

ОТЗЫВ

официального оппонента на диссертацию **Федосеева Дмитрия Васильевича** «Синтез тонкодисперсного гидроксида и оксида алюминия при переработке нефелинового сырья», представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.02 -
Металлургия черных, цветных и редких металлов

1. Актуальность темы диссертации

За последние десятилетия производство и потребление оксидов и гидроксидов алюминия специального назначения значительно возросло, а номенклатура этой продукции в промышленно развитых странах составляет многие десятки наименований и продолжает неуклонно расти. Такое положение объясняется разнообразием свойств спецмарок оксидов и гидроксидов алюминия, а также высокой стоимостью и ликвидностью таких материалов, что позволяет повысить эффективность глинозёмного производства за счёт частичного или полного перехода на выпуск продукции неметаллургического назначения. Особое место среди специальных марок оксидов и гидроксидов алюминия принадлежит тонкодисперсным материалам. Высокая поверхность и структурные особенности этих материалов определяют ряд их уникальных свойств, востребованных современной промышленностью. Необходимо отметить широкий спрос на тонкодисперсные материалы в системе $Al_2O_3-H_2O$ у химической, нефтехимической, строительной и др. отраслей промышленности. Эта потребность возникает в связи с использованием катализаторов и неорганических адсорбентов, неформованных огнеупоров и антипиренов, наполнителей для резины и пластмасс, регуляторов твердения цементных смесей, пигментов для бумаги и др. материалов. Наиболее благоприятная ситуация для потенциального получения тонкодисперсных материалов складывается при комплексной переработке нефелинов в результате относительно небольшого содержания трудно удаляемых примесей в исходном сырье и производственном растворе, применения технологий глубокой очистки алюминатных растворов от

№385-10
от 21.11.2018

соединений $Si(4+)$ и технической возможности изменения режима осаждения гидроксида алюминия в широком диапазоне показателей. Ранее выполненные исследования и имеющийся заводской опыт позволяют говорить о создании существенного задела, подготавливающего промышленное получение тонкодисперсных оксидов и гидроксидов алюминия в рамках глинозёмного производства, в то же время целый ряд вопросов теории и технологии их получения при переработке нефелинового сырья нуждается в дальнейшем развитии и уточнении. Решение именно этих вопросов и стало основной целью диссертации Федосеева Д.В., что делает её актуальной и востребованной на практике.

2. Структура и содержание работы

Диссертация изложена на 190 страницах, содержит 88 рисунков и 39 таблиц. Диссертация состоит из введения, 5 глав, заключения и библиографического списка, включающего 118 наименований зарубежных и российских публикаций по объекту исследования.

Раздел «Введение» содержит краткое обоснование актуальности работы, характеристику научной новизны и практической значимости выполненного исследования, информацию о методах исследования, положениях, выносимых на защиту, об апробации результатов работы, связи темы диссертации с научно-техническими программами и личном вкладе автора.

В первой главе приведён анализ областей применения и способов получения материалов высокой дисперсности, дано обоснование требований предъявляемых к качеству тонкодисперсного оксида и гидроксида алюминия, что позволило обосновать выбор направления исследований. При этом показано, что известные методы получения тонкодисперсных гидроксидов обладают недостаточной эффективностью, затрудняющей их промышленную реализацию. В результате проведённого

анализа определён объект и предмет исследования, сформулированы задачи исследования.

Во второй главе приведены физико-химические основы разложения алюминатных растворов глинозёмного производства с получением осадков высокой дисперсности. При этом дан термодинамический анализ физико-химических систем, имеющих технологическое значение для осаждения гидроксида алюминия методом декомпозиции и карбонизации. Развиты и экспериментально подтверждены представления о сложном механизме зародышеобразования в процессе карбонизации алюминатных растворов, определяющем распределение по крупности конечных продуктов, и обосновано влияние температуры на механизм формирования осадка гидроксида алюминия. Теоретически обоснованы и экспериментально подтверждены физико-химические закономерности перехода метастабильных алюминатных растворов в лабильную область с получением осадков высокой дисперсности. Таким образом, результаты исследований, приведённые во второй главе, позволили обосновать направление последующих технологических исследований.

В третьей главе приведены результаты экспериментального исследования процесса карбонизации алюминатных растворов с применением метода математического планирования и математической обработки экспериментальных данных. Это позволило обосновать режимные показатели синтеза гидроксида алюминия высокой дисперсности в форме гиббсита и байерита и выполнить разработку технологического решения для их получения при переработке нефелинового сырья, подтверждённого патентом на изобретение № 2612288 «Способ разложения алюминатных растворов». Применительно к потоку алюминатного раствора после первой стадии обескремнивания выполнена разработка способа получения гиббсита высокой дисперсности методом декомпозиции с использованием

активированных затравочных материалов, подтверждённая патентом на изобретение № 2638847 «Способ получения гидроксида алюминия».

В четвёртой главе приведены материалы укрупнено-лабораторного исследования технологического процесса синтеза тонкодисперсных материалов с использованием заводских алюминатных растворов ЗАО «БазэлЦемент-Пикалёво», что позволило уточнить показатели получения производственных материалов с использованием технологически предпочтительных режимов и наработать представительные пробы материалов для изучения смежных технологических операций, включающих промывку осадков и их кальцинирующий обжиг.

В пятой главе выполнен анализ известных технологических схем и аппаратурных решений для получения осадков гидроксида алюминия, сформулированы технологические принципы получения тонкодисперсных оксидов и гидроксидов алюминия при переработке алюминатных растворов глинозёмного производства и предложена аппаратурно-технологическая схема их получения адаптированная к современной технологии производства глинозёма из нефелинового сырья. Приведена оценка экономической эффективности частичного перевода производственных мощностей на выпуск оксидов высокой дисперсности.

Заключение содержит основные научные и практические результаты выполненного исследования, а также рекомендации по дальнейшей разработке темы.

3. Новизна исследований и полученных результатов в первую очередь определяется глубокой проработкой теоретических основ получения материалов высокой дисперсности при их химическом осаждении из алюминатных растворов глинозёмного производства и экспериментальным исследованием показателей соответствующих технологических операций, что предопределило установление неизвестных ранее зависимостей и позволило предложить ряд новых технологических решений, при этом:

- показан динамический характер границы метастабильной устойчивости алюминатных растворов для системы $\text{Na}_2\text{O}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{CO}_2-\text{H}_2\text{O}$ и ведущая роль относительного пересыщения в формировании материалов высокой дисперсности;

- теоретически обосновано и экспериментально подтверждено влияние условий термообработки затравочного гидроксида алюминия на возможность самопроизвольного перехода метастабильных алюминатных растворов в лабильную область, допускающую самопроизвольное зародышеобразование новой фазы;

- научно обосновано и экспериментально подтверждено предположение о двойственном механизме формирования устойчивых кристаллических зародышей в условиях низких температур и возможности получения на этой основе осадков высокой дисперсности при нейтрализации алюминатных растворов промышленного состава;

- разработаны научно обоснованные технологические решения для синтеза гидроксида и оксида алюминия высокой дисперсности методом карбонизации и декомпозиции алюминатных растворов, обладающие необходимой адаптацией к переработке нефелинового сырья.

Это позволило получить результаты, имеющие как теоретическое, так и практическое значение, в том числе:

- установлены границы метастабильной области алюминатных растворов в зависимости от скорости нейтрализации щелочных алюминатных растворов углекислым газом и её расширение с понижением температуры от 80 до 40°C;

- установлен характер фазовых превращений осадков, их морфологии и фракционного состава при карбонизации алюминатных растворов в зависимости от температуры процесса, начальной концентрации алюминатного раствора и скорости его нейтрализации, что позволило получить многофакторную зависимость среднего медианного диаметра

частиц гиббсита и байерита, как функцию температуры и концентрации углекислого газа в дутье;

- экспериментально определены характерные фазовые изменения гиббсита в процессе высокоградиентной термической обработки при температуре от 350 до 650°C, установлены закономерности и показатели декомпозиции алюминатных растворов при использовании термоактивированных материалов;

- сформулированы технологические принципы получения материалов высокой дисперсности при переработке алюминатных растворов глинозёмного производства и разработаны научно обоснованные технологические решения для их получения при переработке нефелинового сырья с использованием технологии низкотемпературной карбонизации и декомпозиции с введением активированных затравочных материалов.

Новизна разработанных автором технологических решений подтверждена патентами РФ на изобретение № 2612288 от 09.12.2015 и № 2638847 от 29.12.2016.

4. Практическая значимость результатов:

- совокупность полученных результатов имеет значение для разработки технических заданий на выполнение научно исследовательских и опытно-технологических работ более высокого уровня, а также для подготовки исходных данных на проектирование опытно-промышленных установок для получения материалов высокой дисперсности. Техническая достижимость результатов установлена в ходе укрупнено-лабораторных исследований с использованием заводских технологических материалов;

- научные и практические результаты могут быть использованы в учебном процессе с их включением в лекционные курсы и лабораторные практикумы при подготовке бакалавров и магистров по направлению «Металлургия», а также в учебном процессе подготовки аспирантов по направлению «Технологии материалов»;

- методические разработки представляют интерес для их использования в ходе исследования аналогичных процессов и систем, в рамках подготовки квалификационных работ разных уровней.

5. Степень обоснованности и достоверности полученных результатов, выводов и научных положений.

Работа выполнена на высоком теоретическом и экспериментальном уровне. Достоверность и обоснованность полученных результатов, выводов и рекомендаций, сформулированных в работе Федосеева Д.В., базируется на использовании современных методов физико-химического анализа процессов и систем, корректной постановке экспериментальных исследований с применением современного лабораторного оборудования и высокотехнологичных методов определения химического, фазового и гранулометрического состава материалов. Достоверность результатов подтверждается их соответствием основным положениям теории металлургических процессов и возможностью объяснения с позиций современной теории глинозёмного производства, а также корректностью выбранных методов исследований, хорошей сходимостью результатов и положительной экспертной оценкой результатов проведённого исследования.

6. Апробация работы.

Материалы работы неоднократно докладывались на научно-практических конференциях и были опубликованы в сборниках научных трудов. По теме диссертации автором опубликованы 7 работ. Их содержание полностью отражает основные защищаемые положения.

7. Общая оценка диссертации, вопросы и замечания.

Оформление диссертации производит благоприятное впечатление. Работа хорошо иллюстрирована, табличный и графический материал, даёт исчерпывающее представление о полученных экспериментальных результатах и установленных зависимостях.

Текст изложения диссертации – научный, технически грамотный. Все главы работы логически связаны между собой, содержат выводы, по которым можно судить о завершённости раздела и решении поставленной задачи.

Автореферат диссертации отвечает основному содержанию работы, а поставленные в диссертации задачи решены в полном объеме.

По содержанию диссертации и автореферата имеются следующие вопросы и замечания:

1. Предлагается уточнить, каким объективным методом фазового анализа определялась принадлежность осадков гидроксида алюминия к гиббситу и байериту, с учётом, что в диссертации приведены только результаты дифференциально-термического анализа?

2. Из материалов диссертации не понятно можно ли количественно оценить вклад двух предполагаемых механизмов образования центров кристаллизации при карбонизации алюминатных растворов в формирование конечного фракционного состава осадков, и каковы предельные требования к соотношению фракций в материалах высокой дисперсности для их использования в современных отраслях промышленности?

3. В уравнениях линейной регрессии на стр. 77 не указаны параметры, которым соответствуют обозначения u_B и u_T . Также требует пояснения, к какому масштабу величин (натуральному или безразмерному) относятся значения факторов $x_1 \div x_6$ в приведённых уравнениях. Отсутствие данных о показателях параллельных опытов затрудняет оценку результатов определения адекватности приведённых уравнений по F критерию Фишера.

4. Из материалов приведённого исследования фильтрации и промывки осадков гидроксида алюминия не вполне понятно, какому из способов фильтрации (под давлением или под вакуумом) автор отдаёт предпочтение?

5. Расчёт прибыли на стр.170 содержит неточность, так как она составляет 1,8млн. долл./год. Это обусловлено ошибкой в методике расчета.

6. По тексту диссертации имеются стилистические неточности. (например на стр. 70 указывается величина P с размерностью $г/см^3$ и наименованием «вакуумное давление») и досадные ошибки в оформлении (например, на стр.119 и 120 название таблиц приводится на другой странице).

Высказанные замечания носят частный, уточняющий или дискуссионный характер, часть из которых, к сожалению, не улучшает качество работы, но в то же время, не оказывает существенного негативного влияния на основное содержание работы и её научно-технологическую значимость.

8. Заключение

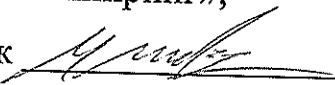
Результаты теоретических и экспериментальных исследований, представленных в диссертационной работе Федосеева Д.В., содержатся в 7 печатных работах, 2 из которых опубликованы в журналах, из перечня изданий, рекомендованных ВАК РФ. На результаты интеллектуальной деятельности в рамках проведённого исследования автором получено два патента на изобретения. Результаты работы докладывались и были апробированы на заседаниях Международного конгресса «Цветные металлы и минералы», научно-технических конференциях в Санкт-Петербурге и Фрайберге (Германия). Диссертация Федосеева Д.В. является законченной работой, выполнена автором самостоятельно на высоком научном уровне и содержит результаты, обладающие научной новизной и практической значимостью для отечественного минерально-сырьевого комплекса и технологии производства глинозёма. Диссертация Федосеева Дмитрия Васильевича соответствует паспорту специальности 05.16.02 - Metallургия черных, цветных и редких металлов, и содержит новые научно-обоснованные технологические разработки и решения по проблеме получения оксидных материалов высокой дисперсности при комплексной переработке нефелинового сырья, имеющие существенное значение для алюминиевой отрасли и народного хозяйства страны. В целом диссертация Федосеева Д.В. соответствует, пункту 9 «Положения о порядке присуждения учёных степеней», утвержденного Постановлением Правительства РФ от 24.09.2013г. №842, а её автор Федосеев Дмитрий Васильевич заслуживает присуждения учёной степени кандидата

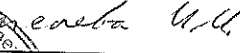
технических наук по специальности 05.16.02 - Metallургия черных, цветных и редких металлов».

Официальный оппонент,

Директор ООО «ЭКО-Инжиниринг»,

доктор технических наук

 Шепелев Игорь Иннокентьевич

Подпись  _____ заверяю

зам. директора  Матвеева А.П.

М.П.

«  _____ 2018г.

Научно-исследовательская организация Общество с ограниченной ответственностью «Экологический Инжиниринговый Центр»

Почтовый адрес: 662150, Красноярский край, г.Ачинск, ул.Партизанская, д.12, кв.3.

Тел.89233075644

Электронная почта: Ekoing@mail.ru