железом восстанавливается титан, что усложняет дальнейшую переработку шлака. С учётом мер правительства РФ по разработке «зелёных» технологий использование водорода как восстановителя металлов становится актуальным.

Использование водорода при переработке ильменита позволит исключить проблему карбидообразования титана и выявить условия для селективного восстановления железа в твёрдой фазе с сохранением титана в виде его диоксида.

Вторая глава посвящена термодинамическому моделированию процесса восстановления элементов из ильменитового концентрата с использованием углерода и водорода. При восстановлении углеродом селективное извлечение железа возможно только при температурах ниже 750 °C, однако степень металлизации железа в этом случае остается невысокой. С повышением температуры, помимо

железа, также восстанавливаются ванадий и кремний. Восстановление водородом открывает новые горизонты, позволяя достигать высоких степеней металлизации железа при более низких температурах по сравнению с карботермическим методом. Селективное извлечение железа становится возможным уже при 700 °C, а при 950 °C степень металлизации достигает 99,27%. При этом кремний и ванадий восстанавливаются в меньшей степени. Титан практически не восстанавливается в процессе восстановления водородом.

Третья глава посвящена экспериментальному изучению процесса твердофазного селективного восстановления железа из ильменитового концентрата с использованием углерода или водорода. В результате этой реакции образуются два целевых продукта — железо и диоксид титана, которые затем разделяются путем плавления. Восстановление железа с использованием водорода происходит при температуре 900 градусов. Процесс завершается за 30 минут, и железо полностью восстанавливается. В случае карботермического восстановления при той же температуре требуется более длительное время или повышение температуры для достижения полного восстановления.

Фазовые изменения, происходящие при восстановлении железа в ильмените, можно представить в виде следующей схемы. При температурах ниже 1100 градусов образуются железо и рутил. При более высоких температурах формируется соединение дититаната железа, а дальнейшее восстановление железа сопровождается восстановлением титана с образованием аносовита.

Характер выделения металлической фазы при восстановлении железа с использованием низкого парциального давления водорода отличается от того, что наблюдается при карботермическом восстановлении и восстановлении чистым водородом. Различие в характере выделения металлической фазы свидетельствует о движении катионов железа в кристаллической решетке оксида по причине образования меньшего количества восстановительных вакансий.

Суммарные затраты энергии на восстановление железа из ильменита с использованием водорода при температуре 900 градусов в 2,25 раз меньше, чем при карботермическом процессе при 1300 градусах.

В четвёртой главе рассматриваются вопросы, связанные с пирометаллургическим разделением продуктов металлизации, и предлагаются технологические решения для эффективной переработки ильменитового концентрата с целью получения мягкого железа и диоксида титана. Процесс переработки включает два этапа восстановительного обжига: при температуре 900 градусов с использованием водорода и при 1300 градусов с применением углерода. После этого продукты обжига подвергаются пирометаллургическому разделению в графитовом тигле, защищённым молибденовой пластиной. В результате разделения получается два продукта: металл, содержащий только железо, и шлак, включающий примеси пустой породы. В металле, полученном после водородного восстановления, ванадий не обнаруживается, что свидетельствует о селективном восстановлении только железа. Для металлизации железа рекомендуется использовать чистый водород или его смесь с инертным газом. Пирометаллургическое разделение целесообразно осуществлять в плазменных печах с контролируемой атмосферой. Предлагаемая схема позволяет получать мягкое железо и диоксид титана из ильменита без предварительного окускования концентрата. Это, в свою очередь, снижает затраты энергии на процесс восстановления и способствует организации производства, не связанного с выбросами парниковых газов.

Автором диссертационной работы получены следующие **новые научные результаты:**

1. Обоснована эффективность селективного твердофазного восстановления железа в кристаллической решётке ильменита водородом, что позволяет получать мягкое железо и концентрат диоксида титана.
2. Показано, что место выделения металлической фазы (внутри кусков комплексного оксида или на поверхности) определяется различием в скорости движения анионных вакансий и ионов кислорода и железа сквозь кристаллическую решётку оксида.
3. Установлено, что дититанат железа $\text{FeO}\cdot2\text{TiO}_2$ является не промежуточным продуктом реакции восстановления, а продуктом растворения образованного

при восстановлении рутила с ильменитом, не вступившим в реакцию восстановления.

4. Выявлены условия жидкофазного разделения продуктов восстановительного обжига, что позволяет получать мягкое железо и концентрат диоксида титана.

Обоснованность научных положений, достоверность результатов и выводов диссертации подтверждается использованием современных методов анализа и программного обеспечения с привлечением точного лабораторного оборудования и цифровой техники, обеспечивают корректность представленных результатов.

Практическая ценность и значимость результатов диссертации:

Практическая значимость работы заключается в создании новой технологии переработки ильменитового концентрата. Эта технология позволяет получать мягкое железо и концентрат диоксида титана с высокой скоростью и энергетической эффективностью. Суть технологии заключается в селективном восстановлении железа из ильменитового концентрата с помощью водорода. Это исключает образование тугоплавких карбидов титана и восстановление титана до низших оксидов. В результате получается мягкое железо, пригодное для производства качественной металлопродукции, и концентрат диоксида титана, который можно использовать для изготовления пигментного диоксида титана. Кроме того, разработанная технология снижает затраты энергии на восстановление железа из ильменита по сравнению с восстановлением с помощью углерода. Это делает новую технологию более эффективной и экономически выгодной. Результаты работы были оформлены в виде патента на изобретение, что подтверждает их новизну и практическую значимость.

Основные положения и результаты работы опубликованы в 11 научных работах, в том числе 4 — в изданиях, рекомендованных ВАК РФ, 2 — в изданиях, входящих в наукометрические базы Scopus, 5 статей в других журналах и сборниках научных трудов, 1 патент на изобретение.

По диссертационной работе имеются следующие **замечания и вопросы:**

Замечания:

1. Термодинамический расчёт показывает, что степень восстановления кремния около 80%. В реальном металле кремний не обнаружен. Чем это объясняется?
2. В работе неоднократно приводится утверждение, что анасовит это нежелательная фаза. В чём состоит отрицательное влияние этой фазы?
3. Как будет обеспечиваться шлакоустойчивость футеровки плазменной печи для разделительной плавки?

Сделанные замечания носят дискуссионный характер и не снижают общей положительной оценки диссертации.

Заключение:

Диссертация является завершенной научно-квалификационной работой, выполненной на актуальную тему, обладающей внутренним единством, в которой на основании проведенных автором исследований изложены новые научно обоснованные технические и технологические решения, внедрение которых внесёт значительный вклад в развитие экономики страны. Научные и прикладные результаты диссертации могут быть рекомендованы для внедрения на металлургических предприятиях.

Диссертация соответствует требованиям п. 9-14 «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденного постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 г. № 842, а ее автор Смирнов Константин Игоревич заслуживает присуждения ему ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.2 – металлургия черных, цветных и редких металлов.

Представленная работа обсуждена на заседании кафедры металлургии стали, новых производственных технологий и защиты металлов Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС»

(НИТУ МИСИС), протокол № 6 от 11 марта 2025 г. и получила положительную оценку.

За предложенное заключение участники НТС проголосовали единогласно.

Заведующий кафедрой металлургии
стали, новых производственных
технологий и защиты металлов
доктор технических наук (05.16.02 – Металлургия
черных, цветных и редких металлов), профессор

Дуб Алексей Владимирович

Подпись профессора А.В. Дуба удостоверяю

Подпись
заверяю
Вам начальника
отдела кадров

Руба А.В.

Кузнецова А.Е.

Сведения о ведущей организации:
Наименование организации:

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС». Сокращенное наименование организации в соответствии с уставом: НИТУ МИСИС.

Почтовый индекс, адрес организации: 119049, Москва, Ленинский пр-кт, д. 4, стр. 1.

Телефон: +7 (495) 955-00-32

Адрес электронной почты: kancela@misis.ru

Официальный сайт: <https://misis.ru/>

Дуб Алексей Владимирович

Телефон: +7 495 675-83-02

Адрес электронной почты: Dub.av@misis.ru

Я, Дуб Алексей Владимирович, автор отзыва, даю свое согласие на включение своих персональных данных в документы, связанные с работой диссертационного совета, и их дальнейшую обработку.

11 марта .2025 г.