

## **ОТЗЫВ**

официального оппонента на диссертацию

**Козенко Алёны Эдуардовны**

«Переработка фторсодержащего техногенного сырья алюминиевого производства с целью получения криолита», представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности

**2.6.2. Металлургия черных, цветных и редких металлов**

*Актуальность темы диссертационной работы.* В результате осуществления технологического процесса электролиза криолит-глиноземных расплавов неизбежно происходит образование твердых отходов – отработанной футеровки электролизеров (ОФЭ), а также мелкодисперсного фторсодержащего техногенного сырья – лежалого шлама, формируемого из трех различных видов отходов, образующихся при получении алюминия в электролизерах с анодом Содерберга. На сегодняшний день отсутствуют технологии по комплексной переработке фторсодержащих техногенных материалов, способствующие максимальному извлечению ценных элементов (в частности, фтора), которые внедрены в производство. Производители первичного алюминия ежегодно осуществляют плату за размещение этих техногенных материалов.

В связи с этим диссертационная работа Козенко А.Э., посвященная исследованию и разработке способов утилизации данных техногенных материалов с целью максимального извлечения фтора и получения химических соединений (например, криолита), которые возможно повторно использовать в процессе электролиза, является актуальной.

Исследования выполнялись при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 20-38-90212.

*Структура диссертационной работы.* Диссертация состоит из введения, 4 глав, заключения. Диссертационная работа изложена на 149

страницах машинописного текста, содержит 48 рисунков и 37 таблиц, 10 приложений. Библиографический список состоит из 154 наименований. Написана научным, технически грамотным языком. Работа выполнена в федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего образования «Иркутский национальный исследовательский технический университет».

**Научная новизна исследований и полученных результатов.** Научная новизна работы заключается в том, 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  $22\pm1,65$  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/дм<sup>3</sup>) щелочной переработки техногенного сырья алюминиевого производства.

**Практическая значимость** диссертационных исследований автора заключается в том, что предложен способ переработки лежалого шлама алюминиевого производства раствором каустической соды (с концентрацией 2,0 – 2,4% NaOH) при одновременном воздействии ультразвуковых колебаний, позволяющий извлекать фтор в раствор для последующей кристаллизации криолита, востребованного в процессе электролиза. Данная технология защищена патентом РФ на изобретение № 2791681. Установлены оптимальные параметры извлечения фтора из проб лежалого шлама в раствор

выщелачивания: температура процесса – 90 °С, соотношение жидкой и твердой фаз в пульпе – 9:1, продолжительность – 90 мин; максимальная степень извлечения фтора составила 86,1 % масс. Также определены оптимальные параметры извлечения фтора из ОФЭ в раствор выщелачивания при воздействии ультразвука: концентрация NaOH – 2 %, Ж:Т = 6:1, продолжительность – 90 мин. Получен вторичный криолит из растворов щелочной переработки техногенного сырья (с содержанием фторид-иона в растворе в среднем 18,0 г/дм<sup>3</sup>), отвечающий требованиям электролитического получения алюминия (ГОСТ 10561-80). Рекомендована принципиальная технологическая схема совместной переработки фторсодержащих техногенных материалов алюминиевого производства (угольной ОФЭ и лежалого шлама) по предложенному методу применительно к условиям Иркутского алюминиевого завода.

Ожидаемое снижение ежегодной платы за размещение отходов 3-го (пыль электрофильтров и шлам газоочистки) и 4-го (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.

Полученные в ходе выполнения диссертационного исследования теоретические и практические результаты, разработанные компьютерные программы для ЭВМ имеют научно-практический интерес для производителей первичного алюминия и внедрены в учебный процесс Иркутского национального исследовательского технического университета при подготовке бакалавров и магистров по направлению «Металлургия».

**Апробация работы.** Результаты диссертационной работы докладывались и обсуждались на XX Международной научно-практической конференции «Металлургия: технологии, инновации, качество» «Металлургия-2017» в г.

Новокузнецке (2017 г.), Международной научной конференции, посвященной 80-летию С.С. Набойченко «Современные технологии производства цветных металлов» в г. Екатеринбурге (2022 г.), Всероссийских научно-практических конференциях с международным участием «Перспективы развития технологии переработки углеводородных и минеральных ресурсов» в г. Иркутске (2018 г., 2022 г.).

*Степень обоснованности и достоверности каждого из полученных положений, выводов и заключений, содержащихся в диссертации.*

Диссертационная работа соискателя выполнена на высоком теоретическом и экспериментальном уровнях. Достоверность и обоснованность полученных результатов, выводов и рекомендаций, сформулированных в работе, базируется на использовании современных методов физико-химического анализа, корректной постановке экспериментальных исследований с применением современного лабораторного оборудования и высокотехнологичных методов определения фазово-химического, гранулометрического состава твердых материалов, химического состава растворов, а также сходимостью результатов моделирования с практическими результатами.

Автор в своей работе для решения поставленных задач использовал различные программные комплексы, методы моделирования и математической обработки экспериментальных данных. Так, для термодинамической оценки взаимодействия компонентов техногенного сырья с раствором каустической соды автор использовала известный и широко используемый в металлургии программный продукт «HSC Chemistry 6.0». Диссертация содержит также результаты физико-химического моделирования процесса выщелачивания фтора из образцов лежалого шлама Иркутского алюминиевого завода, полученные с помощью программного комплекса «Селектор», с целью термодинамической оценки влияния температуры на процесс при выбранных

различных значениях соотношения жидкого и твердого в пульпе (при фиксированной концентрации растворителя). Полученные теоретические данные подтверждены практическими результатами при проведении лабораторных экспериментов. При математической обработке экспериментальных данных, согласно составленному плану трехфакторного эксперимента щелочно-ультразвуковой переработки образцов шлама, были выявлены оптимальные параметры (температура 90 °С, Ж:Т = 9:1 и продолжительность 90 мин) и получена математическая модель данного процесса. При анализе влияния различных факторов щелочно-ультразвукового выщелачивания фтора из отработанной футеровки электролизеров автором (методом математического планирования эксперимента с применением компьютерной программы «PlanExp B-D13») были получены уравнения математических моделей данного процесса и построены диаграммы линий равного уровня (изолиний). Поскольку при этом не был найден экстремум функции отклика в пределах варьирования выбранных переменных факторов (продолжительности и Ж:Т при постоянном третьем факторе - концентрации растворителя), автор далее применила метод математического планирования 3-хфакторного эксперимента. В результате обработки данных 27 экспериментов также была получена математическая модель процесса выщелачивания фтора, отражающая взаимное влияние трех факторов (концентрации NaOH, Ж:Т и продолжительности) и получены их оптимальные значения. Результаты диссертационной работы докладывались на конференциях различного уровня, были опубликованы в научных изданиях, что подтверждает обоснованность полученных данных. Вышеуказанное дает основание считать, что каждое положение, выносимое на защиту, является в высокой степени обоснованным и достоверным.

**Публикации.** По материалам диссертации автором опубликованы 3 статьи в журналах, входящих в Перечень рецензируемых научных изданий, рекомендованных ВАК РФ (две из них входят в международные реферативные базы данных и системы цитирования). Также Козенко А.Э. является соавтором патента РФ на изобретение, двух свидетельств о государственной регистрации программ для ЭВМ. В целом, по материалам диссертационных исследований автор имеет 15 научных публикаций.

**Общая оценка оформления диссертации, вопросы и замечания.** Все главы работы логически связаны между собой и содержат выводы. В работе имеются графические зависимости, иллюстрации, выполненные на высоком оформительском уровне, и таблицы, отражающие полученные теоретические и практические данные. Содержание автореферата соответствует основным положениям и выводам диссертационной работы.

Однако по диссертации имеются следующие вопросы и замечания:

1. Программный комплекс «Селектор» используется как инструмент физико-химического моделирования, который основан на решении различных технологических задач с помощью минимизации энергии Гиббса. Почему на стр. 5, 17 автореферата и по тексту диссертации автором он отнесен к математическому виду моделирования? При математическом моделировании исследование модели проводится с использованием математических методов.

2. В технологической схеме производства вторичного криолита (рисунок 4.6 диссертации и 10 автореферата диссертации) указаны операции «Выщелачивание и обескремнивание», однако в тексте диссертации про обескремнивание нет никакой информации.

3. Автор для нагрева пульпы выщелачивания в технологической схеме предлагает использовать контактный способ насыщенным паром, однако в работе не приводится, какое оборудование для этого предлагается, где оно может размещаться. Также не указаны основные характеристики такого пара.

4. Автором в главе 4 диссертации не указано, что будет использоваться вместо надшламовой воды, приведенной на стр.119 технологической схеме (рисунок 4.6), в зимнее время года??

5. На стр.123-127 диссертации автор приводит расчет ожидаемого экономического эффекта предлагаемых технологических решений, выполненный на основе снижения платежей за загрязнение окружающей среды при размещении отходов, но в расчет экономической эффективности не включена стоимость дополнительно используемого оборудования и не приведен срок его окупаемости.

6. В диссертационной работе очень много сокращений специальных терминов, которые затрудняют их восприятие, считалось целесообразным выделить эти сокращения отдельным подразделом. Автором в приложение включены результаты патентного поиска по способам переработки фторсодержащих отходов производства алюминия, хотя фактически все эти патенты приводятся в списке литературы и вносить их в приложение не было необходимости.

Однако, высказанные замечания носят частный, либо уточняющий или дискуссионный характер и не влияют на общую положительную оценку диссертационной работы.

**Заключение.** Диссертационная работа Козенко А.Э. является законченной научно-квалификационной работой, в которой изложены новые научно обоснованные технологические решения по эффективной переработке фторсодержащего техногенного сырья алюминиевого производства, выполненной на высоком профессиональном уровне. В диссертации полно и последовательно показано изложение решенных задач исследования и доказано достижение поставленной цели диссертационной работы. Автором предложены научно обоснованные и перспективные для промышленной реализации и имеющие существенное значение для развития отечественной алюминиевой

отрасли исследования по переработке техногенного сырья алюминиевого производства (отработанной футеровки и лежалого шлама) с получением криолита, удовлетворяющего требования процесса электролиза.

Диссертационная работа Козенко Алёны Эдуардовны «Переработка фторсодержащего техногенного сырья алюминиевого производства с целью получения криолита» полностью отвечает требованиям п. 9 «Положения о присуждении ученых степеней» в редакции Постановления Правительства Российской Федерации № 842 от 24 сентября 2013 г., предъявляемым к кандидатским диссертациям, а ее автор, Козенко Алёна Эдуардовна, заслуживает присуждения ей ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.2. Металлургия черных, цветных и редких металлов.

Официальный оппонент,  
директор Общества с ограниченной ответственностью  
«Экологический Инжиниринговый Центр»,  
(ООО «ЭКО-Инжиниринг»),  
доктор технических наук (специальность  
02.00.04 – Физическая химия,  
технические науки)

20.10.2023 г.

662150, Красноярский край, г.Ачинск, ОПС, а/я №27;  
раб. тел.: +7(39151)2 3377; сот. тел.: 89233075644  
e-mail: ekoing@mail.ru

Шепелев Игорь Иннокентьевич

Подпись доктора технических наук Шепелева И.И. заверяю

Начальник отдела кадров А.П.Матвеева

