

«УТВЕРЖДАЮ»
Генеральный директор
АО «ВНИИХТ»
Б.З. Бештоев
2020 г.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Научно-технического совета Акционерного общества «Ведущий научно-исследовательский институт химической технологии» (АО «ВНИИХТ») Государственной корпорации по атомной энергии «Росатом»

(Протокол НТС АО «ВНИИХТ» от «29» июля 2020 г., № 6-20)

Присутствовали: Председатель Научно-технического совета АО «ВНИИХТ», генеральный директор АО «ВНИИХТ» - Бештоев Бетал Заурбекович, ученый секретарь НТС, к.т.н. - Кочубеева Светлана Леонидовна.

Члены НТС АО «ВНИИХТ»: Кольцов Василий Юрьевич, зам.председателя НТС, начальник Отделения переработки промышленных отходов, к.т.н.; Басков Петр Борисович, начальник Отделения материалов радиационной фотоники, к.т.н.; Ключкова Наталья Владимировна, начальник испытательной лаборатории радиационного контроля, к.б.н.; Косынкин Валерий Дмитриевич, главный научный сотрудник лаборатории по редким, редкоземельным и радиоактивным элементам, д.т.н., проф.; Крылова Ольга Константиновна, начальник лаборатории технологии выщелачивания и разделительных процессов; Кузин Рудольф Евгеньевич, главный научный сотрудник испытательной лаборатории радиационного контроля, д.т.н., проф.; Кузнецов Иван Владимирович, начальник лаборатории методов обращения с ОЯТ и РАО, к.т.н.; Мельников Сергей Александрович, начальник лаборатории металлургических процессов, к.ф.-м.н.; Новиков Павел Юрьевич, начальник лаборатории геотехнологий и техногенного сырья, к.т.н.; Огневская Наталья Викторовна, начальник испытательного аналитического центра; Сахаров Вячеслав Васильевич, главный научный сотрудник, д.т.н.; Середенко Виктор Александрович, научный эксперт, д.т.н.; Соловьева Лариса Геннадиевна, начальник НТО, к.т.н.; Тарханов Алексей Владимирович, научный эксперт, д.г.-м.н.; Трубаков Юрий Михайлович,

начальник отделения комплексной переработки редкометалльного, радиоактивного рудного и техногенного сырья.

Всего на заседании НТС АО «ВНИИХТ» присутствовало: 17 человек из 23 членов утвержденного состава НТС.

СЛУШАЛИ: Предварительное рассмотрение диссертационной работы Трубакова Юрия Михайловича, начальника Отделения комплексной переработки редкометалльного, радиоактивного рудного и техногенного сырья АО «ВНИИХТ» на тему: «Щелочная автоклавная технология вскрытия монацитового концентрата».

Работа выполнена в лаборатории по редким, редкоземельным и радиоактивным элементам АО «ВНИИХТ» - предприятие Государственной корпорации по атомной энергии – ГК «Росатом».

Тема диссертационной работы «Щелочная автоклавная технология вскрытия монацитового концентрата» Трубакова Ю.М. и научный руководитель – главный научный сотрудник лаборатории по редким, редкоземельным и радиоактивным элементам, доктор технических наук, профессор Косынкин Валерий Дмитриевич утверждены на заседании Научно-технического совета АО «ВНИИХТ» (протокол № 8 от 29.11.2012г.)

По докладу соискателю Трубакову Ю.М. были заданы следующие вопросы:

1. Кузин Р.Е.: Каково Ваше личное участие в выполненную работу?
3. Кузин Р.Е.: Какова эффективность предлагаемой технологии?
4. Новиков П.Ю.: Как утилизировались жидкие отходы и сбросы?
5. Бештоев Б.З.: Можете ли Вы оценить экономические преимущества предлагаемой Вами технологии?
6. Соловьева Л.Г.: Не считаете ли Вы целесообразным заменить осаждение оксалатов на осаждение карбонатов, что существенно дешевле?
7. Мельников С.А.: Какую из двух предлагаемых технологическим схем Вы рассматриваете как предпочтительную?

В обсуждении диссертации приняли участие: Кольцов В.Ю., Кузин Р.Е., Тарханов А.В., Соловьева Л.Г., Кузнецов И.В.

ПОСТАНОВИЛИ:

Заслушав и обсудив диссертационную работу Трубакова Ю.М., принять следующее заключение.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Диссертация на тему: «Щелочная автоклавная технология вскрытия монацитового концентрата» выполнена в Акционерном обществе «Ведущий научно-исследовательский институт химической технологии» в лаборатории по редким, редкоземельным и радиоактивным элементам Центра по редким, редкоземельным и радиоактивным элементам.

В процессе подготовки диссертации Трубаков Юрий Михайлович, 14 сентября 1971 года рождения, работал инженером-исследователем, научным сотрудником, начальником Центра по редким, редкоземельным и радиоактивным элементам, в настоящее время работает начальником Отделения комплексной переработки редкометалльного, радиоактивного рудного и техногенного сырья АО «ВНИИХТ».

Удостоверение о сдаче кандидатских экзаменов выдано РХТУ им Д.И. Менделеева в 2018 году.

Научный руководитель доктор технических наук по специальности 05.17.02 - Технология редких, рассеянных и радиоактивных элементов, профессор, главный научный сотрудник лаборатории по редким, редкоземельным и радиоактивным элементам Акционерного общества «Ведущий научно-исследовательский институт химической технологии» Косынкин Валерий Дмитриевич.

Актуальность работы. Редкоземельные элементы (РЗЭ) являются незаменимым сырьем для передовых высокотехнологичных отраслей промышленности таких, как: атомная, автомобильная, электронная, авиационная, космическая, металлургическая, нефтеперерабатывающая, а также

используются в ключевых оборонных технологиях – в производстве лазеров, самолетов, ракет, средств связи и др.

В СССР производство редкоземельной продукции достигало 8,5 тыс. тонн в год, из которых 5,5 тыс. тонн выпускал Минатом (по технологиям АО «ВНИИХТ»), 3,0 тыс. тонн – Минцветмет (по технологиям АО «Гиредмет»). СССР занимал 3-е место в мире по производству редкоземельных металлов (РЗМ), уступая США и Франции. После распада СССР уровень производства и потребления РЗМ существенно снизился, достигнув к 1999 году рекордно низкой отметки в 0,4 тыс. тонн. С 2000 года уровень производства РЗЭ начал увеличиваться.

Начиная с 1995 года, лидирующую позицию в производстве редкоземельных элементов занял Китай. На сегодняшний день КНР является самым крупным производителем и потребителем РЗМ, доля которого составляет более 85 % мирового рынка.

При формировании подпрограммы № 15 «Развитие промышленности редких и редкоземельных металлов» Государственной программы Российской Федерации «Развитие промышленности и повышение ее конкурентоспособности» Минпромторгом России проведена оценка перспективных потребностей в РЗЭ в краткосрочном и долгосрочном периоде. В соответствии с программами инновационного развития Госкорпораций «Росатом», «Ростех», «Роскосмос», предприятий оборонно-промышленного сектора и других высокотехнологичных отраслей промышленности потребность в РЗЭ к 2024 году в РФ должна составить от 5 до 8 тыс. тонн в год. Без РЗЭ невозможно полноценное внедрение 14 из 27 критических технологий, утвержденных Указом Президента Российской Федерации.

В настоящее время в России в числе действующих существуют всего три предприятия, производящие РЗЭ:

1. АО «Соликамский магниевый завод» (Пермский край, г. Соликамск). Объем производства - 2000 тонн суммарного концентрата РЗЭ.

2. ПАО «Акрон» (г. Великий Новгород). Объем производства - 250 тонн суммарного концентрата РЗЭ в год и около 200 тонн индивидуальных РЗМ в год.
3. ООО «ЛИТ» (г. Королев). Производство в опытно-промышленном масштабе индивидуальных РЗМ при использовании покупного концентрата РЗЭ. Объем производства - около 2 тонн в год.

В сложившейся ситуации, успешная реализация ряда приоритетных программ, в т.ч. связанных с укреплением обороноспособности Российской Федерации, в значительной мере зависит от зарубежных поставщиков редкоземельных элементов.

Одним из потенциальных источников получения редкоземельных элементов для восстановления редкоземельной промышленности РФ является монацитовый концентрат (МК), хранящийся в г. Красноуфимске Свердловской области. В настоящее время на складах хранится 83 тыс. тонн МК, который содержит более 40 тыс. тонн РЗЭ в пересчёте на сумму оксидов. По мировым ценам на редкие земли на 01.01.2019 года стоимость накопленных РЗЭ в г. Красноуфимске составляет более 800 млн. долларов. Кроме РЗЭ в составе МК содержится значительное количество тория, который может рассматриваться, как альтернативное топливо для атомных электростанций.

Кроме технико-экономического, задача переработки Красноуфимского МК имеет важный социально-политический и экологический аспект. В составе МК содержится около 8000 Ки радиоактивных изотопов, в первую очередь радия, представляющих серьезную экологическую опасность.

В настоящее время наиболее эффективной считается технология щелочного вскрытия монацита. Основными преимуществами щелочного способа является относительная простота операций, возможность получения более чистой продукции, достижение более высокого извлечения РЗЭ и возможность получения полезного побочного продукта – тринатрийфосфата. Однако, существующие технологии щелочной переработки МК имеют ряд недостатков: не проработаны варианты комплексного извлечения всех ценных компонентов, содержащихся в сырье; не решена задача уменьшения количества

радиоактивных отходов; аппаратное оформление технологических процессов морально и технологически устарело.

Таким образом, задача создания экономически целесообразной и экологически благоприятной технологии комплексной переработки редкометалльного сырья, в частности монацитового концентрата, накопленного в г. Красноуфимске, является важной и актуальной задачей.

Цель диссертационной работы. Разработка комплексной технологии переработки монацитового концентрата методом щелочного автоклавного вскрытия с получением дезактивированного концентрата суммы РЗЭ и химических концентратов тория и урана.

Задачи работы:

- определить минеральный и вещественный состав пробы красноуфимского МК;
- определить оптимальные условия автоклавного вскрытия пробы МК с обеспечением степени извлечения РЗЭ - не менее 95%, тория - не менее 98%, урана - не менее 90%, фосфора - не менее 96%;
- установить оптимальные технологические режимы разделения пульпы и промывки осадков в процессе вскрытия МК;
- определить условия перевода РЗЭ и других компонентов в раствор азотной кислоты при переработке гидроксидных кеков;
- провести исследования по очистке азотнокислого раствора от радия и урана;
- разработать принципиальную технологическую схему получения дезактивированного концентрата суммы РЗЭ и химических концентратов тория и урана;
- разработать технологическую схему иммобилизации радиоактивных отходов.

Научная новизна

1. Определены оптимальные условия автоклавного щелочного вскрытия монацитового концентрата: крупность помола - 44 мкм; расход щелочи

- (гидроксида натрия) - 2 кг/кг МК; время контактирования - 3 ч; температура процесса - 170 °С, давление - 2-3 атм.
2. Определены условия растворения гидроксидных кеков в азотной кислоте с получением раствора, содержащего 150-200 г/л суммы РЗЭ и минимальной остаточной концентрацией HNO_3 (0,3-0,5 моль/л).
 3. Определена возможность глубокой очистки азотнокислых растворов от радионуклидов радия в «голове» технологического процесса путем соосаждения с осадком сульфата бария.
 4. Впервые в процессе переработки МК показана возможность разделения твердой и жидкой фаз с использованием фильтр-пресса с отжимными мембранами и центрифуги.
 5. Разработана принципиальная технологическая схема переработки монацитового концентрата с получением дезактивированного концентрата суммы РЗЭ, оксида тория и химического концентрата урана.

Практическая значимость и реализация результатов работы

1. Разработанный способ щелочного автоклавного вскрытия монацитового концентрата с применением стандартного автоклавного оборудования позволяет упростить технологическую схему переработки за счет снижения количества технологического оборудования и увеличить производительность за счет сокращения времени переработки.
2. Предложенный метод разделения твердой и жидкой фаз после щелочной обработки монацита с использованием фильтр-пресса с отжимными мембранами позволяет достичь более высокой степени отмывки осадка и снизить его конечную влажность.
3. Использование центрифугирования при фильтрации растворов после азотнокислотного выщелачивания позволяет значительно сократить время получения целевых продуктов, уменьшить влажность осадка и исключить дополнительную операцию осветления раствора.

4. Проведение извлечения радионуклидов радия на начальных стадиях процесса значительно (~в 5 раз) сокращает количество образующихся радиоактивных отходов.

5. Предложенная технологическая схема переработки монацитового концентрата с использованием щелочного автоклавного метода вскрытия позволяет организовать комплексную переработку сырья с извлечением всех ценных элементов: РЗЭ, тория и урана. Разработанная технология может быть рекомендована в качестве базовой для получения РЗЭ и тория из Красноуфимского монацитового концентрата.

Положения, выносимые на защиту:

- режимы автоклавного щелочного вскрытия пробы МК;
- условия разделения пульп и промывки осадков, полученных после автоклавного выщелачивания монацита и обработки гидратных кеков азотной кислотой;
- результаты исследований по извлечению радия в «голове» технологической схемы;
- принципиальная технологическая схема комплексной переработки МК с получением дезактивированного концентрата суммы РЗЭ, оксида тория и химического концентрата урана.

Обоснованность и достоверность научных положений и выводов подтверждается использованием комплекса физико-химических и аналитических методов исследований, а также представленными экспериментальными результатами.

Апробация работы. Результаты диссертации представлены на международных и всероссийских конференциях, в том числе на Международной конференции «Редкоземельные элементы: геология, химия, производство и применение», на VI-ой Международной научно-практической конференции Евразийского Научного Объединения «Интеграция науки в современном мире», Всероссийской конференции по редкоземельным металлам «Актуальные вопросы добычи, производства и применения редкоземельных элементов в

России», сателлитной конференции XX-ого Менделеевского съезда по общей и прикладной химии, международной научно-практической конференции «Актуальные вопросы и применения РЗМ и РМ – 2017».

Публикации. Основное содержание работы опубликовано в изданиях, рекомендованных ВАК-4, не рецензируемых ВАК-1, в сборниках тезисов научных конференций-5, зарегистрировано 2 ноу-хау. Всего 12 научных работ.

Публикации по теме диссертации:

1. Молчанова Т.В., Трубаков Ю.М., Толкачев В.А., Крылова О.К., Майников Д.В. Некоторые аспекты гидрометаллургической переработки уранового сырья// Химическая промышленность сегодня. №1. 2020. С.24-31.
2. Бугриева Е.П., Дякин В.И., Селивановский А.К., Трубаков Ю.М. Исследования возможности извлечения легковскрываемой чпсти редких металлов из ниобий-редкоземельных руд месторождения Томтор // Цветные металлы. 2020. № 2. С.50-56.
3. Трубаков Ю.М., Косынкин В.Д., Криволапова О.Н. Современные технологические подходы к переработке монацитового концентрата// Цветные металлы. 2019. №12. С.50-56.
4. Кулифеев В.К., Трубаков Ю.М., Кропачев А.Н., Паршин Б.Д., Подрезов С.В. Разработка экспрессного метода оценки полноты протекания реакций в процессах, идущих с выделением газовой фазы // Технология металлов. 2014. № 2. С. 3.
5. Косынкин В.Д., Трубаков Ю.М. Элементы будущего, сегодня и завтра// Металлы Евразии. 2011, № 5. С. 40-44.
6. Косынкин В.Д., Трубаков Ю.М., Сарычев Г.А. Прошлое и будущее редкоземельного производства в России // В сб. научных трудов Евразийского научного объединения – материалы VI Международной научно-практической конференции Евразийского Научного Объединения «Интеграция науки в современном мире». Москва, 29-30 июня 2015. Т.1, № 6 (6). С. 49-60.

7. Косынкин В.Д., Смирнов К.М., Трубаков Ю.М., Крылова О.К., Толкачев В.А., Селивановский А.К., Федулова Т.Т. Красноуфимский монацит - надежный источник редкоземельных элементов // В сб. трудов Международной конференции «Редкоземельные элементы: геология, химия, производство и применение». Москва, 29-31 октября 2012. Изд. ОАО «ВНИИХТ». С.94.
8. Трубаков Ю.М., Мельников С.А., Паршин А.П., Паршин Б.Д., Мануйлов Р.Н., Ржеуцкий А.А., Косенков О.М., Силук Н.П., Подрезов С.В., Кулифеев В.К., Кропачев А.Н., Тарасов В.П. Разработка экспрессного метода оценки полноты протекания реакций в процессах, идущих с выделением газовой фазы // В сб. докладов Всероссийской конференции по редкоземельным металлам «Актуальные вопросы добычи, производства и применения редкоземельных элементов в России». Томск, 20-22 ноября 2013 г. Изд.: ТПУ. С. 105.
9. Косынкин В.Д., Сарычев Г.А., Селивановский А.К., Трубаков Ю.М., Федулова Т.Т. Технология получения индивидуальных редкоземельных элементов (РЗЭ) из суммарного концентрата, выделенного из монацита, основанная на отечественных экстрагентах// В сб. тезисов докладов сателлитной конференции XX-ого Менделеевского съезда по общей и прикладной химии. Волгоград, 16-20 мая 2016. Изд.: ВолгГТУ. Т.1. С.124-126.
10. Сарычев Г.А., Тарасов А.В., Косынкин В.Д., Трубаков Ю.М., Смирнов К.М. Разработка промышленной технологии переработки руд месторождения Томтор// В сб. материалов Международной научно-практической конференции «Актуальные вопросы получения и применения РЗМ и РМ-2017». Москва. 21 -22 июня 2017 г. М.: ОАО «Институт «ГИНЦВЕТМЕТ», 2017. С.108-117. ISBN 978-5-901129-72-2.
11. Трубаков Ю.М. Автоклавное вскрытие монацитового концентрата / Косынкин В.Д., Смирнов К.М., Крылова О.К., Порыгин И.А., Коржов К.Т., Радушинский С.М. // Приказ ОАО «ВНИИХТ» от 30.11.2012 № 341 «О

регистрации НОУ-ХАУ: Автоклавное вскрытие монацитового концентрата».

12. Трубаков Ю.М. Очистка азотнокислотного редкоземельного раствора от радия, полученного из кека автоклавного вскрытия монацитового концентрата/ Косынкин В.Д., Селивановский А.К., Федулова Т.Т., Трунов А.Ф.// Приказ ОАО «ВНИИХТ» от 29.11.2012 № 338 «О регистрации НОУ-ХАУ: Очистка азотнокислотного редкоземельного раствора от радия, полученного из кека автоклавного вскрытия монацитового концентрата».

Структура и объем работы. Диссертационная работа состоит из введения, 4 глав, заключения, списка используемых источников, включающего 115 библиографических источника, и содержит 130 страниц машинописного текста, включая 45 таблиц, 23 рисунка.

Личное участие автора заключается в анализе литературных данных, постановке цели и задач исследований, разработке всех теоретических положений диссертации, составление программы и методики проведения экспериментов, разработке структуры технологической схемы. Обработка, анализ полученных результатов исследования и подготовка публикаций по выполненной научной работе осуществлены с научным руководителем.

Работа характеризуется логичностью построения, аргументированностью основных научных положений и выводов, а также четкостью изложения.

По тематике, методам исследования, предложенным новым научным положениям, диссертация «Щелочная автоклавная технология вскрытия монацитового концентрата» соответствует паспорту специальности научных работников 05.17.02 - Технология редких, рассеянных и радиоактивных элементов в части формулы специальности «Создание и совершенствование технологических схем, ресурсо-, энергосбережение, охрана окружающей природной среды в технологии редких и радиоактивных элементов» и области исследований «Способы разложения сырья различных видов с переводом целевых компонентов в подвижное (удобное для дальнейшей переработки) состояние».

Автореферат отражает основное содержание диссертации.

Диссертация Трубакова Ю.М. является завершенной научно-квалификационной работой, содержащей результаты, полученные на основании исследований, проведенных на высоком научном и техническом уровне с применением современных методов исследования. Представленные в работе результаты принадлежат Трубакову Юрию Михайловичу; они оригинальны, достоверны и отличаются научной новизной и практической значимостью.

С учетом научной зрелости автора, актуальности, научной новизны и практической значимости работы, а также ее соответствия требованиям пп. 9 – 14 «Положения о порядке присуждения ученых степеней», предъявляемым к подобным работам, диссертация на тему: «Щелочная автоклавная технология вскрытия монацитового концентрата» рекомендуется к защите на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.17.02 - Технология редких, рассеянных и радиоактивных элементов.

Заключение принято на заседании Научно-технического совета АО «ВНИИХТ», состоявшемся «29» июля 2020 года, протокол № 6-20.

Присутствовало на заседании 17 человек из 23 членов утвержденного состава Научно-технического совета АО «ВНИИХТ».

Результаты голосования: «За» - 17 человек, «против» - нет, воздержались – нет.

Председатель Научно-технического совета

АО «ВНИИХТ», к.т.н.



Б.З.Бештов

Ученый секретарь НТС

АО «ВНИИХТ», к.т.н.



С.Л. Кочубеева