

«УТВЕРЖДАЮ»

Директор по научной работе АО «ВНИИХТ»

доктор химических наук, профессор

Ананьев А.В.



«16» мая 2018 г.

**ОТЗЫВ
ВЕДУЩЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ**

на диссертацию **О.В. Хохловой «Повышение эффективности щелочно-кислотного способа комплексного выщелачивания эвдиалитового концентрата», представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности**

05.16.02 – «Металлургия черных, цветных и редких металлов»

Актуальность работы. Уникальные свойства редкоземельных металлов определяют их широкое потребление современной промышленностью. Использование РЗМ все больше возрастает в радиоэлектронике, приборостроении, атомной технике, машиностроении, химической промышленности, металлургии, в производстве высокотехнологичных товаров, в т. ч. и для военно-промышленных технологий. В настоящее время мировой рынок РЗМ контролирует Китай, поэтому очень важной задачей для России является обеспечение потребностей внутреннего спроса стратегическими металлами.

В настоящее время в России существуют перерабатывающие мощности по переработке редкоземельного сырья (лопаритовый концентрат, апатит), но с учетом развивающихся технологий они не могут обеспечить все нужды нашей страны в редкоземельных элементах.

Новым перспективным источником редкоземельного и циркониевого сырья в России могут стать практически неограниченные запасы

минерального сырья на основе эвдиалита, обогащенного высокоценными тяжелыми редкоземельными элементами. Переработка данного вида сырья затруднена из-за высокого содержание диоксида кремния в концентрате не существует способа, который был бы внедрен в разработку. Именно поэтому весьма актуальны исследования, направленные на совершенствование вскрытия данного редкоземельного концентрата. Перспективным вариантом переработки может явиться сочетание предварительной обработки концентрата в аппарате механоактиваторе с дальнейшим выщелачиванием полученного активированного материала.

Работа выполнялась в рамках программы «УМНИК» при поддержке ФГБУ «Фонд содействия развитию малых форм предприятий в научно-технической сфере» на тему «Разработка энергосберегающих способов вскрытия комплексного сырья редкоземельных металлов».

Целью диссертации Хохловой О.В. является повышение эффективности щелочно-кислотного способа комплексного выщелачивания предварительно механически активированного эвдиалитового концентрата.

Научная новизна

Особо можно отметить следующие результаты работы, обладающие научной новизной:

1. На основании термодинамического анализа вероятности взаимодействия эвдиалита со щелочью в интервале температур 25-150°C определены условия образования цирконата Na_2ZrO_3 и цирконосиликатов состава: $\text{Na}_2\text{ZrSiO}_5$; $\text{Na}_2\text{ZrSi}_2\text{O}_7$; $\text{Na}_4\text{Zr}_2\text{Si}_3\text{O}_{12}$; $\text{Na}_{14}\text{Zr}_2\text{Si}_{10}\text{O}_{31}$; $\text{Na}_4\text{ZrSi}_3\text{O}_{10}$; $\text{Na}_4\text{Zr}_2\text{Si}_5\text{O}_{16}$; $\text{Na}_2\text{ZrSi}_4\text{O}_{11}$; $\text{Na}_8\text{ZrSi}_6\text{O}_{18}$ и выполнена теоретическая оценка извлечения кремния в раствор из фаз эвдиалитового концентрата.

2. Выявлен эффект сохранения морфологической неоднородности концентрата после МА вплоть до состояния близкому к рентгеноаморфному, что обеспечило селективное извлечение кремния из фазы эвдиалита.

3. Установлен критерий эффективности предварительной механоактивации эвдиалита с применением методики оценки ЭСКР, определяемый как величина суммы энергий структурных изменений, аккумулированных эвдиалитом в виде свежеобразованной поверхности областей когерентного рассеяния и микродеформаций ($\Delta E_s + \Delta E_e$).

4. Установлено влияние энергии структурных изменений фазы эвдиалита механически активированного эвдиалитового концентрата на извлечение кремния в раствор в процессе щелочного выщелачивания.

Новизна работы подтверждена 1 ноу-хау.

Практическая значимость результатов исследований

Особо следует подчеркнуть практическую значимость установления критерия эффективности предварительной механоактивации, с помощью которого возможно спрогнозировать поведение концентрата и провести эффективное щелочное выщелачивание без лишних материальных потоков.

Значимым результатом с практической точки зрения является разработка основных элементов принципиальной схемы комбинированного щелочно-кислотного способа комплексной переработки эвдиалитового концентрата с получением солянокислотного раствора, из которого РЗМ легко извлечь жидкостной экстракцией. Выявлено значительное увеличение скорости фильтрации растворов при увеличении продолжительности щелочного выщелачивания.

Практическую значимость работы подтверждает то, что были разработаны рекомендации по повышению технических показателей переработки эвдиалитового концентрата, что подтверждено актом укрупненных лабораторных испытаний на ОАО «СМЗ» (г. Соликамск).

Ведущая организация рекомендует, после проведения полномасштабных полупромышленных испытаний и подтверждения технологических параметров с получением экономических показателей предлагаемых инноваций, расширить применение практических

результатов работы за счет их использования на предприятиях, связанных с производством редкоземельного, циркониевого, ниобиевого и титанового сырья (ОАО «СМЗ», ПАО «ЧМЗ», ОАО «Гидрометаллургический завод»). Возможна организация первичного вскрытия сырья непосредственно на месте добычи эвдиалитового сырья.

Достоверность полученных результатов не вызывает сомнений, так как обеспечена применением самых современных исследовательских методик и оборудования. Можно указать на важность применения таких методов, как просвечивающая электронная микроскопия высокого разрешения (ПЭМ), растровая (сканирующая) электронная микроскопия высокого разрешения, рентгеновские дифракционные методы и другие. Кроме этого, можно указать, что достоверность результатов и обоснованность выводов подтверждается их признанием научной общественностью на конференциях международного и всероссийского уровней, публикациями в рецензируемых журналах.

Основные положения диссертации опубликованы автором в научной литературе: опубликовано 8 работ, в том числе зарегистрировано 1 ноу-хау, 2 публикации в научных журналах, входящих в перечень рецензируемых научных изданий ВАК. Работа прошла достаточную аprobацию, о чем свидетельствует перечисленный список тезисов докладов на всероссийских и международных конференциях и семинарах.

Результаты исследований, представленных в диссертации, достаточно полно представлены в публикациях.

Диссертация изложена на 167 страницах, состоит из введения, 7 глав, заключения с общими выводами, списка литературы и 3 приложений. Работа включает 31 таблицу, 43 рисунка. Список литературы включает 111 ссылок.

Автореферат практически полно отражает содержание диссертации, написан хорошим научным языком.

Соответствие содержания диссертации паспорту специальности

Диссертация соответствует паспорту специальности 05.16.02 – «Металлургия чёрных, цветных и редких металлов», так как при ее выполнении проведены исследования, соответствующие пунктам 4; 9; 13; 17 паспорта специальности, а именно:

- исследована термодинамика процесса щелочного разложения эвдиалитового концентрата;
- проведена подготовка эвдиалитового концентрата к щелочному разложению, путем его предварительной механоактивации;
- выполнено двустадийное гидрометаллургическое разложение концентрата;
- разработана схема вскрытия редкоземельного эвдиалитового концентрата, учитывая современные требования к технологиям по ресурсо- и энергосбережению;

В целом диссертация выполнена на высоком научном уровне, но как всякая объемная работа, содержащая много новых научных результатов, не свободна от недостатков.

По работе следует высказать следующие замечания:

1. В работе не приведены данные по продолжительности сохранения активированного состояния материалов после проведения механоактивации.
2. В работе использовалось «сухое» активирование материала, возможно ли совместить в одном процессе механоактивацию и химическое вскрытие.
3. В работе целесообразно было привести аппаратурно-технологическую схему переработки эвдиалитового концентрата по предлагаемому способу и дать предварительную экономическую его оценку.

4. Существуют опечатки в тексте диссертации. В приложениях диссертационной работе приведен большой объем первичных данных, которые следовало бы сократить.

5. Не приведены результаты щелочного выщелачивания на оборотных растворах.

6. Отсутствуют данные по применению современных коагулянтов для фильтрования выщелоченной щелочной пульпы. Вместо этого удлиняется время выщелачивания, что приведет к установке дополнительного оборудования и увеличения производственных расходов.

7. Большой расход соляной кислоты для выщелачивания кека щелочного выщелачивания, связан с одновременным извлечением в раствор вместе с цирконием и РЗЭ, ниобия и тантала. На наш взгляд можно рассмотреть вопрос о разделении операции извлечения циркония и РЗЭ, требующих низкой кислотности и, тантала и ниобия, требующих высокой кислотности и применения специальных добавок.

Высказанные замечания не отвергают ни одно из научных положений, выдвигаемых соискателем, и являются свидетельством заинтересованности специалистов.

Важно подчеркнуть, что цель работы, намеченная соискателем, достигнута. Диссертационная работа Хохловой О.В. представляет собой научное исследование, которое предлагает эффективный щелочно-кислотный способ комплексного выщелачивания эвдиалитового концентрата. Рецензируемая диссертация соответствует пункту 9 «Положения о порядке присуждении ученых степеней» в редакции Постановления Правительства РФ от 24.09.2013 № 842.

Общая оценка работы положительная.

Заключение.

Диссертация О.В. Хохловой является научно-квалификационной работой, в которой на основании выполненных автором исследований предложено решение проблемы получения хорошо фильтруемых пульп и отделения большого количества кремнезема уже на первой стадии выщелачивания эвдиалитового концентрата, определены оптимальные условия выщелачивания, обеспечивающие высокую скорость фильтрации пульпы, имеющая важное хозяйственное значение. Также был предложен способ щелочно-кислотного комплексного выщелачивания эвдиалитового концентрата, который позволяет увеличить извлечение циркония и РЗМ.

Автор диссертации Хохлова Оксана Викторовна заслуживает присуждения учёной степени кандидата технических наук по специальности 05.16.02 – «Металлургия чёрных, цветных и редких металлов».

Диссертация и отзыв ведущей организации АО «ВНИИХТ» обсуждены и одобрены на заседании Научно-технического совета АО «ВНИИХТ» (протокол № 6 от 16 мая 2018 г.).

Отзыв Ведущей организации подготовили:

Начальник отделения

Ю.М. Трубаков

Начальник лаборатории, кандидат
технических наук

П.Ю. Новиков

Начальник лаборатории, кандидат
физико-математических наук

С.А. Мельников