



## ОТЗЫВ

Акционерного общества «Ведущий научно-исследовательский институт химической технологии» (АО «ВНИИХТ») – **ведущей организации по защите диссертационной работы Рудских В.В. «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

Основные области использования лития и его соединений в настоящее время – производство литий-ионных аккумуляторов (около 60 %), стекло и керамика, смазочных материалов, флюсов для литейных форм, добавки в электролит при электролитическом получении алюминия, легких сплавов и др. Объем производства соединений лития в 2021 г. в мире составил 100 тыс. тонн (в эквиваленте лития карбоната – ЭЛК). Производство соединений лития в России преимущественно проводится при переработке импортного сырья на ПО «НЗХК» и АО «ХМЗ» и составляет около 1,2 тыс. т в год (ЭЛК), оставшаяся потребность (1 500 т) покрывалась импортом.

Диссертационная работа В.В. Рудских посвящена актуальной проблеме излечению лития из растворов, получаемых при утилизации гидроксида лития с получением карбоната лития с содержанием основного вещества выше 99 %.

Увеличение объемов производства лития и его соединений вызывает необходимость организации переработки литиевых возвратных материалов с целью повторного использования лития. В процессе такой переработки неизбежно образуются литийсодержащие водно-хвостовые растворы (ЛВХР), включающие, кроме лития, различные примеси и осадки, которые можно

отнести к сырью техногенного характера. И особенностью процессов переработки ЛВХР, в отличие от процессов получения лития из природного сырья, является то, что основным компонентом растворов является литий, в то время как примеси присутствуют в относительно небольших количествах. Задача создания технологии получения высокочистых соединений лития с высокими экономическими показателями и удовлетворяющей современным экологическим требованиям, является весьма сложной. Это связано с тем, что примеси в ЛВХР находятся в различном химическом и дисперсном состоянии, что приводит к тому, что для очистки растворов необходимо использовать целый комплекс физико-химических методов: осаждение, фильтрацию, сорбцию, экстракцию и др. Однако, до настоящего времени указанные методы применительно к переработке ЛВХР сложного состава практически не использовались.

**Актуальность** тематики диссертации Рудских В.В. связана с необходимостью создания современной технологии переработки жидких литийсодержащих отходов производства термодиффузионного разделения гидрида лития с получением высокочистых соединений лития.

**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. Изучена сорбция примесей различных металлов из растворов гидрокарбоната лития. Показано, что при глубокой очистке растворов  $\text{LiHCO}_3$  от примесей наиболее эффективными являются иминодиацетатные хелатные катиониты.

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

**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.

**Достоверность** полученных результатов основана на применении автором целого комплекса современных методов физико-химического анализа (масс-спектрометрии, атомно-эмиссионного и рентгенофазового анализа). Основное содержание диссертации опубликовано в *научных изданиях*, рекомендованных ВАК, результаты *научно апробированы* на российских и международных конференциях. Автореферат полностью отражает содержание диссертации.

Диссертационная работа включает введение, четыре главы, выводы и список использованных библиографических источников (106 наименований). Общий объем работы составляет 137 страниц машинописного текста, в том числе 32 рисунка и 45 таблиц.

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

**В главе 1** (литературном обзоре) на основании литературных данных раскрыты причины образования и характеристики ЛВХР, рассмотрены проблемы переработки ЛВХР, сформулированы требования к технологии.

Выбраны формы соединений лития, оптимальные для его долгосрочного хранения и последующего целевого использования. Рассмотрены современные методы очистки соединений лития, теоретически обоснована общая схема переработки ЛВХР. По результатам литературного обзора сформулированы задачи исследования.

**Во второй главе** (методической части) приведены свойства использованных реактивов, характеристики и методы приготовления модельных растворов, аналогичных ЛВХР. Описаны методики экспериментов по отработке осадительных, сорбционных и ультрафильтрационных методов очистки растворов  $\text{LiHCO}_3$  и  $\text{LiCl}$ . Представлены методики измерений: масс-спектрометрического и атомно-эмиссионного анализа растворов, рентгенофазового анализа осадков.

**В третьей главе** представлено научное обоснование предложенной технологии получения высокочистых соединений лития из ЛВХР, результаты исследований по отработке технологии. Приведены сведения по химическому и фазово-дисперсному составу ЛВХР, а также сформулированы требования к химическому составу (чистоте) конечного продукта переработки ЛВХР для соответствия имеющимся стандартам.

Предложена принципиальная схема переработки ЛВХР, состоящая из следующих стадий: карбонизация исходного раствора  $\text{LiOH}$  с получением раствора  $\text{LiHCO}_3$ ; очистка раствора  $\text{LiHCO}_3$  от нерастворимых примесей методом ультрафильтрации; сорбционная очистка раствора  $\text{LiHCO}_3$  от растворимых примесей; термическое разложение раствора  $\text{LiHCO}_3$  с получением осадка  $\text{Li}_2\text{CO}_3$ ; промывка и сушка готового продукта.

Приведены результаты экспериментальной оценки кинетики процесса карбонизации, разработаны методы контроля протекания процесса. Для отделения мелкодисперсных осадков был предложен метод ультрафильтрации с использованием керамических мембран с размером пор 0,05 мкм. Результаты анализа фильтрата показали, что на стадии ультрафильтрации из раствора удаляются примеси  $\text{Al}$ ,  $\text{Zn}$  и  $\text{Cu}$ .

Для очистки раствора  $\text{LiHCO}_3$  от примесей щелочноземельных металлов, магния, меди и никеля был предложен сорбционный метод. Полученные результаты показали, что для очистки растворов  $\text{LiHCO}_3$  от примесей наиболее эффективными являются иминодиацетатные иониты, как зарубежного, так и российского производства. Для промышленного применения был выбран ионит российского производства марки АКЦИОНИТ СЗ в аммониевой форме.

В работе установлено, что для очистки кислых растворов  $\text{LiCl}$  наиболее эффективными являются иминодиацетатные иониты и сульфофосфоновый катионит Purolite S-957.

Предложенная технология переработки ЛВХР была отработана в лабораторных условиях с получением конечных продуктов –  $\text{Li}_2\text{CO}_3$  и  $\text{LiCl}$ . Содержание основного вещества в наработанных опытных партиях веществ составило более 99,96 %, что полностью соответствует предъявляемым требованиям.

**В четвертой главе** представлены исходные данные для проектирования опытно-промышленной установки, дано описание аппаратурно-технологической схемы установки, проведен выбор материалов оборудования.

Наибольший технический риск реализации предложенной технологической схемы, обусловленный возможной коррозией оборудования, связан с выбором материала выпарного аппарата раствора  $\text{LiCl}$ . Определена скорость коррозии различных материалов в концентрированных растворах  $\text{LiCl}$  при температуре кипения. Показано, что в качестве конструкционного материала для выпарного аппарата раствора хлорида лития может быть использован цирконий или титановый сплав ВТ1-0.

На основании составленного автором технического задания компанией «Гидротех» изготовлено технологическое оборудование установки переработки ЛВХР.

**В заключении** приведены основные результаты и выводы по работе.

Практическая значимость работы подтверждается тем, что по ее результатам составлено техническое задание на изготовление опытно-промышленной установки переработки ЛВХР на ФГУП «ПО «Маяк».

Результаты работы могут быть использованы при разработке технологий получения высокочистых соединений лития и других металлов на предприятиях и научных организациях ГК «Росатом», в частности на ФГУП «ПО «Маяк», Акционерном обществе «Сибирский химический комбинат» (АО «СХК»), ФГУП "Горно-химический комбинат" (ФГУП «ГХК»), Новосибирском заводе химконцентратов (АО «НЗХК»), Акционерном обществе «Ведущий проектно-исследовательский и научно-исследовательский институт промышленной технологии» (АО «ВНИПИпромтехнологии»), в Акционерном обществе «Высокотехнологический научно-исследовательский институт неорганических материалов имени академика А.А. Бочвара» (АО «ВНИИНМ»).

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».

Диссертация Рудских В.В. представляет собой научно-квалификационную работу, в которой изложены научно обоснованные подходы к созданию технологии переработки сложного техногенного сырья – жидких литийсодержащих отходов установок утилизации гидрида лития с получением высокочистых соединений лития, которая имеет важное значение для редкометаллической и ядерной отрасли страны.

Диссертационная работа Рудских В.В. написана хорошим научным языком, материал изложен логично и последовательно.

***В качестве замечаний к работе следует указать следующее:***

1. В представленной работе нет данных по апробации разработанной технологии получения соединений лития с использованием технологических литийсодержащих растворов, все приведенные результаты получены с применением только модельных растворов. Отсутствие результатов испытаний разработанной технологии с использованием технологических растворов, которое подтверждается соответствующим актом.

2. Оценка качества полученного из модельных растворов продукта (хлорида лития) проведена без учета требований к качеству, позволяющему использовать его для получения металлического лития электролизом расплава хлорида лития. Согласно ТУ 2152-017-07622236-2015, в хлориде лития марок ЛХ-1 и ЛХ-2 лимитируется содержание примесей K+Na, Ca, Fe, Al, Si, а также Pb, OH<sup>-</sup>, SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>, PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>, концентрация которых в работе не приведена. При этом содержание основного вещества должно определяться согласно методике, приведенной в указанном выше документе (а не по разности с суммой примесей, как это сделано в работе).

3. При обработке некоторых кинетических кривых (в частности, 3.2 и 3.4) автором не обоснованы полученные зависимости, характеризующие текущий процесс.

4. В работе не приведена ссылка на методику проведения коррозионных испытаний, что не позволяет однозначно трактовать полученную зависимость средней скорости коррозии конструкционных материалов от времени экспозиции.

Указанные замечания не являются принципиальными и не влияют на общую положительную оценку работы, которая выполнена на высоком научном и экспериментальном уровне. По актуальности, новизне и практической значимости представленная диссертация 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.

Отзыв рассмотрен и обсужден после доклада соискателя по материалам диссертационной работы на заседании научно-технического совета Акционерного общества «Ведущий научно-исследовательский институт химической технологии» 24 января 2023 года.

*Протокол № 1 от 24.01.2023, присутствовало 11 членов научно-технического совета.*

Ученый секретарь АО «ВНИИХТ», к.т.н  
Телефон: +7-953-707-83-28  
E-mail: [ElANeskoromnaya@rosatom.ru](mailto:ElANeskoromnaya@rosatom.ru)



Е.А. Нескоромная

***Сведения о ведущей организации***

Акционерное общество «Ведущий научно-исследовательский институт химической технологии» (АО «ВНИИХТ»)

Юридический и фактический адрес: 111524, г. Москва, ул. Электродная, д. 2., стр. 1.

Тел. +7(495) 278-04-00

E-mail: [info\\_vniiht@rosatom.ru](mailto:info_vniiht@rosatom.ru)