

ОТЗЫВ ОФИЦИАЛЬНОГО ОППОНЕНТА

на диссертационную работу Рудских Вячеслава Васильевича «**Разработка технологии выделения высокочистых соединений лития из водно-хвостовых растворов установок утилизации литиевых водородсодержащих материалов**», представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.8. – технология редких, рассеянных и радиоактивных элементов

Актуальность

В связи с все более широким использованием соединений лития в различных отраслях производства поиск его новых сырьевых источников становится важной проблемой. Одним из источников получения лития является возвратное сырье - возвратные литийсодержащие изделия, например, литиевые батареи и аккумуляторы, отработанные катализаторы и др. При утилизации литийсодержащего вторичного сырья традиционными гидрометаллургическими способами образуются растворы сложного состава, содержащие кроме лития значительно количество примесей. В связи с тем, что в большинстве изделий используются соединения лития высокой степени чистоты, задача извлечения и глубокой очистки лития от примесей является весьма актуальной задачей.

Диссертационная работа изложена на 137 страницах машинописного текста, включает 32 рисунка и 45 таблиц и состоит из введения, четырех глав, заключения и выводов. Список использованных библиографических источников насчитывает 106 наименований.

Во введении обосновывается актуальность темы диссертационной работы, отмечена ее научная новизна и практическое значение, сформулированы цели и задачи исследования, а также положения, выносимые на защиту.

В литературном обзоре приведены источники образования ЛВХР, их химический состав, сформулированы основные требования к технологии. Выбраны формы соединений лития, оптимальные для его долговременного хранения и последующего целевого использования. Описаны физико-химические методы выделения и очистки соединений лития, проведено обоснование основных стадий переработки ЛВХР. По результатам литературного обзора сформулированы задачи исследования.

Во второй главе приведены характеристики использованных реактивов и методика приготовления модельных растворов. Описаны методики осадительных, сорбционных и ультрафильтрационных экспериментов, а также методики масс-спектрометрического и атомно-эмиссионного анализа растворов и рентгенофазового анализа осадков.

В третьей главе представлены результаты экспериментов по отработке основных стадий предложенной технологии переработки ЛВХР: карбонизации исходного раствора LiOH с получением раствора LiHCO_3 ; ультрафильтрационной очистки раствора LiHCO_3 от мелкодисперсных и коллоидных примесей; сорбционной очистки раствора LiHCO_3 от ионов цветных и щелочноземельных металлов; термического разложения раствора LiHCO_3 с получением осадка Li_2CO_3 ; промывки и сушки готового продукта.

Разработаны методы контроля протекания процесса карбонизации, основанные на измерении pH и электропроводности раствора. Для ультрафильтрационной очистки предложено использовать керамические мембраны с размером пор 50 нм. Для очистки раствора LiHCO_3 от примесей цветных и щелочноземельных металлов предложен сорбционный метод с использованием иминодиацетатных ионитов, как зарубежного, так и российского производства (сорбент марки Аксионит СЗ в аммониевой форме). Для очистки кислых растворов LiCl наиболее эффективными являются иминодиацетатные иониты и сульфофосфоновый катионит Purolite S-957.

Проведена лабораторная апробация всех стадий процесса с получением конечных продуктов – карбоната и хлорида лития. Содержание основного вещества в наработанных опытных партиях веществ составило более 99,96 %, что полностью соответствует нормативным требованиям.

В **четвертой главе** представлены исходные данные для проектирования опытно-промышленной установки, дано описание аппаратурно-технологической схемы установки, проведен выбор материалов оборудования. С целью выбора конструкционных материалов основного технологического оборудования проведена оценка коррозионной стойкости различных материалов в технологических средах процесса. Показано, что в качестве основного конструкционного материала может быть использована нержавеющая сталь X18H10T, а для выпарного аппарата раствора хлорида лития - цирконий или титановый сплав BT1-0.

На основании технического задания российской компанией «Гидротех» изготовлено и поставлено на ФГУП «ПО «Маяк» основное технологическое оборудование установки переработки ЛВХР.

В заключении приведены основные результаты и выводы по работе.

Научная новизна диссертационной работы заключается в следующем:

1. Впервые изучено распределение микропримесей щелочных, щелочноземельных, переходных металлов, алюминия и кремния в процессах карбонизации растворов гидроксида лития и термической декарбонизации растворов гидрокарбоната лития.

2. Предложен метод фильтрации на керамических ультрафильтрационных мембранах для очистки литийсодержащих растворов от примесей в мелкодисперсном и коллоидном состоянии.

3. Изучена сорбция примесей различных металлов из растворов гидрокарбоната лития. Показано, что в целях глубокой комплексной очистки растворов LiHCO_3 от примесей наиболее эффективными являются иминодиацетатные хелатные катиониты.

4. Определены условия образования фазы $\text{LiCl}\cdot\text{H}_2\text{O}$ и ее термического обезвоживания с получением безводного хлорида лития.

5. Впервые проведены испытания коррозионной стойкости различных конструкционных материалов в насыщенном растворе хлорида лития при температуре его кипения. Сделан вывод о высокой коррозионной стойкости в указанных условиях металлического циркония и титанового сплава BT1-0.

Практическая значимость диссертационной работы состоит в следующем:

- предложен метод очистки литийсодержащих растворов от мелкодисперсных и коллоидных частиц примесей с использованием ультрафильтрационных керамических мембран;

- разработана принципиальная технологическая схема процесса получения высокочистых карбоната и хлорида лития из ЛВХР;

- составлено техническое задание на проектирование опытно-промышленной установки переработки ЛВХР для получения высокочистого карбоната и хлорида лития;

- определены типы и характеристики основного технологического оборудования опытно-промышленной установки;

- изготовлены и поставлены на ФГУП «ПО «Маяк» основные узлы опытно-промышленной установки переработки ЛВХР.

В целом диссертационная работа Рудских В.В. производит хорошее впечатление, написана ясным и понятным научным языком.

По работе можно сделать следующие замечания:

1. стр. 71, п.3.5 При выполнении экспериментов по ультрафильтрации было бы полезно определить удельную производительность фильтрации. Это пригодится на этапе выбора соответствующего фильтра для ОПУ.
2. стр. 98 не указан масштаб установки для проверки предложенной схемы в лаб. условиях
3. стр. 103 таблица 3.23 нет данных по выходу лития в готовый карбонат (так удобнее считать), зато есть выход в оборотные растворы.
4. стр.106 при растворении карбоната лития и получения из него хлорида путем выпарки и сушки в этом же сосуде выход последнего составил 97.6%, а где еще 2,4%?
5. Кроме этого в тексте диссертации имеются опечатки, например: стр. 53 фраза «других соединений лимита, в том числе хлорида». Скорее всего имеются в виду соединения лития, стр.57 – «Контракция гидроксида лития в исходном растворе» – думаю это концентрация.
6. Я бы также заменил выражение «сорбционные эксперименты» на эксперименты по сорбции. Мы же не говорим «солянокислые» эксперименты.

7. Стр.53, 57, 59 используется выражение «метод отстоя». Я бы заменил на выражение «метод отстаивания».

Однако, приведенные замечания не носят принципиального характера и не влияют на общую положительную оценку работы, выполненной на высоком научном и экспериментальном уровне. Достоверность полученных результатов не вызывает сомнений и базируется на большом объеме экспериментальных данных и применении современных методов физико-химического анализа, таких как масс-спектрометрия, атомно-эмиссионный и рентгенофазовой анализ.

Основное содержание диссертации изложено в десяти статьях, рекомендованных ВАК, автор диссертации неоднократно докладывал результаты своих исследований на российских и международных конференциях. Автореферат полностью отражает содержание диссертации.

Практическая значимость работы подтверждается фактом составления технического задания на изготовление опытно-промышленной установки по которому было изготовлены и поставлены на ФГУП «ПО «Маяк» основные узлы предложенной установки.

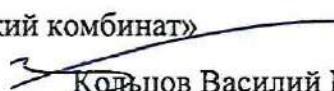
Результаты работы могут быть рекомендованы к использованию на различных предприятиях Госкорпорации «Росатом»: Новосибирском заводе химконцентратов, ФГУП «ПО «Маяк», ФГУП «ГХК», АО «СХК», а также в ведущих научно-исследовательских институтах отрасли: АО «ВНИИХТ», АО «ВНИИПромтехнологии», АО «ВНИИНМ», АО «Гиредмет» и др.

По своему содержанию диссертация Рудских В.В. соответствует паспорту специальности 2.6.8. Технология редких, рассеянных и радиоактивных элементов в части направлений исследований «Способы утилизации техногенного и вторичного сырья» и «Получение промежуточных соединений необходимой степени чистоты, гранулометрического состава и т.п. для производства металла или изделий».

Представленная диссертация представляет собой законченную научно-квалификационную работу, в ней научно обоснованы основные методы переработки литийсодержащих отходов, образующихся при утилизации гидроксида лития и получения высокочистых карбоната и хлорида лития. Полученные результаты несомненно имеют важное значение для развития производства редких металлов в России.

Таким образом, по актуальности, новизне и практической значимости диссертация Рудских В.В. соответствует требованиям Положения о присуждении ученых степеней в федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего образования «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева», предъявляемым к диссертациям на соискание ученой степени кандидата наук», а ее автор, Рудских Вячеслав Васильевич, заслуживает присуждения ему ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.8. Технология редких, рассеянных и радиоактивных элементов.

Кандидат технических наук,
начальник отдела технологий и
оборудования Инжинирингового
центра Акционерного общества
«Эльконский горнометаллургический комбинат»


Кольцов Василий Юрьевич
Начальник

Адрес организации: 105082, г. Москва, Бакунинская ул., д.54, стр. 1
Акционерное общество «Эльконский горнометаллургический комбинат»

Тел.: +7 (916) 118-5759

E-mail: basilik2@yandex.ru

Подпись *Кольцова Василия Юрьевича* удостоверяю:

Руководитель отдела управления персоналом АО «Эльконский ГМК»


Петрова Жанна Владимировна


Тел.: +7 495-505-6086, доб.406

E-mail: ZhVPetrova@armz.ru

Дата: 23.01.23 г.