

«УТВЕРЖДАЮ»

Проректор по науке и инновациям

НИТУ МИСИС,

доктор технических наук, профессор

М.Р. Филонов

« 25 » 05 2023 г.



ОТЗЫВ ВЕДУЩЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ

на диссертационную работу Пуховой Ольги Евгеньевны

по теме: «Рафинирование платины и платинородиевых сплавов методом индукционной плавки с гарнисажем из порошка глинозема», представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.2 – «Металлургия черных, цветных и редких металлов»

Диссертационная работа Пуховой О.Е. посвящена исследованию механизма пирометаллургического рафинирования, разработке унифицированной методики определения примесей в нестандартных платинородиевых сплавах и повышению эффективности пирометаллургического рафинирования платины и платинородиевых сплавов.

Актуальность темы исследования

Платиновые металлы (ПМ) и их сплавы широко применяются в различных областях науки и техники. Обеспечение потребности отечественной промышленности в металлах платиновой группы возможно при условии внедрения в производство высокоэффективных технологических процессов переработки первичного и вторичного сырья.

Чистота платиновых металлов и их сплавов является одной из главных характеристик, поскольку примеси неблагородных металлов оказывают сильное влияние на физические и механические свойства ПМ. Среди примесей, загрязняющих платиновые сплавы в процессе их эксплуатации, наиболее трудноудаляемой является медь, т.к. она образует с платиновыми металлами ряд твердых растворов. Медь оказывает негативное влияние на эксплуатационные характеристики изделий из платиновых металлов.

Пирометаллургическое рафинирование позволяет очищать сплавы от загрязняющих примесей без разделения на отдельные драгоценные металлы (ДМ), а получаемые сплавы по технологическим и эксплуатационным свойствам отвечают всем требованиям, предъявляемым к сплавам для изделий технического назначения. В настоящее время имеющиеся данные о механизме удаления примесей в результате пирометаллургического

рафинирования и о влиянии различных факторов на скорость процесса разрознены и представлены в небольшом количестве.

В связи с этим становится очевидной целесообразность изучения процессов очистки сплавов ПМ от загрязняющих примесей пирометаллургическим рафинированием. Исходя из вышесказанного, можно заключить, что актуальность диссертационной работы, посвященной комплексному исследованию физико-химических процессов, протекающих при рафинировании в порошке для уменьшения количества стадий производственного процесса, снижения продолжительности процесса и сокращения расхода химических реагентов, очевидна.

Цель и задачи работы.

Цель работы состояла в повышении эффективности пирометаллургического рафинирования платины и платинородиевых сплавов индукционной плавкой с гарнисажем из порошка глинозема.

В соответствии с поставленной целью были решены следующие задачи:

- выбраны объекты и диагностические методы исследования;
- разработана методика определения примесей в платинородиевых сплавах методом атомно-эмиссионного анализа с дуговым возбуждением спектра;
- исследован технологический процесс пирометаллургического рафинирования платины и платиновых сплавов с использованием индукционной плавки с гарнисажем из глинозема, включающий исследование структуры и свойств рафинирующего порошка;
- установлен механизм извлечения в гарнисаж примеси меди из рафинируемого расплава в процессе пирометаллургического рафинирования;
- установлено влияние содержания родия в расплаве, дисперсности порошка и насыпной плотности на скорость рафинирования;
- изучено влияние состава газовой среды в системе газ-расплав-порошок на процесс очистки;
- исследована структура и свойства гарнисажного слоя, а также механизм взаимодействия примеси с рафинирующим порошком;
- определены физико-химические особенности процессов при пирометаллургическом рафинировании платинородиевых сплавов, взаимодополняющими методами диагностики;
- скорректирован технологический процесс окислительного пирометаллургического рафинирования в АО «НПК «Суперметалл».

Диссертационная работа Пуховой О.Е. состоит из введения, 4 глав и выводов. Диссертация изложена на 160 страницах машинописного текста и содержит 38 таблиц, 68 рисунков, 2 приложения. Список использованной литературы содержит 146 наименований.

Во введении представлена общая характеристика работы, в том числе обоснованы актуальность выбранной темы диссертации и выбор объектов исследования. Поставлена цель и определены основные задачи работы, сформулированы ее научная новизна и практическая значимость, а также положения, выносимые на защиту.

В первой главе диссертант обобщила и проанализировала литературные данные по свойствам платиновых металлов, их применению в промышленности, а также по влиянию различных параметров, в том числе загрязняющих примесей, на свойства этих металлов при их практическом использовании. Достаточно много внимания уделено способам очистки (аффинажа) платиновых металлов как первичного сырья в виде концентратов, так и вторичного сырья в виде электронного лома, отработанных катализаторов, вышедших из употребления изделий из МПП, лома лабораторной посуды, электролитов, жидких отходов производств и других изделий технического назначения после эксплуатации. Подробно изучены литературные данные по переработке вторичного сырья с уменьшением количества операций, необходимых для этого, проанализированы промышленные методы рафинирования платинородиевых сплавов без разделения на индивидуальные платиновые металлы, а также их преимущества и недостатки. Автор отмечает, что с точки зрения рационального использования драгоценных металлов, а также для сокращения сроков переработки и уменьшения при этом безвозвратных потерь, приемлемым оказывается пирометаллургическое рафинирование сплавов в порошке, которое позволяет проводить очистку этих металлов и сплавов от технологических примесей без разделения на компоненты. Особо трудноудаляемой примесью является медь, поэтому диссертантом была подробно проанализирована литература по очистке от меди как приоритетной примеси во вторичном сырье платиновых металлов. Представленный литературный обзор дает возможность определить основные задачи, которые необходимо решить для достижения поставленной цели.

Во второй главе включающей объекты и методы исследования, дана характеристика объектов исследования, методики приготовления модельных сплавов, методы диагностики и их применение в исследовании процесса пирометаллургического рафинирования. Применение автором современных методов исследования дало возможность детально изучить механизмы процессов, протекающих в технологическом процессе очистки платиновых металлов, выявить их особенности. Кроме того, обоснована необходимость создания унифицированной методики анализа сплавов платиновых металлов, учитывающей влияние матрицы на определяемые примеси. Разработанная методика определения примесей в нестандартных платинородиевых сплавах дала возможность быстро и достоверно определять содержание примесей на каждом цикле рафинирования.

В третьей главе обсуждаются результаты комплексного исследования физико-химических процессов, протекающих при пирометаллургическом рафинировании платины и платинородиевых сплавов в индукционной установке при градиенте температур в окислительной атмосфере. Исследовано влияние рафинирующего порошка на процесс рафинирования платиновых металлов, исследован механизм процесса очистки платиновых металлов от меди и определено количество циклов очистки. Полученные экспериментальные данные, включая исследование исходного рафинирующего порошка, а также известные закономерности образования алюминатов меди, позволили предложить механизм извлечения примеси меди из расплава при рафинировании в порошке. Изучено влияние содержания родия в сплаве на скорость рафинирования, а также влияние дисперсности и удельной поверхности рафинирующего порошка. На основании проведенных экспериментов автором установлено, что оптимальным при выборе порошка для рафинирования является использование смеси порошков с размером частиц от 50 до 100 мкм, при которой достигается их максимальная насыпная плотность, что приводит к увеличению реакционной площади поверхности, увеличению количества пустот между частицами и более глубокому рафинированию. На основании данных, полученных в результате проведенных экспериментов скорректирована схема пирометаллургического рафинирования платинородиевых сплавов.

Четвертая глава посвящена успешной апробации предложенных режимов рафинирования Pt и сплавов PtRh90-10 и PtRh80-20 и применению разработанной унифицированной методики «Определение массовых долей примесей в пробах платинородиевых сплавов методом атомно-эмиссионной спектроскопии с дуговым возбуждением спектра» для оперативного и достоверного анализа продуктов рафинирования. Алгоритм пирометаллургического рафинирования лома платиновых металлов в гарнисаже реализован в «НПК «Суперметалл», о чем свидетельствует акт внедрения.

Заключение содержит основные практические результаты проведенных исследований, которые позволили предложить и реализовать рациональную технологическую схему промышленного рафинирования платиновых металлов.

Перечисленные и сформулированные в диссертации научные результаты, положения и выводы являются обоснованными, достоверными и уникальными.

Большим достоинством работы Пуховой О.Е. является рационализация технологической схемы промышленного рафинирования, предложенная на основании результатов проведенной исследовательской работы и обобщения предыдущего опыта пирометаллургического рафинирования, реализованного в производстве АО «НПК «Суперметалл». Разработанная методика определения массовых долей примесей в платинородиевых сплавах аттестована в УНИИМ и валидирована в испытательной

лаборатории АО «НПК «Суперметалл». Данная методика позволила сократить количество трудоемких и энергозатратных операций и сократить продолжительность анализа с двух рабочих дней до двух часов.

Диссертационная работа Пуховой О.Е. выполнена на высоком научном уровне с использованием современных методов и оборудования, является завершенной и технически грамотно оформленной. Результаты диссертации опубликованы в российских и зарубежных научных изданиях, докладывались на различных конференциях. Автореферат соответствует содержанию диссертации.

Обоснованность и достоверность научных положений, выводов и заключений, приводимых в диссертационной работе, подтверждаются использованием современного поверенного оборудования и аттестованных методик измерений, значительным количеством экспериментальных данных и сопоставлением полученных результатов с результатами других авторов.

Соответствие работы требованиям, предъявляемым к диссертационным работам

Все требования, предъявляемые к диссертационным работам, выполнены. На основании проведенного подробного анализа литературных данных, относящихся к теме работы, были верно поставлены цели и задачи исследования. Результаты сформулированы четко, как в виде аналитических таблиц, фотографий микроструктур и графиков, а также текста, описывающего результаты. Работа написана ясным техническим языком, подробно иллюстрирована. Диссертация и автореферат содержат необходимые разделы и соответствуют друг другу.

Замечания по диссертационной работе

По содержанию диссертации Пуховой О.Е. возникли следующие замечания:

1. По работе в целом. В тексте диссертации встречаются опечатки и неточности в использовании знаков препинания.
2. По Главе 1. На стр. 15 в таблице 1.2 не приведены такие характеристики для платины, как модуль упругости предел прочности, хотя в тексте этот показатель сравнивается с пределом прочности платинородиевых сплавов.
3. На стр. 17. В предложении «Платинородиевые сплавы используются в качестве основного технологического узла процесса выработки стекловолокна ...» следовало бы внести уточнение и сформулировать более корректно: «платинородиевые сплавы используются в качестве материала для основного технологического узла процесса выработки стекловолокна ...».
4. По Главе 2. На стр. 57-58 необходимо было уточнить, как отбирают пробы порошков Al_2O_3 для анализа после сокращения материала квартованием.

5. По Главе 3. На стр. 79 «окисление примеси описывается следующими уравнениями», а приведены два одинаковых уравнения.
6. На стр. 84 в таблице 3.1 представлены временные параметры рафинирования без интервалов. Какие возможны отклонения?
7. При оптимизации параметров процесса пирометаллургического рафинирования не исследовано влияние скорости подачи кислорода на расплав, которая может влиять на скорость рафинирования.
8. В работе не представлены исследования рафинирования других примесей, которые могут содержаться в платиновых металлах.
9. Рекомендуется в дальнейшем изучить влияние примесей, которые могут содержаться в платиновых металлах и их сплавах, на скорость рафинирования меди, также провести исследование пирометаллургического рафинирования в порошках глинозема с размером частиц менее 50 мкм.

Заключение

Указанные замечания и рекомендации не снижают значимость выполненной на высоком уровне диссертационной работы, результаты которой соответствуют поставленным целям и внедрены в производство.

Диссертационная работа Пуховой О.Е. является завершенной научно-квалифицированной работой, в которой изложены новые научно-обоснованные технические и технологические решения и разработки по повышению эффективности пирометаллургического рафинирования платины и платинородиевых сплавов от примесей, снижению энергетических затрат и уменьшению безвозвратных потерь платиновых металлов и сокращению продолжительности химического анализа.

По объему полученных результатов и научной значимости диссертационная работа Пуховой О.Е. удовлетворяет всем требованиям, в том числе п.9 «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденного Постановлением Правительства РФ от 24.09.2013 г. № 842 с изменениями от 21 апреля 2016 г. № 335, содержание диссертационной работы соответствует паспорту научной специальности 2.6.2 Metallургия черных, цветных и редких металлов, а ее автор Пухова Ольга Евгеньевна заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.2 - Metallургия черных, цветных и редких металлов.

Отзыв составлен на основании анализа диссертации, автореферата и публикаций соискателя и рассмотрен на заседании кафедры цветных металлов и золота (ЦМЗ) Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образо-

вания «Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС» (протокол № 14 от «16» мая 2023 г.).

Заведующий кафедрой ЦМЗ,
доктор технических наук, профессор

 В.П. Тарасов

Ученый секретарь кафедры ЦМЗ,
старший преподаватель

 Е.В. Чукина

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС», 119049, г. Москва, Ленинский проспект, 4, стр.1 Тел.: +7(495) 955-00-32, Факс: +7 (499) 236-21-05, E-mail: kancela@misis.ru.



Подпись Тарасова В.П.; Чукиной Е.В.
начальника  Кузнецова А.Е.
кадров
« 25 » 05 2023 г.