

## ОТЗЫВ

об автореферате и диссертации И.А. Перовского «Титаносиликаты из лейкоксеновых руд Ярегского месторождения: получение, свойства, применение», представленной на соискание ученой степени кандидата геолого-минералогических наук по специальности 25.00.05 – минералогия, кристаллография.

Диссертация Игоря Андреевича Перовского посвящена проблеме промышленной переработки (фторидным способом) и использованию отходов обогащения, а именно, отходов обескремнивания нестандартных труднообогатимых лейкоксеновых руд Ярегского нефте-титанового месторождения.

Так как хлорировать лейкоксен напрямую невозможно, ввиду того что реакция хлорирования двух составных фаз лейкоксена (кварца и рутила) проходит при разных температурах. Проблема переработки нестандартного сырья стоит со времен открытия этого гигантского месторождения с середины прошлого века, с тех пор прошло почти 70 лет. Решением проблемы занимались научные коллективы многих организаций, обзор которых содержится в диссертации автора. К сожалению, проблема до сих пор не решена, не удалось это сделать и диссертанту. Представляется, что нефте-титановые руды Ярегского месторождения в ближайшие годы так и не будут вовлечены в промышленную переработку. Это связано с объективными причинами: 1. Дорогостоящая шахтная подземная добыча с закладкой выработанного пространства; 2. Сложнейшая гидрогеологическая обстановка (семь водоносных горизонтов – необходима постоянная крупнообъемная откачка подземных вод и их утилизация); 3. Сжигание в промышленных масштабах остатков нефти во флотационных концентратах лейкоксеновых руд, где даже после тщательной экстракции керосином остается 3–5 об.% нефти, её сжигание вызовет экологическую катастрофу, из-за присутствия в нефти фенолов и других ядовитых веществ. Даже после обжига сохраняется малая часть органики, которая в процессе хлорирования превратится в боевое отравляющее вещество – фосген. Автор диссертации предлагает еще один устрашающий фактор – автоклавную обработку концентратов фтористым аммонием ( $\text{NH}_4\text{HF}_2$ ) для их обескремнивания. Дорогостоящего реагента (20 тыс. руб/т) потребуется в 1,5 раза больше, чем лейкоксена, а значит его нужно вести издалека из районов производства железнодорожными составами. Утечка даже небольшого количества (0,1 об.%) фтористых соединений, а это возможно в крупном промышленном производстве, вызовет необратимую экологическую катастрофу. Все это недопустимо в районах Крайнего Севера.

К счастью севернее на Среднем Тимане в 230 км от Ярегского месторождения открыто и поставлено на баланс РФ Пижемское комплексное титановое месторождение, запасы и ресурсы которого сопоставимы с Ярегским. Только поставленных на баланс титановых руд Пижемского месторождения хватит на 66 лет активной добычи (в объеме 5 млн. т в год). Отрабатываться месторождение будет открытым карьерным способом, благоприятна гидрогеологическая обстановка, перекрывающие кварцевые песчаники стекольного качества, будут вовлечены в опережающую переработку. В средствах массовой информации прошло сообщение («Коминформ»), что между Правительством Республике Коми и ГК РУСТИТАН в 2020 г. подписано соглашение о строительстве вертикально-интегрированного Гидрометаллургического комбината в Ухтинском районе для переработки комплексных титановых руд Пижемского месторождения. За основу была принята экологически чистая технология, разработанная Институтом металлургии и

материаловедения (ИМЕТ РАН). Для обескремнивания лейкоксена и псевдорутила будет использована технология автоклавного передела с использованием известкового молочка  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ . В этом случае попутно будет производиться еще один ценный товарный продукт – волластонит, в который будет связываться кварц из лейкоксена. Сырьём для получения негашеной извести ( $\text{CaO}$ ) послужит крупное (известное в Ухтинском районе) Бельгопское месторождение известняка. Эта технология известна диссертанту (стр. 27 диссертации). Она разработана на лейкоксеновых рудах Ярегского месторождения (2006–2011 гг.) в ИМЕТ РАН, и подтверждена на рудах Пижемского месторождения – Г.Б.Садыховым, К.Г.Анисоняном и Ю.В.Заблоцкой (2019–2020 гг.). Экономические расчеты показали, что именно экологически чистая технология ИМЕТ РАН по обескремниванию лейкоксена и псевдорутила даст наибольший эффект при отработке титановых месторождений Тимана.

Таким образом, фторидная технология уже отвергнута и не будет использоваться для переработки Ярегских лейкоксеновых руд, и в тоже время ярегские концентраты могут перерабатываться на проектируемом Гидрометаллургическом комбинате в Ухтинском районе по технологии ИМЕТ РАН (здесь будут перерабатываться вначале пижемские, а в дальнейшем и ярегские лейкоксеновые концентраты). Так как обескремнивание лейкоксеновых концентратов ярегских руд в промышленном масштабе по фторидной технологии производиться не будет, то не будут получены и отходы для промышленного синтеза титаносиликатов, а значит, пробирочные опыты по их синтезу проведенные И.А.Перовским не имеют практического значения, а только чисто теоретическое.

Рассмотрим новизну разработки фторидной технологии обескремнивания лейкоксеновых руд и синтеза титаносиликатов, как перспективных сорбентов.

АО РУСТИТАН по договору с АО «ГИРЕДМЕТ» (Договор №9-000-1-1-1 апрель 2009 г.) заказал разработку технологии обескремнивания псевдорутиловых и лейкоксеновых концентратов Пижемского месторождения. И такая фторидная технология была разработана. Представлен научный отчет авторы - Л.Б.Чистов, В.Е.Охрименко, В.И.Михейкин, А.К.Ильин и др. по теме: «Разработка технологии селективного удаления кварца из кремний-титановых концентратов Пижемского месторождения методами химического обогащения», 2010 г. Отчет содержит все параметры процесса обескремнивания пижемских концентратов по фторидному способу, получен искусственный рutil с содержанием 85–86%  $\text{TiO}_2$ , 0.5–1.0%  $\text{SiO}_2$  примеси  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (5.08),  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  (3.08), а также получен товарный псевдорутиловый продукт содержащий 61.6%  $\text{TiO}_2$  и 28.35 %  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  эти продукты пригодны для дальнейшей переработки известным хлорным способом. Авторы отчета привели все те же реакции, способы дезинтеграции лейкоксенового концентрата, химические составы и свойства обескремненных продуктов, рекомендовали промышленные установки для реализации процесса в необходимых промышленных масштабах. В свою очередь научный коллектив АО «ГИРЕДМЕТ», решая проблему обескремнивания пижемских титановых концентратов, основывался на собственных запатентованных решениях, выполненных ранее на материале, предоставленном им по договору на лейкоксене Ярегского месторождения. Ниже приводятся ссылки на эти патенты:

Способ переработки титансодержащего минерального сырья. Патент РФ № 2136771, 1999 г.;

Способ получения искусственного рутила из лейкоксенового концентрата. Патент РФ, № 2216517, 2003 г.;

Способ переработки титан-кремний содержащих концентратов. Патент РФ № 22550926, 2005 г.

Таким образом, запатентованная технология фторидного обескремнивания ярегского лейкоксена (патентодержатель АО «ГИРЕДМЕТ») существует уже около 20 лет. И её

новая разработка не актуальна, и постановки этих работ в ИГ Коми НЦ УрО РАН не требовалось. Пробирочные эксперименты И.А.Перовского это бесполезный полный её повтор без всякого дополнительного эффекта.

Также не актуальны работы по разработке новых способов синтеза ситинакита, поскольку эта технология уже запатентована в США и других странах, им присвоены собственные названия и индексы в базах данных, запатентованы и полезные свойства титаносиликатов как сорбентов ионообменного типа. Надо сказать, что этот факт известен диссертанту, это следует из его подробного литературного обзора (стр. 36-37 диссертации). Напрашивается печальный вывод, что первое и третье защищаемые положения диссертации не обладают научной новизной и практической значимостью, поскольку уже разработаны ранее и не могут быть получены из ярегского лейкоксена.

#### **Есть существенные замечания по тексту.**

- 1) в диссертации (стр. 77-79, таблицы 3.8 и 3.9, рис. 3.23) неубедительно рассчитан фазовый минеральный состав продуктов обескремнивания лейкоксена по рентгенограммам. Куда делись Al-содержащие глинистые фазы? В концентратах и продуктах обескремнивания, согласно приведенному химическому составу, должны находиться каолинит, мусковит, хлорит или продукты их преобразования. Их количество должно быть согласно пересчету химического состава более 10-15%.
- 2) Откуда может взяться повышенная точность определения минеральных фаз по рентгенограммам (даже с использованием зарубежных программ без линейки собственных эталонных смесей) до десятых долей процента (табл. 3.9)? Известно, что рентгенофазовый метод не может дать точность фазового анализа лучше 5 отн.%. Здесь могла бы помочь ИК-спектроскопия.
- 3) Осталась непонятной роль автора в изучении сорбции радионуклеидов  $^{238}\text{U}$ ,  $^{232}\text{Th}$ ,  $^{226}\text{Ra}$  на ситинаките раздел 6.3 диссертации (стр. 118-120). Проводились ли эти исследования в ИГ Коми НЦ УрО РАН или это литературные данные?

Основными достижениями автора остаются пробирочные эксперименты по синтезу титаносиликатов, изучение поверхностных свойств и морфологии полученных продуктов методом АСТ, проведение собственных экспериментов по выявлению их сорбционных свойств. По формальным признакам названию работы, её целям и задачам, все три защищаемых положения диссертация не соответствует специальности 25.00.05 – минералогия, кристаллография, поскольку все направлено на синтез искусственных титаносиликатов (не существующих в Ярегском месторождении), изучение их морфологии и сорбционных свойств. Для этого изучена одна частная (без привязки) проба лейкоксена, проведено её обескремнивание по известному ранее фторидному способу. Из остатков материала обескремнивания синтезированы три вида титаносиликатов.

Диссертационная работа заявлена по специальности 25.00.05 – минералогия, кристаллография. Однако формально полученные результаты – попытка разработки «новой» фторидной технологии обескремнивания ярегского лейкоксена (~1/3 объёма диссертации) и эксперименты по синтезу титаносиликатов и исследование их сорбционных свойств (~1/3 объёма диссертации), скорее всего, относятся к специальности «неорганическая химия» или «металлургия черных, цветных и редких металлов» (см. приложение). Остальная часть диссертации обзор технологических решений, геологического строения и минералогических особенностей Ярегского месторождения сделаны на основе литературных источников, собственных минералогических исследований ярегского лейкоксена ничтожно мало – шесть страниц (51-57) диссертации.

Результаты исследований И.А. Перовского опубликованы в 29 авторских работах, в том числе, в 10 статьях в 1 зарубежном и 6 российских журналах, рекомендуемых ВАКом для опубликования материалов диссертаций, а также обсуждались на многочисленных научных совещаниях и конференциях, а значит, известны широкой научной общественности. Тематика этих сообщений в основном посвящена искусственным соединениям, а это не относится к области «минералогия». Удивительно, что до сих пор никто не обратил внимания И.А. Перовского на отсутствие научной новизны в части этих исследований.

Текст автореферата и диссертации написан ясно и доходчиво, сопровождается хорошо выполненными таблицами и рисунками, подтверждающими полученные автором материалы и результаты, хотя и содержит многочисленные опечатки. Содержание автореферата соответствует диссертации.

Диссертация «Титаносиликаты из лейкоксеновых руд Ярегского месторождения: получение, свойства, применение» **не** отвечает требованиям положения ВАК, предъявляемым к кандидатским диссертациям, в части научной новизны и практической значимости, и не соответствует специальности 25.00.05 – минералогия, кристаллография.

Макеев Александр Борисович

Доктор геолого-минералогических наук

Профессор по специальности минералогия и кристаллография

Ведущий научный сотрудник

Лаборатории Геологии рудных месторождений

ФГБУН Института геологии рудных месторождений, петрографии, минералогии и геохимии РАН

Адрес: 119017, г. Москва, Старомонетный пер. 35

www.igem.ru

Email: abmakeev@mail.ru

раб. тел.: 8(499) 2308402

По совместительству – Главный геолог АО «РУСТИТАН»

Я, Макеев Александр Борисович, даю согласие на включение моих персональных данных в документы, связанные с работой диссертационного совета и их дальнейшую обработку.

18 января 2021 г.

Подпись руки *Макеева А.Б.*  
удостоверяется.  
Копия общего отдела Федерального государственного  
научного учреждения науки Института геологии рудных  
месторождений, петрографии, минералогии и геохимии  
Российской академии наук МИНОБРНАУКИ России



## Приложение

Прецеденты подобных исследований лейкоксеновых концентратов Ярегского месторождения – патенты и защищенные диссертации по другим отраслям знаний (химические науки, технические науки)

Масленников А.Н. «Получение тетрахлорида титана из титанового сырья Ярегского месторождения хлорированием в кипящем слое». Диссертация на соискание ученой степени кандидата химических наук. Специальность: 05.17.02 - Технология редких, рассеянных и радиоактивных элементов. Москва, 2017, 136 с. Изучена возможность напрямую хлорировать ярегский лейкоксен без предварительного его обескремнивания.

Заблоцкая Ю.В. Автоклавное обескремнивание лейкоксенового концентрата гидроксидом кальция с получением искусственного рутила: Диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук, Специальность 05.16.02 – Metallургия черных, цветных и редких металлов. Москва, 2014. 136 с.

Анисонян К. Г. Физико-химические основы магнетизирующего обжига лейкоксеновых руд и концентратов для разделения лейкоксена и кварца магнитной сепарацией. Диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук. Специальность 05.16.02 – Metallургия черных, цветных и редких металлов; Специальность 05.17.11 – Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов. Москва, 2014. 142 с.

Пат. 2216517 Российская Федерация, МПК7 С 01 G 23/047, С 22 В 3/04. Способ получения искусственного рутила из лейкоксенового концентрата / Г.Б. Садыков, И.М. Зеленова, В.К. Баканов и др.; патентообладатели Г.Б.Садыков, И.М. Зеленова, В.К. Баканов. – заявка от 15.07.2002; опубл. 20.11.2003.

Пат. № 2390572, Российская Федерация, МПК С22В34/12, С22В1/02, С22В3/04. Способ переработки кварц-лейкоксеновых концентратов / Чистов Л.Б., Охрименко В.Е., Выговский Е.В., Патентообладатель ООО "Гирмет". – № 2008145404/02, заявл. 19.11.2008, опубл. 27.05.2010.

Пат. 2262544, Российская Федерация, МПК С22В34/12, С22В3/06. Способ переработки кварц-лейкоксенового концентрата / Федун М.П., Баканов В.К., Пастихин В.В., Чистов Л.Б. и др. Патентообладатель: Федун М. П., Баканов В.К., Пастихин В.В., Чистов Л.Б. и др. – № 2004115726/02, заявл. 26.05.2004, опубл. 20.10.2005.