

ОТЗЫВ

официального оппонента, к.т.н., доцента И.В. Одиноквой

на диссертационную работу

Перфильевой Анны Владимировны

«Интенсификация и повышение эффективности электрофлотационного процесса извлечения малорастворимых соединений хрома (III) и свинца из водных растворов»,

представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.17.03 – технология электрохимических процессов и защита от коррозии

Гальванические производства существенным образом загрязняют окружающую среду своими сточными водами. Очистка сточных вод от тяжелых и цветных металлов является важнейшей задачей, которая стоит перед технологией электрохимических процессов. Одним из известных методов очистки сточных вод является электрофлотационный. Но, для ряда металлов, в частности хрома и свинца, данный метод не обеспечивает требуемой степени очистки. В этой связи **актуальной** является работа А.В.Перфильевой, посвящённая экспериментальному исследованию процессов формирования и электрофлотационного извлечения частиц дисперсной фазы хрома (III) и свинца (II) в присутствии осадителей различной природы, электролитов, флокулянтов, ПАВ, а также создание новых технологических и конструкционных разработок, направленных на интенсификацию и повышение эффективности электрофлотационного процесса извлечения данных соединений.

Научная новизна в работе Перфильевой А.В. состоит в том, что:

– установлены закономерности интенсификации и повышения эффективности электрофлотационного процесса извлечения малорастворимых соединений хрома (III) и свинца (II) из водных растворов в зависимости от их дисперсных и поверхностных свойств, технологических и гидродинамических режимов, конструкционных характеристик аппаратов;

– предложен теоретически обоснованный и экспериментально подтвержденный подход к интенсификации электрофлотационного процесса;

– созданы новые технологические и конструкционные разработки, направленные на интенсификацию и повышение эффективности электрофлотационного процесса извлечения соединений тяжелых и цветных металлов из сточных вод, научная новизна

которых подтверждена 3 патентами РФ.

Практическая значимость диссертационной работы заключается в том, что сформулированы основные направления интенсификации и повышения эффективности электрофлотационной очистки сточных вод и технологических растворов от ионов хрома (III) и свинца (II). Установлены, в частности, оптимальные условия (рН растворов, температура среды, природа ионов-осадителей и флокулянтов), способствующие повышению эффективности процесса электрофлотационного извлечения ионов металлов из сточных вод и технологических растворов с эффективностью не менее 98 – 99%. Полученные в работе результаты позволили автору предложить технологические рекомендации по очистке сточных вод гальванохимических производств для ОАО «Завод «Топаз» (Москва).

Кроме того, представленные в работе численные значения электрокинетического потенциала частиц дисперсной фазы малорастворимых соединений хрома(III) и свинца(II), значения среднего гидродинамического диаметра частиц, а так же значения их электрофлотационной активности в зависимости от состава среды, температуры и рН растворов, могут быть рекомендованы в качестве справочных данных.

Диссертационная работа Перфильевой А.В. изложена на 155 страницах машинописного текста, содержит 56 рисунков, 53 таблиц и состоит из введения, литературного обзора, методической части, двух экспериментальных глав, главы, посвящённой разработке технических и технологических решений, выводов, списка литературы из 115 источников и приложения. Диссертационная работа хорошо структурирована, оформление соответствует требованиям, установленным Министерством образования и науки РФ.

Актуальность работы и ее цель – интенсификация и повышение эффективности электрофлотационного процесса извлечения малорастворимых соединений хрома (III) и свинца (II) из водных растворов сформулирована автором **во введении** работы.

Литературный обзор (первая глава) диссертации посвящен анализу современных физико-химических методов очистки сточных вод от соединений хрома и свинца различными методами. Представлен обзор научно-технической и патентной отечественной и зарубежной литературы по данной теме. На основе представленного анализа автором сделан вывод об обоснованности и целесообразности использования

электрофлотационного метода очистки сточных вод, содержащих малорастворимые соединения хрома (III) и свинца (II).

Вторая глава диссертации содержит описание методик проведения экспериментов. В ней представлено описание методов приготовления модельных растворов, приведена принципиальная схема лабораторного электрофлотационного аппарата. Измерения электрокинетического потенциала частиц дисперсной фазы, распределения частиц по размерам и определение остаточной концентрации ионов металлов в растворах проводились с использованием современных методов физико-химического анализа. Определение дзета-потенциала частиц, в частности, основывалось на измерении электрофоретической подвижности частиц в жидкости под действием приложенного электрического поля и проводилось на лазерном анализаторе характеристик частиц субмикронного и нано-диапазона «Malvern Zetasizer Nano». Размер частиц определялся методом лазерной дифракции с использованием физического принципа рассеяния электромагнитных волн с помощью лазерного анализатора частиц «Analysette NanoTec». Определение концентрации металлов в растворах осуществлялось на атомно-абсорбционном спектрометре КВАНТ-АФА по стандартизированной методике.

В третьей главе диссертации рассмотрено влияние физико-химических свойств среды на поверхностные характеристики и электрофлотационную активность частиц малорастворимых соединений хрома (III) из водных растворов, определены параметры и режимы, направленные на интенсификацию и повышение эффективности электрофлотационного процесса.

Выявлены основные кинетические закономерности электрофлотационного процесса извлечения малорастворимых соединений хрома (III) в зависимости от pH, температуры и химического состава среды (катионов, анионов, электролитов и ПАВ), объёмной плотности тока.

Представляют интерес исследования по влиянию температуры среды и постоянного магнитного поля на протекание электрофлотационного процесса.

Автором выбран оптимальный флокулянт анионного типа марки М-10, в присутствии которого средний размер частиц малорастворимых соединений хрома (III) увеличивается в среднем от 13 до 92 мкм, продолжительность электрофлотации

снижается с 15 до 10 минут, степень извлечения повышается с 80 до 99 %, а остаточная концентрация ионов хрома снижается до 0,04–0,06 мг/л.

Впервые проведены исследования по извлечению малорастворимых соединений хрома в проточном двухкамерном аппарате, которые позволили определить режим и параметры электрофлотационного процесса, обеспечивающие степень извлечения малорастворимых соединений хрома на уровне 98 %.

На основе результатов исследований разработаны новые способы электрофлотационной очистки сточных вод, позволяющие обеспечить остаточную концентрацию ионов хрома (III) на уровне предельно допустимой концентрации водных объектах хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования и рыбохозяйственного значения. Разработан способ очистки сточных вод от катионов хрома (III), никеля, меди и цинка в присутствии анионов Cl^- , F^- , NO_3^- , согласно которому в дисперсную систему вводят флокулянт при массовом соотношении извлекаемого металла к введенному флокулянту (в пересчете на активное вещество) как 1: [0,02-0,03] с последующим электрофлотационным извлечением из воды образующихся малорастворимых соединений металлов. Способ обеспечивает степень очистки водных растворов от ионов цветных металлов на уровне 99,99 %. Данное решение запатентовано (патент РФ № 2445273).

В четвертой главе приведены и проанализированы результаты исследований по применению электрофлотации для извлечения малорастворимых соединений свинца (II) из водных растворов, определены условия, направленные на интенсификацию и повышение эффективности процесса.

Выявлены основные кинетические закономерности электрофлотационного процесса извлечения малорастворимых соединений свинца (II) в зависимости от pH и размера извлекаемых частиц, катионов цветных и тяжелых металлов, объемной плотности тока. В ходе проведения исследований подобраны условия проведения электрофлотационного процесса в присутствии солей цинка, железа, обеспечивающих повышение степени извлечения соединений свинца с 5 до 95 %.

Автором определены направления интенсификации электрофлотационного процесса, в основе которых лежит изменение поверхностных и дисперсных свойств извлекаемых частиц малорастворимых соединений свинца и повышения скорости

электрофлотационного процесса за счет совместного введения в дисперсную систему катионов металлов (Fe^{2+} , Fe^{3+} , Cu^{2+} , Zn^{2+} и др.) и анионного флокулянта марки LT-30.

Научная новизна данных исследований подтверждена патентом РФ № 2426695, в котором описан способ, позволяющий увеличить степень извлечения малорастворимых соединений свинца в среднем с 2–5 до 99,6 % при продолжительности электрофлотации 10 минут.

Впервые проведены исследования по извлечению малорастворимых соединений свинца в проточном двухкамерном аппарате, которые позволили определить режим и параметры электрофлотационного процесса, обеспечивающие степень извлечения малорастворимых соединений свинца на уровне 88–99,6 %.

Таким образом, автору удалось достичь обеспечения остаточной концентрации ионов свинца (II) на уровне предельно допустимой концентрации в воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования и рыбохозяйственного значения.

В пятой главе (технологической части работы) рассмотрены некоторые вопросы разработки технических и технологических решений по извлечению из производственных сточных вод малорастворимых соединений хрома (III) и свинца (II).

Особую ценность представляет то, что на основании экспериментальных исследований предложена и запатентована оригинальная конструкция электрофлотационного устройства в виде равнобокой трапеции с наклонёнными боковыми сторонами под углом 70–75 градусов к горизонтальной плоскости, которая без дополнительного увеличения энергозатрат позволяет повысить эффективность электрофлотационного процесса (патент на полезную модель № 137027 U1).

Важнейшими результатами диссертационной работы А.В. Перфильевой являются следующие.

1. Автором показано, что эффективность электрофлотационного процесса извлечения малорастворимых соединений хрома (III) и свинца (II) зависит от заряда частиц и их размеров. При этом установлено, что применение анионных флокулянтов (M-10 и LT-30), повышение температуры и воздействие постоянного магнитного поля способствует увеличению среднего размера частиц дисперсной фазы малорастворимых соединений хрома (III) и свинца (II) с 2-13,5 до 30-90 мкм и скорости всплывания флотокомплексов в 2-3 раза, позволяет значительно увеличить средний размер частиц.

2. Разработаны новые технологические и конструкторские решения, направленные на интенсификацию и повышение эффективности электрофлотационного процесса извлечения соединений тяжелых и цветных металлов из сточных вод, научная новизна которых подтверждена 3 патентами РФ.

Отмечая достижения диссертационной работы А.В. Перфильевой, необходимо сделать **следующие замечания.**

1. Ссылки на нормативные документы на ПДК по хрому и свинцу, а также на методику ПНДФ не актуализированы.

2. Отсутствует объяснение изменения схем очистки сточных вод, приведенных на рис.53 и рис.54-56. В первом случае в схему включен ионообменный фильтр, а в остальных он отсутствует.

3. В работе имеются опечатки (стр.14, 56,63 и др.).

Приведенные замечания не носят принципиального характера, так как не затрагивают экспериментальных основ, проведенных автором исследований, полученных результатов и выводов диссертационной работы.

Считаю, что диссертационная работа А.В. Перфильевой «Интенсификация и повышение эффективности электрофлотационного процесса извлечения малорастворимых соединений хрома (III) и свинца из водных растворов» является завершенной научно-квалификационной работой, выполненной автором самостоятельно на высоком научном уровне, которая вносит ценный вклад в дальнейшее развитие электрофлотационного метода очистки сточных вод от ионов металлов.

Диссертация написана хорошим языком и сопровождается цитированием современных литературных источников. Приведенные в работе выводы достаточно полны и вполне обоснованы. Основные результаты диссертационной работы получили полное отражение в 19 публикациях, из них 4 статьи в журналах, входящих в перечень ВАК.

Результаты диссертации представлены на международных и всероссийских конференциях, в том числе Всероссийской конференции «Молодые ученые и инновационные химические технологии» (Москва, 2007), VIII, IX, X Международных конгрессах молодых учёных по химии и химической технологии (Москва, 2012, 2013, 2014), II Российской конференции «Актуальные научные и научно-технические проблемы обеспечения химической безопасности России» (Москва, 2014).

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Диссертационная работа Перфильевой Анны Владимировны «Интенсификация и повышение эффективности электрофлотационного процесса извлечения малорастворимых соединений хрома (III) и свинца из водных растворов» по актуальности тематики, научной новизне и практической значимости полученных результатов и личному вкладу автора соответствует требованиям п. 9 «Положения о порядке присуждения ученых степеней» (утверждено постановлением Правительства Российской Федерации № 842 от 24.09.2013), предъявляемым к кандидатским диссертациям, а также паспорту специальности научных работников 05.17.03 – технология электрохимических процессов и защита от коррозии в части п.9. «Очистка, регенерация, обезвреживание и утилизация отходов электрохимических производств и использование отходов в противокоррозионной технике».

Автор диссертационной работы «Интенсификация и повышение эффективности электрофлотационного процесса извлечения малорастворимых соединений хрома (III) и свинца из водных растворов» А.В. Перфильева, заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.17.03 – Технология электрохимических процессов и защита от коррозии.

Официальный оппонент:
кандидат технических наук, доцент,
доцент кафедры «Производство и ремонт
автомобилей и дорожных машин»

Одинокова Ирина Вячеславовна

Федеральное государственное бюджетное
образовательное учреждение высшего
профессионального образования
«Московский автомобильно-дорожный
государственный технический университет»

к.т.н., доц. Одинокова И.В.
РФ, 125319, Москва, Ленинградский проспект, 64
телефон: 8(499) 151-64-12;
e-mail: odinokova_iv@mail.ru

Подпись Одиноковой И.В. заверяю:
Ученый секретарь Ученого совета
д.т.н., профессор

Немчинов М.В.
18.05.2015г.