

«УТВЕРЖДАЮ»

Генеральный директор

АО «НПО «ЦНИИТМАШ»



В.В. Орлов

2018 г.

ОТЗЫВ ВЕДУЩЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ

На диссертационную работу Бут Екатерины Александровны на тему «Исследование карботермического твердожидкофазного восстановления окисленной никелевой руды с целью производства ферроникеля в непрерывном кислородном реакторе», представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.02 – «Металлургия черных, цветных и редких металлов»

На данный момент в мире наблюдается сложная ситуация в ферроникелевом производстве: запасы богатых никелевых руд заканчиваются, одновременно ужесточаются экологические требования и нормативы на разработку месторождений, а стоимость электроэнергии ежегодно возрастает. Все это, в сочетании с падением рыночной цены на никель, сделало экономически нецелесообразным производство ферроникеля из бедных (менее 1 % Ni) окисленных руд по классическим технологиям. Это привело к остановке производства ферроникеля на ведущих ферросплавных предприятиях РФ - «ЮУНК», «УфалейНикель», «РежНикель», «БМЗ».

Вместе с тем, в последнее время все большую популярность получают одностадийные процессы выплавки ферросплавов и чугуна, такие как ITmk3 и кислородный реактор, использующие рудоугольные брикеты, что позволяет вовлечь в производство руду мелких классов, пыль и другие отходы металлургического производства. Такие технологии экономически выгоднее классических схем производства. Поэтому изучение механизма карботермического твердожидкофазного восстановления никеля в рудоугольном брикете является очень актуальным и перспективным направлением исследований.

В соответствии с выше сказанным работу Бут Екатерины Александровны следует считать актуальной, так как она посвящена решению важных для промышленности проблем, а именно исследованию карботермического твердожидкофазного восстановления окисленной никелевой руды в агрегате нового типа – непрерывном

кислородном реакторе.

Содержание диссертационной работы.

Во введении обоснована актуальность исследуемых проблем, представлены цель и задачи работы, ее научная новизна и практическая значимость, основные положения, выносимые на защиту.

В первой главе приведен аналитический обзор существующих пирометаллургических способов переработки ОНР и одностадийных технологий переработки бедных руд, такие как ITmk3 и Кислородный реактор, работающие на брикетах.

Выполненный анализ литературных данных обосновывает необходимость разработки новой перспективной адаптивной технологии для переработки бедной окисленной никелевой руды с прямым получением ферроникеля.

Во второй главе автор описывает разработанную методику изучения кинетики карботермического восстановления методом «большого» образца в условиях непрерывного кислородного реактора.

Описана методика проведения горячего моделирования промышленного процесса карботермического восстановления рудоугольных брикетов с использованием газовой хроматографии на базе электропечи сопротивления СШВЭ 1.2.5/25 с графитовым нагревателем.

Экспериментально установлено, что температура образца массой порядка 30 г (брикет промышленного размера) при его сбросе в печь всегда меняется по одному и тому же логарифмическому закону.

Представлено подробное описание методики обработки экспериментальных данных, полученных с помощью газохроматографического анализа и анализа полученного металла, с целью определения основных кинетических параметров твердожидкофазного процесса восстановления – кажущаяся энергия активации ($E_{акт}$), порядок реакции (n), лимитирующая стадия процесса, полное время восстановления, температура процесса, скорость восстановления и степень восстановления.

В третьей главе описываются результаты исследования кинетики твердожидкофазного карботермического восстановления бедной окисленной никелевой руды.

Приведены количественные зависимости концентрации ведущих элементов (никель и железо) в полученном металле и степень их восстановления от типа и содержания восстановителя в исходном рудоугольном брикете.

Приведены результаты расчета кинетических характеристик для каждого вида рудоугольного брикета ($E_{акт}$ изменяется в пределах 200 – 600 кДж/моль), определен

порядок реакции - установлено, что n изменяется в диапазоне 1,5 – 2, это позволило предположить, что процесс восстановления протекает в смешанном режиме с одновременным лимитированием внутренним массопереносом и химической реакцией.

В ходе экспериментов был определен лучший тип восстановителя и концентрация его в исходном рудугольном брикете (по составу и форме конечного металла) – полукокс, который в дальнейшем является одним из конечных продуктов промышленного процесса.

Определены оптимальные условия карботермического восстановления в непрерывном кислородном реакторе: брикет с содержанием 5 % полукокса при температуре процесса 1500 °С и времени выдержки 10 – 12 минут, такие условия позволяют получить металл с концентрацией никеля 12 % при степени извлечения более 98 %, тем самым обеспечивая высокую производительность технологии.

Четвертая глава посвящена исследованию пригодности твердожидкофазного процесса в условиях непрерывного кислородного реактора для переработки никельсодержащих отходов гальванического производства.

Описаны методика проведения и результаты исследований. Установлено, что степень извлечения никеля и железа из гальваношламов составляет не менее 98 %, что делает данный процесс пригодным для переработки никельсодержащих отходов производства.

В пятой главе описывается новый перспективный способ переработки окисленных никелевых руд в непрерывном кислородном реакторе. Описана методика расчета технико-экономических параметров процесса – укрупненный материальный и тепловой балансы.

Приведены результаты опытно-промышленного испытания по производству ферроникеля из окисленной никелевой руды Буруктальского месторождения в условиях непрерывного кислородного реактора на ЗАО «Камышинский литейно – ферросплавный завод» (КЛФЗ), что подтверждается актом опытно-промышленного опробования в 2016 году.

Результаты промышленного опробования нового способа показали, что технология пригодна для переработки бедных окисленных никелевых руд.

В результате проведенных исследований автором диссертационной работы Бут Е.А. сформулированы следующие положения, обладающие признаками **научной новизны**:

- установлено, что реакция карботермического восстановления бедной окисленной никелевой руды контролируется внутренним массопереносом и химической реакцией, т.е. протекает в смешанном режиме. При использовании угля и полукокса в качестве восстановителя найденный порядок реакции (n) варьируется в пределах от 1 до 2, а энергия активации ($E_{\text{акт}}$) от 300 до 1000 кДж/моль;

- установлено, что скорость изменения температуры образца (массой 30 г) от времени изменяется по логарифмическому закону, это позволило разработать новую методику определения кинетических характеристик процесса твёрдожидкофазного восстановления рудугольных брикетов для образцов промышленного масштаба - метод "большого" образца, что является главным отличием методики. При допущении образования только монооксида углерода в результате восстановительных процессов методика позволяет определить полное время восстановления, скорость и степень восстановления, кинетические константы процесса (энергия активации, порядок реакции, лимитирующая стадия). Адекватность методики подтверждается совпадением измеренной степени восстановления со степенью восстановления, определённой по химическому составу получаемых металла и шлака;

- разработан алгоритм расчета материально-теплового баланса для процесса плавки в двух зонном непрерывном кислородном реакторе, заключающийся в предварительном расчёте материального и теплового балансов 2-й зоны при постулировании расхода тепловыделяющих компонентов шихты, последующем сведении теплового баланса зоны предварительного нагрева и восстановительной зоны и окончательного расчёта сводного материального баланса процесса. Обоснованность научных результатов не вызывает сомнений, так как они получены с использованием современных теоретических представлений о процессах рафинирования и модифицирования стали и основаны на анализе и использовании большого массива данных термодинамических расчетов и экспериментальных исследований, в том числе выполненных автором диссертационной работы самостоятельно.

Практическая значимость диссертационной работы:

- разработанная методика контроля кинетических параметров процесса восстановления рудугольных никельсодержащих брикетов может быть использована и для других ферросплавообразующих элементов;

- для случая окисленной никелевой руды и никельсодержащих окисленных отходов найдены условия, обеспечивающие наименьшее время восстановления менее 12 минут при степени извлечения никеля из сырья более 98 %. Оптимальным является применение в качестве восстановителя полукокса в количестве 5 % от массы брикета, что обеспечивает получение металла с 10 % и более никеля;

- предложено усовершенствование внедоменного процесса - плавки в кислородном реакторе, заключающееся в проведении процесса восстановления рудугольных брикетов на подвижной "непроницаемой" углеродистой насадке. Это обеспечивает автоматическое поддержание уровня засыпи на постоянном уровне, а выделение летучих угля даёт недостающее количество тепла для протекания процесса в целом.

Достоверность результатов: базируется на использовании современного оборудования и установок, использовании новых баз данных, совпадением результатов опытов, проведённых по разным экспериментальным методикам, и подтверждением теоретических и лабораторных данных опытно-промышленными испытаниями.

По диссертационной работе имеются следующие **замечания**:

1. Не достаточно подробно описаны использованные методы планирования эксперимента.
2. На графиках (Рисунок 29 и Рисунок 31) встречаются степени извлечения более 100%, рекомендуется нормировать значения по максимальному показателю.
3. Не приведено соответствие получаемого ферроникеля существующей нормативной документации.

В качестве пожелания рекомендуется предложить промышленную схему (алгоритм) технологического процесса восстановления бедных руд или техногенного сырья на основании обобщения рекомендаций, полученных в диссертации.

Диссертационная работа написана технически грамотным языком и наглядно оформлена в соответствии с действующими нормативами. Автореферат диссертации полностью соответствует ее содержанию. Диссертационная работа состоит из введения, пяти глав, заключения и 2 приложений. Диссертация изложена на 126 страницах машинописного текста, содержит 39 рисунков, 20 таблиц, 13 формул, список использованных источников включает 113 наименований отечественных и зарубежных авторов. Основные результаты диссертационной работы опубликованы в 2 печатных работах в рецензируемых научных журналах, рекомендованных ВАК для публикации материалов диссертационных работ, и достаточно полно отражают основное содержание диссертации.

Заключение

Представленная диссертация является законченной научно-квалификационной работой, выполненной на актуальную тему и обладающей внутренним единством, и соответствует специальности 05.16.02 – «Металлургия черных, цветных и редких металлов».

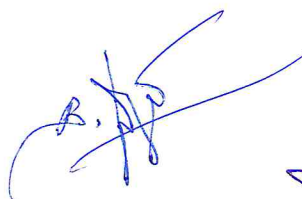
Диссертационная работа Бут Екатерины Александровны отвечает требованиям ВАК РФ в части п.9 Положения о присуждении ученых степеней (утвержденного Постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 г. № 842), в которой содержится решение задач, имеющих большое значение для ферросплавной промышленности, а именно: установлены кинетические параметры твердожидкофазного

карботермического восстановления окисленной никелевой руды, определены оптимальные условия восстановления в агрегате нового типа – непрерывный кислородный реактор, обеспечивающие получение ферроникеля содержащего 10 % никеля за 12 минут при степени извлечения никеля из руды 98 %; разработан новый способ переработки руд и отходов, непрерывный кислородный реактор, в виде ноу-хау.

Считаем, что диссертационная работа Бут Екатерины Александровны «Исследование карботермического твердожидкофазного восстановления окисленной никелевой руды с целью производства ферроникеля в непрерывном кислородном реакторе» заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.02 – «Металлургия черных, цветных и редких металлов».

Доклад по диссертационной работе заслушан и обсужден на НТС ИМиМ АО «НПО «ЦНИИТМАШ». За предложенное заключение проголосовали единогласно. Протокол № 3 от 29.03.2018 г.

Председатель НТС ИМиМ,
Д.т.н., проф.



В.С. Дуб

Ученый секретарь НТС ИМиМ



Д.С. Толстых

Подписи В.С. Дуба, Д.С. Толстых заверяю

Ученый секретарь АО «НПО «ЦНИИТМАШ»



М.А. Бараненко

**Государственный научный центр Российской Федерации Акционерное общество
«Научно-производственное объединение «Центральный научно-исследовательский
институт технологии машиностроения»**

(ГНЦ РФ АО «НПО «ЦНИИТМАШ»)

Россия, 115088, г. Москва, ул. Шарикоподшипниковская, д.4

Тел.: +7(495)675-83-02, e-mail: cniitmash@cniitmash.ru

Web-сайт: <http://www.cniitmash.ru>

07.05.2018г.

212.132.02

