

## ОТЗЫВ

официального оппонента на диссертацию **Валеева Дмитрия Вадимовича «Физико-химические основы получения глинозема и смешанных коагулянтов из бемит-каолинитовых бокситов солянокислотным автоклавным выщелачиванием»**, представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.02 - «Металлургия черных, цветных и редких металлов»

### **1. Актуальность работы.**

Существенный рост спроса на высокотехнологичную алюминиевую продукцию ожидается в связи с реализацией Стратегий развития Объединенной авиастроительной и Объединенной судостроительной корпораций, Стратегии развития железнодорожного транспорта на период до 2030 года, что обеспечит более сбалансированную по видам продукции (и секторам экономики) структуру потребления алюминиевых полуфабрикатов. В целом спрос внутреннего рынка на алюминиевую высокотехнологичную продукцию, включая алюминиевые отливки, возрастет к 2020 году по инновационному варианту ориентировочно в 1,9 раза и составит не менее 1340 тыс. т. Согласно стратегии развития металлургической промышленности России на период до 2020 года главной ее целью является обеспечение растущего спроса на металлопродукцию на основе ускоренного инновационного обновления отрасли, повышения ее экономической эффективности, экологической безопасности, ресурсо- и энергосбережения, конкурентоспособности продукции, импортозамещения и сырьевого обеспечения.

Развитие глиноземной промышленности России должно и будет ориентироваться на собственные источники сырья, существенно отличающиеся по основным характеристикам от тех, на которых развивалась и развивается мировая глиноземная промышленность. А это значит, что во все возрастающем объеме станут вовлекаться в производство низкокачественные бокситы месторождений Среднего Тимана и Северной Онеги.

В связи с этим исследование и создание эффективного способа переработки высококремнистых бемит-каолинитовых бокситов Североонежского месторождения России, направленные на получение глинозема, пригодного для дальнейшего использования в процессе электролиза, и смешанных коагулянтов для очистки питьевых и сточных вод, актуально.

### **2. Новизна исследований и полученных результатов, выводов и рекомендаций.**

Валеевым Д.В. впервые:

- исследовано влияние режимов процесса обжига бемит-каолинитовых бокситов на фазовые превращения, что обеспечило целенаправленное увеличение реакционной способности сырья при последующем солянокислотном выщелачивании в ~4 раза;
- изучена кинетика и установлен механизм взаимодействия бемит-каолинитовых бокситов с соляной кислотой, так при 150–160 °С процесс протекает в кинетической области, 160–170 °С - в промежуточной области, а

при 170–180 °С в диффузионной области. Показано, что скорость процесса выщелачивания определяется растворением более химически устойчивого минерала - каолинита;

- определено влияние термообработки на фазовые превращения гексагидрата хлорида алюминия и физические свойства оксида алюминия.

Научная новизна исследований и полученных результатов отражена в выводах диссертации.

### **3. Значимость для науки и производства полученных результатов.**

Автор внес вклад в химию и технологию алюминия. Так на основании значительного объема выполненных исследований и анализа результатов опубликованных ранее работ, по рассматриваемой тематике, проведено физико-химическое моделирование процесса выщелачивания бемит-каолинитовых бокситов в растворах соляной кислоты с определением форм нахождения алюминия в растворе.

Валеевым Д. В. разработан эффективный способ комплексной переработки высококремнистых бемит-каолинитовых бокситов ( $\mu_{Si} = 2,5$ ), включающий автоклавное выщелачивание в соляной кислоте, фильтрацию пульпы, осаждение гексагидрата хлорида алюминия из солянокислого раствора, термогидролиз полученных кристаллов, что позволяет получить оксид алюминия, соответствующий по качеству ГОСТ 30558-98.

Разработана и прошла укрупненные испытания принципиально новая технологическая схема переработки бемит-каолинитовых бокситов Североонежского месторождения с получением смешанных коагулянтов. По предварительной оценке себестоимость производства коагулянта по разработанной технологии в ~2 раза ниже, чем по действующей технологии компании ОАО "АУРАТ".

Реализация разработанных технологических решений обеспечит создание в России производства конкурентоспособного на мировом рынке металлургического глинозема и коагулянтов (ПОХА) из низкосортного алюминиевого сырья Североонежского месторождения.

Разработанное с участием Валеева Д.В. новое технологическое решение по солянокислотной переработке бемит-каолинитовых бокситов защищено патентом РФ.

**4. Степень обоснованности научных положений и выводов выводов в диссертации** подтверждается использованием комплекса современных физико-химических методов анализа, представленным большим объемом экспериментальных данных и результатами опытных испытаний.

### **5. Соответствие работы требованиям, предъявляемым к диссертациям.**

Диссертационная работа Валеева Д.В. соответствует требованиям, предъявляемым к кандидатским диссертациям. Диссертация содержит все разделы научной работы. Во введении обоснованы актуальность и цель работы, представлены научная новизна и практическая значимость полученных автором



результатов исследований. Глава 1 посвящена аналитическому обзору научно-технической литературы по состоянию и перспективам использования отечественного высококремнистого сырья. В главе 2 описаны методы экспериментальных исследований. Глава 3 посвящена исследованию взаимодействию боксита с соляной кислотой. В главе 4 представлены результаты исследования процессов получения глинозема из солянокислых растворов. Завершается работа общими выводами. Диссертация содержит список литературы, состоящий из 196 наименования, и приложения.

По главам диссертации сделаны четкие выводы, полученные результаты полностью соответствуют поставленной цели, а содержание диссертации соответствует содержанию опубликованных автором работ. Содержание диссертации и автореферата соответствуют друг другу. Диссертационная работа соответствует паспорту специальности 05.16.02 – «Металлургия черных, цветных и редких металлов».

По теме диссертации опубликовано 8 статей в журналах из перечня ведущих рецензируемых научных журналов и изданий, рекомендованных ВАК РФ, получен 1 патент на изобретение РФ, 18 тезисов докладов.

На основе указанных характеристик можно утверждать, что диссертация соответствует требованиям, предъявляемым ВАК к учёной степени кандидата технических наук.

#### **6. Основные достоинства и недостатки по содержанию диссертации.**

Главным и практически значимым достоинством работы является принципиально новая технологическая схема комплексной переработки бемит-каолининовых бокситов соляной кислотой с получением металлургического глинозема и смешанных коагулянтов.

По материалам диссертации имеются некоторые вопросы и замечания:

- к общему замечанию следует отнести отсутствие исчерпывающей информации о режимах процесса и характеристиках образцов по тексту, в названиях таблиц и подрисуночных надписях. На стр.55 отсутствуют сведения о концентрации соляной кислоты, стр. 66, рис.23 - Т:Ж и т.д.

- стр. 54. По данным химического состава в бокситах присутствует хром. В составе какого минерала присутствует хром? Исследовалось ли поведение хрома в процессе солянокислотного выщелачивания? Каково содержание хрома в коагулянте для очистки питьевой воды?

-стр. 53-55. Описание результатов рентгеновского микроанализа не в полной мере соответствует результатам, приведенным в табл.2.

- стр. 62 (табл.3). Во-первых, не понятно для какой реакции определено СНК. Во-вторых, некорректно применено понятие СНК для определения расхода реагента. Например,  $\text{СНК HCl} = 65\%$ . Что имелось в виду? Расход реагента составил 65 % от СНК или реагент взят с избытком 65 % от СНК?

-стр. 62. Заявление о том, что оптимально Т:Ж=1:4,5 не подтверждено результатами, приведенными в табл.3.

-стр.64. Следовало привести выходы фильтрата и осадка, а также и остаточное содержание соляной кислоты и хрома в растворе. Тем более, что возможно эти растворы будут применены для очистки питьевой воды.

-стр.65. Пояснение к рис.23б нуждается в переработке.



-стр.67. С учетом того, что Т:Ж влияет на гидролиз хлорида железа, следовало в табл.5 привести извлечение железа в раствор и его концентрацию в нем.

- стр.68,70. В связи с тем, что в исходном сырье несколько алюминийсодержащих минералов, взаимодействующих с соляной кислотой, то на рис.24 приведена зависимость не для реакции, а для процесса выщелачивания боксита. Это же замечание относится к определению порядка по регенту.

- стр.71. Заявление о том, что при  $[HCl]=25-30\%$  из-за порядка по реагенту  $\sim 1$  свидетельствует о диффузионном режиме не обосновано, т.к. при этом энергия активации принимает значение  $70,22$  кДж/моль. Это свидетельствует о промежуточном режиме. Только при температуре  $\sim 170$  °С и более режим будет диффузионным.

- стр.81, табл.10. Чем обусловлен перечень компонентов системы боксит-соляная кислота (водный раствор, газовая фаза)? Так как по химическому и фазовому составам в боксите азотсодержащих соединений нет, а титан присутствует, но не учтен.

-стр.83. Следует привести подтверждение утверждению "экспериментальные данные по степени выщелачивания алюминия из исходного и обожженного боксита хорошо согласуются с результатами термодинамических расчетов".

На основании чего построены зависимости на рис.32 и сделан вывод о форме нахождения алюминия в растворах солянокислотного выщелачивания, а также определен равновесный состав растворов выщелачивания.

Необходимо привести математические зависимости - результаты моделирования.

- стр.84. Данные рис.32 а и б не согласуются с утверждением о том, что различие в исходном сырье практически не оказывает влияния на состав растворов и формы алюминия в нем.

- стр. 85, табл.11. РФА не дает сведений о концентрации алюминия в растворе. Какова процедура пересчета результатов РФА?

- стр.87. Чем подтверждены "формы" существования алюминия в солянокислом растворе? В тексте нет взаимосвязи между "формами" существования алюминия в растворе и расходом щелочного реагента. По тексту отсутствуют размерности технологических характеристик.

- стр.89. выводы. Пунктам 7 и 8 нет экспериментального подтверждения. Для раствора какого состава выполнено моделирование?

- рис.98-99. Какова растворимость хлорида алюминия при температуре  $80$  °С? Каков выход кристаллов гексагидрата хлорида алюминия при температурах  $0$ ;  $40$  и  $80$  °С?

- рис 104. Акцентируется внимание на то, что образцы гексагидрата хлорида алюминия после термообработки имеют хрупкую пористую структуру. Проводились ли исследования, как это будет оказывать влияния на пыление глинозема при транспортировке?

- рис.109, рис.50 Не ясно, какое сырье поступает на второе автоклавное выщелачивание. Операция промывки предполагает образование промрастворов, содержащих ацетон и соляную кислоту. Как предполагается их перерабатывать, чтоб обеспечить замкнутость схемы по соляной кислоте?

**7. Заключение.** В целом представленная диссертация выполнена на высоком научном уровне и представляет собой законченную научно-исследовательскую работу, направленную на разработку эффективного способа комплексной переработки высококремнистых бемит-каолиновых бокситов России.

Несмотря на имеющиеся замечания, считаю, что 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 – «Металлургия чёрных, цветных и редких металлов».

#### Данные о рецензенте:

**Ученая степень, ученое звание:** доктор технических наук, специальность 05.16.02- Metallургия чёрных, цветных и редких металлов

**Должность:** профессор кафедры Цветных металлов и золота

**Место работы (полностью):** ФГАОУ ВО Национальный исследовательский технологический университет "МИСиС"

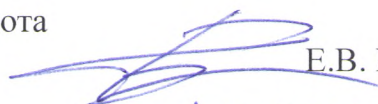
**Фамилия, имя, отчество (полностью):** Богатырева Елена Владимировна

**Адрес места работы:** 119049, г. Москва, Ленинский пр-т, 4

**Телефон:** 8.495-647-23-32

**E-mail:** Helen\_Bogatureva@mail.ru

Профессор кафедры Цветных металлов и золота  
НИТУ "МИСиС", д.т.н.

  
Е.В. Богатырева  
1.11.2016

Подпись Богатыревой Елены Владимировны, доктора технических наук, удостоверяю:

Проректор по безопасности и  
общим вопросам НИТУ «МИСиС»



И.М. Исаев