

УТВЕРЖДАЮ:

Генеральный директор ФГБУ «ВИМС»,
доктор геолого-минералогических наук,
профессор


Г.А. Машковцев


"08" ноября 2016 г.

ОТЗЫВ

**Ведущей организации о диссертации Валеева Дмитрия Вадимовича
(ФГБУ «ИМЕТ им. А.А. Байкова» РАН) на тему «Физико-химические
основы получения глинозема и смешанных коагулянтов из бемит-
каолинитовых бокситов солянокислотным автоклавным
выщелачиванием», представленной на соискание учёной степени
кандидата технических наук по специальности
05.16.02 - «Металлургия черных, цветных и редких металлов».**

Диссертация Валеева Д.В. посвящена актуальному направлению развития металлургии алюминия и представляет существенный интерес с позиций расширения минерально-сырьевой базы производства металлургического глинозёма для дальнейшего использования в процессе электролиза и смешанных коагулянтов для очистки питьевых и сточных вод. Диссертантом для решения этой задачи рассматривается возможность использования бемит-каолинитовых бокситов Североонежского месторождения (Архангельская область), являющегося одним из крупнейших месторождений бокситов России.

На основе полученных экспериментальных данных в диссертации представлена технологическая схема переработки бемит-каолинитовых бокситов с получением глинозема и смешанных коагулянтов, являющаяся экологически чистой и замкнутой по соляной кислоте. Следует отметить, что попутное получение в данной схеме смешанных коагулянтов является положительным моментом, поскольку данный реагент способен

работать в широком диапазоне температур и не теряет своих свойств до $-22\text{ }^{\circ}\text{C}$, что является положительным качеством, так как традиционный для России коагулянт — сульфат алюминия в холодное время года и в паводковые периоды работает недостаточно эффективно, особенно по такому показателю, как остаточный алюминий.

Научную новизну диссертационной работы определяют следующие результаты исследования: разработка нового процесса автоклавного выщелачивания бемит-каолиновых бокситов в условиях высоких температур и концентрации соляной кислоты, позволяющего перевести алюминий и железо в раствор, при сохранении диоксида кремния в твердом остатке, создание компьютерной модели, позволяющей моделировать процесс получения смешанных коагулянтов с заданными показателями кислотности растворов и содержания алюминия, установление оптимальных параметров обжига гексагидрата хлорида алюминия с получением порошка оксида алюминия, соответствующего по физическим и химическим свойствам требованиям отечественных алюминиевых комбинатов.

Новизна технических решений, предложенных соискателем, подтверждена 1 патентом РФ.

Сформулированные автором диссертационной работы научные положения и выводы основываются на достаточном объеме экспериментальных данными, хорошо согласуются с литературным и теоретическим материалом. **Достоверность** полученных результатов при исследованиях обеспечена применением современных методов физико-химического анализа. Выводы соответствуют поставленным задачам.

Практическая значимость результатов исследования заключается в том, что разработанный процесс автоклавного выщелачивания бемит-каолинового боксита соляной кислотой позволяет повысить степень извлечения алюминия в раствор по сравнению атмосферным выщелачиванием. Важно, что процесс реализован без предварительного обжига руды.

Другим важным результатом является установление оптимальных технологических параметров процессов высаливания и термогидролиза для получения оксида алюминия, соответствующего по качеству ГОСТ 30558-98 «Глинозем металлургический». Реализация данного способа на практике позволит решить проблему получения глинозема из нетрадиционного отечественного сырья и организовать производство металлургического глинозема, конкурентоспособного на мировом рынке.

Диссертация состоит из введения, четырех глав, выводов, списка литературы из 196 наименований и приложения. Объем диссертации составляет 143 страницы, 50 рисунков и 17 таблиц.

Во **введении** сформулированы цель и задачи работы, охарактеризованы научная новизна и практическая значимость полученных результатов, сформулированы выносимые на защиту научные положения, отмечен личный вклад авторы и приведены данные об апробации работы.

В **первой главе** автором представлен анализ научно-технической литературы по теме исследований, в котором рассмотрены разрабатываемые в настоящее время альтернативные щелочным способам Байера и спекания подходы, связанные с переработкой нетрадиционного высококремнистого алюмосодержащего сырья. Детально рассмотрено вскрытие алюмосодержащего сырья с помощью гидросульфата аммония, серной, азотной и соляной кислотами фторидным способом. На основании критического анализа существующих материалов обоснованы актуальность диссертационной работы, цель и задачи научных исследований.

Вторая глава диссертации посвящена экспериментальной оценке исследований и анализу исходных материалов и получаемых продуктов. Описаны методики обжига руды, атмосферного и автоклавного выщелачивания, высаливания и термогидролиза.

В **главе 3** изложены результаты физико-химического исследования процессов, протекающих при взаимодействии боксита с соляной кислотой в атмосферных и автоклавных условиях. Изучено влияние предварительного обжига североонежских бокситов на увеличение степени извлечения алюминия в раствор. Установлено изменение фазового состава боксита при обжиге, которое протекает в 2 стадии, в результате которого образуются хорошо растворимые в HCl фазы — $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ и метакаолинит. Исследовано автоклавное выщелачивание боксита в соляной кислоте и определены оптимальные условия. Показано, что скорость процесса лимитируется растворением каолинита, как самого упорного минерала. Установлено наличие на поверхности частиц боксита твердых пленок оксида кремния, которые блокируют диффузию соляной кислоты в зону реакции. Это тормозит скорость растворения и приводит к недоизвлечению алюминия в раствор. Методом физико-химического моделирования исследована растворимость минералов алюминия в солянокислотных растворах при 25 °С. Определены основные формы алюминия в растворе. Разработана двухрезервуарная модель, позволяющая корректировать кислотность растворов в интервале значений pH = 2,2–3,6.

Глава 4 посвящена выделению гексагидрата хлорида алюминия из солянокислых растворов методом высаливания с последующим термогидролизом образовавшихся кристаллов и определением основных физических свойств получившегося порошка оксида алюминия. Исследовано влияние температуры солянокислотного раствора в процессе высаливания на содержание примесных металлов в гексагидрате хлорида алюминия.

Определен средний размер кристаллов и предложен органический реагент для промывки $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, установлен температурный диапазон удаления воды и Cl^- -иона из гексагидрата хлорида алюминия в процессе термогидролиза. Изучено влияние температуры обжига на фазовый состав и на основные характеристики дисперсности и пористости глинозема (удельная поверхность, пористость, средний размер частиц). Повышение температуры обжига с 900 до 1100 °С приводит к увеличению содержания $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, что приводит к снижению удельной поверхности частиц. Установлено, что требуемые свойства порошка достигаются при $t = 900$ °С и двухчасовой выдержке.

Таким образом, на основании проведенных исследований автором диссертации разработана замкнутая по соляной кислоте принципиально новая технологическая схема комплексной переработки бемит-каолиновых бокситов соляной кислотой с получением металлургического глинозема и смешанных коагулянтов.

Диссертация написана доступным языком и аккуратно оформлена. В качестве **замечаний** следует отметить:

1. В диссертационной работе нет данных о степени извлечения алюминия при высаливании из солянокислотного раствора гексагидрата хлорида алюминия, а также не указано остаточное содержание алюминия в отработанном растворе.

2. Для промывки выделенных из солянокислотного раствора кристаллов гексагидрата хлорида алюминия автором в качестве органического реагента предлагается ацетон, который является вредным для рабочего персонала и окружающей среды в целом.

3. После высаливания гексагидрата хлорида алюминия практически весь хром концентрируется в отработанном растворе, который в дальнейшем используется для получения алюмо-железосодержащих смешанных коагулянтов. В работе нет данных о возможном влиянии хрома на качество получаемых коагулянтов.

4. В результате исследований автором предложена принципиальная технологическая схема солянокислотной переработки бемит-каолиновых бокситов, в которой предполагается переработка твердых остатков (после автоклавного выщелачивания боксита) с получением в качестве побочных продуктов рутилового концентрата и силиката кальция. Желательно было бы на схеме показать, какие технологические приемы для этой цели могут быть использованы.

5. В диссертации приводятся расчеты по технико-экономическому обоснованию получения смешанных коагулянтов из бемит-каолиновых глин по разработанной автором схеме. Более целесообразно было бы привести расчеты по экономической эффективности получения основного продукта – глинозема. При оформлении текста отмечены несоответствия ГОСТ 2.105 и ГОСТ 7.0.11

Сделанные замечания не снижают положительной оценки диссертации.

Диссертация Валеева Д.В. «Физико-химические основы получения глинозема и смешанных коагулянтов из бемит-каолининовых бокситов солянокислотным автоклавным выщелачиванием» является законченной научно-квалификационной работой, в которой изложены новые технологические решения по переработке бемит-каолининовых бокситов.

По тематике диссертации Валеевым Д.В. в соавторстве с научным руководителем и коллегами опубликовано 7 научных статей, которые входят в перечень ведущих рецензируемых научных журналов и изданий, рекомендованных ВАК РФ, 1 патент РФ. 16 тезисов докладов на международных и российских конференциях. Автореферат и публикации соответствуют содержанию диссертации.

На основании вышеизложенного можно считать, что по актуальности, новизне, практической значимости диссертационная работа Валеева Д.В. является законченной научно-квалификационной работой и по своему содержанию соответствует паспорту специальности 05.16.02 - Metallургия черных, цветных и редких металлов.

Представленная диссертационная работа удовлетворяет всем требованиям п. 9 Положения о присуждении учёных степеней, утверждённом Постановлением Правительства РФ от 24 сентября 2013 г. № 842, а его автор Валеев Дмитрий Вадимович заслуживает присуждения ему учёной степени кандидата технических наук по специальности 05.16.02 – «Metallургия чёрных, цветных и редких металлов»

Результаты работы доложены на заседании технологической секции Ученого совета ФГБУ «ВИМС» (протокол №7 от 07.11.2016 г.).

Отзыв рассмотрен и утвержден на заседании технологической секции Ученого совета ФГБУ «ВИМС» (протокол № 7 от 07.11.16 г.).

Федеральное государственное бюджетное
учреждение «Всероссийский
научно-исследовательский институт
минерального сырья им.Н.М. Федоровского»
119017, Старомонетный пер.,31
Зав. технологического отдела, к.х.н.
8(495)950-35-85, anufrieva.05@mail.ru


Ануфриева Светлана Ивановна

