

ОТЗЫВ

официального оппонента на диссертационную работу Пуховой Ольги Евгеньевны **«Рафинирование платины и платинородиевых сплавов методом индукционной плавки с гарнисажом из порошка глинозема»**, представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.2 - «Металлургия черных, цветных и редких металлов»

Платиновые металлы и их сплавы обладают уникальными свойствами и широко применяются в различных областях науки и техники. Источниками платиновых металлов, помимо минерального сырья, являются различные виды техногенного и вторичного сырья: шламы электролитических производств, электронный лом, отработанные катализаторы, отходы ювелирной и медицинской промышленности и др. Пирометаллургическое рафинирование в порошке позволяет очищать сплавы от загрязняющих примесей без разделения на отдельные драгоценные металлы и получать металлы и сплавы, обладающие необходимыми технологическими характеристиками, главной из которых является чистота платиновых металлов и их сплавов.

Примесь меди оказывает негативное влияние на эксплуатационные характеристики изделий из платиновых металлов и, кроме того, медь является наиболее трудноудаляемой примесью, т.к. она образует с платиновыми металлами ряд твердых растворов. Очистку платиновых металлов и сплавов от меди проводят известным методом пирометаллургического рафинирования. При этом данные о механизме удаления примесей и о влиянии различных факторов на скорость процесса не многочисленны и носят фрагментарный характер.

Таким образом, представленная диссертационная работа, направленная на комплексное исследование физико-химических процессов, протекающих при рафинировании в порошке с целью уменьшения количества стадий производственного процесса, сокращения его продолжительности и минимизации расхода реагентов, несомненно, **является актуальной.**

К **научной новизне** диссертационной работы следует отнести следующее:

1. Установлено, что в процессе индукционной плавки вторичного сырья содержание примеси меди в сплаве PtRh90-10 снижается с 0,05 масс. % до 0,0042 и с 0,05 масс. % до 0,0008 масс. % в сплавах после 10 циклов рафинирования с увеличением насыпной плотности порошка с 2,074 г/см³ до 2,165 г/см³.

2. Расчетно-экспериментальным путем установлено, что при рафинировании вторичного сырья PtRh90-10 степень очистки растет с увеличением насыпной плотности рафинирующего порошка.

3. На модельных образцах платины и сплавов PtRh90-10, PtRh80-20 установлены скорости рафинирования при индукционной плавке с гарнисажем из порошка глинозема от примеси меди.

4. Установлен эффект роста скорости рафинирования от примеси меди при индукционной плавке в среде кислорода модельных сплавов PtRh90-10, PtRh80-20 по сравнению с платиной в 1,9 и 2,0 раза, соответственно, что обусловлено увеличением градиента температур в печи и смачиваемости рафинирующего порошка расплавом.

5. Расчетно-экспериментальным путем установлено, что при рафинировании вторичного сырья сплавов Pt, PtRh90-10, PtRh80-20 степень перехода примеси меди из расплава в порошок постоянна для каждого цикла.

6. Предложен механизм «безаффинажного» рафинирования платины и платинородиевых сплавов от примеси меди методом индукционной плавки с гарнисажем из порошка глинозема, основанный на диффузии меди в гарнисажный слой между частицами порошка, химической реакцией $\text{Cu}_2\text{O} + \text{Al}_2\text{O}_3 \rightarrow 2\text{CuAlO}_2$ и проплавлением отдельных частиц Al_2O_3 , контактирующих с расплавом ниже 2323 К.

Сильной стороной диссертационной работы Пуховой О.Е. является ее практическая направленность. Обобщив многолетние результаты рафинирования платины и платинородиевых сплавов в АО «НПК «Суперметалл» и, используя полученные в ходе работы результаты, Пухова О.Е. смогла сделать ряд

предложений по оптимизации процесса. **Практическая значимость** диссертационной работы заключается в следующем:

1. Сокращено примерно на треть количество операций очистки, что привело к уменьшению безвозвратных потерь платиновых металлов также приблизительно на треть сократилось количество платиновых металлов, перешедших в гарнисаж, при переработке вторичных источников платины и платинородиевых сплавов методом индукционной плавки с гарнисажем из порошка глинозема.

2. Установлены коэффициенты излучательной способности Pt и сплавов PtRh90-10, PtRh80-20, необходимые для точного (менее 5 отн. %) определения температуры расплава в процессе рафинирования с применением инфракрасного высокотемпературного пирометра MLG 225 Laborant.

3. Разработана и внедрена в Испытательной лаборатории АО «НПК «Суперметалл» оригинальная унифицированная методика атомно-эмиссионного анализа с улучшенными метрологическими характеристиками для нестандартных платинородиевых сплавов, обеспечивающая экспрессный контроль за содержанием примесей в платинородиевых сплавах (при содержании родия 0,1-36 масс. %) в процессе рафинирования.

4. Составлены уравнения для предварительного расчета количества циклов рафинирования для сплавов PtRh90-10, PtRh80-20 в зависимости от содержания примеси меди в них, что позволяет прогнозировать производственный процесс и алгоритм действий для повышения эффективности реализации рафинирования платины и платинородиевых сплавов методом индукционной плавки с гарнисажем из порошка глинозема.

5. На основе разработанных методик и полученных экспериментальных результатов предложены рекомендации по насыпной плотности и размеру частиц рафинирующего порошка, по предварительной очистке высокородиевых сплавов и предварительному расчету количества циклов очистки, а также по периодическому контролю температуры расплава в процессе рафинирования с применением методики высокоточного определения температуры при помощи

ИК-пирометра. Сроки переработки вторичного сырья Pt и PtRh сплавов, содержащих примеси меди пирометаллургическим рафинированием, сократились на 30 % в производстве АО «НПК «Суперметалл», что подтверждено Актом внедрения.

Наряду с несомненными достоинствами, по работе можно сделать некоторые **замечания**:

1. По работе в целом:

В тексте диссертации встречаются грамматические и стилистические ошибки (стр. 19, 22, 40, 46, 54 (рис. 2.2), 57, 71, 76, 93, 97, 109, 113, 115, 124, 131, 137), а также нечеткие формулировки из-за опечаток и пропущенных слов (стр. 11, 12, 13, 26, 32, 35, 57, 59, 107, 121).

Трудны для восприятия слишком мелкие надписи на рисунках, к примеру, рис.: 1.6, 1,9, 3.11, 3.32, 3.34. Рисунки, на которых показаны экспериментальные образцы, необходимо было привести с масштабным маркером.

2. По Введению:

Выражение «с уменьшением концентрации меди в расплаве скорость рафинирования уменьшается по гиперболе» не совсем корректно. Вероятно, автор имел в виду, что уменьшение скорости рафинирования с уменьшением концентрации меди происходит нелинейно. Такое же выражение встречается на странице 144 «Основные результаты и выводы».

3. По Главе 2:

На странице 55 в таблице 2.3 приведены данные по расчету состава шихты для приготовления модельных сплавов. Не понятно, почему была выбрана такая масса модельного сплава (1050 г) и как при такой массе было получено содержание примеси меди 0,05 масс.%. Вопрос по массе модельных сплавов относится и к таблице 3.8 раздела 3.7.1 главы 3.

На странице 58 раздела 2.3.3 следовало бы указать, в чем проводили автоклавное растворение измельченного гарнисажного слоя.

На страницах 61-62 раздела 2.3.3.1 «Разработка унифицированной методики атомно-эмиссионного анализа для нестандартных платинородиевых

сплавов» приводится повторяющаяся информация о спектрометрах и использованных электродах. Абзац «Средствами измерения и вспомогательными устройствами...» из текста можно было бы удалить.

4. По Главе 3:

В разделе 3.3.2 Определение необходимого числа циклов очистки сплава от примеси меди (страницы 89-90) автор отмечает, что для исследования были выбраны образцы вторичного сырья сплава PtRh90-10, содержащие 0,034 масс. % Cu и 0,046 масс. % Cu, содержание других примесей в которых было ниже предела обнаружения. В то же время отмечается (страницы 51, 78), что метод окислительного рафинирования в порошке глинозема применяется для очистки платины и платинородиевых сплавов от таких примесей, как Fe, Ni, Sn, Mo, Co и ряда других, причем очистка от этих примесей протекает значительно легче, чем от меди. В этом разделе было бы целесообразно привести результаты исследования образца, загрязненного другими примесями, и показать, как быстро в отличие от меди, достигается требуемый уровень чистоты по другим примесям.

Методологическая избыточность при исследовании гарнисажного слоя. Можно было ограничиться результатами метода РФА и не использовать метод комбинационного рассеяния и ИК-спектроскопию (раздел 3.4 Исследование структуры и свойств гарнисажного слоя).

В разделе 3.7.2 изучено влияние дисперсности и насыпной плотности порошка на скорость очистки. В качестве объекта исследования выбраны порошки на основе Al_2O_3 двух типов: Порошок № 1 (212-250 мкм) и Порошок № 2 (75-116 мкм). Необходимо дать пояснение, почему выбраны именно эти интервалы дисперсности порошков. Также не ясно, почему для приготовления смеси порошков выбрано соотношение 1 к 1, и каким образом изменится скорость очистки, если будет другое соотношение.

ОБЩЕЕ ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Приведенные выше замечания являются уточняющими или рекомендательными и не снижают высокую научную и практическую

значимость полученных результатов в представленной диссертационной работе. Диссертация О.Е. Пуховой является законченной научной работой, в которой исследованы процессы, протекающие при пирометаллургическом рафинировании платины и платинородиевых сплавов, загрязненных медью, определены оптимальные параметры процесса рафинирования и разработана унифицированная методика анализа нестандартных сплавов, что позволило предложить усовершенствование технологической схемы промышленного рафинирования.

Автореферат диссертации отражает её содержание.

Все сказанное выше дает основание считать, что диссертационная работа соответствует требованиям п.п. 9-14 «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденного Постановлением Правительства РФ от 24.09.2013 г. № 842 с изменениями от 21 апреля 2016 г. № 335, а ее автор **Пухова Ольга Евгеньевна** заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.2 - Metallургия черных, цветных и редких металлов.

Официальный оппонент



Бажин Павел Михайлович

Доктор технических наук, заместитель директора по научной работе ФГБУ науки Институт структурной макрокинетики и проблем материаловедения им. А.Г. Мерджанова Российской академии наук

142432, Московская область,
г. Черноголовка, ул. Академика Осипьяна, д.8,
8-49652-46555
E-mail: bazhin@ism.ac.ru

Я, Бажин Павел Михайлович, согласен на автоматизированную обработку персональных данных, приведенных в этом документе