

ОТЗЫВ

на диссертацию Кожевникова Георгия Алексеевича на тему: «Разработка флотационно-химической технологии переработки эвдиалитового концентрата», представленную к защите на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности

2.8.9 – «Обогащение полезных ископаемых (технические науки)»

Актуальность темы диссертации

Минерально-сырьевая база редкоземельных элементов (РЗЭ) и циркония (Zr) в России характеризуется, как правило, низким качеством, при этом внутреннее потребление этих элементов в большей степени обеспечивается вынужденным импортом. Быстрый рост мирового потребления РЗЭ в сочетании с истощением запасов первичных минерально-сырьевых ресурсов (месторождения бастнезита, монацита и др.) обуславливает необходимость разработки и внедрения новых технологий переработки вторичных ресурсов РЗЭ – промышленных отходов (фосфогипс, золошлаковые отходы и др.), минерального сырья с низким содержанием РЗЭ (ионоадсорбированные глины, апатитовые, эвдиалитовые руды и др.) и отработанных материалов (магниты, люминофоры и др.). При этом с учетом потенциальных ресурсов, низкой радиоактивности, высокого содержания циркония, иттрия и среднетяжелых лантаноидов эвдиалитовые руды Ловозерского рудного поля являются одним из перспективных источников Zr и РЗЭ в Российской Федерации.

В связи с вышеизложенным научное обоснование и разработка технологических решений по совершенствованию процессов обогащения и химической переработки эвдиалитового концентрата весьма актуальны.

Целью диссертационной работы является научное обоснование и разработка флотационно-химической малоотходной и экономически эффективной технологии переработки эвдиалитового концентрата, обеспечивающей высокое извлечение Zr и РЗЭ.

Общая характеристика диссертационной работы

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.

В введении обоснована актуальность темы диссертации, сформулированы цели и задачи исследований, научная новизна и практическая значимость, представлены основные положения, выносимые на защиту.

В первой главе представлены результаты литературного обзора по современному состоянию запасов и производству РЗЭ в России и за рубежом. Установлено, что одним из перспективных источников получения Zr и РЗЭ являются эвдиалитовые руды Ловозерского рудного поля. На основе анализа существующих способов получения и переработки эвдиалитовых концентратов показано, что наиболее перспективным методом повышения качества эвдиалитовых концентратов является флотация, а методом последующей химической переработки – кислотное выщелачивание. Обоснована проблема кислотного растворения эвдиалита – образование значительного количества силикагеля, приводящего к потерям ценных компонентов и образованию большого объема твердых отходов. Рассмотрены методы сокращения образования силикагеля: «сухое» выщелачивание, предварительное щелочное разложение и обработка минеральных суспензий различными энергетическими воздействиями (электрохимическая обработка, ультразвук, обработка электромагнитными полями высокой напряженности, механоактивация и др.). При этом в работе показано, что в настоящее время отсутствует промышленная технология переработки эвдиалитовых

концентратов, обеспечивающая высокое извлечение Zr и РЗЭ при минимальном количестве образующихся отходов и экономической эффективности за счет получения дополнительной товарной продукции.

Вторая глава носит методический характер, в которой, исходя из целей, поставленных в работе, рассмотрены объекты, предметы и материалы исследований, описаны методики и приборное обеспечение для исследования физико-химических свойств продуктивных растворов силикагеля и получаемых твердых продуктов. Представлены 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. Для практической реализации рекомендован реагентный режим, обеспечивающий максимальное (91,3 %) извлечение эвдиалита в концентрат при повышении его качества на 7,7 % за счет сокращения выхода эвдиалитового концентрата на 17,6 %: расход ЖКТМ – 1000 г/т, ИМ-50 – 800 г/т, МИБК – 150 г/т, pH пульпы – 4. Кроме того, данный режим флотации эвдиалитового концентрата обеспечивает снижение содержания оксида кремния, связанного с примесными минералами в концентрате с 29,2 % до 21,2 %, что позволяет сократить объемы образующегося силикагеля при последующем азотнокислотном выщелачивании концентрата.

В четвертой главе представлены результаты изучения влияния различных факторов и методов на эффективность выщелачивания эвдиалитового концентрата. Обоснован выбор азотной кислоты в качестве основного растворителя при выщелачивании концентрата и рациональные параметры азотнокислотного выщелачивания концентрата.

Научно обоснованы высокие потери Zr и РЗЭ с силикагелем при азотнокислотном выщелачивании эвдиалитового концентрата, обусловленные образованием связей этих металлов, характеризующихся высоким отношением их заряда к ионному радиусу, с атомами кислорода депротонированной кремниевой кислоты и методы решения этой проблемы.

В данной главе также рассмотрены следующие 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. Установлено, что промывка силикагеля с последующей его переработкой в метасиликат натрия обеспечивает суммарное извлечение из него около 97,3% Zr и 97,1 % РЗЭ. Данный способ снижения потерь ценных компонентов является самым эффективным из всех исследуемых методов.

В пятой главе представлены результаты лабораторных испытаний разработанной малоотходной флотационно-химической технологии переработки эвдиалитового концентрата, обеспечивающей извлечение Zr – 89 % и РЗЭ – 82 % за счет:

- организации процесса переработки силикагеля с получением метасиликата натрия и попутным выделением силикатов РЗЭ и Zr, обеспечивающей снижение потерь РЗЭ с 48,44 % до 1,4%, Zr – с 55,38 % до 1,51 %;

- переработки, получаемого в первой стадии химического осаждения, Zr-содержащего тетрагидрата нитрата кальция в фосфат циркония и растворы нитрата кальция с попутным получением (регенерацией более 98 %) из них карбоната кальция, возвращаемого на первую стадию химического осаждения, обеспечивающей снижение потерь РЗЭ на 11,26 %;

- замены чистой воды, поступающей в процесс выщелачивания для разбавления кислоты, на раствор, используемый в процессе промывки силикагеля, обеспечивающей

повышение концентрации ценных компонентов в продуктивном растворе более чем на 5 % и снижение расхода азотной кислоты на 12,2 %.

Предварительными расчетами показана экономическая целесообразность переработки эвдиалитового концентрата с учетом получения дополнительной товарной продукции.

Таким образом, на основе проведенных теоретических и экспериментальных исследований диссертантом разработана рентабельная, малоотходная технология переработки эвдиалитового концентрата за счет регенерации используемых реагентов, попутного получения товарных метасиликата натрия (из силикагеля), аммиачной селитры (из отработанных нитратных растворов) и организации оборотного водоснабжения.

Разработанная технология обогащения и химической переработки эвдиалитового минерального сырья характеризует **практическую значимость** выполненной автором работы.

Обоснованность и достоверность представленных в работе научных положений и выводов подтверждается использованием современных физико-химических методов исследований, сертифицированного оборудования, согласованностью теоретических выводов с экспериментальными данными, положительными результатами лабораторных исследований по обогащению и химической переработке эвдиалитовых концентратов, а также воспроизводимостью результатов экспериментов.

Личный вклад автора заключается в постановке цели и задач, разработке методик исследований, в организации и непосредственном участии в выполнении экспериментальных исследований по флотации и химической переработке эвдиалитовых концентратов, включая процессы переработки силикатного геля, химического осаждения ценных компонентов из продуктивных растворов, регенерации реагентов и др., анализе и обобщении полученных результатов, обосновании выводов и подготовке публикаций.

По диссертации имеются следующие замечания и рекомендации.

1. Была ли проведена сравнительная оценка имеющихся в научно-технической литературе технологий переработки эвдиалитового концентрата с предлагаемой диссертантом технологией? Автор отмечает, что имеющиеся технологии характеризуются значительным расходом кислот, при этом расход азотной кислоты в разработанной технологии составляет 12т HNO₃/1 т концентрата.

2. Нечетко обоснован выбор азотной кислоты в качестве вскрывающего реагента; автор апеллирует только коррозионной устойчивость реакторного оборудования к кислоте. Какие существуют технологические факторы, обосновывающие выбор азотной кислоты?

3. Непонятно, на чем основывался выбор осадительного метода переработки продуктивного раствора. Почему автор отказывается от экстракционного передела? Обращает на себя внимание многотоннажность продуктивного раствора и необходимость его упаривания до концентраций, приемлемых для осаждения: какие существуют варианты промышленного отечественного выпарного оборудования, не является ли это технологическим риском? Энергоемкость выпарных процессов колоссальная, какова доля данного передела в технико-экономической оценке технологии?

4. В разработанной технологической схеме для переработки эвдиалитового концентрата (рис.5.7, табл.5.14) автор не приводит распределение радиоактивных элементов по продуктам переделов. Оценивался ли радиоактивный показатель (категория опасности) полученных товарных продуктов и отходов технологии?

5. Можно ли адаптировать разработанные технологические решения для других видов минерального сырья? Проводилось ли опробование разработанной схемы на другом рудном материале?

6. В качестве замечаний по оформлению отмечается ряд технических опечаток, некорректность формулировок («выработка продукции», «естественное осаждение кека» и др.), обозначение редкоземельных элементов кириллицей (у РЗЭ есть латинская аббревиатура – TREE (total rare earth elements). Также в тексте работы диссертант употребляет авторскую терминологию («сухое выпщелачивание», минеральная суспензия).

Указанные замечания носят характер рекомендаций и уточнений, не снижая научной ценности и практической значимости представленных в диссертационной работе результатов.

В целом работа содержит новые научные результаты и имеет практическое значение. Ее содержание достаточно полно отражено в 12 работах, из них 5 статей - в рецензируемых изданиях, входящих в перечень ВАК Минобрнауки России. На технологические решения подана заявка на патент РФ № 2024123733 от 16.08.2024.

С учетом вышесказанного считаю, что диссертация Кожевникова Г.А. «Разработка флотационно-химической технологии переработки эвдиалитового концентратата», является завершенной научно-квалификационной работой, обладает научной новизной и практической значимостью, соответствует требованиям пп. 9-14, указанным в «Положении о порядке присуждения ученых степеней» (Постановление Правительства РФ от 24 сентября 2013 г. №842 (ред. от 18.03.2023 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).

Официальный оппонент,
Ануфриева Светлана Ивановна
кандидат химических наук
заведующий технологическим отделом
ФГБУ "ВИМС"
«09» декабря 2024 г.

Я, Ануфриева Светлана Ивановна, даю согласие на включение своих персональных данных в документы, связанные с работой диссертационного совета, и их дальнейшую обработку.

Ануфриева С.И.



Список опубликованных научных трудов к.х.н. Ануфриевой Светланы Ивановны

1. Наумов Д.В., Курков А.В., Ануфриева С.И., Чепрасов И.В., Ворогушин Н.Т. ОЦЕНКА КОМПЛЕКСА ФИЗИЧЕСКИХ МЕТОДОВ ОБОГАЩЕНИЯ БЕДНЫХ ОТВАЛОВ ПЕРЕРАБОТКИ СПОДУМЕНСОДЕРЖАЩИХ РУД // Труды Кольского научного центра РАН. Серия: Технические науки. 2023. Т. 14. № 1. С. 188-191.
2. Курков А.В., Ануфриева С.И., Темнов А.В. ПЕРСПЕКТИВЫ РАЗРАБОТКИ И ВНЕДРЕНИЯ КОМПЛЕКСНЫХ ТЕХНОЛОГИЙ ПЕРЕРАБОТКИ ОТХОДОВ НЕДРОПОЛЬЗОВАНИЯ // Устойчивое развитие горных территорий. 2021. Т. 13. № 2 (48). С. 179-187.
3. Курков А.В., Ануфриева С.И., Темнов А.В. ПЕРСПЕКТИВЫ РАЗРАБОТКИ И ВНЕДРЕНИЯ КОМПЛЕКСНЫХ ТЕХНОЛОГИЙ ПЕРЕРАБОТКИ ОТХОДОВ НЕДРОПОЛЬЗОВАНИЯ // В сборнике: Проблемы комплексной и экологически безопасной переработки природного и техногенного минерального сырья (Плаксинские чтения - 2021). Владикавказ, 2021. С. 13-134.
4. Кыджы М.В., Сычева Н.А., Броницкая Е.С., Ануфриева С.И. ПРЕДВАРИТЕЛЬНАЯ ОЦЕНКА ПРИМЕНЕНИЯ МЕТОДОВ ГЛУБОКОГО ОБОГАЩЕНИЯ ДЛЯ ПЕРЕРАБОТКИ ТЕХНОГЕННОГО ЖЕЛЕЗОСОДЕРЖАЩЕГО СЫРЬЯ // В сборнике: Проблемы комплексной и экологически безопасной переработки природного и техногенного минерального сырья (Плаксинские чтения - 2021). Владикавказ, 2021. С. 523-526.
5. Троицкий А.В., Ануфриева С.И. НОВЫЕ ТЕНДЕНЦИИ В ВОПРОСАХ ТЕХНОЛОГИЧЕСКОГО ИССЛЕДОВАНИЯ ГЛУБОКОВОДНЫХ ПОЛИМЕТАЛЛИЧЕСКИХ СУЛЬФИДОВ // В книге: МИНЕРАЛЬНО-СЫРЬЕВАЯ БАЗА АЛМАЗОВ, БЛАГОРОДНЫХ И ЦВЕТНЫХ МЕТАЛЛОВ - ОТ ПРОГНОЗА К ДОБЫЧЕ. сборник тезисов докладов I молодежной научно-образовательной конференции ЦНИГРИ. Москва, 2020. С. 192-195.
6. Курков А.В., Ануфриева С.И., Рогожин А.А. ТЕХНОЛОГИЯ МОЛЕКУЛЯРНОГО РАСПОЗНАВАНИЯ - ПЕРЕДОВОЕ НАПРАВЛЕНИЕ СЕЛЕКТИВНОГО ИЗВЛЕЧЕНИЯ МЕТАЛЛОВ // В сборнике: Инновационные процессы комплексной переработки природного и техногенного минерального сырья (Плаксинские чтения - 2020). Материалы международной конференции. 2020. С. 9-14.
7. Лихникович Е.Г., Курков А.В., Ануфриева С.И., Рогожин А.А. ГИДРОМЕТАЛЛУРГИЧЕСКИЕ ПРОЦЕССЫ СЕЛЕКТИВНОГО ВСКРЫТИЯ МИНЕРАЛЬНОГО СЫРЬЯ // Цветные металлы. 2020. № 3. С. 27-31.
8. Курков А.В., Мамошин М.Ю., Ануфриева С.И., Авдонин Г.И. ИОННЫЕ МОЛЕКУЛЯРНОГО РАСПОЗНАВАНИЯ - ПРОРЫВНОЕ НАПРАВЛЕНИЕ СЕЛЕКТИВНОГО ИЗВЛЕЧЕНИЯ МЕТАЛЛОВ ВЫСОКИХ ТЕХНОЛОГИЙ // Разведка и охрана недр. 2020. № 3. С. 35-45.
9. Ануфриева С.И., Лихникович Е.Г., Ермолов В.М., Тигунов Л.П. ТЕХНОЛОГИЯ ПЕРЕРАБОТКИ ТРУДНООБОГАТИМЫХ СИЛИКАТНЫХ РУД ЭЛЕКТРОТЕРМИЧЕСКИМ СПОСОБОМ С ПОЛУЧЕНИЕМ СИЛИКОМАРГАНЦА // Разведка и охрана недр. 2019. № 7. С. 43-49.
10. Курков А.В., Ануфриева С.И., Рогожин А.А. ТЕХНОЛОГИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ПЕРЕРАБОТКИ НЕТРАДИЦИОННЫХ ВИДОВ МИНЕРАЛЬНОГО СЫРЬЯ // В сборнике: Проблемы и перспективы эффективной переработки минерального сырья в 21 веке (Плаксинские чтения -2019). Материалы Международного совещания. 2019. С. 42-45.
11. Anufrieva S.I., Likhnikovich E.G., Permyakova N.A. COMPREHENSIVE HYDROMETALLURGICAL PROCESSING OF RADIOACTIVE RARE-METAL CONCENTRATES // В сборнике: IMPC 2018 - 29th International Mineral Processing Congress. 2019. С. 3838-3845.
12. Kurkov A.V., Rogozhin A.A., Anufrieva S.I., Likhnikovich E.G. ADVANCED LITHIUM ORE PROCESSING METHODS // В сборнике: IMPC 2018 - 29th International Mineral Processing Congress. 2019. С. 639-648.