

ОТЗЫВ

официального оппонента, доктора технических наук, Ламберова Александра Адольфовича о диссертационной работе Шайдулиной Алины Азатовнына тему: «Разработка технологии получения цеолитов и гидроксида алюминия при переработке нефелинового концентрата», представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.17.01 – Технология неорганических веществ

1. Актуальность темы исследований

Диссертационная работа Шайдулиной А.А. посвящена переработке нефелинового концентрата с получением потенциально ценных продуктов, а именно низкомодульных цеолитов типа А и X и активного гидроксида алюминия. Рассматриваемые продукты широко применяются в составе промышленных адсорбентов, что говорит об актуальности темы данной работы с научно-технической и промышленной точек зрения.

Особенностью данной работы является рассмотрение природного алюмосиликатного сырья (нефелинового концентрата), получаемого из отходов переработки апатит-нефелиновых руд. На сегодняшний день на обогатительных фабриках Мурманской области накопились колоссальные количества отвалов, содержащие до 65 % масс. нефелина, который практически не используется промышленностью.

Все предлагаемые в данной диссертационной работе технологические решения базируются на использовании дешевого природного сырья и затрагивают вопросы утилизации отходов производства. Низкомодульные цеолиты, полученные по предлагаемому способу, рекомендованы к использованию в качестве сорбционного материала или детергентной добавки к моющим средствам. Активный гидроксид алюминия бёмитной структуры предлагается использовать в качестве сорбентов и носителей катализаторов.

2. Научная новизна в рамках требований к диссертации

Новизна полученных результатов и их научная ценность заключается в том, что нефелиновый концентрат и полупродукт его переработки – алюминатный раствор – впервые были использованы для получения сорбционного материала. В рамках диссертации рассматривается три направления возможного использования данного вида сырья: получение цеолита типа А, цеолита типа X и активного гидроксида алюминия.

В работе было показано, что низкоконцентрированный алюминатный раствор с использованием таких осадителей как азотная кислота и раствор нитрата алюминия, может быть использован для получения бёмитного гидроксида алюминия. Исходя из литературных источников данные продукты были получены аналогичным образом только с использованием чистых алюминатных растворов или алюминатных растворов цикла Байера. Особо стоит отметить, что все осажденные гидроксиды алюминия были исследованы на возможность образования коллоидно-пластичных масс приведением текстурных характеристик прокаленных образцов. Была дана рекомендация применения данных продуктов в качестве сорбционного материала. Соискатель показал возможность получения активного гидроксида алюминия взамен металлургическому гиббситу.

С использованием нефелинового концентрата впервые были получены цеолитсодержащие продукты, имеющие хорошие текстурные характеристики со значениями удельной площади поверхности до 250 м²/г. Работа базируется на опыте ученых из Китая, Индии и США, рассматривающих перспективу использования природного силикатного или алюмосиликатного сырья. С использованием нефелинового концентрата теоретически обосновано и экспериментально подтверждено влияние предварительной термоактивации сырья в присутствии гидроксида натрия на качество получаемых цеолитов. В работе были получены цеолиты при широком варьировании основных параметров синтеза, в том числе времени, температуры, мольных соотношений компонентов в реакционной смеси.

3. Степень обоснованности и достоверности научных положений, выводов и рекомендаций

В ходе выполнения работы были использованы стандартные методики с привлечением современного оборудования. Все защищаемые положения базируются на проведенных лабораторных экспериментах. Достоверность и обоснованность результатов диссертации подтверждается большим объемом экспериментальных исследований. Работа была выполнена с использованием промышленных алюминатных растворов и нефелинового концентрата.

Диссертация Шайдулиной А.А. является комплексным исследованием. Поставленные задачи раскрываются в четырех главах. Работа изложена на 113 страницах, иллюстрирована рисунками и таблицами. Объем диссертационной работы достаточен для отражения содержания и результатов выполненных исследований. Материал по тексту диссертации изложен технически грамотно. Содержание диссертации в необходимой мере отражено в автореферате и публикациях.

Опубликованные научные работы А.А. Шайдулиной соответствуют теме диссертации – из 11 работ, 3 статьи включены в список ВАК, 1 статья SCOPUS и 1 патент.

Ценность результатов работы для науки и практики подтверждена патентом (Патент 2683102 РФ «Способ переработки нефелинового концентрата»). Полученные экспериментальные результаты могут быть использованы на более высоком уровне при разработке технических заданий на выполнение научно-исследовательских и опытно-промышленных работ. Диссертантом были предложены технологические решения, которые могут быть приняты во внимание на действующих глиноземных предприятиях и катализаторных фабриках.

4. Оценка содержания диссертации

Во введении обоснована актуальность исследований и сформулированы основные научные положения, выносимые на защиту.

Первая глава содержит литературный обзор по теме диссертации, посвященный рассмотрению существующих промышленных и лабораторных способов получения низкомодульных цеолитов и активного гидроксида алюминия. Рассмотрена проблема накопления отходов переработки апатит-нефелиновых руд и рассмотрена существующая схема переработки нефелинового концентрата.

Вторая глава посвящена описанию объектов исследования. Даны характеристики всем используемым химическим реактивам и детально описаны современные методики по оценке качества продуктов, полученных на основе нефелинового концентрата и полупродуктов его переработки.

Третья глава посвящена экспериментальной проверке возможности получения активного гидроксида алюминия и цеолиту структурного типа А при осаждении промышленного низкоконцентрированного алюминатного раствора, полученного при переработке нефелинового концентрата, с использованием осадителей различной кислотной силы. Также в данной главе приведены результаты экспериментов по получению цеолита типа X из аморфизированного нефелинового концентрата.

В четвертой главе на основе полученных экспериментальных данных предыдущей главы. Предложены:

1. Схема получения бёмитного гидроксида алюминия в рамках существующей технологической схемы комплексной переработки нефелинового сырья, включающая выделение требуемых по объему потоков алюминатных растворов, стадию осаждения алюминатного раствора раствором 20 % масс.азотной кислоты при температуре 80 °С в течение 2 часов и интенсивном перемешивании, отделение и промывку осадка, его сушку с получением конечных продуктов;

2. Схема получения цеолита структурного типа А в рамках существующей технологической схемы комплексной переработки нефелинового сырья, включающая выделение требуемых по объему потоков алюминатных растворов, стадию осаждения алюминатного раствора раствором силиката натрия, отделение и промывку осадка, а также его сушку;

3. Схема получения цеолита структурного типа Х, включающая термическую активацию нефелинового концентрата в присутствии каустической щелочи, и последующий синтез с приготовлением на его основе реакционной смеси в присутствии разбавленного раствора силиката натрия.

5. Замечания по диссертационной работе:

1. Определение фаз по результатам термоанализа (стр. 53) не корректно. Этот метод позволяет определить исключительно характер теплового эффекта (экзо, эндо), его температуру и потерю или увеличение массы образца при данном термическом превращении. Фазовый состав определяется исключительно методом РФА. Особенно в таких многофазных системах.

2. Как и какие бёмиты присутствуют в количестве 44 и 45 % остается загадкой (стр. 53), как и «деструкция» или «распад» байерита и гиббсита. Наверное, автор имел ввиду не разрушение кристаллической решетки (деструкция), а ее трансформацию в решетку соответствующего оксида (стр. 53).

3. Если рентгенофазовый анализ «не дает информации об их составе» (стр. 58), значит они рентгеноаморфны.

4. Рассуждения на стр. 63 по поводу плохой формуемости образцов, осажденных CO_2 являются чисто умозрительными и экспериментально не подтверждены, литературные данные также не приводятся.

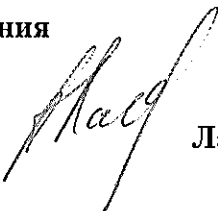
5. «Вредный» по утверждению автора оксид железа практически нерастворим в щелочи, поэтому при фильтрации «крепких» алюминатных растворов он легко отделяется в виде осадка, но в «технологической схеме» (рис. 60, стр. 97) стадий фильтрации не предусмотрено. В нефелиновом концентрате железо есть (табл. 3.8, стр. 65), а в гидроксидах алюминия его нет (табл. 3.6, стр. 61).

6. Заключение

Диссертационная работа А.А. Шайдулиной соответствует паспорту специальности 05.17.01 – Технология неорганических веществ и в полной мере соответствует критериям, установленным разделом 2 «Положения о присуждении ученых степеней федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Санкт-Петербургский горный университет», утвержденного приказом ректора Горного университета от 26.06.2019 № 839адм, а ее

автор – Шайдулина Алина Азатовна заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.17.01 – Технология неорганических веществ.

**Официальный оппонент,
доктор технических наук, профессор,
старший научный сотрудник, заместитель
директора по связям с промышленностью
и коммерциализации Химического
института им. А.М. Бутлерова
Федерального государственного
автономного образовательного
учреждения высшего образования
«Казанский (Приволжский)
федеральный университет»**



Ламберов Александр Адольфович

21.10.19

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Казанский (Приволжский) федеральный университет», Химический институт им. А.М. Бутлерова

Адрес: 420008, г. Казань, Кремлевская ул., д.18

Телефон: +7 (843) 238-79-01

E-mail: Alexander.Lambergov@kpfu.ru

Подпись доктора технических наук профессора
Ламберова Александра Адольфовича Химического института им. А.М. Бутлерова
Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего
образования «Казанский (Приволжский) федеральный университет» заверяю.

