

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 – Metallургия черных, цветных и редких металлов

Платина и сплавы на ее основе обладают высокими механическими и технологическими свойствами, устойчивы к коррозии, что обуславливает их широкое применение в самых различных областях – в электронике, химической промышленности, в производстве стекловолокна, в автомобилестроении, медицине и т.д. В настоящее время добыча платиновых металлов полностью не обеспечивает потребности в них, поэтому возрастает роль вторичной металлургии благородных металлов. Таким образом, разработка энергосберегающих технологий переработки вторичного сырья, является приоритетной задачей, имеющей огромное практическое значение. Соответственно исследования физико-химических основ процесса рафинирования платины и платинородиевых сплавов, направленные на снижения количества стадий, продолжительности производственного процесса и безвозвратных потерь драгоценных металлов – несомненно, **актуальны**.

Анализ содержания работы. Диссертационная работа Пуховой О.Е. имеет традиционную структуру, материал представлен последовательно и логично. Диссертация состоит из введения, литературного обзора, 3 глав с описанием методик и результатов эксперимента, заключения и списка литературы, включает 68 рисунков и 38 таблиц, в списке литературы 146 ссылок.

Во введении сформулирована актуальность темы, определены цель и задачи исследования, представлены положения, выносимые на защиту, охарактеризована научная новизна и даны сведения об апробации работы.

В первой главе проведен критический анализ литературы по теме диссертации. В литературном обзоре рассмотрены основные свойства платиновых и платинородиевых сплавов, а также влияние загрязняющих примесей на эти свойства. Приведены современные методы рафинирования платиновых сплавов, рассмотрены их достоинства и недостатки. Обосновывается выбор метода рафинирования в порошке из глинозема, как наиболее оптимального для очистки сплавов платины от примеси меди. В заключении сделаны выводы, обосновывающие постановку задач исследования.

Во второй главе подробно описаны использованные в работе экспериментальные методики. Следует отметить, что в диссертации использован широкий спектр инструментальных методов исследования. Модельные сплавы получали индукционной плавкой в тиглях из глинозема в атмосфере аргона. Содержание примесей в рафинируемых сплавах и гарнисажном слое определяли методами атомно-эмиссионной и атомно-абсорбционной спектроскопии, а также рентгенофлуоресцентным анализом. При этом автором была разработана оригинальная методика определения примесей для нестандартных платинородиевых сплавов методом дуговой атомно-эмиссионной спектроскопии. Характеризацию рафинирующих порошков и гарнисажного слоя проводили с помощью сканирующей электронной микроскопии, рентгенофазового анализа, спектроскопии комбинационного рассеяния света, ИК-Фурье-спектроскопией, методом капиллярной конденсации азота и дифференциально-термическим анализом с термогравиметрией. Использование автором комплекса взаимодополняющих методов позволяет считать полученные в работе результаты достоверными, а сделанные на их основе выводы обоснованными.

В третьей главе подробно исследован процесс рафинирования платины и платинородиевых сплавов индукционной плавкой с гарнисажным слоем из

глинозема. Установлено, что медь из расплава платиновых металлов переходит в гарнисажный слой, а не в газовую фазу. Определено необходимое количество циклов очистки платиновых сплавов. Рассчитаны коэффициенты диффузии меди из расплава в гарнисажный слой. Исследование структуры и состава гарнисажного слоя позволили предложить механизм извлечения примеси меди при рафинировании. Кроме того, были изучены зависимости скорости рафинирования сплавов платиновых металлов от содержания родия, дисперсности и насыпной плотности рафинирующего порошка.

Полученные зависимости были использованы для корректировки параметров технологической схемы промышленного рафинирования платины и платинородиевых сплавов методом индукционного переплава в гарнисаже на основе глинозема в среде кислорода.

В четвертой главе приведены результаты апробации скорректированных режимов рафинирования платины и платинородиевых сплавов с содержанием родия 10 и 20 % масс., которые демонстрируют, что при использовании порошка с оптимальной насыпной плотностью, необходимая степень очистки платиновых сплавов достигается при меньшем количестве циклов. Кроме того, заметно уменьшаются потери платиновых металлов. На основании этих результатов предложены уравнения предварительного расчета количества циклов рафинирования таких сплавов в зависимости от количества примеси меди.

В заключении на основании полученных экспериментальных результатов были сделаны выводы, обобщающие результаты работы.

Полученные автором результаты и положения, выносимые на защиту, несомненно, обладают **научной новизной**, среди которых наиболее значимыми представляются следующие:

- механизм рафинирования платины и платинородиевых сплавов от примеси меди методом индукционной плавки с гарнисажем из порошка глинозема;
- рост степени очистки платиновых металлов при увеличении насыпной плотности рафинирующего порошка;
- увеличение скорости рафинирования от примеси меди с увеличением содержания родия;

Важным достоинством работы, определяющим ее **практическую значимость**, является изучение физико-химических процессов взаимодействия примеси меди с рафинирующим порошком, что позволило оптимизировать схему промышленного рафинирования платинородиевых сплавов. При этом почти на 30% сократилось количество циклов рафинирования, и значительно снизились потери платиновых металлов, переходящих в гарнисажный слой. Кроме того, в данной работе была разработана оригинальная методика атомно-эмиссионного анализа для нестандартных платинородиевых сплавов, которая позволяет достоверно и быстро определять примеси в сплавах на каждом этапе рафинирования.

Достоверность представленных экспериментальных результатов не вызывает сомнений и подтверждена использованием большого числа взаимосогласованных современных методов исследования. Основные научные результаты прошли апробацию и были представлены на 8 российских и международных конференциях, а также опубликованы в 5 статьях в российских и иностранных рецензируемых журналах. Автореферат и публикации в полной мере отражают основное содержание работы.

По представленной работе можно сделать следующие замечания и предложения:

1. Предварительное исследование рафинирующего порошка глинозема показало содержание в нем оксидов железа и кремния. Изучалась ли

возможность загрязнения платиновых сплавов примесями из рафинирующего порошка?

2. В работе установлено, что при увеличении насыпной плотности рафинирующего порошка уменьшается содержания платины в гарнисажном слое. Однако, причины этого эффекта в работе не обсуждаются.

3. Не указаны характеристики рафинирующего порошка, используемого при исследовании необходимого числа циклов очистки в зависимости от начального содержания меди (раздел 3.3.2), и при расчете коэффициентов диффузии (раздел 3.3.3). Как показано далее, эти параметры зависят от насыпной плотности порошка. Также в работе не указан расход рафинирующего порошка за каждый цикл очистки.

4. В разделе 3.3.4 при изучении влияния объема расплава на скорость рафинирования следовало бы пояснить, почему сокращается время расплавления объекта большей массой под действием индукционного нагрева с одинаковой силой тока.

Также имеется заметное количество опечаток и неточностей, например в табл. 1.2 приведена неверная температура для сплава PtRh70-30 – 2293 К, что на 60 К выше температуры плавления родия; на странице 79 написано «окисление примеси описывается следующими уравнениями», а приведены два одинаковых уравнения. Также следует отметить неверное использование терминов: в работе метод рентгенофазового анализа, с помощью которого определялся фазовый состав рафинирующего порошка и гарнисажного слоя, автором называется рентгеноструктурным фазовым анализом, хотя расшифровка структур в работе не проводилось.

Сделанные замечания не затрагивают основных положений и выводов диссертации и не снижают ее научной и практической значимости.

Диссертационная работа «Рафинирование платины и платинородиевых сплавов методом индукционной плавки с гарнисажем из порошка глинозема» по объему, актуальности, научной новизне и практической значимости удовлетворяет требованиям, п.п. 9-14 «Положения о присуждении диссертационных степеней», утверждённого Постановлением Правительства Российской Федерации от 24.09.2013 г. №842, а ее автор **Пухова Ольга Евгеньевна** заслуживает присуждения искомой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.2 - Metallургия черных, цветных и редких металлов.

Официальный оппонент:

доцент кафедры общей химии, Химического факультета МГУ им. М.В. Ломоносова,
кандидат химических наук, доцент

Кабанова Елизавета Генриховна

25.05.2023

Контактные данные:

тел.: 7(495)9394617, e-mail: kabanovaeg@gmail.com

Специальность, по которой официальным оппонентом защищена диссертация: 02.00.02 – Химия твёрдого тела

119991, Москва, Ленинские горы, д. 1, стр. 3

ФГБОУ ВО «Московский государственный

университет имени М.В. Ломоносова»

