

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ЭКСПЕРТНОЙ КОМИССИИ

по защите диссертации **Малютина Льва Николаевича** «Способ получения гидроксида бериллия из флюорит-фенакит-берtrandитового концентрата с использованием гидрофторида аммония», представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.02 – Metallургия черных, цветных и редких металлов и состоявшейся в НИТУ «МИСиС» 02.10.2019 г.

Диссертация принята к защите Диссертационным советом НИТУ «МИСиС» 27.05.2019 г., протокол № 09.

Диссертация выполнена на кафедре «Химической технологии редких, рассеянных и радиоактивных элементов» (ХТРЭ) Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский Томский политехнический университет», Министерство науки и высшего образования РФ.

Научный руководитель – доктор технических наук, Дьяченко Александр Николаевич, Общество с ограниченной ответственностью «Институт Легких Материалов и Технологий» (ООО «ИЛМиТ»), генеральный директор.

Экспертная комиссия утверждена Диссертационным советом НИТУ «МИСиС» (протокол № 09 от 27.05.2019 г.) в составе:

1 Тарасов Вадим Петрович, д.т.н., профессор, заведующий кафедрой цветных металлов и золота НИТУ «МИСиС» – председатель комиссии;

2 Богатырева Елена Владимировна, д.т.н., доцент, профессор кафедры цветных металлов и золота НИТУ «МИСиС»;

3 Медведев Александр Сергеевич, д.т.н., профессор, ведущий эксперт кафедры цветных металлов и золота НИТУ «МИСиС»;

4 Буйновский Александр Сергеевич, д.т.н., профессор, профессор кафедры химии и технологии материалов современной энергетики Северского технологического института – филиала НИЯУ «МИФИ»;

5 Гедгагов Эдуард Измаилович, д.т.н., старший научный сотрудник, заведующий лабораторией металлургии и обогащения, Акционерное общество «Научно-исследовательский институт цветных металлов «ГИНЦВЕТМЕТ»

В качестве ведущей организации утверждено Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева» (ФГБОУ ВО РХТУ им. Д.И. Менделеева).

Экспертная комиссия отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

- разработан способ экстракции бериллия из флюорит-фенакит-берtrandитового концентрата, осуществляемый в расплаве гидрофторида аммония, с целью получения гидроксида бериллия;
- предложена методика получения гидроксида бериллия из тетрафторобериллата аммония, включающая в себя стадию водного выщелачивания, очистку раствора тетрафторобериллата аммония от примесей, кристаллизацию,

термическую диссоциацию тетрафторобериллата аммония до фторида бериллия и осаждение гидроксида бериллия из раствора фторида бериллия при помощи 25 %-го раствора аммиака;

- доказана перспективность применения гидрофторирования бериллиевых минералов в расплаве гидрофторида аммония для получения соединений бериллия, исключая предварительные стадии высокотемпературной и химической активации бериллиевого концентрата;
- введено понятие «гидрофторирование в расплаве гидрофторида аммония» для описания процесса взаимодействия компонентов концентрата со фторидом водорода, присутствующего в расплаве фтористых солей аммония, с образованием фторидов и комплексных солей, содержащих анионы фтора и катионы аммония.

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:

- доказано экспериментальным путем, что образование слоя продуктов взаимодействия компонентов концентрата и гидрофторида аммония затрудняют доступ (диффузию) фторирующего агента к поверхности реагирования, также доказано существование нестехиометрических соединений фторида бериллия и фторида аммония в температурном интервале 292-554 °С в процессе термической диссоциации тетрафторобериллата аммония;
- результативно использован комплекс современных методов физико-химического исследования веществ и химических процессов, в том числе термогравиметрический и дифференциальный термический анализ, инфракрасная спектроскопия, атомно-эмиссионная спектроскопия с индуктивно-связанной плазмой и рентгенофазовый анализ;
- изложены факторы, влияющие на процесс гидрофторирования флюорит-фенакит-берtrandитового концентрата в расплаве гидрофторида аммония, в качестве оптимальных определены следующие значения: температура – 190-200 °С, продолжительность – 60 мин, избыток фторирующего агента – 10 %, обязательное условие – наличие перемешивания и перемалывания образующихся спеков;
- раскрыто существование нестехиометричных соединений фторида бериллия и фторида аммония в температурном диапазоне 292-554 °С;
- изучены термодинамические основы и кинетические характеристики процесса взаимодействия флюорит-фенакит-берtrandитового концентрата с гидрофторидом аммония, установлена лимитирующая стадия процесса гидрофторирования;
- изучен процесс гидролиза тетрафторбериллат-аниона и примесных ионов при высоких уровнях рН в растворе фторида аммония, процесс сорбционной и перекристаллизационной очистки тетрафторобериллата аммония, изучен механизм термической диссоциации тетрафторобериллата аммония и осаждения гидроксида бериллия из раствора фторида бериллия под действием 25 %-го водного раствора аммиака;

- уточнен механизм термической диссоциации тетрафторобериллата аммония, протекающей в несколько стадий: в интервале 151-262 °С происходит разложение $(\text{NH}_4)_2\text{BeF}_4$ до трифторбериллата аммония $(\text{NH}_4\text{BeF}_3)$, в интервале 262-292 °С – до пентафтордибериллата аммония $(\text{NH}_4\text{Be}_2\text{F}_5)$, в интервале 292-355 °С происходит образование нестехиометрического соединения $2\text{BeF}_2 \cdot 0,1\text{NH}_4\text{F}$, которое полностью разлагается до BeF_2 при 554 °С.

Значение полученных соискателем результатов исследования для практики подтверждается тем, что:

- разработан «Временный технологический регламент получения бериллия гидроокиси № К43-01.03-2016-ВТР», позволяющий вовлечь в экономически обоснованный передел флюоритсодержащие концентраты бериллия Ермаковского месторождения, результаты диссертационного исследования в виде Ноу-хау переданы ООО «НПО «Редкие металлы Сибири» на основании Лицензионного договора о предоставлении права использования секретов производства (Ноу-хау) № 1500 от 03.02.2016 г.;
- определены перспективы использования переработки бериллиевых концентратов с помощью гидрофторида аммония при 190-200 °С без предварительной термической и химической активации для производства фтористых солей бериллия, необходимых для получения металлического бериллия;
- создана система практических рекомендаций по организации технологической последовательности переработки флюорит-фенакит-берtrandитового концентрата с помощью гидрофторида аммония до гидроксида бериллия, включающих стадии гидрофторирования, водного выщелачивания, трехступенчатой очистки от примесей, термическое разложение тетрафторобериллата аммония и осаждение гидроксида бериллия из раствора фторида бериллия;
- представлены рекомендации по аппаратурному оформлению технологического передела производства гидроксида бериллия из флюорит-фенакит-берtrandитового концентрат с помощью гидрофторида аммония.

Оценка достоверности результатов исследования выявила:

- для экспериментальных работ использованы передовое аналитическое оборудование и современные методы физико-химических исследований: термогравиметрический и дифференциальный термический анализ, инфракрасная спектроскопия, атомно-эмиссионная спектроскопия с индуктивно-связанной плазмой и рентгенофазовый анализ;
- теория диссертационного исследования построена на известных, проверяемых данных, опубликованных в трудах отечественных и зарубежных авторов, в которых изложена научная концепция способов экстракции бериллия и получения первичной бериллиевой продукции: гидроксида бериллия и металлического бериллия;

- идея базируется на обобщении мирового опыта в области химии фтора, фторсодержащих соединений, применения фтористых соединений в технологии переработки минерального сырья;
- использованы данные, полученных ранее по тематике переработки бериллийсодержащих материалов и применению фтористых солей аммония в технологии цветных и редких металлов (И.Г. Рысс, Л.Н. Куриленко, В.С. Римкевич, Н.М. Лапташ, В.В. Шаталов, В.И. Никонов, М.Л. Коцарь, Т.А. Доброскокина, В.В. Лазаренко, А.М. Попов, А.С. Медведев, В.Д. Федоров, Л.В. Дегтярева, Е.И. Сутягина, В.Е. Матясова, А.Н. Борсук, В.И. Самойлов, И.О. Леваневский);
- установлено качественное совпадение результатов диссертационного исследования с результатами, представленными в независимых источниках по данной тематике (М. Schmidt, Н. Schmidbauer, Д.А. Эверест, А.В. Новоселова, Е.Е. Zaki, D.D. Throat, Г.Ф. Силина, Ю.И. Зарембо, Л.Э. Бертина, В.В. Шаталов, В.И. Никонов, М.Л. Коцарь, Т.А. Доброскокина, В.В. Лазаренко, А.М. Попов, А.С. Медведев, В.Д. Федоров, Л.В. Дегтярева, Е.И. Сутягина, В.Е. Матясова и др.)
- использованы современные методики сбора и обработки исходной информации.

Личный вклад соискателя заключается в анализе литературных данных, выборе теоретических и экспериментальных методов решения поставленных задач, разработке исследовательского оборудования, личном участии в проведении экспериментальных исследований, анализе и интерпретации полученных данных, подготовке к публикации докладов и статей.

Соискатель представил 8 опубликованных работ в рецензируемых научных изданиях из перечня, утвержденного Минобрнауки России, 3 опубликованные работы в изданиях, индексируемых в наукометрических базах данных Scopus.

Пункт 2.6 Положения присуждения ученой степени кандидата наук, ученой степени доктора наук НИТУ «МИСиС» соискателем ученой степени не нарушен.

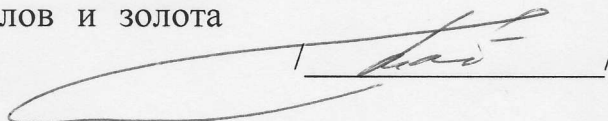
Диссертация Малютин Л.Н. соответствует критериям п. 2 Положения о порядке присуждения ученых степеней в НИТУ «МИСиС», так как в ней на основании выполненных автором исследований решена задача переработки российского флюоритсодержащего бериллиевого сырья с помощью гидрофторида аммония для получения гидроксида бериллия, по характеристикам идентичного выпускаемой марке $\text{Be}(\text{OH})_2$, сорта Б, что, в свою очередь, имеет существенное значение для развития российской редкометалльной промышленности.

Экспертная комиссия приняла решение о возможности присуждения Л.Н. Малютину ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.02 – Металлургия черных, цветных и редких металлов.

Результаты голосования

При проведении тайного голосования экспертная комиссия в количестве 4 человек, участвовавших в заседании из 5 человек, входящих в состав комиссии, проголосовали: за - 4, против - 0, недействительных бюллетеней - 0.

Председатель Экспертной комиссии
д.т.н., профессор, заведующий
кафедрой цветных металлов и золота
НИТУ «МИСиС»



В.П. Тарасов