

ОТЗЫВ ОФИЦИАЛЬНОГО ОППОНЕНТА

на диссертационную работу Трубакова Юрия Михайловича «**Автоклавная технология вскрытия монацитового концентрата**», представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.17.02 Технология редких, рассеянных и радиоактивных элементов

Актуальность работы. Диссертационная работа посвящена разработке новой технологии получения соединений редкоземельных элементов (РЗЭ), имеющих важное стратегическое значение для реализации ряда приоритетных программ, в т.ч. связанных с укреплением обороноспособности Российской Федерации. Одним из источников получения РЗЭ может служить монацитовый концентрат (МК), который содержит более 40 тыс. тонн оксидов РЗЭ. Кроме того, в составе МК содержится около 8000 Ки радионуклидов, что представляет большую экологическую опасность. В связи с этим, разработка современной технологически, экономически и экологически обоснованной технологии переработки МК является весьма важной и актуальной задачей.

Целью работы являлось разработка комплексной технологии переработки монацитового концентрата методом щелочного автоклавного вскрытия с получением дезактивированного концентрата суммы РЗЭ и химических концентратов тория и урана.

Научная новизна диссертационной работы заключается в следующем:

- определены оптимальные условия автоклавного щелочного вскрытия МК и растворения гидроксидных кеков в азотной кислоте;
- разработан метод глубокой очистки азотнокислых растворов от радионуклидов радия путем соосаждения с осадком сульфата бария;
- разработана принципиальная технологическая схема переработки МК с получением дезактивированного концентрата суммы РЗЭ, оксида тория и химического концентрата урана.

Практическая значимость работы состоит в следующем:

- разработана технология щелочного автоклавного вскрытия МК с применением стандартного технологического оборудования, что позволило упростить технологическую схему и увеличить производительность за счет сокращения времени переработки;
- проведение извлечения радионуклидов радия на начальных стадиях процесса привело к значительному (~ в 5 раз) сокращению количества вторичных радиоактивных отходов;

- предложенная технологическая схема позволяет проводить комплексное извлечение всех ценных компонентов МК: оксидов РЗЭ, фосфора, тория и урана. Разработанная технология может быть рекомендована в качестве базовой для переработки Красноуфимского монацитового концентрата.

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

Во введении изложена актуальность темы исследований, сформулированы цель и основные положения, выносимые на защиту, отмечены научная новизна и практическая ценность, указан личный вклад автора.

Первая глава работы содержит обзор научно-технической литературы, посвященной химическому и минералогическому составу монацитов, существующих технологий переработки монацитовых концентратов, способам разделения пульп и промывки осадков, образующихся при щелочной обработке монацита. Отмечены недостатки существующих серноокислотных и азотнокислых схем переработки монацита. В конце главы сформулированы основные задачи исследования.

В методической части (глава 2) диссертантом описан объект исследований - монацитовый концентрат (МК), методики проведения исследований, использованные для выполнения работы, результаты химического и минералогического анализа МК.

В третьей главе приводятся результаты изучения щелочного способа вскрытия МК в автоклаве и процессов разделения и промывки получающихся пульп и осадков. На стадии щелочного вскрытия происходит разложение фосфатов РЗЭ, тория и урана с получением растворов тринатрийфосфата и гидроксидов металлов. В процессе исследования были определены оптимальные условия щелочного вскрытия МК: крупность помола - 44 мкм; Т: Ж=1:2; температура - 170 °С; время процесса - 2 ч. Приведено сравнение и показаны преимущества разработанной технологии по сравнению с промышленной схемой, использовавшейся ранее на Московском заводе полиметаллов. Установлено, что для разделения осадков и пульп наиболее эффективным является использование фильтр-пресса с отжимными мембранами.

Показано, что растворение гидроксидных осадков наиболее полно происходит при использовании растворов азотной кислоты с концентрацией 6,5 моль/л. При этом концентрация РЗЭ в растворе составляет 150 - 200 г/л при остаточной концентрации азотной кислоты 0,3-0,5 моль/л, что положительно влияет на условия последующего выделения радия.

Для очистки азотнокислого раствора от радионуклидов радия предложен и реализован метод соосаждения с осадком сульфата бария, определены оптимальные условия данного процесса: расход нитрата бария в мольном отношении $Ba/Th = 1,1$; расход сульфата натрия в мольном отношении $Na_2SO_4/Ba = 1,05$; температура процесса - $60^{\circ}C$.

Изучена возможность применения жидкостной экстракции для извлечения и очистки урана с использованием 5%-ного ТБФ в керосине. Для осветления азотнокислого раствора РЗЭ и тория разработан эффективный способ центрифугирования и определены оптимальные режимы его использования.

В четвертой главе приведены рекомендации по выбору оборудования для переработки монацитового концентрата в полупромышленном масштабе. Для вскрытия МК рекомендован горизонтальный четырехкамерный автоклав с четырьмя вращающимися турбинными мешалками с интенсивностью перемешивания с критерием Рейнольдса не менее 24500. Рабочее давление при вскрытии составляет 20 атм., температура - до $200^{\circ}C$.

Для отделения гидроксидного кека и его промывки рекомендован фильтр-пресс с отжимными мембранами, а для осветления растворов - несколько типов центрифуг.

На основании проведенных исследований разработана технологическая схема переработки МК с получением концентрата суммы РЗЭ с чистотой 98,4%, химического концентрата U, оксида Th (99,5%) при степени извлечения РЗЭ - 96,9%.

В целом диссертационная работа производит впечатление цельной квалифицированной работы, выполнена на высоком научном и экспериментальном уровне с использованием целого ряда современного аналитического оборудования.

По работе имеются следующие вопросы и замечания:

1. В химическом составе монацитового концентрата отсутствует кремний и алюминий (глава 2).
2. Раздел 3.1- не указано давление в автоклаве при различных температурах.
3. Раздел 3.3 – не изучено распределение радия между жидкой и твердой фазой при щелочном вскрытии монацитового концентрата.
4. Табл.28 – К-40 не относится к ряду U-238.
5. Раздел 3.5 – не указано количество включаемого радий-содержащего осадка сульфата бария в цементный компаунд.
6. Рис. 19 – в принципиальной схеме получения оксида тория, концентрата урана и суммы оксидов РЗЭ не указан метод утилизации маточных растворов и промывных вод.

7. Раздел 3.9 – нет технико-экономического сравнения технологических схем по разработанной технологии и технологии Московского завода полиметаллов.

Высказанные выше замечания не носят принципиального характера и не влияют на общую положительную оценку данной диссертационной работы. Достоверность полученных результатов не вызывает сомнений и подтверждается большим объемом экспериментального материала.

Законченность и полноту исследования подтверждает наличие 10 печатных работ по теме диссертации, в том числе, четырех статей в рецензируемых научных журналах, включенных в перечень ВАК. Результаты работы неоднократно докладывались на престижных российских и международных конференциях. Автореферат соответствует основному содержанию диссертации.

Результаты работы могут быть рекомендованы для внедрения на предприятиях, занимающихся получением РЗЭ из минерального сырья (АО «Акрон»), урана (Приаргунский горно-химический комбинат) и ряде других предприятий атомной отрасли.

По тематике, методам исследования, научным положениям диссертация Трубакова Юрия Михайловича 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 «Получение промежуточных соединений необходимой степени чистоты, гранулометрического состава и т.п. для производства металла или изделий. Конверсия достижений технологии редких металлов и ядерной технологии, использование опыта эксплуатации типичных для данной отрасли промышленности процессов (сорбция, экстракция, плазменные, пламенные процессы и т.п) для создания малоотходных, ресурсосберегающих технологических схем других отраслей промышленности».

Диссертация Трубакова Юрия Михайловича представляет собой законченную научно-квалификационную работу, в которой изложены научно обоснованные технологические решения задачи комплексной переработки монацитового концентрата с получением концентратов РЗЭ, урана и тория, имеющей существенное значение для совершенствования редкометалльной отрасли страны.

Таким образом, представленная диссертация по актуальности, научной новизне и

практической значимости соответствует требованиям Положения о порядке присуждения 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 **Трубаков Юрий Михайлович**, заслуживает присуждения ему ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.17.02 Технология редких, рассеянных и радиоактивных элементов.

Доктор химических наук, старший научный сотрудник, заведующий лабораторией хроматографии радиоактивных элементов Федерального государственного бюджетного учреждения науки Институт физической химии и электрохимии имени А. Н. Фрумкина Российской академии наук (ИФХЭ РАН)

Виталий Витальевич Милютин

119071, г. Москва, Ленинский проспект, д. 31, корп. 4; Тел: +7(495) 335-92-88; E-mail: vmilyutin@mail.ru

Подпись Милютин В. В. удостоверяю:

ученый секретарь ИФХЭ РАН,
кандидат химических наук

«20» января 2021 г.



Н.А. Гладких