

«УТВЕРЖДАЮ»

Директор ИОНХ РАН
чл.-корр РАН В.К.Иванов

2021г.



ОТЗЫВ ВЕДУЩЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ

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. После распада СССР, который являлся одним из ведущих мировых производителей и экспортеров редкоземельных элементов (РЗЭ), Россия оказалась среди импортеров этих стратегических материалов. Сегодня около 80% потребности страны покрывается за счет импорта. Однако внутренние резервы для производства РЗЭ в настоящее время существуют и довольно значительны. Так, одним из источников получения РЗЭ может служить монацитовый концентрат (МК), который находится на складах в г. Красноуфимск, где хранятся 83 тыс. тонн МК, он содержит более 40 тыс. тонн РЗЭ в пересчете на суммарный оксид. По мировым ценам на редкие земли на 01.05.2020 эти запасы оцениваются в 800 млн. долларов. Кроме того, в составе МК содержится около 8000 Ки радионуклидов, что представляет большую экологическую опасность. В этой связи разработка комплексной технологии переработки монацитового концентрата методом щелочного автоклавного вскрытия с получением дезактивированного концентрата суммы РЗЭ и химических концентратов тория и урана является бесспорно актуальной.

Целью работы - 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:

- разработана принципиальная технологическая схема переработки МК с получением дезактивированного концентрата суммы РЗЭ, оксида тория и химического концентрата урана;
- разработан метод глубокой очистки азотнокислых растворов от радионуклидов радия путем соосаждения с сульфатом бария;
- определены оптимальные условия автоклавного щелочного вскрытия МК и растворения гидроксидных кеков в азотной кислоте;
- впервые в процессе переработки МК показана возможность разделения твердой и жидкой фаз с использованием фильтр-пресса с отжимными мембранами и центрифуги.

Практическая значимость работы в том, что:

- 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;
- извлечения радионуклидов радия на начальных стадиях процесса значительно (~в 5 раз) сокращает количество образующихсяadioактивных отходов;
- 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;
- использование центрифугирования при фильтрации растворов после азотнокислотного выщелачивания позволяет значительно сократить время получения целевых продуктов, уменьшить влажность осадка и исключить дополнительную операцию осветления раствора;
- 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 (МК).

Структура диссертационной работы. Рукопись состоит из введения, 4 глав, заключения, списка используемых источников, включающего 115 библиографических источника, и содержит 130 страниц машинописного текста, включая 45 таблиц, 23 рисунка, что соответствует требованиям ВАК к кандидатским диссертациям.

Во введении изложена актуальность темы исследований, сформулированы цель и основные положения, выносимые на защиту, отмечены научная новизна и практическая значимость, сформулирован 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 сернокислотных и азотнокислых схем переработки монацита. В конце главы сформулированы основные задачи исследования.

Вторая глава посвящена описанию объекта исследований (монацитовый концентрат), методики проведения исследований, и результатам химического и минералогического анализа монацитового концентрата.

Третья глава содержит результаты изучения щелочного способа вскрытия МК в автоклаве, процессов разделения и промывки получающихся пульп и осадков. На стадии щелочного вскрытия происходит разложение фосфатов РЗЭ, тория и урана с получением растворов тринатрийfosфата и гидроксидов металлов. В процессе исследования были определены оптимальные условия щелочного вскрытия МК: крупность помола - 44 мкм; Т:Ж=1:2; температура - 170°C; время процесса - 2 ч. Приведено сравнение и показаны преимущества разработанной технологии по сравнению с промышленной схемой, использовавшейся ранее на Московском заводе полиметаллов. Показано, что для разделения осадков и пульп наиболее эффективным является использование фильтр-пресса с отжимными мембранными. Найдены условия для наиболее полного растворения гидроксидных осадков: при использовании растворов азотной кислоты с концентрацией 6.5 моль/л; 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 сульфатом бария, определены оптимальные условия данного процесса: расход нитрата бария в мольном отношении Ba/Th=1.1; расход сульфата натрия в мольном отношении $\text{Na}_2\text{SO}_4/\text{BaSO}_4=1.05$; температура процесса - 60°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.

Четвертая глава содержит рекомендации по выбору оборудования для переработки монацитового концентрата в полупромышленном масштабе. Для вскрытия МК推薦ован горизонтальный четырехкамерный автоклав с четырьмя вращающимися турбинными мешалками с интенсивностью перемешивания с критерием Рейнольдса не менее 24500. Рабочее давление составляет 20 атм., температура - до 200°C.

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

Как результат проведенных исследований представлена технологическая схема переработки МК с получением концентрата суммы РЗЭ с чистотой 98.4%, химического концентрата U и оксида Th (99.5%) при степени извлечения РЗЭ – 96.9%.

Представленная диссертация является цельной квалификационной работой, выполнена на высоком научном и экспериментальном уровне с использованием современного аналитического оборудования. Автореферат в полной мере отражает содержание диссертации.

По работе имеются следующие вопросы и замечания:

- в химическом составе МК, приведенном в автореферате отсутствует кремний, алюминий и титан (при этом в минеральном составе присутствуют ильменит и рутил);
- из текста диссертации непонятно почему давление в автоклаве составляет 2-3 атм;
- неубедительным кажутся результаты исследование влияния перемешивания в автоклаве, т.к. представленная закономерность включает только две точки (1000 и 1200 об/мин);
- при рекомендации оборудования не учитывается его стоимость.

Приведенные замечания не носят принципиального характера и не влияют на положительную оценку данной диссертационной работы. Достоверность полученных результатов не вызывает сомнений.

10 печатных работ по теме диссертации, в том числе, четырех статей в рецензируемых научных журналах, включенных в перечень ВАК адекватно отражают содержание диссертации.

Результаты работы могут быть рекомендованы для внедрения на предприятиях, занимающихся получением РЗЭ (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 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 **Трубаков Юрий Михайлович**, заслуживает присуждения ему ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.17.02 – Технология редких, рассеянных и радиоактивных элементов.

Отзыв заслушан и одобрен на Заседании Секции Ученого совета ИОНХ РАН «Теоретические основы химической технологии и разработки эффективных химико-технологических процессов» (Протокол №86 от «19» января 2021 г.).

Доктор химических наук, ведущий научный сотрудник лаборатории синтеза функциональных материалов и переработки минерального сырья

Фомичев Сергей Викторович
119991, г. Москва, Ленинский проспект, д. 31, корп. 1; Тел: +7(495) 952-08-27; моб. тел. (916) 985-14-36; e-mail: fomichevsv@igic.ras.ru