

ОТЗЫВ

официального оппонента **Нечаева Андрея Валерьевича**
на диссертационную работу **Пермяковой Наталии Анатольевны**
«Гидрометаллургическая технология стадийного извлечения редких металлов и сопутствующих компонентов из пироксид-монацит-гётитовых руд Чуктуконского месторождения», представленную на соискание учёной степени кандидата технических наук по специальности 2.6.8. – Технология редких, рассеянных и радиоактивных элементов

На отзыв представлена диссертация объёмом 192 страницы машинописного текста, содержащая 68 рисунков, 45 таблиц, 4 приложения, список литературы из 156 наименований, а также автореферат.

Актуальность работы

Рост потребности в материалах для альтернативной энергетики, современных видов транспорта, бытовой и промышленной электроники, электротехники и робототехники, производства сталей для трубопроводов и строительных конструкций и оборонной техники вместе с минимальным количеством РЗЭ, марганца, ниобия в добываемом в настоящее время в РФ сырье диктует вовлечение в переработку новых источников. К таким относится и сырьё месторождения Чуктукон с огромными запасами руд коры выветривания карбонатитов (КВК), содержащих значительные количества редких и редкоземельных металлов наряду с железом и марганцем. Пригодные для использования технологии переработки подобных видов минерального сырья в настоящее время отсутствуют, что безусловно делает заявленную тему диссертационной работы актуальной.

Целью диссертационной работы являлась разработка эффективных технологических решений, обеспечивающих комплексность использования сырья Чуктуконского месторождения, с извлечением РЗМ, ниобия, марганца и железа. На основании разработанных автором технологических решений предложена схема комплексной переработки руды месторождения с экспериментально подтверждёнными количественными показателями и проведена её предварительная экономическая оценка, показавшая эффективность предлагаемой совокупности операций, даны рекомендации по выбору

основного оборудования для их осуществления. В совокупности это позволяет говорить о достижении поставленной цели.

Научная новизна работы

Экспериментально подтверждена необогатимость руд Чуктуконского месторождения магнитными, гравитационными и флотационными методами, что ещё более усложнило задачу исследования.

В поисках гидрометаллургических подходов к глубокой переработке этого необогатимого сырья установлено, что:

- в условиях щелочной переработки руд методом спекания разложение минералов-концентраторов РЗМ сопровождается образованием ферритов РЗМ;
- состав ниобийсодержащих продуктов сульфатизации полиминеральной редкометалльной системы зависит от величины массового соотношения фосфорсодержащие минералы:пирохлор, температуры процесса и расхода кислоты;
- селективное распределение целевых компонентов руды (Nb, TREE, Fe, Mn, P) между твердым остатком и раствором достигается только при автоклавном азотнокислотном выщелачивании руды с переводом в жидкую фазу нитратов редких земель и марганца, а в твердую - колумбитизированного пирохлора (Nb) и гидроксиферрофосфатов;
- определены и обоснованы условия экстрактивного выщелачивания (ЭВ) ниобия из высокожелезистого ниобийсодержащего сырья;
- установлены основные закономерности соэкстракции кремния с ниобием трибутилфосфатом из фторидно-сульфатных сред.

Полученный автором работы патент подтверждает новизну предложенных решений.

Теоретическая и практическая значимость

Установлены и оптимизированы условия автоклавного азотнокислотного выщелачивания руды Чуктукона, позволяющие достичь селективного отделения TREE, Mn от Nb, Fe и P.

Определены и защищены патентом на изобретение (№ 2717421) условия ЭВ ниобия из высокожелезистого ниобийсодержащего сырья, позволяющие за 5 мин проведения процесса в системе HF-H₂SO₄-ТБФ при комнатной температуре селективно перевести в органическую фазу более 95% ниобия.

Предложенная технология комплексной переработки руд Чуктуконского месторождения, обеспечивающая получение пентаоксида ниобия металлургического качества, ликвидного

железистого продукта, редкоземельной и марганцевой продукции, положена в основу при разработке технологической части технико-экономического обоснования временных разведочных кондиций и при подсчете запасов месторождения.

Но, вероятно, ещё большая практическая ценность настоящей работы заключается в том, что автор выявил тупиковые подходы к комплексной переработке сложных руд кор выветривания карбонатитов, чем существенно облегчил решение задач будущих исследований.

Достоверность полученных результатов подтверждается их воспроизводимостью, широким использованием завидной экспериментальной базы ВИМСа, оснащённой современным минералогическим, обогатительным, гидрометаллургическим и аналитическим оборудованием. Полученные в этих условиях результаты соответствуют мировому уровню знаний в данной области. Основные результаты исследований автора опубликованы в 7 статьях в рецензируемых журналах, из них 4 в рекомендованных ВАК РФ и индексируемых в базах данных Web of Science и Scopus, а также представлены в 14 работах, опубликованных в материалах всероссийских и международных конференций. Получен 1 патент на изобретение.

Общая характеристика диссертационной работы

Диссертационная работа Н.А. Пермяковой состоит из введения, шести глав, основных выводов, заключения, списка литературы и четырёх приложений.

Во введении обоснована актуальность темы диссертации, сформулированы цель и задачи исследования, научная новизна, практическая значимость, методы исследования, изложены основные положения, выносимые на защиту.

В первой главе представлен обзор современного состояния редкоземельной и ниобиевой отраслей в России и за рубежом. Рассмотрены варианты разработанных технологий переработки КВК различных месторождений. Дана краткая характеристика Чуктуконского месторождения.

Вторая глава посвящена методикам проведения экспериментальных исследований, приведены реагенты, используемые в работе, методы физико-химического и минералогического анализа и определения радиационных характеристик исследуемых проб.

Указаны объекты исследований - руды Чуктуконского месторождения и продукты их переработки (кеки, спеки, твердые остатки, растворы).

В третьей главе обоснованы технологические подходы к выбору способов переработки руд на основании их индивидуальных природных особенностей. С этой целью проведён минералогический анализ чуктуконской руды, относящейся к веществам II класса материалов с повышенным содержанием природных радионуклидов и представленной охрами (гематитом, гетитом, псиломеланом, пиролюзитом, голландитом) с существенными количествами монацита, барита, флоренсита, церианита и пироксенов. Установлено, что минералы находятся в тонкодисперсном состоянии, кроме того, преобладающие железосодержащие минералы в исследуемых рудах имеют сложный характер пространственного взаиморасположения с минералами-концентраторами полезных компонентов. Экспериментально доказано, что руда Чуктукона практически необогатима традиционными методами и должна целиком перерабатываться с применением методов гидрометаллургии.

На основании различий параметров энергоплотности слагающих руду минералов (E_v , кДж/см³) проведена оценка их химической устойчивости и реакционной способности. Показано, что применение наиболее широко используемых методов кислотной обработки руд отягчается хорошей растворимостью второстепенных составляющих руды (минералы группы крадаллита, псиломелан) и плохой – наиболее ценных (пироксен, монацит). Различия в растворимости продуктов спекания исследуемой руды с щелочными реагентами позволило также рассматривать термохимический способ в качестве возможного для селективного разделения РЗМ и ниобия. Подчёркнуто, что рассмотренные теоретические предпосылки показывают принципиальные возможности тех или иных методов, но не учитывают кинетических факторов химических процессов и требуют проведения экспериментов с участием конкретных минералогических объектов в их природной взаимосвязи.

В четвертой главе приведены результаты исследований по вскрытию руд щелочными (NaOH, KOH), кислотными (HNO₃) методами и сульфатизацией с оценкой распределения основных (Nb, TREE) и сопутствующих (Fe, Mn, P, Th) компонентов по продуктам реакционного взаимодействия.

Использование метода высокотемпературной сульфатизации оказалось неэффективным, его применение не позволило добиться

достаточной селективности (и автор объяснил причину явления) – ниобий и марганец и, в меньшей степени, фосфор, железо и редкие земли распределялись между раствором и невскрытым твёрдым остатком. Ещё ниже показатели извлечения оказались при щелочном вскрытии руды методом спекания с последующей кислотной обработкой спека. Вместо ожидаемой конверсии фосфатных минералов РЗМ в их кислоторастворимые гидроксиды наблюдалось образование труднорастворимых ферритов РЗМ. Ниобий при этом полностью концентрировался в твердом остатке, как и при агитационном выщелачивании концентрата азотной кислотой, из-за устойчивости в этих условиях пирохлора. В последнем случае извлечение в раствор REE, Mn, Fe, Th и P также находилось в области 50%.

Контрастность поведения основных компонентов руды была достигнута только при автоклавном выщелачивании азотной кислотой. Экспериментально были установлены оптимальные условия разложения руды, когда ниобий и фосфор полностью и практически всё железо концентрировались в нерадиоактивной твёрдой фазе, а извлечение в раствор РЗЭ и тория составило 99%, марганца 95-96%.

В пятой главе рассмотрены варианты извлечения Nb из кека после автоклавного азотнокислотного выщелачивания.

Опробованный способ спекания твёрдого остатка с NaOH и последующего кислотного выщелачивания ниобия показал возможность получения его пентаоксида чистотой 96,5%, а также оксида железа и тринатрийфосфата, но оказался достаточно энерго- и ресурсозатратным. Для извлечения ниобия с более приемлемыми технологическими показателями была изучена возможность использования нетрадиционного способа экстрактивного выщелачивания, сочетающего в одной стадии выщелачивание смесью кислот ($\text{HF} + \text{H}_2\text{SO}_4$) и жидкостную экстракцию органическими реагентами (ТБФ в октане). Основываясь на литературных данных по экстракции Nb из фторидно-сульфатных сред, на модельных растворах были отработаны основные параметры процесса ЭВ и показана необходимость предварительного обескремнивания кека. С использованием этой операции в оптимальных условиях удалось поднять извлечение ниобия на стадии ЭВ до 95% (сквозное – 92,4%) с попутным получением железосодержащего продукта (91,3% Fe_2O_3), пригодного для использования в металлургии.

В шестой главе на основании разработанных автором технологических решений предложена схема комплексной переработки руд Чуктуконского месторождения с количественными показателями и проведена её предварительная экономическая оценка, показавшая эффективность предлагаемой совокупности операций, даны рекомендации по выбору основного оборудования для их осуществления.

В *Заключении* обобщены основные результаты и выводы обширного исследования, а также опыт практического использования разработки.

Автореферат полностью отражает содержание диссертации.

Замечания и вопросы по диссертационной работе:

1. Сегодняшняя структура мировых запасов РЗМ заметно отличается от представленной на Рис.1.1 и относящейся к середине предыдущего десятилетия. Вьетнам пока нельзя отнести к крупнейшим продуцентам РЗМ, запасы – ещё не производство. Отечественные объёмы добычи редкоземельного сырья совершенно несопоставимы с китайскими (с. 15). Объёмы мирового производства редкоземельной продукции и некоторая другая статистика актуализированы на 2019 г., хотя с тех пор они сильно изменились.

2. Исходя из инертности пирохлора и высокой химической устойчивости монацита (концентраторов наиболее ценных компонентов руды) в азотной кислоте можно было свести к минимуму объём экспериментов по агитационному выщелачиванию.

3. В результатах экспериментальных работ по выбору способа вскрытия пирохлор-монацит-гётитовых руд приведены данные только по содержанию в кеке и % выхода исследуемых компонентов в раствор, при этом, практически не приводятся составы данных растворов. В данном случае представляется затруднительным рассматривать и анализировать представленные результаты.

4. Не понятно изменение спектра РЗЭ в сторону увеличения доли элементов средней и тяжёлой групп в растворе автоклавного выщелачивания в сравнении с рудой даже с учётом возможных изменений валентности Се.

5. При рассмотрении способа экстрактивного выщелачивания ниобиевого кека нет информации о поведении фосфора, содержание которого в 5 раз превышает содержание ниобия.

6. Дальнейшая переработка фильтратов автоклавного выщелачивания представлена блок-схемой (деактивация, экстракция).

Насколько корректна экономическая оценка схемы без детального рассмотрения этих операций?

7. Неудачно выбран масштаб производства для экономической оценки. Какие проблемы в стране позволяет решить предприятие с производственной мощностью 100 тыс. т чукуконской руды в год?

8. Текст диссертации недостаточно тщательно вычитан (ошибки и несогласования, незаконченные предложения, повторы на с. 14, 23, 25, 29 и др., Табл. 5.1 повторяет Табл. 4.12; неудачные словоупотребления, например, «технология по разделению», «полная ликвидация РФ от импортозависимости»; неверные утверждения – «АО «ГК «Русредмет» (г. Санкт-Петербург) в сотрудничестве с зарубежной компанией *Prayon* разработали технологию извлечения РЗМ из экстракционной фосфорной кислоты...»).

Отмеченные недостатки несколько снижают впечатление от достойной в целом работы, но не являются принципиальными с точки зрения достижения конечного результата. Диссертационная работа Н.А. Пермяковой представляет собой законченное исследование, направленное на решение конкретных задач науки и практики.

Заключение по работе

Диссертация соответствует паспорту специальности 2.6.8 – Технология редких, рассеянных и радиоактивных элементов: п.4. Способы разложения сырья различных видов с переводом целевых компонентов в подвижное (удобное для дальнейшей переработки) состояние; п.5. Очистка и концентрирование рудных щелоков, газообразных и твердых продуктов разложения рудных концентратов и других видов сырья; п.6. Получение промежуточных соединений необходимой степени чистоты, гранулометрического состава и т.п. для производства металла или изделий; п.8. 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.

Работа отвечает требованиям пп. 9-14 «Положения о присуждении учёных степеней» (утверждено постановлением Правительства РФ от 24.09.2013 №842 в последней редакции), выдвигаемым к работам, представляемым на соискание учёной степени кандидата технических наук.

В соответствии с п. 9 диссертационная работа Наталии Анатольевны Пермяковой «Гидрометаллургическая технология стадийного извлечения редких металлов и сопутствующих компонентов из пироклор-монацит-гётитовых руд Чуктуконского месторождения», является научно-квалификационной работой, в которой изложены новые научно обоснованные технические, технологические решения, имеющие существенное значение для развития страны, а именно вносят значительный вклад в развитие методов комплексной переработки сложных руд коры выветривания карбонатитов.

Таким образом, диссертационная работа, представленная к защите Наталией Анатольевной Пермяковой, имеет новизну и практическую значимость в части отдельных результатов исследования, а её автор заслуживает присвоения учёной степени кандидата технических наук по специальности 2.6.8. Технология редких, рассеянных и радиоактивных элементов.



Нечаев Андрей Валерьевич

Кандидат технических наук
(специальность 2.6.8. Технология редких,
рассеянных и радиоактивных элементов),
Генеральный директор АО «ГК «Русредмет»,
198320, Санкт-Петербург, г. Красное Село,
Кингисеппское шоссе дом 47 лит. Р
тел.: +7 (812) 741-72-95
e-mail: anechaev@rusredmet.ru

« 18 » марта 202 4 г.



Подпись официального оппонента Нечаева Андрея Валерьевича
заверяю:

Начальник отдела кадров



В.Е. Нечаева

Я, Нечаев Андрей Валерьевич, согласен на включение моих персональных данных в документы, связанные с работой диссертационного совета 24.2.383.04 и их дальнейшую обработку в соответствии с требованиями Минобрнауки РФ.



/Нечаев А.В./