

УТВЕРЖДАЮ

Генеральный директор
Института Лёгких Материалов и
Технологий ОК РУСАЛ



А.Н. Дьяченко

«16» апреля 2018 г.

ОТЗЫВ ВЕДУЩЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ

на диссертационную работу Наливайко Антона Юрьевича на тему
**«Получение оксида алюминия высокой чистоты электрохимическим
методом в водных растворах солей аммония»,**

представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук
по специальности 05.16.02 – Metallurgy of black, colored and rare metals

Актуальность диссертационной работы. Отсутствие эффективных технологий производства оксида алюминия высокой чистоты и промышленных предприятий по его получению в определенной мере сдерживает развитие высокотехнологических направлений Российской Федерации. Оксид высокой чистоты используется для получения искусственных сапфиров, высококачественной оптической керамики, износостойких покрытий и пр. Материалы, созданные на основе оксида алюминия высокой чистоты, отличаются повышенными эксплуатационными характеристиками, к которым относятся высокая химическая и абразивная устойчивость, термостойкость и износостойкость. Оксид алюминия высокой чистоты и изделия из него находят применение в квантовой электронике, оптике, приборостроении, полупроводниковой и энергетической промышленности. В последнее время особый интерес направлен на производство искусственных сапфиров, служащих сырьем для производства светодиодных источников света. В условиях ограничений, обусловленных мировым трендом ресурсо- и энергосбережения, все большее распространение получают светодиоды, которые характеризуются продолжительным сроком службы, малым энергопотреблением и высокой надежностью. Для возрастающего с каждым годом производства светодиодной техники требуются все большие объемы выпуска оксида алюминия высокой чистоты.

В настоящее время производство оксида алюминия высокой чистоты в Российской Федерации практически отсутствует. Отечественные предприятия, использующие в своем производстве оксид алюминия высокой чистоты, покрывают свои потребности зарубежным сырьем. Более 50 % объема

выпускаемого оксида алюминия высокой чистоты приходится на китайских производителей, на втором месте по выпуску находится Япония.

Представленная диссертационная работа направлена на решение сложившейся проблемы путем разработки и опытно-промышленной реализации технологии получения оксида алюминия высокой чистоты. С учетом возрастающей неопределённости в постоянности зарубежных поставок и нестабильности мировой экономической ситуации, диссертационная работа является очень актуальной.

Структура и основное содержание диссертационной работы. Диссертационная работа состоит из введения, 4 глав, заключения, списка использованной литературы, включающего 108 библиографических источников, и содержит 144 страницы машинописного текста, включая 62 рисунка, 11 таблиц, 8 приложений.

Во введении приведена общая характеристика работы, обоснована актуальность работы, сформулированы цели и задачи работы, изложены основные положения, выносимые на защиту.

В первой главе представлен аналитический обзор литературы, в котором приведены сведения о состоянии мирового рынка оксида алюминия высокой чистоты, рассмотрены технологии его получения из минерального и металлического сырья. В аналитическом обзоре изучены технологии зарубежных и отечественных производителей оксида алюминия, представлены результаты патентной документации в области получения оксида алюминия высокой чистоты и проведена сравнительная оценка гидротермального и электрохимического методов окисления, по результатам которой наиболее перспективным методом был выбран электрохимический.

Во второй главе представлены лабораторные исследования электрохимического метода окисления алюминия в рамках которых были проведены поляризационные измерения с выбором интервала плотности тока, определен оптимальный состав электролита и рассмотрен механизм образования гидроксида алюминия в электролизной ванне. В данной главе было рассмотрено поведение алюминия и его примесей в процессе электрохимического окисления в аммониевых электролитах, в частности описан механизм очищения алюминиевого анода и установлено влияние реверсивного тока на пассивацию электродов.

В третьей главе описан процесс разработки опытно-промышленной установки получения оксида алюминия высокой чистоты. Представлены результаты укрупнённых испытаний, в результате которых были определены оптимальные параметры процессов обработки гидроксида алюминия и предложены технические решения по проведению технологической операции рафинирования электролита.

В четвертой главе определены технические характеристики созданной опытно-промышленной установки, изучены физико-химические характеристики продуктов разработанной технологии и представлены результаты опытно-промышленных испытаний.

В заключении изложены основные выводы и обобщения по работе.

Диссертационная работа изложена грамотным научно-техническим языком и хорошо иллюстрирована. Диссертационная работа и автореферат содержат все необходимые разделы для понимания и оценки результатов проведенных исследований и соотносятся между собой.

Новизна полученных результатов, выводов и рекомендаций. Научной новизной диссертационной работы является:

1. Установленная концентрация солей аммония, обеспечивающая ускорение достижения порога коагуляции частиц гидроксида алюминия в объеме электролизной ванны и обеспечивающая переход примесей алюминиевых электродов в электролит в виде водорастворимых солей.

2. Обнаруженное явление депассивации алюминиевого анода в процессе его окисления в аммониевых электролитах, способствующее увеличению эффективного выхода продукта и достигающееся воздействием реверсивного тока определенной анодной плотности.

Значимость полученных результатов для науки и производства. Результаты диссертационной работы имеют высокую значимость для научно-производственных предприятий России. В диссертационной работе представлена и обоснована принципиальная технологическая схема получения оксида алюминия высокой чистоты с использованием электрохимического метода окисления алюминия. Разработанная технология позволяет получать оксид алюминия дисперсностью 40-60 мкм и с содержанием примесей до 50 ppm. В рамках диссертационного исследования создана опытно-промышленная установка получения оксида алюминия высокой чистоты с производительностью 1,57 кг оксида алюминия в сутки. На созданной установке совместно с ООО НПП ВакЭТО и ООО «СУАЛ-ПМ» были проведены успешные опытно-промышленные испытания с получением 150 кг оксида алюминия высокой чистоты, пригодного для производства монокристаллического корунда и прочих сфер применения.

Достоверность полученных результатов. Достоверность и обоснованность результатов диссертационной работы подтверждается большим объемом экспериментальных исследований, проводимых на современном оборудовании, использованием статистических методов обработки экспериментальных данных и сходимостью результатов лабораторных, укрупненных и опытно-промышленных испытаний.

Соответствие диссертационной работы требованиям ВАК. Диссертация представляет собой законченную научно-квалификационную работу, в которой предложена и обоснована эффективная технология получения оксида алюминия высокой чистоты. В диссертационной работе изучено поведение алюминиевого анода и его примесных металлов в

процессе электрохимического растворения в водных растворах солей аммония, определены оптимальные параметры процесса электролиза, промывки и термической обработки гидроксида алюминия, предложен способ рафинирования электролита, разработана опытно-промышленная установка и проведены ее испытания. По результатам диссертационной работы опубликовано 16 научных работ, к которым относятся: 4 патента, 3 публикации в изданиях, рекомендованных ВАК, 2 ноу-хау и 7 тезисов в сборниках российских и международных конференций. Кроме этого, результаты работ были представлены на Всероссийском конкурсе научно-технического творчества молодежи (2015 г.) и на Международном форуме студентов, магистрантов и молодых ученых Кыргызской Республики и Российской Федерации (2017 г.). Работа соответствует всем требованиям, предъявляемым ВАК к диссертациям на соискание ученой степени кандидата технических наук.

Основные достоинства и недостатки диссертационной работы. Достоинством диссертационной работы является детальное и поэтапное описание экспериментальных исследований по оптимизации электрохимического способа окисления алюминия с получением гидроксида алюминия и его последующей обработки. В диссертации представлено подробное описание используемых методик, оборудования, составов химических реактивов и дозировок. Отдельно необходимо отметить раздел, посвященный определению технических характеристик созданной опытно-промышленной установки получения оксида алюминия высокой чистоты. В разделе детально описаны принципы выполнения технологических операций и на основе полученных экспериментальных данных составлен сводный баланс по продуктам разработанной технологии.

К основным недостаткам диссертационной работы можно отнести следующие замечания:

1. На стр.36 в Таб.5 приводиться сравнительный анализ гидротермального и электрохимического методов окисления алюминия. Необходимо отметить, что данный анализ имеет весьма субъективные формулировки (низкая-высокая, сложное-простое) и не подтверждён конкретными численными значениями, что не позволяет однозначно доверять таким оценкам и делать однозначные выводы.

2. На стр.55 имеет место утверждение: *"Образующийся водород диффундирует вглубь анода и срывает тонкую оксидную плёнку алюминия из-за механического давления внутри поверхностных слоёв металла и занимает её место"*. Утверждение весьма смелое и очень образное, но далёкое от научной терминологии. Не ясно - каким образом водород может "срывать" пленку. Тем более, что вместо определения "оксидной плёнки алюминия" необходимо рассматривать "пленку оксида алюминия" которая вероятно должна быть представлена рыхлой аморфной структурой.

3. На стр. Представлены выводы по главе 2, где утверждается, что оптимальная концентрация хлорида аммония составляет 25%. Однако по

тексту диссертации нигде не приводятся исследований доказывающих этот факт. Ранее на стр. 47 приводится рис.19 "Влияние концентраций солей аммония на pH электролита" в котором исследуется интервал концентрация 1-5 %. Далее по тексту на стр.47 бездоказательно указывается оптимальный интервал 20-25%, верхнее значение которого указано в выводах.

4. На стр.71-72 приводится конструкция промывного сепаратора. Указывается, что сепаратор имеет нулевое потребление электроэнергии, что не соответствует действительности, поскольку разделение твердой и жидкой фазы происходит под действием гравитации, но пульпу необходимо сначала поднять на верхний уровень при помощи пульпонасоса, на который и будет расходоваться электроэнергия. Однако основной недостаток такого малоэнергоёмкого сепаратора будет заключаться в высокой влажности полученного твёрдого осадка, что впоследствии приведёт к высокому расходу электроэнергии на отжим осадка на нутч (или пресс) фильтре или при его сушке.

5. Технологическая схема недостаточно проработана в плане финишной стадии осушения осадка гидроксида алюминия. При многократной промывке осадка будет происходить большое накопление промывных вод, а водооборот весьма затратен. При недостаточной промывке гидроксида алюминия появиться примесь хлорида алюминия, которую необходимо будет выжигать, что приведёт к проблемам с утилизацией хлор-иона в сбросных газах.

6. Любая технология отличается от метода или способа тем, что она экономически обоснована или имеет хотя бы первичные технико-экономические расчеты себестоимости передела. В данной работе нет даже первичных оценочных экономических расчетов, что не позволяет оценить её конкурентноспособность и инвестиционную привлекательность.

Необходимо отметить, что высказанные замечания являются уточнением к диссертационной работе и не снижают ее качество,

Рекомендации по использованию результатов диссертационной работы. Диссертационная работа описывает основы промышленной технологии получения оксида алюминия высокой чистоты электрохимическим методом. На основании проведённых опытно-промышленных испытаний, совместно с ООО «СУАЛ-ПМ» был разработан полный комплект технологической документации, обеспечивающий реализацию разработанной технологии в опытно-промышленном и промышленном масштабах. В связи с этим результаты диссертационной работы могут быть использованы для создания опытного производства оксида алюминия высокой чистоты на базе крупного отечественного металлургического предприятия. К таким предприятиям относится Объединённая компания «РУСАЛ», которая является крупнейшим в России производителем глинозёма, неорганических порошков и первичного алюминия, необходимого для реализации технологии. В научно-исследовательской сфере результаты диссертационной работы могут быть полезны для дальнейших исследований по изучению электрохимических

процессов при анодном окислении алюминия, повышению чистоты оксида алюминия, получаемого по предложенной технологии и модернизации существующих способов производства глинозема для нужд металлургической промышленности.

Заключение. Представленная диссертационная работа является завершённой научно-квалификационной работой, посвящённой решению одной из самых актуальных проблем современной металлургии легких металлов.

Диссертационная работа Наливайко Антона Юрьевича «Получение оксида алюминия высокой чистоты электрохимическим методом в водных растворах солей аммония» удовлетворяет требованиям п. 9 Положения о присуждении ученых степеней, утвержденным Постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 г. № 842, а ее автор Наливайко Антон Юрьевич заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.02 – Металлургия чёрных, цветных и редких металлов.

Отзыв на диссертационную работу обсужден и одобрен на расширенном заседании Института Легких Материалов и Технологий. За предложенный отзыв проголосовали единогласно, протокол № 12 от 16.04.2018 г.

Председатель заседания

Генеральный директор Института
Легких Материалов и Технологий ОК РУСАЛ,
профессор, доктор технических наук
М.П.



А.Н. Дьяченко

Секретарь заседания

Руководитель проекта, к.т.н.



А.Д. Киселев

Общество с ограниченной ответственностью

«Институт Легких Материалов и Технологий ОК РУСАЛ» (ООО «ИЛМиТ»)

Почтовый адрес: 119049, г. Москва, Ленинский проспект, дом 6, строение 21, офис 103

Телефон: +7 (495) 663-04-44

Электронная почта: ilmit@rusal.com