

ОТЗЫВ ОФИЦИАЛЬНОГО ОППОНЕНТА

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

Рецензируемая диссертационная работа посвящена проблеме вскрытия и извлечения из монацитового концентрата редкоземельных и радиоактивных элементов.

1 Актуальность решаемых в диссертации задач обусловлена спросом и потреблением редкоземельных металлов (РЗМ). Сегодня без РЗМ не обходится ни одна сфера деятельности. Они используются в мобильных устройствах, электронике, атомной технике, автопроме... и это не полный перечень применения редкоземельных элементов (РЗЭ). Учитывая, что наша страна является одним из мировых лидеров по запасам РЗЭ, Правительством России принято решение с 2026 года экспортировать редкоземельную продукцию, а значит необходимо создавать производства. Одним из источников получения РЗЭ может быть монацитовый концентрат (МК), в составе которого до 40 тысяч тонн редкоземельных оксидов (РЗО). Помимо РЗО, монацитовый концентрат содержит радиоактивность - до 3×10^{14} Бк, являясь, таким образом, экологически опасным материалом. Поэтому, решаемая диссертантом проблема представляет сложную технологическую и экологическую задачу, нацеленную на создание экономически целесообразной технологии щелочного автоклавного вскрытия монацитового концентрата с получением концентрата урана, оксида тория и дезактивированных оксидов суммы РЗМ.

Полученные Юрием Михайловичем Трубаковым результаты представляют несомненный научный интерес и обладают **научной новизной**. Автором

- определены оптимальные условия автоклавного щелочного вскрытия монацитового концентрата: крупность помола; расход щелочи; время, давление и температура процесса, а также условия растворения гидроксидных кеков в азотной кислоте;

- определены условия глубокой очистки азотнокислых растворов от радионуклидов радия в «голове» технологического процесса путем соосаждения с сульфатом бария;

- впервые в процессе переработки МК показана возможность разделения твердой и жидкой фаз с использованием фильтр-пресса с отжимными мембранами и центрифуги;

- разработана принципиальная технологическая схема переработки МК с получением дезактивированного концентрата суммы РЗО, оксида тория и химического концентрата урана.

Практическая значимость работы заключается в том, что:

- по результатам исследований разработана технология щелочного автоклавного вскрытия МК с применением стандартного технологического оборудования, что позволило упростить

технологическую схему и увеличить производительность за счет сокращения времени переработки;

- предложенные методы разделения твердой и жидкой фаз позволяют обеспечить высокую степень отмывки осадка, снизить его конечную влажность; сократить время получения целевых продуктов;

- извлечение радионуклидов радия на начальных стадиях процесса позволяет практически в 5 раз сократить количество образующихся радиоактивных отходов;

- предложенная технологическая щелочная автоклавная схема позволяет организовать комплексную переработку сырья с извлечением ценных оксидов: урана, тория, РЗМ. И может быть применена при переработке отечественных Красноуфимских концентратов.

Степень достоверности и апробация результатов работы подтверждаются применением действующих методик и современных приборов, прошедших государственную поверку, а также совпадением результатов лабораторных экспериментов и опытно-промышленных испытаний.

По результатам диссертационной работы опубликовано 10 печатных работ, из них 4 статьи в журналах, рекомендованных ВАК. Результаты работы неоднократно докладывались на престижных российских и международных конференциях.

Аннотация соответствует основному содержанию диссертации.

Диссертация состоит из введения, четырех глав, заключения, списка литературы из 115 библиографических источников, содержит 130 страниц машинописного текста, 45 таблиц и 23 рисунка.

Во введении автором обоснована актуальность темы диссертации, сформулирована цель, поставлены задачи для ее достижения, представлены основные положения, выносимые на защиту, а также научная новизна и практическая значимость работы.

В первой главе представлен аналитический обзор литературы по теме работы, рассмотрены характеристики монацитов, существующие способы их переработки и известные методы разделения пульпы и промывки осадков, образующихся при переработке монацита натриевой щелочью. На основании анализа литературных данных автором отмечены недостатки имеющихся технологий извлечения РЗЭ из монацита и определены направления для их дальнейшего совершенствования, сформулированы цель и задачи проведения исследований.

Во второй главе подробно представлен объект исследований – монацитовый концентрат. Приведены методики проведения экспериментов. Представлены результаты химического и минералогического анализа монацитового концентрата. Установлен средний химический состав исследуемой представительной пробы монацитового концентрата, Суммарное содержание РЗО определено на уровне ~ 60 % (масс.).

В третьей главе приведены результаты исследований по вскрытию монацитового концентрата щелочным способом в автоклаве, процесса разделения пульпы и промывки осадков, после автоклавного выщелачивания монацита.

Определены зависимости степени извлечения фосфора от продолжительности контактирования концентрата со щелочью, от температуры и давления, от расхода щелочи, от соотношения Т : Ж, от крупности помола. Установлены оптимальные значения перечисленных параметров для достижения максимально-эффективного вскрытия МК.

Представлены результаты исследований процесса обработки гидроксидных кеков растворами азотной кислоты. Определено, что условия щелочного вскрытия существенно влияют на извлечение компонентов в раствор. Установлена оптимальная концентрация азотной кислоты 6,5 моль/л, обеспечивающая извлечение более 90 % РЗЭ в раствор.

Разработаны условия и определены режимы выделения радия из азотнокислых растворов вскрытия гидроксидного кека методом соосаждения с осадком сульфата бария.

Представлены результаты исследований по извлечению урана методом жидкостной экстракции с применением раствора три-бутилфосфата в растворителе.

Изучены условия получения дезактивированных оксидов РЗЭ и оксида тория из азотнокислых растворов. Для осветления азотнокислого раствора РЗЭ и тория разработан эффективный способ центрифугирования и определены оптимальные режимы его использования.

Предложена технологическая схема получения оксида тория, концентрата урана и суммарного редкоземельного оксида. Приведены технологические режимы разработанного процесса щелочного автоклавного вскрытия монацитового концентрата. Выполнено сравнение разработанной технологии с технологией МЗП.

В четвертой главе приведены подробные рекомендации по выбору оборудования для переработки монацитового концентрата в полупромышленном масштабе. Представлены аппаратные схемы и технологические параметры, разработанных процессов получения оксида тория, концентрата урана и суммарного редкоземельного оксида. Созданная технологическая схема переработки МК позволяет получить химический концентрат урана, оксид Th с содержанием основного вещества - 99,5%, оксиды суммы РЗЭ с чистотой 98,4%.

В заключении отражены основные научные выводы и практические результаты диссертационной работы.

Оппонентом не усмотрено в работе диссертанта серьезных недостатков. Работа логично изложена, хорошо читается, теоретические построения убедительны. Тем не менее, отмечено несколько **замечаний**, которые следует считать пожеланиями для дальнейшей работы и развития темы:

1. Имеются незначительные замечания по оформлению работы в части не соблюдения межстрочных интервалов на страницах: 55, 59, 61 и 70, и незначительных опечаток. Желательно по тексту применять одни и те же единицы измерения, например: измерение концентраций; измерение активности приводить в беккерелях (у автора - кюри и беккерели); соотношение расходов реактивов приводить в килограммах на килограммы (у автора: и кг/кг и г/г);
2. Раздел 3.1- на рисунках отсутствует показатель давления в автоклаве при различных условиях проведения процесса;
3. Раздел 3.6, страница 86 - по тексту и на рисунке 15 имеются разногласия в части показателей содержания урана в органической фазе;
4. Раздел 3.6, на схеме рисунка 16 в качестве реэкстрагирующего раствора урана указана вода, а по тексту предлагается периодическая отмывка раствором соды;
5. Раздел 3.7 в таблицах 33-36 не приведены данные по урану,
6. Раздел 3.9 – не приведены технико-экономические расчеты при сравнении технологических схем разработанной автоклавной и технологии МЗП;
7. Таблица 42 – в графе «Тип аппарата» имеются разногласия по количеству емкостного оборудования. В качестве материалов для изготовления емкостного оборудования автор предлагает только сталь марки X18H10T, хотя перечень материалов можно расширить.

Отмеченные замечания не снижают научной и практической ценности рецензируемой диссертационной работы, которая заслуживает высокой оценки. Диссертация Трубакова Ю.М. представляет собой научно-квалификационную работу, в которой изложены новые научно обоснованные технологические решения и разработки в области автоклавного вскрытия и извлечения урана, тория и редкоземельных элементов, имеющих существенное значение для развития производства редких и радиоактивных металлов страны.

Личный вклад автора состоит в постановке целей исследований, в выполнении лабораторных исследований, анализе и оценке полученных результатов, их интерпретации; а также в публикациях статей и докладов, в выпуске научной документации.

Результаты работы могут быть рекомендованы для ознакомления при чтении курсов химии и технологии редкоземельных элементов в образовательных и научных организациях (РХТУ им. Д.И. Менделеева), а также для применения при переработке отечественных Красноуфимских концентратов.

По своему содержанию диссертационная работа Трубакова Ю.М. соответствует паспорту специальности 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».

По актуальности, новизне, практической значимости диссертация 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.

Кандидат технических наук по специальности 05.17.02

Начальник лаборатории АО «Гиредмет»

Юрасова Ольга Викторовна

«26» октября 2021 г.

Акционерное общество «Государственный научно-исследовательский и проектный институт редкометаллической промышленности «Гиредмет». 111524, Российская Федерация, г. Москва, ул. Электродная, д. 2, стр. 1, эт.5, пом. VI, ком.39;

<https://www.giredmet.ru/>, info@giredmet.ru

Подпись Юрасовой Ольги Викторовны удостоверяю:

Ученый секретарь АО «Гиредмет»,
доктор физико-математических наук

А.А. Шмаков