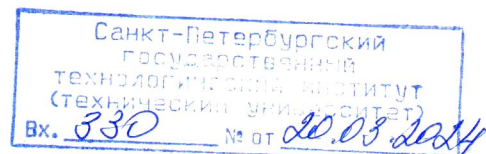


ОТЗЫВ



официального оппонента, доцента, доктора технических наук Герасимовой Лидии Георгиевны на диссертацию Пермяковой Наталии Анатольевны «Гидрометаллургическая технология стадийного извлечения редких металлов и сопутствующих компонентов из пироксид-монацит-гётитовых руд Чукотского месторождения», представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности
2.6.8. Технология редких, рассеянных и радиоактивных элементов

Инновации в IT-отрасли, передовые инженерные технологии, революция в области искусственного интеллекта сегодня задают глобальный тренд, нацеленный на построение цифрового будущего. Реализация данных современных направлений неотрывно связана с массовым производством электронной техники, что гарантирует значительный спрос на металлы высоких технологий (РЗМ, ниобий, марганец) и функциональные материалы на их основе. В настоящее время в РФ существует серьезная проблема производства всего спектра редкоземельной, ниобиевой и марганцевой продукции, сопровождающаяся тотальной импортозависимостью (с 2013г. полностью прекращена промышленная добыча марганцевых руд, с советских времен сохраняется острый дефицит промышленных мощностей по производству редких металлов). Для возрождения отечественной марганцевой промышленности и развития редкометалльной отрасли требуется запуск многих механизмов, ключевым из которых является создание технологии полного цикла: от руды до ликвидного товарного продукта. Разработанная диссертантом гидрометаллургическая технология стадийного извлечения редких металлов и марганца из руд Чукотского месторождения является фундаментальным заданием для вовлечения в промышленную переработку руд данного месторождения и получения отечественной стратегически важной продукции. Поэтому тема диссертационной работы Н.А. Пермяковой **чрезвычайно актуальна** и своевременна.

Заявленная **цель работы** сформулирована автором четко и лаконично – разработка эффективных технологических решений селективного извлечения редких металлов (РЗМ, ниобия) из руд Чукотского месторождения и попутного извлечения сопутствующих компонентов (марганец, железо), обеспечивающих комплексность использования сырья. **Задачи исследований** обусловлены поставленной целью и достаточно ясны. При обосновании степени разработанности темы диссертации, к чести автора, не забытыми остались имена ведущих ученых исследуемого направления, в том числе с которыми диссертанту посчастливилось работать.

Рецензент считает, что **выносимые на защиту положения**, несомненно, полностью доказаны, а сделанные выводы и заключение точны и обоснованы. Особая ценность выполненной работы состоит в применении автором *концептуально разноплановых подходов* к достижению поставленной цели: с помощью приемов и методов технологической минералогии спрогнозированы и обоснованы возможные пути извлечения ценных компонентов из исследуемых руд; установлен эффективный способ вскрытия чукотской руды на основе принципа вариативности: экспериментально апробирован комплекс химико-металлургических методов; разработана бифункциональная реакционная система для извлечения ниобия из продукта вскрытия – экстрактивное выщелачивание; проработаны и экономически оценены критерии эффективности разработанных диссертантом технологических решений.

Структура диссертации. Работа Н.А. Пермяковой изложена на 192 страницах машинописного текста, содержит 68 рисунков, 45 таблиц и состоит из введения, 6-ти глав (в том числе аналитический обзор, экспериментальная часть, главы с описанием и обсуждением результатов собственных исследований), основных выводов по главам, заключения, 4 приложений и списка цитируемой литературы из 156 ссылок.

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

В Главе 1 (аналитический обзор) впечатляет глубина проработки автором современного состояния редкоземельной и ниобиевой отрасли в России и за рубежом. Диссертант выигрышно отразил варианты технологий переработки кор выветривания карбонатитов, учитывая их генетическую принадлежность, с наглядным представлением технологических схем. Лаконичная характеристика Чуктуконского месторождения подчеркивает грамотную аналитическую работу автора по мониторингу геологических и фондовых материалов.

Глава 2 (методологическая часть) посвящена методике проведения экспериментальных исследований с описанием технологических операций. Приведенный в главе перечень применяемого в работе специализированного лабораторного оборудования и измерительных приборов, отвечающих современному уровню развития техники, а также применение комплекса аттестованных методик и методов анализа (рентгеноспектральный флуоресцентный, масс-спектральный с индуктивно-связанной плазмой, атомно-эмиссионный с индуктивно-связанной плазмой, гамма-спектрометрический, фотометрический, рентгенографический фазовый, физические методы минералогического анализа) подтверждают **достоверность и обоснованность результатов исследований.**

В Главе 3 приведены технологические подходы к выбору способов переработки руд на основании их индивидуальных природных особенностей. Изложенный в главе материал демонстрирует знание диссертантом принципов и методов технологической минералогии. Минералого-технологические данные, полученные автором в рамках изучения руд Чуктуконского месторождения, представляют ценность для исследователей редкометалльной отрасли и могут быть полезны для работников предприятий и организаций, осуществляющих свою деятельность в сфере недропользования.

В Главе 4 представлены результаты выполненных диссертантом исследований по изучению поведения основных рудных компонентов при переработке пироклор-монацит-гётитовых руд с использованием кислотных и щелочных реагентов в разных технологических режимах. Следует отметить большой объем экспериментальной работы.

В ранее проведенных исследованиях профильными научно-исследовательскими организациями были предприняты попытки разработки технологии переработки руд Чуктуконского месторождений с использованием ограниченного круга методов; не решен ряд важных технологических вопросов, в частности проблема радиоактивности руд. Принимая это во внимание, рецензируемая работа имеет высокую научную значимость, так как в ней отражены результаты **впервые** апробированных для исследуемых руд химико-металлургических методов (термохимическая переработка, низко- и высокотемпературная сульфатизация, новые режимы кислотного агитационного и автоклавного выщелачивания) и установлена их нецелесообразность для эффективного

вскрытия руд. Примечательно, что проблема вскрытия и селективного извлечения всех ценных компонентов из чуктуконских руд автором решена за счет использования современного технологического подхода – автоклавных технологий, учитывая специфику и технически сложную реализацию этого процесса.

Несомненным результатом проведенных диссертантом исследований по вскрытию пироклор-монацит-гётитовых руд является ряд решенных технологических задач:

- доказан фактор существенного влияния железосодержащих минералов на характер поведения ценных компонентов в процессе;
- достигнуто обесфосфоривание азотнокислых продуктивных растворов;
- удалось полностью сконцентрировать радионуклиды в продукте вскрытия;
- достигнута высокая селективность РЗМ, марганца от ниобия, фосфора и железа;
- получены высокие показатели извлечения ценных компонентов.

В *Главе 5* исследованы варианты переработки продукта автоклавного азотнокислотного вскрытия руды – ниобийсодержащего кека. В главе автор решал нетривиальную задачу по извлечению ниобия из высокожелезистого фосфорсодержащего сырья с низким содержанием ниобия. Помимо апробации традиционного (щелочного) способа переработки, автор взял на себя смелость разработать принципиально новое технологическое решение – экстрактивное выщелачивание, что, на мой взгляд, ему удалось. При разработке способа диссертант выбрал методологически правильный подход: отработка основных технологических параметров на модельных растворах с последующей их адаптацией на реальной системе (кек-HF-H₂SO₄-ТБФ). В рецензируемой работе **впервые** определены и обоснованы основные закономерности соэкстракции кремния с ниобием ТБФ из фторидно-сульфатных сред в диапазоне концентраций кислот (0,33÷7,43М HF и 7,04÷11,04М H₂SO₄) при суммарной кислотности 12М и времени контакта фаз 5 мин. Наличие у соискателя патента на изобретение (№ 2717421 – Способ извлечения ниобия из кеков от выщелачивания комплексного редкометалльного сырья сложного состава) подтверждает оригинальность и новизну разработанного способа. Таким образом, в изложенном виде глава представляет большое научное и практическое значение.

Рецензент отмечает, что авторский вариант названия разработанного способа звучит как «экстрактивное выщелачивание». Хотелось бы получить от диссертанта комментарии по терминологии, в частности обоснование выбора термина «экстрактивное» вместо «экстракционное».

Как итог, в *Главе 6* диссертантом предложена технология комплексной переработки руд Чуктуконского месторождения и проведена предварительная оценка ее экономической целесообразности. В тексте диссертации описаны основные технологические узлы технологии, даны рекомендации по подбору оборудования, приведена аппаратурно-технологическая схема, рассчитаны качественно-количественные показатели переработки руды, установлены расходные коэффициенты реагентов и ресурсов. Техничко-экономические расчеты показали, что промышленная реализация комплексной переработки руд исследуемого месторождения по предложенной Пермяковой Н.А. технологии характеризуется приемлемым уровнем показателей эффективности. Тем самым создается реальная предпосылка для вовлечения чуктуконских руд в промышленное освоение.

Хотелось бы высказать небольшое замечание по некорректному употреблению диссертантом выражения «разработана технология переработки». Дело в том, что

разработка технологии переработки предполагает проведение лабораторных, укрупненно-лабораторных, опытно-промышленных и промышленных испытаний. Последние как раз базируются на аппаратном комплексе, применение которого позволяет провести промышленные испытания руд. Автор, на мой взгляд, находится на стадии лабораторных и укрупненно-лабораторных исследований. Надо сказать, что это самый трудный период исследований и Пермякова Н.А. достаточно успешно его прошла. Хочется пожелать автору в ближайшей перспективе реализовать последующие стадии технологической апробации разработанной технологии при личном участии.

Рецензируемая работа выполнена на высоком научном уровне. При выполнении диссертации был задействован широкий спектр методов исследований технологических свойств минерального сырья (гравитация, магнитная сепарация, флотация, спекание, обжиг, сульфатизация, агитационное и автоклавное выщелачивание, экстракция, экстрактивное выщелачивание, осадительные методы), что является неоспоримым достоинством работы и выделяет ее среди других работ прикладной и технологической направленности. Результаты, полученные на основе большого массива данных, обуславливают **научную новизну работы**:

- подтверждена необогатимость чуктуконских руд;
- разработаны эффективные научно-технологические основы вскрытия пироклор-монацит-гётитовых руд:
 - доказано образование ферритов РЗМ при термохимическом разложении руд (основные условия образования фаз нетрадиционного состава: 40-45% железосодержащих минералов в составе руды, $t=750^{\circ}\text{C}$, $\tau=1\text{ч}$, массовое соотношение руда: $\text{NaOH/KOH}=1:(1+4)$);
 - состав ниобийсодержащих продуктов сульфатизации полиминеральной редкометалльной системы зависит от массового соотношения фосфорсодержащие минералы:пироклор, температуры процесса и расхода H_2SO_4 ;
 - селективное распределение рудных компонентов (Nb, REE, Fe, Mn, P) между твердым остатком и раствором достигается при автоклавном азотнокислотном выщелачивании руды с получением технологически оптимальной для дальнейшей переработки формы: раствор нитратов редких земель и марганца, твердый остаток-колумбитизированный пироклор, труднорастворимые гидроксиферрофосфаты;
- разработан способ экстрактивного выщелачивания ниобия из высокожелезистого ниобийсодержащего сырья: $\tau=5$ мин, $\text{C}_{\text{HF}}=4,1\text{M}$, $\text{C}_{\text{H}_2\text{SO}_4}=8,4\text{M}$, Т:Жв:Жо=1:2:1, 50%-ный ТБФ в октане, $t=20\pm 2^{\circ}\text{C}$;
- впервые установлены основные закономерности соэкстракции кремния с ниобием трибутилфосфатом из фторидно-сульфатных сред в широком диапазоне концентраций кислот при суммарной кислотности 12М и времени контакта фаз 5 мин.

В шести главах диссертации содержатся выводы, позволяющие адаптировать научные результаты к их практической реализации. **Практическая значимость работы** очевидна и подтверждается разработанной *гидрометаллургической технологией стадийного извлечения редких металлов и сопутствующих компонентов из пироклор-монацит-гётитовых руд Чуктуконского месторождения*. Данные, полученные при исследовании технологических свойств руд, использованы при разработке технологической части технико-экономического обоснования временных разведочных кондиций и подсчете запасов месторождения. Материалы диссертационной работы могут быть внедрены в учебный процесс ФГБОУ ВО «МИРЭА – Российский технологический

университет» и РХТУ имени Д.И. Менделеева при подготовке обучающихся по направлению 18.03.01 и 18.04.01 «Химическая технология». Кроме того, результаты диссертации положены в основу экспертной оценки технологических (экономических) возможностей промышленного освоения минеральных ресурсов Чуктуконского месторождения, приводимой в настоящее время компаниями «ВЭБ Инжиниринг».

Работы выполнены в рамках подпрограммы 15 «Развитие промышленности редких и редкоземельных металлов» государственной программы РФ «Развитие промышленности и повышение ее конкурентоспособности» и государственного контракта АО «Росгео» № 198 (2014г.) «Поисковые и оценочные работы на Чуктуконском рудном поле (Красноярский край)».

Основные материалы диссертации были представлены и обсуждены на 15-ти всероссийских и международных конференциях, конгрессах, семинарах, научно-практических школах в гг. Москве, Санкт-Петербурге, Апатитах, Сыктывкаре, Красноярске. По теме диссертационной работы опубликовано 7 статей в научных журналах, 4 из которых в журналах, входящих в перечень рецензируемых научных изданий ВАК РФ; получен 1 патент РФ на изобретение.

Высокое качество, полное соответствие автореферата тексту работы, грамотное обоснование защищаемых положений и их соответствие содержанию диссертации, качественно выполненный иллюстрационный материал дополняют приятное впечатление от работы.

На основании рассмотрения содержания диссертации, автореферата и опубликованных автором работ у оппонента имеется несколько вопросов:

1. Насколько представительной является проба исходной руды, на которой был проведен комплекс исследований по разработке технологии?

2. Чем обусловлена концентрация ниобия в модельных растворах (на уровне 3,5 г/л) при проведении цикла исследований по переработке ниобийсодержащего кека?

3. Какие подходы по решению проблемы радиоактивности исходной руды, полупродуктов и конечных продуктов применялись в диссертации; какие мероприятия по радиационной безопасности должны быть предусмотрены при промышленной переработке исследуемых руд по предлагаемой гидрометаллургической технологии?

4. Для каких типов минерального сырья могут быть адаптированы разработанные технологические решения?

5. В рассматриваемой диссертации в главах с экспериментальными данными автор применяет «вольное» обращение с единицами измерения концентраций: и %, и г/л, и моль/л. В работах исследовательского характера такой подход непозволителен.

6. В качестве замечаний по оформлению отметила бы ряд технических опечаток: «цели и задачи» (стр. 6), «...имеющих практическую ценность, ...», «..., а также проявлений каменного угля, ...» (стр.48), «беспорядочная с элементами «кольцеобразной?» (рис. 3.2, стр. 73), «на основе разработанных технологических решений с распределение...» (стр.140).

Вопросы и высказанные замечания по диссертационной работе не затрагивают сути и основных выводов, не снижают научной новизны и практической значимости, а также общего высокого мнения о качестве диссертационной работы.

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.

Считаю, что диссертационная работа Н.А. Пермяковой Наталии Анатольевны на тему «Гидрометаллургическая технология стадийного извлечения редких металлов и сопутствующих компонентов из пироклор-монацит-гётитовых руд Чуктуконского месторождения» отвечает требованиям пп. 9-14 «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденного постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 г., № 842 (с изменениями), предъявляемым Высшей Аттестационной Комиссией при Министерстве образования и науки РФ к диссертациям на соискание ученой степени кандидата наук. В соответствии с п. 9 диссертационная работа Н.А. Пермяковой является научно-квалификационной работой, в которой содержится решение научной задачи, имеющей значение для развития отечественной редкометалльной отрасли, также изложены новые научно обоснованные технологические решения и разработки по извлечению стратегически важных и критически зависимых от импорта металлов, имеющие существенное значение для развития страны.

Автор диссертации Пермякова Наталия Анатольевна заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.8. – Технология редких, рассеянных и радиоактивных элементов.



Герасимова Лидия Георгиевна

Доктор технических наук по специальности
2.6.2 – Metallurgy черных, цветных и редких металлов,
доцент, главный научный сотрудник лаборатории
химии и технологии сырья тугоплавких редких элементов,
Институт химии и технологии редких элементов и
минерального сырья имени И.В. Тананаева - обособленное
подразделение Федерального государственного бюджетного
учреждения науки Федерального исследовательского центра
«Кольский научный центр Российской академии наук» (ИХТРЭМС КНЦ РАН)
184208, Мурманская обл., г. Апатиты, мкр. Академгородок, д. 26а
тел. раб.: +7 (81555)7-91-00
e-mail: l.gerasimova@ksc.ru

07.03.2024

Я, Герасимова Лидия Георгиевна, даю согласие на включение своих персональных данных в документы, связанные с работой диссертационного совета, и их дальнейшую обработку



Герасимова Лидия Георгиевна

Подпись
заверяю:
Ученый секретарь ИХТРЭМС

Герасимовой Л.Г.



Т.Н. Васильева