

## ОТЗЫВ

на автореферат диссертации **Акименко Алексея Андреевича** по теме: «**Автоклавное растворение металлов платиновой группы в солянокислых средах**», представленной на соискание учёной степени кандидата химических наук по специальности 2.6.7. – Технология неорганических веществ

Диссертационная работа А.А. Акименко посвящена решению важной технической задачи: установлению физико-химических закономерностей растворения упорных металлов платиновой группы в солянокислых окислительных средах, проводимого в закрытых системах при повышенных температурах в титановом автоклавном оборудовании. Тема работы, безусловно, является актуальной, представляет высокий научный и практический интерес.

Необходимость решения поставленной задачи убедительно доказана диссертантом при анализе фактического состояния существующих технологий получения аффинированных металлов платиновой группы. Данные технологии в настоящее время характеризуются многостадийностью, длительностью во времени и высокой энергозатратностью. Особо отмечено широкое применение опасных реагентов, таких как хлор, что, в свою очередь, выдвигает повышенные требования как к промышленной, так и к экологической безопасности.

Известно, что характерной особенностью МПГ является крайне низкая кинетика протекания с их участием многих химических процессов. Существующие процессы растворения платиновых металлов – задача чрезвычайно сложная. Процессы многостадийны (особенно для случая родия и иридия) и экономически чрезвычайно затратны. Даже в простых случаях золота и палладия, которые легко растворяются в царской водке, образуется множество продуктов, что является одной из причин потерь благородных металлов. При этом сведения о способах одностадийного вскрытия упорных материалов на основе МПГ в литературе отсутствуют.

Одним из ключевых решений по интенсификации химических реакций является повышение температуры процесса. Для значительного увеличения скорости растворения упорных МПГ, прежде всего – платины, родия и иридия – требуются гидротермические (автоклавные) условия. Автоклавные технологии позволяют многократно ускорять кинетически заторможенные процессы по сравнению с классическими методами вскрытия, что позволяет добиваться минимального остаточного содержания благородных металлов в нерастворимом остатке.

Диссертантом справедливо отмечено, что, несмотря на все преимущества, описанные выше, процессы автоклавного вскрытия не получили должного развития в аффинажной отрасли России. Необходимость применения достаточно жестких условий (окислительная среда, высокая концентрация соляной кислоты) и связанные с этим

Получено ИХХТ СО РАН  
23 августа 2024 г.  
Вход № 287-8-23-08/16

повышенные требования к коррозионной стойкости конструкционных материалов ограничивают возможности их использования в аффинажной промышленности. Поэтому весьма важной при реализации данных процессов является задача подбора химически стойкого материала для изготовления автоклавного оборудования, предназначенного для проведения высокотемпературного кислородного выщелачивания в солянокислых средах.

В настоящее время наиболее распространенными конструкционными материалами в аффинажной промышленности России являются титан и его сплавы. Основное преимущество титана – это его высокая удельная прочность и коррозионная стойкость в различных окислительных средах. Однако при работе в особо агрессивных средах, используемых для растворения упорных материалов, коррозионной устойчивости чистого титана становится недостаточно для долговременной и безопасной эксплуатации оборудования. В литературных источниках отсутствуют сведения о коррозионной стойкости титана и его сплавов в солянокислых растворах, в том числе в присутствии пассивирующих добавок и окислительной среды при повышенных давлениях кислорода и температурах более 100°C.

Научная новизна и теоретическая значимость работы заключаются в получении оригинальных научных данных об условиях устойчивости титана в автоклавной системе в среде соляной кислоты при температурах 100-200°C. В частности, автором диссертации:

- установлено, что процессы растворения порошков драгоценных металлов в автоклавных условиях протекают в кинетическом режиме;
- впервые проведены исследования по вскрытию упорных промпродуктов аффинажного производства на основе Rh и Ir; установлена принципиальная возможность их растворения в титановом автоклавном оборудовании в диапазоне 100-200°C;
- показано, что при концентрации HCl менее 3M титан является устойчивым во время проведения процесса растворения МПГ;
- установлена принципиальная возможность растворения упорного промпродукта аффинажного производства «Rh-Ir сплав» в солянокислых средах при температурах 170-190 °C.

Практическая значимость работы заключается в разработке нового экологически безопасного метода вскрытия материалов на основе платиновых металлов, в том числе и упорных продуктов аффинажного производства, не поддающихся вскрытию в открытых системах. Показана эффективность использования автоклавных технологий для одностадийного вскрытия упорных материалов на основе МПГ. Результаты исследований по коррозионной устойчивости титана позволили уточнить область применения этого материала в солянокислых средах при повышенных температурах.

Установление физико-химических закономерностей растворения упорных МПГ предполагает изучение наряду с термодинамикой и кинетикой – строения вещества. При этом, как известно, конечная задача исследования любого химического процесса – установление связи «состав - структура - свойство». Автором диссертационной работы принят именно такой системный подход. В ней исследованы особенности растворения не только в зависимости от температуры и химической среды, но и от дисперсности растворяемых материалов, для чего предварительно были определены характеристики дисперсности.

Выводы и рекомендации диссертационной работы, безусловно, имеют большое научное и практическое значение. Основные положения и результаты работы прошли апробацию на престижных научных конференциях. Автореферат объективно и в полной мере отражает содержание диссертационной работы.

В работе имеются дискуссионные положения и идеи, но это не умаляет её научного и практического достоинства. Работа представляет собой законченный научный труд, теоретические положения которого можно рассматривать как новое достижение в развитии автоклавной гидрометаллургии упорных продуктов аффинажного производства МПГ. Полученные результаты свидетельствуют о решении важной научной проблемы, имеющей, в первую очередь, прикладную направленность.

Несмотря на отмеченные положительные качества, по содержанию диссертационной работы имеются следующие вопросы и замечания.

1. Требуется пояснения термин «упорные металлы платиновой группы».
2. В ходе исследования факторов, влияющих на коррозионную устойчивость титана во время процесса растворения упорных материалов, в диссертации оценены допустимые параметры проведения процессов в титановом автоклавном оборудовании. Показано (стр. 9, рис. 4), что максимально допустимая температура проведения процессов в среде соляной кислоты 3М, в присутствии концентрированной азотной кислоты (1 об. %) и газообразного кислорода, при которой скорость коррозии титана остается на допустимом уровне (0,1 мм/год), составляет 160 °С. Вместе с тем, эксперименты по автоклавному растворению иридия и родия (стр. 13-14) показали, что добиться полноты растворения черни этих металлов удаётся только при более жёстких параметрах: при температуре 190-210 °С и концентрации HCl 6М.

**Вопрос:** какие можно предложить способы расширения установленных границ устойчивости титана, для того, чтобы обеспечить возможность использования титановых автоклавов для растворения упорных материалов на основе родия и иридия?

**В порядке рекомендации:** для изготовления титанового оборудования представляется целесообразным проверить сплав Титан Grade 7 (Ti Grade 7). Это титановый сплав 7-го класса, содержащий в своём составе 0,1 % палладия, с улучшенной стойкостью к общей и локальной коррозии. Титан Grade 7 широко используется в качестве футеровки для больше объёмных автоклавов ( $V \geq 500 \text{ м}^3$ ), применяемых в процессах НРАЛ для выщелачивания латеритовых руд серной кислотой при температурах 240-250 °С. Титан Grade 7 характеризуется также устойчивостью к коррозии в восстановительных средах кислот широкого диапазона, в том числе в хлоридной среде, с низким значением рН и при высоких температурах – до 260°С.

3. На стр. 18 приведены результаты автоклавного растворения сплава Rh-Ir, проведённого в довольно жёстких условиях: при температуре 170°С, концентрации соляной кислоты 3М, в присутствии азотной кислоты. При этом за 40 часов выщелачивания сплава в автоклавных условиях удалось добиться перехода в раствор только ~38 % родия и ~25 % иридия.

**Вопрос:** насколько теоретически и практически значим этот результат, удавалось ли ранее реализовать подобный одностадийный процесс растворения упорных материалов на основе родия и иридия?

4. На стр. 18 говорится о том, что проведена серия опытов по растворению сплава Rh-Ir в титановом автоклаве. При этом говорится, что установлен принципиальный переход материала в раствор *«в условиях, позволяющих проводить процесс в титановом оборудовании»*. Данное заявление не имеет достаточных оснований, эксперимент проведён при температуре 170 °С, концентрации соляной кислоты 3М, в присутствии азотной кислоты. Вместе с тем, согласно рис. 4 (стр. 9), при этих условиях скорость коррозии титана должна увеличиться до ~1,8 мм/год, что значительно превышает допустимый уровень коррозии ( $\leq 0,1 \text{ мм/год}$ ). Далее (стр. 19) отмечено, что впоследствии процесс выщелачивания благородных металлов из материала «Сплав Rh-Ir» был воспроизведён при температуре 190°С без добавления азотной кислоты, однако в этом случае произошло «понижение коррозионной устойчивости титана более чем на порядок».

**Вопрос:** какое значение скорости коррозии было зафиксировано при автоклавном растворении сплава Rh-Ir при указанных параметрах и каким способом можно добиться её снижения без значительного увеличения продолжительности процесса?

5. В таблице 4 (стр. 18) показаны условия проведения и результаты опытов по растворению сплава Rh-Ir в автоклавных условиях при температурах 170 и 190 °С. При этом продолжительность выщелачивания в обоих опытах составляла 240 минут. Показаны извлечения – 17 и 10 %.

**Вопрос:** извлечение какого из 2-х металлов показано в таблице 4 и почему значения извлечения, приведённые в таблице 4 ( $t = 170\text{ }^{\circ}\text{C}$ ;  $\tau = 240\text{ мин.}$ ) не стыкуются с показателями извлечения металлов, приведёнными на рисунке 18?

6. В п.1 Выводов (стр. 19) утверждается, что «в автоклавных окислительных условиях, при давлении кислорода 10 бар, температурах менее  $200^{\circ}\text{C}$ , в среде соляной кислоты концентрации менее  $2M$  титан является устойчивым материалом. В то же время, в п. 1 («Научная новизна», стр. 4) сказано, что в среде соляной кислоты при температурах  $100-200\text{ }^{\circ}\text{C}$  при концентрации  $\text{HCl}$  менее  $3M$  титан является устойчивым во время проведения процесса растворения благородных металлов. На стр. 9 условия коррозионной устойчивости титанового оборудования сформулированы более конкретно: «Максимально допустимая температура проведения процессов в среде соляной кислоты  $3M$ , в присутствии концентрированной азотной кислоты (1 об. %) и газообразного кислорода, при которой скорость коррозии титана остается на уровне  $0,1\text{ мм/год}$ , составляет  $160\text{ }^{\circ}\text{C}$ ».

Вместе с тем, высказанные замечания и вопросы не снижают высокой научной и практической значимости выполненной работы.

Диссертационная работа «Автоклавное растворение металлов платиновой группы в солянокислых средах», соответствует паспорту специальности 2.6.7. «Технология неорганических веществ» и критериям пп. 9-14 «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденного Постановлением Правительства РФ от 24 сентября 2013 г. № 842, предъявляемым к кандидатским диссертациям.

Автор диссертации **Алексей Андреевич Акименко** вполне заслуживает присуждения ему учёной степени кандидата химических наук по специальности 2.6.7. – Технология неорганических веществ.

кандидат технических наук,  
Генеральный директор ООО «БАС ПРО»

19.04.2024

115191, г. Москва, пер. Ду  
E-mail: [qualitetmet@mail](mailto:qualitetmet@mail)  
Тел.: +7 (495) 006-96-80

Подпись Нафталь М  
Директор по персо

Нафталь Михаил Нафтольевич

помещ. 12Н/2, ком. 12, офис Б-03.

уаnde.ru.

звича заверяю.  
АС ПРО»

