

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ЭКСПЕРТНОЙ КОМИССИИ

по защите диссертации Васильевой Елены Сергеевны «Разработка способа электрохимической очистки раствора солянокислотного выщелачивания низкосортного алюминийсодержащего сырья от примеси железа», представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.2 – «Металлургия черных, цветных и редких металлов» и состоявшейся в НИТУ «МИСиС» 21 июня 2022 года.

Диссертация принята к защите Диссертационным советом НИТУ «МИСиС» 11 апреля 2022 года, протокол №1.

Диссертация выполнена на кафедре цветных металлов и золота НИТУ «МИСиС» Министерства науки и высшего образования Российской Федерации.

Научный руководитель – кандидат технических наук, Лысенко Андрей Павлович, профессор кафедры цветных металлов и золота НИТУ «МИСиС».

Экспертная комиссия утверждена Диссертационным советом НИТУ «МИСиС» (протокол № 1 от 11.04.2022) в составе:

1. Левашов Евгений Александрович, доктор технических наук, профессор, заведующий кафедрой порошковой металлургии и функциональных покрытий, директор НУЦ СВС МИСиС-ИСМАН, НИТУ «МИСиС» - председатель комиссии.

2. Богатырева Елена Владимировна, доктор технических наук, доцент, профессор кафедры цветных металлов и золота, НИТУ «МИСиС».

3. Павлов Александр Васильевич, доктор технических наук, старший научный сотрудник, профессор кафедры металлургии стали, новых производственных технологий и защиты металлов НИТУ «МИСиС».

4. Зайков Юрий Павлович, доктор химических наук, профессор, заведующий кафедрой технологии электрохимических производств, ФГАОУ ВО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина».

5. Дьяченко Александр Николаевич, доктор технических наук, профессор, заведующий кафедрой химии и технологии редких элементов им. Большакова К.А., Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «МИРЭА - Российский технологический университет», г. Москва.

В качестве ведущей организации утверждено Акционерное общество «Государственный научно-исследовательский и проектный институт редкометаллической промышленности «Гиредмет» (АО «Гиредмет»).

Экспертная комиссия отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

разработана новая научная идея, обогащающая научную концепцию разделения алюминия и железа в хлоридном растворе электрохимическим способом из-за существенной разницы их потенциалов в ряду напряжения металлов.

предложена и экспериментально доказана оригинальная научная гипотеза о перспективности использования электродной пары растворимый анод (алюминий) – катод (сталь), что позволяет вести процесс электрохимической очистки алюмохлоридного раствора от примеси железа без выделения хлора на аноде и при минимальном выделении водорода на катоде.

доказана перспективность использования разработанной новой конструкции электролизера для электрохимической очистки алюмохлоридного раствора от примеси железа, позволяющей работать как в одном электролизере, так и в каскадной системе в зависимости от его содержания в растворе.

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:

доказаны положения об эффекте смещения потенциала поляризации анода в область значений ($-0,55\text{ В} \dots -0,57\text{ В}$) при использовании при электролизе алюмохлоридного раствора электродной пары растворимый анод (алюминий)–катод (сталь).

применительно к проблематике диссертации результативно использован комплекс существующих электрохимических и физико-химических методов исследования, в том числе: гальваностатический и потенциостатические методы снятия

поляризационных кривых с использованием трехэлектродной электрохимической ячейки с хлор-серебряным электродом сравнения, рентгенофлуоресцентный анализ и метод атомно-эмиссионного анализа с индуктивно-связанной плазмой для количественного и качественного состава продуктов каолиновой глины и алюмохлоридных растворов; обработка экспериментальных данных осуществлялась с использованием современных программ и статистических методов.

изложены доказательства стадийности процесса восстановления ионов Fe^{3+} при катодной поляризации стального электрода: при отрицательных потенциалах катода (от $-0,036$ В до $-0,4$ В) происходит неполное восстановление Fe^{3+} до Fe^{2+} , а при более отрицательных (от $-0,4$ В до $-0,6$ В) – до металлического железа, что позволяет вести процесс при катодной плотности тока $0,01$ – $0,1$ А/см² без снижения предельного тока выделения железа.

изучены причинно-следственные связи между катодной плотностью тока и содержанием железа в алюмохлоридном растворе, проявляющиеся в том, что при неизменной плотности тока уменьшение содержания железа в алюмохлоридном растворе приводит к снижению предельного тока, и вызывает понижение выхода по току, в связи с чем, для поддержания максимального выхода по току (95%), необходимо постоянно снижать плотность тока в зависимости от содержания хлорида железа в растворе или использовать поэтапный способ понижения силы тока.

Значение полученных соискателем результатов исследования для практики подтверждается тем, что:

Разработан способ электрохимической очистки алюмохлоридного раствора солянокислотного выщелачивания каолиновой глины от примеси железа, включающий анодное растворение алюминия в гальваностатическом режиме с выделением железа из раствора на стальном катоде, позволяющий получать глинозем, отвечающий по качеству металлургическому (ГОСТ 30558–2017) с содержанием оксида железа менее 0,05 масс.%. (На способ очистки алюминийсодержащих хлоридных растворов» получены патенты РФ №2625470 опублик. 14.07.2017, Бюл. №10 и РФ №2705071 опублик. 01.11.2019, Бюл. №31).

На основе установленных оптимальных условий электролиза алюмохлоридных растворов, обеспечивающих выход по току железа не менее 75 % за один цикл предложено проведение процесса в электролизере каскадного типа в четыре этапа со ступенчатым снижением катодной плотности тока от этапа к этапу, что позволяет достичь степень очистки алюмохлоридного раствора от железа не менее 95% (На устройство очистки получен патент РФ №2652607, опублик. 27.04.2018, Бюл. №12).

Совместно с ООО «РУСАЛ ИТЦ» проведены укрупненные лабораторные испытания способа электрохимической очистки алюмохлоридного раствора от примеси железа, позволяющего работать с выходом по току не менее 95 %, и получать два продукта: алюмохлоридный раствор в качестве промежуточного продукта для дальнейшего производства оксида алюминия марки Г–00 (в соответствии с ГОСТ 30558–2017 Глинозем металлургический) и железо, как основной компонент для производства специальных сталей, ферритных порошков и коричневого железоксидного пигмента.

Определены перспективы практического использования разработанного способа для создания промышленного производства оксида алюминия на базе отечественных предприятий, перерабатывающих низкосортное алюминийсодержащее сырье.

Оценка достоверности результатов исследования выявила следующее:

Воспроизводимость экспериментальных результатов подтверждается использованием сертифицированного оборудования, статистически обоснованным объемом данных и сходимостью показателей лабораторных и укрупненных испытаний.

Теория построена на известных и проверяемых данных, которые согласуются с опубликованными значениями, полученными другими авторами.

Идея основана на обобщении передового опыта зарубежных и российских разработок в области электрохимической очистки алюмохлоридного раствора от примеси железа, полученного после солянокислотного выщелачивания каолиновой глины, позволяющего

повышать степень очистки раствора, пригодного для получения металлургического глинозема.

Проведено сравнение результатов, полученных автором и другими исследователями по рассматриваемой тематике. Установлено качественное и количественное совпадение результатов при исследовании электрохимических процессов, протекающих в системе $\text{AlCl}_3\text{--FeCl}_3\text{--H}_2\text{O}$ при анодном растворении алюминия и катодном восстановлении железа в пространстве электролизной ванны.

Личный вклад соискателя состоит в анализе научно-технической информации, поставке и обосновании задач исследования, планировании и проведении лабораторных и укрупненных испытаний, проведении расчетов и обобщении полученных результатов, написании научных статей, формулировании выводов и основных положений диссертационной работы и их обсуждении с научным руководителем.

Соискатель представил 12 печатных работ, из которых 6 работ - в изданиях, входящих в перечень ВАК РФ, 1 - в базах Web of Science, Scopus, а также 3 патента.

Пункт 2.6 Положения присуждения ученой степени кандидата наук, ученой степени доктора наук НИТУ «МИСиС» соискателем ученой степени не нарушен.

Диссертация Васильевой Елены Сергеевны соответствует критериям п. 2 Положения о порядке присуждения ученых степеней в НИТУ «МИСиС», так как в ней на основании выполненных автором исследований разработаны новые научно-обоснованные технические и технологические решения задачи электрохимической очистки алюмохлоридного раствора от примеси железа, полученного после солянокислотного выщелачивания каолиновой глины, позволяющих повысить степень очистки раствора до остаточного содержания хлорида железа 0,02 масс.%, для получения металлургического глинозема марки Г-00 из низкосортного российского сырья.

Экспертная комиссия приняла решение о возможности присуждения Васильевой Елене Сергеевне ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.2 – «Металлургия черных, цветных и редких металлов».

Результаты голосования: при проведении тайного голосования экспертная комиссия в количестве 4 человек, участвовавших в заседании, из 5 человек, входящих в состав комиссии, проголосовала: за 4, против 0, недействительных бюллетеней 0.

Председатель Экспертной комиссии

Е.А. Левашов

21.06.2022