

УТВЕРЖДАЮ

Первый проректор

федерального государственного бюджетного
образовательного учреждения высшего
образования «Санкт-Петербургский горный
университет императрицы Екатерины II»,
д.э.н. профессор



Н.В.Пашкевич

«14» ноября 2023 г.

ОТЗЫВ

ведущей организации – федерального государственного бюджетного
образовательного учреждения высшего образования «Санкт-Петербургский
горный университет императрицы Екатерины II» на диссертацию

Козенко Алёны Эдуардовны

**«Переработка фторсодержащего техногенного сырья алюминиевого
производства с целью получения криолита»,**

представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук
по специальности 2.6.2. Metallургия черных, цветных и редких
металлов

1. Актуальность темы диссертации

Несмотря на системное совершенствование процесса и улучшение показателей электролитического производства алюминия, до настоящего времени данная технология характеризуется образованием значительного количества отходов, нуждающихся в утилизации. Твердыми отходами технологического процесса производства алюминия является отработанная футеровка электролизеров (ОФЭ), которая относится к 4-му классу опасности. Мелкодисперсными фторсодержащими отходами, формируемыми при получении алюминия в электролизерах с анодом Содерберга, являются неорганическая пыль от электрофильтров, хвосты флотации угольной пены, снимаемой с поверхности электролита, шлам, образующийся при использовании «мокрой» системы очистки газов. Образующиеся пыль электрофильтров и шлам газоочистки относятся к 3-му классу опасности, хвосты флотации угольной пены – к 4-му. Данные техногенные материалы требуют специальных мер хранения на полигонах и в шламонакопителях вблизи предприятий по производству алюминия. Вследствие высокого

содержания соединений фтора и других активных компонентов разработка научно обоснованных технических решений для эффективной переработки техногенного сырья представляет собой актуальную задачу, решение которой позволяет рассчитывать на повышение эффективности рециклинга соединений фтора с их возвратом в основное производство, что способствует созданию малоотходной технологии электролитического получения алюминия.

2. Структура и содержание работы

Диссертация изложена на 149 страницах машинописного текста, содержит 48 рисунков и 37 таблиц, 10 приложений. Библиографический список включает 154 наименования. Работа выполнена в федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего образования «Иркутский национальный исследовательский технический университет». Исследования автора проводились при поддержке гранта РФФИ в рамках проекта № 20-38-90212.

Раздел «Введение» содержит краткое обоснование работы, характеристику научной новизны и практической значимости выполненного исследования по разработке технологии переработки угольной части футеровки электролизеров, отключенных на капитальный ремонт, и мелкодисперсного фторсодержащего сырья – лежалого шлама, информацию о методах исследования, положениях, выносимых на защиту, об апробации результатов работы и личном вкладе автора диссертации.

В первой главе выполнен анализ современного состояния производства первичного алюминия, а также представлена характеристика техногенных материалов (пыль, улавливаемая в электрофильтрах, шламы «мокрой» газоочистки, хвосты флотации угольной пены и отработанная футеровка электролизеров). Приведен обзор известных технических решений и разработок для переработки техногенных фторсодержащих материалов алюминиевого производства, что позволило обосновать актуальность разработки технологии переработки техногенного сырья с возвратом соединений фтора в основное производство. В целом по разделу дано 73 библиографические ссылки. В результате проведенного анализа определен объект и предмет исследования, сформулированы задачи исследования.

Во второй главе представлены результаты изучения химического состава и свойств фторсодержащих материалов катодных устройств демонтированных электролизеров и лежалого шлама, представляющего собой смесь трех составляющих: пыли электрофильтров, шлама «мокрой» газоочистки и хвостов угольной пены, снимаемой с поверхности электролиза ванн. При этом дана характеристика методики отбора проб и их подготовки к последующим

исследованиям, изложены методы и методики исследования образцов для определения их фазово-химического анализа, а также результаты их определения. Изложены физико-химические свойства компонентов, входящих в состав лежалого шлама.

В третьей главе приведены результаты математического планирования эксперимента процесса выщелачивания фтора из ОФЭ с применением компьютерной программы «PlanExp B-D13», а также методом математического планирования трехфакторного эксперимента определены оптимальные параметры выщелачивания фтора из образцов угольной части ОФЭ при ультразвуковом воздействии и получена математическая модель процесса.

Также приведены результаты математического моделирования процесса щелочной переработки лежалого шлама алюминиевого производства с помощью программного комплекса «Селектор», в результате которого определено влияние температуры на извлечение фтора при выбранных различных Ж:Т. Далее в результате математического планирования трехфакторного эксперимента и обработки экспериментальных данных установлены оптимальные параметры щелочно-ультразвукового выщелачивания фтора из образцов лежалого шлама. На предложенный автором способ извлечения фтора из мелкодисперсного лежалого шлама при помощи ультразвуковых колебаний в щелочной среде авторами получен патент РФ на изобретение (№ 2791681).

Далее в главе 3 представлены результаты проведенных лабораторных испытаний по гидрометаллургической переработке угольной части футеровки электролизеров при помощи ультразвука с определением оптимальных параметров выщелачивания. Также приведены результаты лабораторных исследований по получению окристаллизованного вторичного криолита из растворов щелочно-ультразвукового выщелачивания фтора из угольной части ОФЭ и лежалого шлама алюминиевого производства.

В четвертой главе приведены данные по предложению и разработке принципиальной технологической схемы производства вторичного криолита из растворов щелочно-ультразвуковой переработки техногенного сырья производства алюминия-сырца. Представлены результаты эколого-экономической оценки предложенных технических решений.

Заключение содержит основные научные и практические результаты диссертационной работы Козенко А.Э., а также перспективы дальнейшего направления исследований.

Приложения содержат патентный поиск по способам переработки фторсодержащего техногенного сырья алюминиевого производства, результаты

анализа фторсодержащих растворов, акт филиала ПАО «РУСАЛ Братск» в г. Шелехов (Иркутского алюминиевого завода) и внедрения результатов выполненного исследования в учебный процесс, информацию о полученных патенте на изобретение и свидетельств о регистрации программ для ЭВМ (№ 2020660658, № 2021665540).

3. Научная новизна диссертации

К результатам выполненных исследований, которые обладают признаками научной новизны, по нашему мнению, следует отнести следующие:

- на основе термодинамического анализа физико-химических взаимодействий компонентов лежалого шлама с раствором едкого натра установлена закономерность влияния температуры процесса на извлечение фтора в раствор при заданном исходном химическом составе твердой фазы;

- определено влияние параметров (температура, отношение твердого к жидкому в пульпе, продолжительность выщелачивания) щелочной переработки техногенного сырья (при воздействии ультразвуковых колебаний частотой $22 \pm 1,65$ кГц) на максимальную степень перехода фтора в раствор и разработаны математические модели процесса выщелачивания;

- установлена возможность образования криолита из растворов (с концентрацией фторид-ионов не ниже $18,0$ г/дм³) щелочной переработки техногенного сырья алюминиевого производства.

4. Научные результаты диссертации содержат:

- разработанную с помощью программного комплекса «Селектор» математическую (физико-химическую) модель процесса выщелачивания фтора из лежалого шлама для проведения термодинамического анализа взаимодействий компонентов данного техногенного сырья с раствором каустической соды с целью установления влияния температуры процесса и отношения жидкого к твердому в пульпе на извлечение фтора в раствор при заданном исходном химическом составе твердой фазы и концентрации растворителя (модель представлена 12 независимыми компонентами, соответствующими элементному составу пробы лежалого шлама, воздуха и щелочного реагента);

- предложение по использованию ультразвукового воздействия частотой $22 \pm 1,65$ кГц на пульпу с целью интенсификации процессов выщелачивания фтора из образцов ОФЭ и лежалого шлама с применением установки И100-6/2М (фирмы «Ультразвуковая техника – ИНЛАБ», Россия);

- результаты влияния параметров (продолжительности, температуры, отношения Ж:Т) выщелачивания фтора из лежалого шлама при одновременном воздействии ультразвуковых колебаний (частотой $22 \pm 1,65$ кГц) и определение

их оптимальных значений для достижения максимального извлечения фтора в раствор – 86,1 %;

- результаты лабораторных исследований щелочно-ультразвукового выщелачивания фтора из техногенного сырья Иркутского алюминиевого завода – ОФЭ и лежалого шлама – с получением вторичного криолита с криолитовым модулем 2,0–2,2 и с содержанием, % масс.: фтора 50,9–54,6, алюминия – 10,1–16,1, натрия – 22,5–29,1, кремнезема – 0,3–0,62, оксида железа – 0,1–0,25;

- предложенную принципиальную технологическую схему получения Na_3AlF_6 из отходов алюминиевого производства при щелочно-ультразвуковой их обработке.

5. Практическая значимость работы

Предложена технология переработки фторсодержащего техногенного сырья алюминиевого производства раствором каустической соды (концентрацией 2 %), позволяющая извлекать до 86,1 % масс. фтора с последующей кристаллизацией из растворов выщелачивания криолита, пригодного для использования в процессе электролиза, технология защищена патентом Российской Федерации на изобретение № 2791681. Установлены оптимальные параметры щелочно-ультразвукового выщелачивания фтора из образцов лежалого шлама: продолжительность – 90 мин, температура – 90 °С, отношение жидкого к твердому – 9:1.

Также определены оптимальные параметры щелочного выщелачивания фтора из образцов угольной части ОФЭ при воздействии ультразвука: концентрация реагента – 2 %, соотношение жидкой и твердой фаз в пульпе – 6:1, продолжительность – 90 мин. Из растворов выщелачивания получен криолит, отвечающий требованиям ГОСТ 10561-80 (содержание, % масс.: фтора 50,9–54,6, алюминия – 10,1–16,1, натрия – 22,5–29,1, кремнезема – 0,3–0,62, оксида железа – 0,1–0,25; криолитовый модуль 2,0–2,2).

Расчетное снижение ежегодной платы за размещение отходов 3 (пыль электрофильтров и шлам газоочистки) и 4 (хвосты флотации угольной пены и отработанная футеровка электролизеров) классов опасности составило 1335,5 тыс. руб.

Ожидаемое снижение себестоимости продукции за счет снижения платы за хранение отходов и затрат на приобретение свежего криолита составит на годовой выпуск алюминия-сырца ~ 3300 тыс. руб. Результаты диссертационной работы внедрены в учебный процесс в ФГБОУ ВО «ИРНИТУ» при подготовке обучающихся по направлению «Металлургия».

6. Достоверность и апробация результатов

Работа выполнена на современном теоретическом и экспериментальном

уровне с использованием высокотехнологичных методов анализа (приближенно-количественного рентгенофлуоресцентного, химического, рентгенофазового (рентгеноструктурного), рентгеноспектрального, титриметрического, сканирующей электронной микроскопии), аттестованных стандартных и отраслевых методик. При выполнении экспериментальных исследований применялось современное технологическое и аналитическое оборудование. Для анализа и обработки исследований использовались компьютерные программы: «HSC Chemistry 6.0», ПК «Селектор», «PlanExp B-D13», «Statistica Ultimate 13.3 RU». Достоверность результатов обеспечена обоснованным использованием теоретических зависимостей, допущений и ограничений, корректностью выбранных методов исследования, применением математических методов обработки экспериментальных данных.

Материалы диссертации неоднократно докладывались автором на научно-практических конференциях, были опубликованы в сборниках научных трудов и научных журналах, а справедливость технических решений подтверждена экспертизой ФИПС и полученным патентом на изобретение.

7. Общая оценка диссертации, вопросы и замечания

Оформление диссертации производит благоприятное впечатление, графические и табличные материалы достаточно полно отражают полученные автором результаты. Текст изложения диссертации – научный, технически грамотный. Все главы работы логически связаны между собой, содержат выводы, по которым можно судить о завершенности раздела и решении задач на конкретном этапе исследования. Приведенные в работе рисунки и графики выполнены качественно, в цветном изображении и полноценно дополняют текстовую информацию. Автореферат отвечает основному содержанию работы, а поставленные в диссертации задачи решены в полном объеме.

По содержанию диссертации и автореферата имеются следующие *вопросы и замечания*:

1. Какой грант был реализован в процессе исследования данной работы?

2. В главе 2 при описании объекта исследований – отработанной футеровки электролизера – автор ограничилась описанием лишь химического и гранулометрического состава пробы, подготовленной для исследований. Хотелось бы иметь больше информации и о других характеристиках данного техногенного сырья Иркутского алюминиевого завода (плотность, твердость и др.).

3. В главе 3 при изучении влияния различных параметров на выщелачивание фтора из техногенного сырья автором приведены результаты выходного параметра как в виде содержания фтор-иона в растворе, так и по

среднему содержанию фторида натрия в растворе. Эти данные необходимо приводить в единой размерности.

4. На стр. 102 в главе 3 диссертации указано оптимальное значение каустического модуля алюминатного раствора, используемого для кристаллизации криолита ($1,4 \div 1,5$). Почему контролируется данный показатель именно в этом диапазоне?

5. На предлагаемой автором технологической схеме (рис. 10 автореферата и рис. 4.6 главы 4 диссертации) переработки техногенного сырья Иркутского алюминиевого завода в результате переработки образуется кек выщелачивания, но автор не указывает, где данный продукт в дальнейшем планируется использовать или утилизировать.

6. В главе 4 диссертации нет пояснения части аббревиатур: ТД - на стр. 111 в таблице 4.1, КО - на стр. 115 в таблице 4.3, ПП1 и ПП2 - на стр. 116 на рисунке 4.5. Необходимо пояснить.

7. Имеются опечатки, пунктуационные неточности, пропущенные слова и т.п. (стр. 6, 8, 103, 119 диссертации).

Однако высказанные замечания не снижают общей научно-технологической значимости представленной диссертационной работы.

7. Заключение

Результаты теоретических и экспериментальных исследований Козенко А.Э. содержатся в 3-х печатных работах, опубликованных в журналах из перечня изданий, рекомендованных ВАК РФ. По результатам работы получены 1 патент и 2 свидетельства о регистрации программ для ЭВМ. Также имеются публикации в других изданиях и материалах конференций, что обеспечило апробацию результатов на научно-технических мероприятиях различного уровня в гг. Иркутск, Новокузнецк, Екатеринбург. Диссертация Козенко А.Э. является законченной научно-квалификационной работой, выполненной автором самостоятельно на современном научном уровне, содержит результаты, обладающие научной новизной и практической значимостью для повышения эффективности электролитического получения алюминия за счет возврата соединений фтора в виде криолита в процесс электролиза и снижения количества хранящихся на шламовых полях техногенных фторсодержащих материалов, и имеет значение для подготовки обучающихся по направлению «Металлургия». Это позволяет считать, что диссертация Козенко А.Э. соответствует п. 9 «Положения о порядке присуждения ученых степеней», утвержденному постановлением Правительства РФ от 24.09.2013 г., № 842, а ее автор – Козенко Алёна Эдуардовна – заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических

наук по специальности 2.6.2. Metallургия черных, цветных и редких металлов.

Отзыв обсужден и одобрен на заседании кафедры металлургии федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Санкт-Петербургский горный университет императрицы Екатерины II». Присутствовало на заседании 9 чел., результаты голосования: «за» – 9, «против» – нет, «воздержались» – нет, протокол заседания № 6 от «14» ноября 2023 г.

Председатель заседания –
заведующий кафедрой металлургии,
доктор технических наук,
профессор

Бажин Владимир Юрьевич

Секретарь заседания –
ведущий инженер кафедры
металлургии

Брылевская Елена Анатольевна

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Санкт-Петербургский горный университет императрицы Екатерины II».

Почтовый адрес: Россия, 199106, Санкт-Петербург, Васильевский остров, 21 линия д.2

Официальный сайт: <https://spmi.ru/>

Тел. +7-812-382-01-28, e-mail: rectorat@spmi.ru



Секретарь заседания: В.Н. Бажина, Е.А. Брылевская

Менеджер управления делопроизводства
и контроля документооборота

Е.Р. Яновицкая
14 НОЯ 2023



МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования
«САНКТ-ПЕТЕРБУРГСКИЙ ГОРНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ ИМПЕРАТРИЦЫ ЕКАТЕРИНЫ II»

П Р И К А З

01.11.2023

Санкт-Петербург

№ 1630 адм

О переименовании университета

Объявляю для сведения приказ заместителя Министра науки и высшего образования Российской Федерации:

«МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
(МИНОБРНАУКИ РОССИИ)

П Р И К А З

Москва

О переименовании федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Санкт-Петербургский горный университет» и о внесении изменений в устав федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Санкт-Петербургский горный университет»

В соответствии с Федеральным законом от 29 декабря 2012 г. № 273-ФЗ «Об образовании в Российской Федерации», Указом Президента Российской Федерации от 24 мая 2023 г. № 377 «О присвоении федеральному государственному бюджетному образовательному учреждению высшего образования «Санкт-Петербургский горный университет» почетного наименования», Порядком создания, реорганизации, изменения типа и ликвидации федеральных государственных учреждений, а также утверждения уставов федеральных государственных учреждений и внесения в них изменений, утвержденным постановлением Правительства Российской Федерации от 26 июля 2010 г. № 539, подпунктом 4.3.22 пункта 4 Положения о Министерстве науки и высшего образования Российской Федерации, утвержденного постановлением Правительства Российской Федерации от 15 июня 2018 г. № 682 п р и к а з ы в а ю:

1. Переименовать федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Санкт-Петербургский горный университет» в федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Санкт-Петербургский горный университет императрицы Екатерины II».

2. Утвердить прилагаемые изменения в устав федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Санкт-Петербургский горный университет» (далее соответственно – изменения в устав, Университет), утвержденный приказом Министерства науки и высшего образования Российской Федерации от 16 ноября 2018 г. № 979, с изменениями, утвержденными приказами Министерства науки и высшего образования Российской Федерации от 10 марта 2020 г. № 365, от 29 декабря 2021 г. № 1634, от 29 декабря 2021 г. № 1644 и от 2 декабря 2022 г. № 1194.

3. Ректору Университета Литвиненко В.С.:

3.1. Обеспечить государственную регистрацию изменений в устав в порядке, установленном законодательством Российской Федерации;

3.2. Представить в Федеральную службу по надзору в сфере образования и науки в установленном порядке документы для переоформления лицензии на осуществление образовательной деятельности и свидетельства о государственной аккредитации в связи с переименованием Университета;

3.3. После государственной регистрации изменений в устав представить в Департамент координации деятельности образовательных организаций (Гришкину В.В.) копию изменений в устав, заверенную в установленном порядке.

4. Контроль за исполнением настоящего приказа возложить на Департамент координации деятельности образовательных организаций (Гришкина В.В.).

Заместитель Министра

Д.В. Афанасьев

В связи с вышеизложенным,

П Р И К А З Ы В А Ю:

1. Первому проректору профессору **Пашкевич Н.В.:**

1.1. Обеспечить государственную регистрацию изменений в Устав университета в порядке, установленном законодательством Российской Федерации.

1.2. Представить в Федеральную службу по надзору в сфере образования и науки в установленном порядке документы для переоформления лицензий на право ведения образовательной деятельности и свидетельства о государственной аккредитации в связи с переименованием университета.

2. Проректорам, руководителям структурных подразделений, сотрудникам управления планирования, бухгалтерского учета, анализа и финансового контроля организовать приведение всех документов в соответствие с новым наименованием с **01.11.2023.**

3. Начальнику Управления делопроизводства и контроля документооборота **Яновицкой Е.Р.:**

3.1. Организовать изготовление гербовой печати, печатей и штампов для структурных подразделений и внести соответствующие изменения в бланки университета.

3.2. Уничтожить печати, штампы и бланки, действовавшие до переименования университета.

4. Начальнику управления сетевого (цифрового) обеспечения **Чернядьеву С.Л.** внести изменения в части наименования университета на сайте университета.

5. Руководителям структурных подразделений довести настоящий приказ до сведения всех работников.

6. Назначить ответственными лицами за исполнение приказа:

Пашкевич Н.В., первый проректор профессор – **ответственный исполнитель**;

Волк А.И., начальник юридического управления;

Селезнева Е.В., главный бухгалтер;

Яновицкая Е.Р., начальник управления делопроизводства и контроля документооборота;

Чернядьев С.Л., начальник управления сетевого (цифрового) обеспечения;

Руководители структурных подразделений.

7. Контроль за исполнением настоящего приказа возложить на первого проректора профессора **Пашкевич Н.В.**

Ректор

В. Литвиненко



Начальник управления делопроизводства
и контроля документооборота

Е.Р. Яновицкая
01 НОЯ 2023