

Отзыв

официального оппонента на диссертационную работу

Рудских Вячеслава Васильевича

на тему «**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 настоящее время литий — один из критически важных металлов для нашей страны. Ограниченность сырьевых источников лития вызывает необходимость организации переработки вторичного сырья. К такого рода сырью относятся, в частности отработанные изделия, содержащие гидрид лития. В процессе переработки данного вида сырья образуются литийсодержащие водно-хвостовые растворы (ЛВХР), содержащие кроме лития многочисленные примеси в различном химическом и фазово-дисперсном состоянии. Конечным продуктом переработки являются соединения лития высокой степени чистоты, которые могут быть использованы повторно. В связи с этим, создание технологии выделения лития из хвостовых растворов, эффективной по технико-экономическим показателям и соответствующей современным экологическим требованиям, является сложной и актуальной задачей.

Достоверность и новизна исследования, полученных результатов, выводов и рекомендаций, сформулированных в диссертации, обеспечивается использованием комплекса взаимодополняющих современных аналитических методов исследования: масс-спектрометрия с индуктивно-связанной плазмой (ИСП-МС), атомно-эмиссионный метод, рентгенодифрактометрический метод и ряд других. Интерпретации методов исследования основаны на современных представлениях о структуре и свойствах использованных материалов. Полученные закономерности согласуются с результатами других авторов, представленными в литературе.

Основные положения диссертации многократно докладывались на международных и российских конференциях различного уровня.

Значимость для науки и практики полученных автором результатов

Научная новизна работы состоит в следующем:

Впервые изучено распределение микропримесей щелочных, щелочноземельных, переходных металлов, Al и Si в процессах карбонизации растворов LiOH и термической декарбонизации растворов LiHCO₃. Предложен метод фильтрации на керамических мембранах для очистки литийсодержащих растворов от примесей в мелкодисперсном и коллоидном состоянии. Изучена сорбция примесей металлов из растворов LiHCO₃. Показано, что для глубокой очистки растворов наиболее эффективны иминодиацетатные катиониты. Определены условия образования фазы

$\text{LiCl} \cdot \text{H}_2\text{O}$ и ее термического обезвоживания с получением безводного LiCl . Проведены испытания коррозионной стойкости материалов в насыщенном растворе LiCl при температуре кипения. Сделан вывод о высокой стойкости в указанных условиях циркония и титанового сплава ВТ1-0.

Практическая значимость диссертационной работы:

Разработан метод технологического контроля процесса карбонизации раствора LiOH , основанный на измерении значений электропроводности и pH раствора. Предложен метод очистки ЛВХР от примесей с использованием керамических мембран. Разработана принципиальная технологическая схема процесса получения высокочистых Li_2CO_3 и LiCl из ЛВХР. Подготовлено техническое задание на проектирование установки переработки ЛВХР. Определены типы и характеристики оборудования установки. На основании технического задания изготовлены основные узлы установки.

Рекомендации по использованию результатов и выводов диссертации

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 «ВНИПИпромтехнологии», АО «ВНИИНМ», АО «Гиредмет» и др.

Практические рекомендации по переработке литийсодержащие водно-хвостовых растворов могут быть использованы вузами, готовящими специалистов по технологии редких, рассеянных и радиоактивных элементов: Российский химико-технологический университет им. Д.И. Менделеева, Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова, Новосибирский государственный университет и др.

Оценка содержания диссертации, ее завершенности

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 отражена актуальность темы диссертации, сформулированы цель и задачи исследования, описаны научная новизна и практическая значимость работы, методология, методы исследования, обоснована достоверность результатов исследования, а также приведены положения, выносимые на защиту, отражен личный вклад автора в работу, указаны апробация результатов, объем и структура диссертации.

В литературном обзоре приведены источники образования ЛВХР, их химический состав, сформулированы основные требования к технологии. Выбраны формы соединений лития, оптимальные для его длительного 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 методики 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 аммонийной форме). Для очистки кислых растворов LiCl наиболее эффективными являются иминодиацетатные иониты и сульфофосфонный 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. 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 ВТ1-0.

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.

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

Замечания и вопросы по работе:

1. Схема на рис. 2.1 на С. 41, а также схема на рис. 4.5 (С. 124) не предполагает улавливания отходящего диоксида углерода. Весь диоксид углерода поглощается на стадии карбонизации?

2. При изучении динамики сорбции на ионитах были получены выходные кривые сорбции примесных ионов из растворов LiHCO_3 на разных типах сорбентов. В таблицах желательнее было бы привести не только величины ДОЕ, но и значения кинетических коэффициентов сорбции, которые могут быть использованы для расчета оборудования при заданной скорости пропускания раствора.
3. С чем связано низкое сродство к литию у хелатных иминодиацетатных ионитов (Amberlite IRC 748, Purolite S930, AXIONIT S3)?
4. В диссертации приводятся результаты переработки модельных растворов, была ли осуществлена проверка созданной технологии на реальных растворах?
5. В диссертации не приводится технико-экономическая оценка разработанной технологии.
6. Список литературы в диссертации оформлен не по ГОСТу.

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. Научные положения, выводы и рекомендации, сформулированные в диссертации, вполне обоснованы.

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 изготовлено и поставлено на ФГУП «ПО «Маяк» основные узлы предложенной установки.

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 гидрида 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. на тему: «Разработка технологии выделения высокочистых соединений лития из водно-хвостовых растворов установок

утилизации литиевых водородсодержащих материалов» является завершенной научно-квалификационной работой, которая соответствует требованиям Положения о присуждении учёных 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.

Официальный оппонент,
доктор химических наук (05.17.01 –
Технология неорганических веществ), профессор,
профессор кафедры технологии неорганических веществ и
электрохимических процессов
Федерального государственного бюджетного
образовательного учреждения высшего образования
«Российский химико-технологический
университет им. Д.И. Менделеева»

et

Алехина Марина Борисовна

25.01.2023

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Российский химико-технологический университет им. Д.И. Менделеева» РФ, 125047, г. Москва, Миусская пл., д. 9.
Тел. (495) 4955062, доб. 5087. E-mail: alekhina.m.b@muctr.ru

Подпись М.Б. Алехиной заверяю:

Ученый секретарь Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Российский химико-технологический университет им. Д.И. Менделеева»

Калинина Нина Константиновна



Калинина