

ОТЗЫВ

официального оппонента

на диссертационную работу Топорковой Юлии Игоревны
«Комплексная переработка цинксодержащей пыли сталеплавильного производства в аммиачно-хлоридных средах», представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.02 – металлургия чёрных, цветных и редких металлов

Актуальность темы работы.

Диссертационные исследования Топорковой Ю.И. посвящены разработке технологии гидрометаллургической переработки электродуговой сталеплавильной пыли (ЭДП) с получением компактного цинка.

Выбор автором темы диссертационной работы обусловлен, в первую очередь, необходимостью максимального использования сырьевого потенциала техногенных месторождений различного генезиса, в том числе формирующихся в черной металлургии. Сложившаяся промышленная практика переработки цинксодержащих электродуговых пылей основана на применении процесса двухстадийного высокотемпературного вельцевания для вскрытия ферритных компонентов шихты и неизбежно сопряжена со значительными затратами и экологическими проблемами. Не менее важным обстоятельством, повлиявшим на выбор направления диссертационных исследований Топорковой Ю.И., является ориентированность вельц-процесса на получение вельц-оксида в качестве товарной продукции с последующей его переработкой в цинковом производстве. Учитывая необходимость повышения рентабельности производства, более целесообразным представляется получение металлического цинка, обладающего высокой добавленной стоимостью, непосредственно при переработке пылей ЭДП.

Таким образом, актуальность выбранной диссертантом темы не вызывает сомнений.

Основные научные результаты, научная новизна и практическая значимость работы:

- установлен преимущественный состав равновесной формы комплексов цинка при выщелачивании оксида цинка в аммонийно-аммиачно-хлоридных растворах;
- определены кинетические характеристики процесса выщелачивания вельц-возгонов пылей ЭДП в аммиачно-хлоридных растворах;
- установлены оптимальные условия процесса аммиачного выщелачивания вельц-возгонов пыли ЭДП с извлечением цинка в раствор не менее 96 %.
- изучен механизм постоянства концентрации хлорид-ионов при электроэкстракции цинка из аммиачно-хлоридных растворов;

- получены кинетические характеристики процесса цементации свинца на цинковом порошке в аммиачно-хлоридных растворах.

- установлены параметры процесса электроэкстракции цинка из аммиачно-хлоридных растворов без выделения газообразного хлора. Подобраны материалы для изготовления катода и анода, устойчивые в данных условиях.

- разработана технология, позволяющая заменить вторую стадию вельцевания на выщелачивание растворами хлорида аммония, что позволяет сократить затраты и получить компактный цинк.

Оформление. Диссертация написана хорошим литературным языком. Графические данные выполнены на высоком иллюстративном уровне. Текст автореферата соответствует материалам диссертационной работы.

Достоверность и обоснованность работы. Научные выводы и рекомендации, сделанные автором, доказаны большим массивом опытных данных и их воспроизводимостью, а также использованием современных методов физико-химического анализа и математической обработки результатов исследований.

Публикации. Результаты диссертационной работы Топорковой Ю.И. докладывались на 2 международных конференциях и опубликованы в 4 научных журналах из списка, рекомендованного ВАК РФ.

Краткое содержание работы.

В первой главе Топорковой Ю.И. дана характеристика основных типов техногенного цинксодержащего сырья черной металлургии, выполнен анализ современного состояния технологий переработки цинксодержащих отходов черной металлургии, поставлены основные теоретические и технологические задачи диссертационной работы.

Во второй главе соискателем изучены особенности химического и минералогического состава пробы электросталеплавильной пыли. С использованием метода рентгеновской дифрактометрии установлены основные минеральные фазы пыли, их количество и состав. Показано, что основные цинксодержащие фазы (оксидная и ферритная) находятся примерно в равном соотношении. Установлено, что при прямом аммиачно-хлоридном выщелачивании пылей переход цинка в раствор не превышал 60-62 %, Показано, что предварительное вскрытие упорной ферритной формы цинка спеканием пыли с оксидом кальция нецелесообразно. Подтверждена необходимость вельцевания пылей ЭДП в одну стадию с последующей гидрометаллургической аммиачно-хлоридной переработкой вельц-окси.

В третьей главе Топорковой Ю.И. с использованием различных методов химического анализа, рентгено-фазового анализа и оптической микроскопии определены основные характеристики пробы вельц-возгонов.

Выполнена термодинамическая оценка взаимодействий в системе $\text{Zn(II)}-\text{NH}_4\text{Cl}-\text{NH}_3-\text{H}_2\text{O}$ с построением в программе HYDRA диаграммы распределения комплексов цинка от pH среды. Впервые рассчитано смещение равновесия диссоциации гидроксида аммония и предельное значение pH раствора аммиака при введении в раствор одноименных ионов хлоридов аммония. Установлен преимущественный состав равновесной формы комплексов цинка как $[\text{Zn}(\text{NH}_3)_2]^{2+}$, образующейся в аммонийно-аммиачно-хлоридных растворах.

Заметное место уделено автором изучению влияния основных параметров аммиачно-хлоридного выщелачивания на показатели извлечения цинка в раствор. С использованием метода математического планирования экспериментов (ПФЭ 3³) определены оптимальные концентрации реагентов: 4М NH_4Cl , 4М NH_3 при Ж:Т=15. Рассчитаны кинетические характеристики процесса: порядок реакции; константы скорости процесса при 293 и 313 К; величина энергии активации. Предположено, что процесс выщелачивания цинка протекает преимущественно во внешнедиффузионной области.

В четвертой главе автором с использованием элементов термодинамического анализа подробно рассмотрены особенности поведения основных примесных компонентов вельц-возгонов пылей (соединений меди, свинца, железа и др.) в аммиачно-хлоридной среде. В качестве рационального метода обессвинцевания цинксодержащих растворов предложена цементация на цинковом порошке; определены оптимальные параметры процесса. Выполненные кинетические исследования процесса цементации позволили соискателю установить наличие преимущественно внутридиффузионных ограничений восстановления свинца на цинке в аммиачно-хлоридных растворах.

Пятая глава диссертационной работы посвящена детальному изучению процесса электроэкстракции цинка в аммиачно-хлоридной среде. Представлены обоснованные предположения о механизме химических взаимодействий в условиях электролиза. С использованием метода построения поляризационных кривых установлено снижение предельной плотности катодного тока и потенциала начала восстановления цинка при уменьшении концентрации ионов цинка в электролите. Установлено отсутствие выделения хлора на аноде и выделение газообразного азота, образующегося при взаимодействии активного атомарного хлора с аммиаком, что способствует регенерации электролита и обеспечивает принципиальную возможность возврата его на стадию выщелачивания. В ходе исследований были выбраны материалы для изготовления анода – графит; катода – нержавеющая сталь. Определены оптимальные условия электроэкстракции (плотность тока 250 А/м²), обеспечивающие выход по

току цинка на уровне 91-94 %, высокое качество катодного осадка (99,99 % Zn) и отсутствие выделения газообразного хлора.

В шестой главе на основании выполненных теоретических и экспериментальных исследований разработана технология комбинированной переработки цинксодержащей пыли сталеплавильного производства, включающая одностадийное вельцевание, выщелачивание вельц-окиси в аммонийно-хлоридном растворе с последующим выделением свинцового цементата, электроэкстракцию цинка с получением компактного катодного металла. Рассчитан материальный баланс принципиальной технологической схемы переработки пылей ЭДП.

Вопросы и замечания по диссертации.

1. Отсутствуют конкретные данные о запасах и темпах накопления цинксодержащих электросталеплавильных пылей отечественных предприятий. Не указана принадлежность (регион, предприятие?) изученной пробы пыли ЭДП (стр. 27, табл. 2.10).

2. Судя по табл. 2.2, железо в пробе пыли представлено преимущественно гематитом (41%), а не магнетитом (стр. 28).

3. Судя по рис. 3.19 (стр. 73) повышение температуры на 20 °С отрицательно сказывается не только на переходе цинка в раствор, но и на скорости его растворения, снижая ее почти в 2 раза. По-видимому, в этом случае рассчитанные кинетические характеристики процесса и выводы о лимитирующей стадии требуют дополнительных разъяснений.

4. Не отражено поведение примесей (Sn, Ni, Bi, Sb и др.) при электроэкстракции цинка и его возврате на стадию выщелачивания (стр. 115).

5. Не подтверждена экспериментально возможность создания замкнутого цикла технологических растворов.

6. Судя по табл. 6.1 (стр. 118) вся медь остается в кеке выщелачивания, что противоречит ранее приведенным данным исследований.

7. Отсутствуют данные об экономической эффективности предлагаемой технологии.

Заключение. Отмеченные в тексте отзыва замечания существенно не снижают актуальность, научную ценность и практическую значимость диссертационной работы. Часть вопросов, возникающих при рецензировании, предусмотрительно отнесена автором к числу планируемых направлений будущих исследований.

В целом работа Топорковой Ю.И. производит весьма благоприятное впечатление. Диссертационная работа соответствует требованиям п. 9 «Положения о порядке присуждения ученых степеней» ФГАОУ ВО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России

Б.Н. Ельцина», предъявляемым к кандидатским диссертациям, а ее автор, Топоркова Юлия Игоревна, заслуживает присуждения ей ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.02 – Metallургия чёрных, цветных и редких металлов.

Официальный оппонент,
доктор технических наук, доцент,
профессор кафедры металлургии федерального
государственного бюджетного образовательного
учреждения высшего образования
«Санкт-Петербургский горный университет»,

 Г. В. Петров

Петров Георгий Валентинович

Место работы: Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Санкт-Петербургский горный университет»

Адрес: 199106, Россия, г. Санкт-Петербург, 21 линия В.О., дом 2

Телефон: +7(812)328-84-59

e-mail: Petrov_GV@pers.spmi.ru



Подпись Г.В. Петрова
Серия: _____
Директор отдела _____
Производства Е.Р. Яновицкая
" 19 " 05 20 д г.