

«УТВЕРЖДАЮ»

Генеральный директор

ФИЦ КИЦ РАН, академик РАН

Кривовичев С.В.

10 декабря 2024 г.



ОТЗЫВ

ведущей организации **Федерального государственного бюджетного учреждения науки «Федеральный исследовательский центр Кольский научный центр Российской академии наук»** на диссертационную работу **Кожевникова Георгия Алексеевича «Разработка флотационно-химической технологии переработки эвдиалитового концентрата»**, представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности **2.8.9 - «Обогащение полезных ископаемых» (технические науки)**

Представленная на отзыв диссертационная работа Кожевникова Георгия Алексеевича состоит из введения, пяти глав, заключения, двух приложений, списка литературы из 94 наименований, содержит 141 страницу машинописного текста, 40 рисунков и 49 таблиц.

Актуальность

Высокие мировые темпы развития технологичных производств, включая атомную промышленность, радиоэлектронику, авиастроение, космическую отрасль, «зеленую» энергетику, требуют значительного потребления редкометального сырья. В связи с этим, в последние годы наблюдается дефицит и значительный рост стоимости редкоземельных металлов (РЗМ) и циркония (Zr). Кроме того, обеспечение экономики России РЗМ и Zr имеет важное значение для национальной безопасности и является определяющим условием развития и модернизации промышленности.

Известно, что в России минерально-сырьевая база РЗМ и Zr характеризуется, как правило, низким качеством, а внутреннее потребление в большей степени обеспечивается вынужденным импортом. При этом одним из перспективных источников в РФ для производства РЗМ и Zr являются эвдиалитовые руды Ловозерского месторождения. Кроме того, РЗМ в эвдиалите представлены иттрием и среднетяжелыми лантаноидами, а содержание циркония достигает 9,6%.

Таким образом, научное обоснование и разработка технологических решений по совершенствованию процессов обогащения и химической переработки эвдиалитового концентрата весьма актуальны.

Основное содержание работы

В первой главе приведен обзор литературы, который охватывает текущее состояние запасов и производства редкоземельных металлов в России и за рубежом. Установлено, что для улучшения качества эвдиалитовых концентратов наиболее эффективен метод флотации, а для их дальнейшей химической переработки – кислотное выщелачивание. Рассмотрены проблемы кислотного растворения эвдиалита, в том числе образование большого количества силикагеля, способствующего значительным потерям ценных компонентов и образованию большого объема твердых отходов. Рассмотрены способы сокращения образования силикагеля. В обзоре

также показано, что на данный момент не существует производства, занимающегося переработкой эвдиалитовых концентратов.

Вторая глава имеет методический характер и посвящена рассмотрению объектов, предметов и материалов исследований исходя из целей и задач работы. В ней описаны методики и инструменты, используемые для исследования физико-химических свойств продуктивных растворов, силикагеля и твердых продуктов, получаемых в ходе переработки. Также представлены основные принципы анализа результатов измерений.

В третьей главе приведены результаты флотационных исследований возможности повышения качества эвдиалитового концентрата и снижения содержания в нем оксида кремния, представленного минералами пустой породы. В данной главе на основе анализа литературы по флотационному обогащению эвдиалитовых руд и концентратов обоснован выбор реагентов и режимов флотации. В качестве депрессоров изучены растворы щавелевой кислоты и гексаметафосфата натрия; реагентов собирателей – растворы олеата натрия, Flotinor SM-15, ИМ-50, ЖКТМ; пенообразователя – МИБК. Представлены результаты исследований по изучению влияния различных режимов флотации эвдиалитового концентрата на эффективность повышения его качества.

В четвертой главе представлены результаты изучения влияния различных факторов и методов на эффективность выщелачивания эвдиалитового концентрата Ловозерского месторождения. Обоснован выбор азотной кислоты в качестве основного растворителя при выщелачивании концентрата и рациональные параметры азотнокислотного выщелачивания концентрата. Научно обоснованы высокие потери Zr и PЗМ с силикагелем при азотнокислотном выщелачивании эвдиалитового концентрата. В данной главе также рассмотрены различные методы снижения потерь ценных компонентов с силикагелем: предварительное щелочное разложение, «сухое» выщелачивание, добавка высоковалентных металлов (Al^{3+} , Fe^{3+}) в процесс выщелачивания, промывка и переработка силикагеля.

В пятой главе представлены результаты лабораторных испытаний по разработке малоотходной флотационно-химической технологии переработки эвдиалитового концентрата, включая процессы: флотации и выщелачивания эвдиалитового концентрата, переработки продуктивного раствора выщелачивания и силикагеля, регенерации карбоната кальция, рециркуляции отработанных продуктивных растворов и промывных вод. В пятой главе также приведены расчеты материального баланса потоков (элементов) и результаты оценки экономической целесообразности переработки эвдиалитового концентрата.

Научная новизна работы заключается в получении новых научных знаний при исследовании процессов обогащения и химической переработки эвдиалитового минерального сырья.

Автором впервые разработан способ переработки силикагеля, образующегося в процессе азотнокислотного выщелачивания эвдиалита, включающий процессы промывки, получения метасиликата натрия с попутным доизвлечением ценных металлов в виде аморфных осадков силикатов и гидроксидов, возвращаемых в процесс выщелачивания, что в комплексе обеспечивает извлечение из силикагеля более 97 % Zr и PЗМ.

Диссертантом предложен способ переработки получаемого в первой стадии химического осаждения, Zr-содержащего тетрагидрата нитрата кальция в фосфат циркония и карбонат кальция, возвращаемый на первую стадию химического осаждения для нейтрализации кислого продуктивного раствора, что обеспечивает снижение потерь PЗМ с Zr концентратом на 11,26% и регенерацию до 98% наиболее расходуемого реагента – карбоната кальция.

В результате предложена рентабельная и малоотходная технологическая схема переработки эвдиалитового концентрата за счет организации регенерации используемых

реагентов, получения товарных метасиликата натрия (из силикагеля), аммиачной селитры (из отработанных нитратных растворов) и обеспечения замкнутого водооборота.

Обоснованность и достоверность представленных в работе научных положений и выводов не вызывают сомнений и подтверждаются использованием современных физико-химических методов исследований, сертифицированного оборудования, согласованностью теоретических выводов с экспериментальными данными, а также воспроизводимостью и непротиворечивостью полученных результатов по обогащению и химической переработке эвдиалитовых концентратов.

Практическая значимость работы заключается в разработке рентабельной и малоотходной технологической схемы обогащения и химической переработки эвдиалитового минерального сырья, обеспечивающей высокое извлечение Zr и PЗМ.

Апробация работы. Основные положения и результаты диссертационной работы докладывались и обсуждались на научных семинарах ИПКОН РАН, международных совещаниях «Плаксинские чтения» (г. Владикавказ, 2021; г. Владивосток, 2022; г. Москва, 2023, г. Апатиты, 2024), научных симпозиумах «Неделя горняка» (г. Москва, 2024), Международной научной школе молодых ученых и специалистов «Проблемы освоения недр в XXI веке глазами молодых» (г. Москва, 2021, 2023).

Автореферат диссертации с достаточной полнотой отражает основное ее содержание.

Диссертация написана хорошим научно-техническим языком, четко и ясно изложена, составлена в соответствии с требованиями ВАК и оформлена в соответствии с требованиями ГОСТ Р 7.0.11-2011 «Диссертация и автореферат диссертации. Структура и правила оформления». Выводы и рекомендации работы изложены четко и лаконично. Структура и содержание автореферата соответствуют основным положениям диссертации.

Замечания:

1. В представленном материальном балансе потоков (с. 121) не указаны единицы измерения и, вероятно, ошибка в расчете баланса по кремнию.

2. В работе отсутствует информация, насколько эффективно проходит растворение осадка силикатов циркония и PЗМ, выделяемого из силикагеля после добавления гидроксида натрия и возвращаемого в процесс азотнокислотного выщелачивания.

3. При оценке экономической эффективности разработанной технологии не учтена стоимость получения первичного эвдиалитового концентрата.

4. В диссертации не акцентировано внимание на возможности извлечения Ti, Mn, Ta, Nb и других стратегических металлов, содержащихся в эвдиалитовом концентрате.

5. В работе следует обосновать с какой целью величина pH доводилась до 4 на первой стадии химического осаждения (рис. 5.2 а), если из графика видно, что уже при значении pH 2 выпадает более 99% циркония.

6. Из данных, представленных в работе, не ясно по какому количеству циклов представлены результаты качественно-количественных показателей в предлагаемой технологической схеме с учетом оборота (циркуляции) продуктивного раствора, реагентов, карбоната кальция и др. В каком масштабе (массы проб) проведены лабораторные исследования?

Приведенные замечания носят дискуссионный характер, не являются принципиальными и не влияют на общую положительную оценку диссертационной работы, выполненной на высоком научном уровне.

Заключение

Диссертация Г.А. Кожевникова является законченной научно-квалификационной работой, в которой на основании выполненных автором исследований разработана рентабельная и малоотходная технологическая схема обогащения и химической переработки эвдиалитового минерального сырья, обеспечивающая извлечение Zr – 89% и PЗЭ – 82%.

Работа соответствует требованиям пп. 9-14 «Положения о порядке присуждения ученых степеней» (Постановление Правительства РФ от 24 сентября 2013 г. №842 (ред. от 25.01.2024 г.), предъявляемым к кандидатским диссертациям, а ее автор, Кожевников Георгий Алексеевич, заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по научной специальности 2.8.9. – Обогащение полезных ископаемых (технические науки).

Ведущий научный сотрудник - Руководитель лабораторией Новых технологических процессов и аппаратов, кандидат технических наук
тел.: (81555) 79527, a.opalev@ksc.ru
Согласен на обработку персональных данных.

Опалев Александр Сергеевич



Ведущий научный сотрудник - Руководитель лабораторией Флотационных реагентов и обогащения комплексных руд,
кандидат технических наук
тел.: (81555) 79593, g.mitrofanova@ksc.ru
Согласна на обработку персональных данных.

Митрофанова Галина Викторовна



184209, г. Апатиты Мурманской области, ул. Ферсмана, дом 24.

Горный институт – обособленное подразделение Федерального государственного бюджетного учреждения науки Федерального исследовательского центра «Кольский научный центр Российской академии наук» (ГоИ КНЦ РАН).

СВЕДЕНИЯ О ВЕДУЩЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ

Полное наименование организации	Федеральный исследовательский центр Кольский научный центр Российской академии наук
Сокращенное наименование организации в соответствии с уставом	ФИЦ КНЦ РАН
Ведомственная принадлежность	Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
Почтовый индекс, адрес организации	184209, Мурманская область, город Апатиты, ул. Ферсмана 14
Веб-сайт	https://www.ksc.ru/
Телефон	(81555) 7-53-50; 79-5-95 (канц.)
Адрес электронной почты	http://ksc.ru

Список основных публикаций сотрудников организации по теме диссертации

1. Применение фосфорных эфиров оксиэтилированных производных жидкости скорлупы орехов кешью в качестве реагента-собираателя для обогащения апатитсодержащих руд в процессе флотации / Шишлов О.Ф., Дождилов С.А., Трошин Д.П., Ивченко Д.Г., Митрофанова Г.В., Черноусенко Е.В., Опалев А.С. // Патент на изобретение RU 2812644 С1, 30.01.2024. Заявка от 03.08.2023.
2. Повышение качества тонко-измельченных магнетитовых концентратов комбинированием сульфидной и силикатной флотации / Митрофанова Г.В., Опалев А.С. // Обогащение руд. 2024. № 4. С. 17-22.
3. Исследование свойств и действия полиэлектролитов при очистке сливов обогатительной фабрики / Митрофанова Г.В., Черноусенко Е.В., Артемьев А.В., Поспелова Ю.П., Смирнова Н.А., Бармин И.С.// Записки Горного института. 2024. Т. 265. С. 95-103.
4. Особенности действия реагента-собираателя из класса алкиловых эфиров фосфорной кислоты при флотации апатит-нефелиновых руд / Митрофанова Г.В., Черноусенко Е.В., Компанченко А.А., Калугин А.И.//Записки Горного института. 2024. Т. 268. С. 637-645.
5. Processibility of fine-grained magnetite–apatite ore mill tailings at kovdor deposit/ Mitrofanova G.V., Pospelova Yu.P., Sedinin D.F.// Journal of Mining Science. 2023. Т. 59. № 5. С. 813-820.
6. Applicability of the suspension effect in estimation of influence exerted by ionic composition of flotation pulp on apatite surface / Artem'ev A.V., Mitrofanova G.V.//Journal of Mining Science. 2023. Т. 59. № 5. С. 821-827.
7. Оценка обогатимости тонкозернистых хвостов переработки магнетит-apatитовой руды ковдорского месторождения / Митрофанова Г.В., Поспелова Ю.П., Сединин Д.Ф.// Физико-технические проблемы разработки полезных ископаемых. 2023. № 5. С. 123-131.
8. Возможность использования суспензионного эффекта для оценки влияния ионного состава флотационной пульпы на поверхность апатита / Артемьев А.В., Митрофанова Г.В.// Физико-технические проблемы разработки полезных ископаемых. 2023. № 5. С. 132-139.
9. Исследование состава апатитового концентрата из хибинских апатит-нефелиновых руд зон разрушения / Марчевская В.В., Митрофанова Г.В., Румянцева Н.С.// Обогащение руд. 2023. № 6. С. 16-22.
10. Search for new amide-class collecting agents and study of their flotation activity in the process of copper-nickel ore flotation / Bazarova E.A., Mitrofanova G.V., Chernousenko E.V. // Non-Ferrous Metals. 2023. № 2. С. 3-9.

11. О флотационной активности реагентов с нитрильной группировкой при флотации медно-никелевых руд / Митрофанова Г.В., Черноусенко Е.В., Каменева Ю.С. // Обогащение руд. 2022. № 6. С. 13-19.
12. Совершенствование режимов нефелиновой флотации из складированных отходов обогащения апатит-нефелиновых руд хибинских месторождений / Митрофанова Г.В., Марчевская В.В., Перункова Т.Н. // Цветные металлы. 2022. № 8. С. 8-14.
13. Флотационное выделение титанитового концентрата из апатит-нефелин-титанитовых руд аномальных зон хибинских месторождений / Митрофанова Г.В., Марчевская В.В., Таран А.Е. // Записки Горного института. 2022. Т. 256. С. 560-566.