

## **ОТЗЫВ ОФИЦИАЛЬНОГО ОППОНЕНТА**

на диссертационную работу Филатова Александра Андреевича  
«Синтез лигатур Al-Zr при электролизе оксидно-фторидных расплавов»,  
представленную на соискание ученой степени кандидата химических наук по  
специальности

«2.6.8. Технология редких, рассеянных и радиоактивных элементов»

### **Актуальность выбранной темы.**

Диссертационная работа Филатова А.А. посвящена решению важной научно-практической задачи – разработке основ новой технологии получения алюмоциркониевых лигатур, спрос на которые в последнее время обусловлен высокими темпами развития аэрокосмической промышленности. Предлагаемый автором способ получения лигатур электролизом оксидно-фторидных расплавов на основе системы  $\text{KF-NaF-AlF}_3\text{-ZrO}_2$  обладает рядом преимуществ перед промышленными вариантами их изготовления (смешение расплавленных металлов, металлотермическое восстановление солей). Использование оксидов вместо дорогостоящих солей и снижение температуры процесса до  $800^\circ\text{C}$  делает этот способ более энергосберегающим и рентабельным. Однако представления об электродных процессах при таком электролизе в настоящее время совершенно не развиты.

Недостаток сведений об электродных процессах в расплавах на основе  $\text{KF-AlF}_3\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$  является, по-видимому, одной из причин того, что разрабатываемая технология не доведена до промышленной реализации на основе действующих алюминиевых электролизеров. Диссертационная работа Филатова А.А., направленная на установление закономерностей электродных процессов в расплавах  $\text{KF-NaF-AlF}_3\text{-ZrO}_2$ , представляется весьма актуальной с научной и практической точек зрения. Она важна для развития отечественной металлургической промышленности.

### **Обоснованность выбора методов исследования.**

Для выполнения задач и достижения цели работы, диссертантом были сконструированы электролизные ячейки, выбраны материалы электродов и использованы современные методы электрохимического анализа, среди которых стационарная поляризация и циклическая хроновольтамперометрия. Были проведены электрохимические измерения и электролизные испытания по получению лигатур алюминия в расплавах  $\text{KF-NaF-AlF}_3\text{-ZrO}_2$ . Для изучения состава, структуры и свойств исследуемых расплавов и полученных катодных продуктов были использованы современные физико-химические методы анализа, такие как сканирующая электронная микроскопия,

рентгенофазовый анализ, спектральный анализ с индуктивно-связанной плазмой, и другие.

**Достоверность результатов** подтверждена использованием независимых электрохимических методов анализа и высокой сходимостью полученных результатов, которые дополнительно подтверждены результатами физико-химического анализа.

#### **Научная новизна результатов.**

В ходе выполнения работы диссертантом впервые получены следующие данные о закономерностях физико-химических процессов в расплавах KF-NaF-AlF<sub>3</sub>-ZrO<sub>2</sub>:

- измерены температуры ликвидуса расплавов KF-AlF<sub>3</sub>, NaF-AlF<sub>3</sub> и KF-NaF-AlF<sub>3</sub> с добавками ZrO<sub>2</sub> и определена растворимость ZrO<sub>2</sub> в них в диапазоне температур 750-800°C. Предложен механизм растворения ZrO<sub>2</sub> в исследуемых расплавах;

- определены закономерности катодного процесса в расплавах KF-AlF<sub>3</sub>-ZrO<sub>2</sub> на основе экспериментальных данных, полученных при варьировании условий (ток, напряжение) электролиза, материала катода, температуры и состава расплава (мольного отношения [KF]/[AlF<sub>3</sub>], концентрации ZrO<sub>2</sub>);

- выявлены закономерности совместного электроосаждения алюминия и циркония из расплавов KF-NaF-AlF<sub>3</sub>-ZrO<sub>2</sub> при 750-900°C;

- установлены закономерности алюмотермического восстановления ZrO<sub>2</sub> в расплавах KF-AlF<sub>3</sub>, NaF-AlF<sub>3</sub> и KF-NaF-AlF<sub>3</sub>. Определено влияние состава расплава и параметров синтеза на извлечение циркония из его оксида в алюминий.

- определены параметры и установлены закономерности получения лигатур алюминия при электролизе расплавов на основе системы KF-NaF-AlF<sub>3</sub>-ZrO<sub>2</sub> с добавками ZrO<sub>2</sub> при температуре 750-900°C. Оценена модифицирующая способность полученных лигатур.

#### **Обоснованность и достоверность положений и выводов.**

Полученные в диссертационной работе результаты, их анализ, выводы и выносимые на защиту положения не вызывают каких-либо сомнений. Они базируются на использовании современных методов и методик физико-химического анализа с применением соответствующего высокоточного оборудования, согласованностью и воспроизводимостью результатов независимых методов анализа. Установленные закономерности согласуются с литературными данными и фундаментальными представлениями в области электрохимии, термодинамики и химической кинетики. Правильность и

обоснованность выбранных параметров электролиза исследуемых расплавов подтверждается положительными результатами при синтезе алюминиевых лигатур.

**Значимость для науки и практики выводов и рекомендаций диссертанта.**

Результаты электрохимических измерений и установленные закономерности электродных процессов в исследуемых расплавах на основе системы  $\text{KF-NaF-AlF}_3\text{-ZrO}_2$  в области температур  $750\text{-}900^\circ\text{C}$  расширяют фундаментальные представления о физической химии и электрохимии расплавленных солей, поскольку на данный момент в литературе представлены данные касающиеся электродных процессов лишь в криолит-глиноземном расплаве при температуре  $950\text{-}1050^\circ\text{C}$ . При этом в каждой из глав диссертационной работы прослеживаются теоретически и практически значимые результаты:

- разработаны конструкции электролизных ячеек, которые могут быть использованы не только для изучения и синтеза лигатур в расплавах  $\text{KF-NaF-AlF}_3\text{-ZrO}_2$ , но и в других фторидных расплавах при изучении важных процессов;

- впервые определены и обоснованы параметры электролиза расплавов на основе системы  $\text{KF-NaF-AlF}_3\text{-ZrO}_2$ , которые позволяют исключить накопление оксидов в солевом флюсе.

- разработаны основы новой технологии синтеза лигатур алюминия, позволяющие организовать непрерывное, энергоэффективное и ресурсосберегающее производство.

Полученные Филатовым А.А. экспериментальные и теоретические результаты и сформулированные на основании их анализа выводы соответствуют достижению поставленной в работе цели и задачам. Основные результаты диссертационной работы представлены в 16 научных работах, из них 14 статей, в том числе 5 статей проиндексированы в международных базах Scopus и Web of Science, и 2 патентах РФ. Результаты апробированы на международных и российских конференциях. Автореферат соответствует диссертации.

Тема диссертации **соответствует паспорту заявленной специальности «2.6.8. Технология редких, рассеянных и радиоактивных элементов»** и отрасли науки. Согласно формуле специальности, в работе изучены электродные процессы извлечения циркония из его оксида в алюминиевый

сплав под действием электрического тока и способы управления этими процессами.

**При ознакомлении с диссертационной работой возникли следующие вопросы, а также замечания по содержанию и оформлению:**

1. Для оценки величины растворимости оксида циркония в исследуемых расплавах одним из используемых методов было выбрано измерение температур ликвидуса. Температура ликвидуса по определению соответствует температуре кристаллизации первой фазы, на каком основании было сделано заключение что первой кристаллизующейся фазой является цирконий содержащий компонент и при данной температуре достигнуто максимально допустимое содержание оксида циркония в расплаве?

2. Диссертант связывает дополнительные перегибы, полученные на вольтамперограммах при добавках оксида циркония, с восстановлением циркония и сплава циркония с алюминием. На основании каких данных, кроме результата потенциостатического электролиза, сформировано данное утверждение?

3. В работе приведены сведения о растворимости оксидов легирующего элемента в расплавах на основе системы  $KF-AlF_3-Al_2O_3$ , но с практической точки зрения важными также представляются данные о физико-химических свойствах исследуемых электролитов (электропроводность, вязкость, межфазное натяжение, и другие). Имеются ли такие данные?

4. В работе было отмечено сильное снижение степени извлечения при повышении содержания натрия в расплаве и сделано предположение о связи данного явления с меньшей растворимостью оксидов в расплавах на основе натрия. Какие ещё результаты исследований кроме изучения растворимости оксидов, послужили основанием для подобных выводов?

5. При изучении модифицирующей способности полученной лигатуры было оценено влияние содержания циркония на размер зерна и твёрдость сплава. Однако, у промышленных алюминиевых сплавов важными характеристиками являются также плотность и электропроводность, проводились ли какие-нибудь испытания для оценки влияния добавки циркония на эти характеристики?

Имеющиеся вопросы и замечания лишь указывают на интерес к работе и возможным направлениям ее дальнейшего научного развития, никак не влияя на общее положительное впечатление о работе.

## Заключение

Диссертационная работа Филатова А.А. представляет собой законченное исследование, выполненное на высоком экспериментальном уровне. Установленные в ней закономерности физико-химических процессов в расплавах на основе  $KF-NaF-AlF_3-ZrO_2$  вносят значимый вклад в электрохимию расплавленных солей, а разработанные научные основы энергоэффективных и ресурсосберегающих способов получения лигатур алюминия важны для отечественной металлургии.

По своей актуальности, новизне, научной и практической значимости работа соответствует требованиям п. 9 Положения о присуждении ученых степеней в УрФУ, а ее автор, Филатов Александр Андреевич, заслуживает присуждения ученой степени кандидата химических наук по специальности «2.6.8. Технология редких, рассеянных и радиоактивных элементов».

**Официальный оппонент:** доктор химических наук, профессор, заведующий кафедрой неорганической и физической химии Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Кабардино-Балкарский государственный университет им. Х.М. Бербекова»

  
Хасби Билялович Кушхов

21.10.2022

360004, Кабардино-Балкарская Республика,  
г. Нальчик, ул. Чернышевского, 173.  
Тел. +7-928-719-67-27  
E-mail: hasbikushchov@yahoo.com

Подпись Кушхова Х.Б. заведующий  
ученый секретарь КБГУ,  
доктор филологических наук

  
И.В. Ашинова

