

на автореферат диссертации Хохловой Оксаны Викторовны
на тему «Повышение эффективности щелочно-кислотного
способа комплексного выщелачивания эвдиалитового концентрата»,
представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по
специальности 05.16.02 - металлургия чёрных, цветных и редких металлов

Актуальность работы. С распадом Советского Союза Российская федерация лишилась минерально-сырьевой базы многих стратегических металлов и перерабатывающих производств для их получения. В результате – страна стала импорт-зависимой по таким материалам, как титан, цирконий, редкоземельные элементы средней и тяжелой групп, литий. Единственное действующее в РФ лопаритовое месторождение в Мурманской области (Ловозерский ГОК) и перерабатывающие мощности на Соликамском магниевом заводе не в состоянии обеспечить даже потребности оборонных отраслей.

Одной из современных тенденций использования мировых минерально-сырьевых ресурсов редкоземельных элементов становится уход от традиционных типов сырья (монацит, бастнезит, ксенотим), содержащих радионуклиды (до 6-8% экв. по ThO_2), на цирконосиликаты типа эвдиалита, имеющие более оптимальный состав суммы редкоземельных элементов в пользу иттрия и средне-тяжелых РЗЭ.

Поэтому, разработка эффективных технологий комплексной переработки эвдиалита на цирконий и редкие земли является своевременной и актуальной задачей, как основы воссоздания редкометаллической промышленности в РФ.

Научная новизна работы состоит в том, что впервые термодинамически обоснованы механизмы взаимодействия компонентов эвдиалита (SiO_2 , ZrO_2) с растворами NaOH , получившие экспериментальное подтверждение в опытах по щелочному выщелачиванию эвдиалита после его кратковременной предварительной механоактивации (МА). Установлен критерий оценки эффективности предварительной МА эвдиалитового концентрата для интенсификации его гидрометаллургического вскрытия с применением методики оценки энергетического состояния кристаллической решетки (ЭСР), определяемые величиной суммы энергий, аккумулированных в виде свежееобразованной поверхности ОКР и микродеформаций $(AE_s + AE_d) > 800$ кДж/моль эвдиалита.

Практическая значимость. Полученные результаты позволили разработать рекомендации по повышению технико-экономических показателей переработки эвдиалитового концентрата, что подтверждено актом укрупненных лабораторных испытаний переработки эвдиалитового концентрата на ОАО «СМЗ» (г. Соликамск). Суммарное извлечение рассматриваемых компонентов эвдиалитового концентрата в растворы составило, в % масс.: 95,16 Zr; 92,42 РЗМ; 93,74 Ti; 63,62 Nb; 99,22 Mn; 65,78 Si.

В результате предложен способ двухстадийного (щелочно-кислотного) выщелачивания эвдиалитового концентрата с применением предварительной механоактивации концентрата.

Диссертационная работа представляет собой законченное научное исследование, выполненное на современном уровне, прошла апробацию на российских совещаниях и конференциях и свидетельствует о высокой профессиональной квалификации соискателя.

Серьезных замечаний к представленному автореферату нет. К сожалению, следует заметить, что предлагаемая в автореферате принципиальная схема комплексной переработки

эвдиалитового концентрата носит крайне схематичный характер: отсутствуют материальные потоки, не выполнен материальный баланс, отсутствует какая-либо технико-экономическая оценка эффективности предлагаемой технологии и энергетических затрат на механоактивацию. Из текста автореферата неясно существует ли подходящее для реального осуществления процесса механоактивации оборудование.

Вместе с тем, содержание автореферата и перечень опубликованных работ позволяют сделать вполне логичное заключение, что диссертационная работа О.В.Хохловой в полной мере соответствует требованиям к диссертационной работе на степень кандидата технических наук по специальности 05.16.02 - металлургия чёрных, цветных и редких металлов в соответствии с п.9 «Положения о присуждении ученых степеней и званий № 843 от 24.09.2013 г.», а соискатель, Хохлова Оксана Викторовна заслуживает присуждения ей ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.02 - металлургия чёрных, цветных и редких металлов

Доктор технических наук,
заместитель председателя по научной работе
ФИЦ Кольский научный центр РАН



Маслобоев Владимир
Алексеевич

ФГБУН «Федеральный исследовательский центр «Кольский научный центр РАН»
184209 г. Апатиты Мурманской области, ул. Ферсмана, д. 14. Сайт www.kolasc.net.ru,
Эл. почта admin@admksk.apatity.ru, тел. +7(81555)79321

Я, Маслобоев Владимир Алексеевич, даю согласие на включение своих персональных данных в документы, связанные с работой диссертационного совета, и их дальнейшую обработку.

16 мая 2018 г.

Подпись *В.А. Маслобоев*
по месту работы
Начальник общего отдела
ФИЦ КНЦ РАН
Д.В. Коструб
«16» мая 2018 года



ОТЗЫВ

на автореферат диссертации Хохловой Оксаны Викторовны на тему:

«Повышение эффективности щелочно-кислотного способа комплексного выщелачивания эвдиалитового концентрата», представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.02 – «Металлургия чёрных, цветных и редких металлов»

Диссертация Хохловой О.В. посвящена актуальной задаче – совершенствованию гидрометаллургических способов переработки эвдиалита, который является одним из наиболее перспективных источников для получения редкоземельных элементов (РЗЭ) и циркония в РФ. Сложный состав и строение эвдиалита, присутствие в нем целой гаммы ценных компонентов предопределяют необходимость поиска комплексных решений для их рационального извлечения.

Благодаря успехам фундаментальных исследований, а также прогрессу в создании эффективных мельниц-активаторов, возможности повышения реакционной способности твердых веществ путем их механической активации (МА) привлекают в последние годы все большее внимание исследователей, работающих в области химической технологии минерального сырья. Автором с использованием методики оценки энергетического состояния кристаллической решетки активируемого материала, разработанной в НИТУ «МИСиС», показана эффективность кратковременной МА эвдиалитового концентрата с целью интенсификации его дальнейшей гидрометаллургической переработки, установлен критерий эффективности и предложены соответствующие режимы МА.

На основе результатов термодинамических расчетов проведена оценка селективного извлечения кремния в жидкую фазу в процессе щелочного разложения эвдиалитового концентрата, а также сделан прогноз образования в твердой фазе цирконосиликатов различного состава, что было подтверждено данными эксперимента. Последующее солянокислотное выщелачивание твердого остатка при атмосферном давлении позволило увеличить извлечение циркония из концентрата на 20-40 % по сравнению с разработанным ранее способом автоклавно-щелочной обработки эвдиалита, при этом извлечение РЗЭ в раствор составило не менее 90 %.

Актуальность и значимость работы подтверждается поддержкой проведенных исследований программой «УМНИК» и договорами по теме «Разработка энергосберегающих способов вскрытия комплексного сырья редкоземельных металлов».

Диссертационная работа достаточно хорошо апробирована, ее результаты были представлены на нескольких российских и международных конференциях. Результаты исследований полно отражены в 8 печатных работах, в том числе в 2 статьях в научных журналах, рекомендованных ВАК РФ.

По автореферату можно сделать следующее замечание. При «жесткой» МА эвдиалитового концентрата резкое увеличение доли фракции менее 1 мкм после 2 мин механической обработки (рис. 2, стр. 13) связывается с аморфизацией концентрата. Целесообразно было бы проиллюстрировать этот вывод данными рентгенофазового анализа.

Считаю, что диссертационная работа Хохловой Оксаны Викторовны по своей научной новизне, актуальности и практической значимости отвечает всем требованиям, предъявляемым к кандидатским диссертациям по специальности 05.16.02 – «Металлургия чёрных, цветных и редких металлов» а ее автор заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук.

Заведующий лабораторией

Института химии и технологии редких элементов и минерального сырья
им. И.В. Тананаева ФИЦ Кольского НЦ РАН,
доктор химических наук

Калинкин Александр Михайлович

26.04.2018

Адрес: 184209, Мурманская обл., г., Апатиты, Академгородок, 26а

Тел.: (81555) 79-523

e-mail: kalinkin@chemy.kolasc.net.ru

Подпись А.М. Калинкина заверяю:

Ученый секретарь института

к.т.н.



Т. Н. Васильева

ОТЗЫВ

на автореферат Хохловой Оксаны Викторовны
на тему: "Повышение эффективности щелочно-кислотного способа комплексного
выщелачивания эвдиалитового концентрата", представленный
на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности
05.16.02 – Metallurgy черных, цветных и редких металлов

Изыскание альтернативных сырьевых источников редких металлов и разработка эффективных технологических решений для их переработки является чрезвычайно важной и перспективной задачей. В связи с этим Оксаной Викторовной Хохловой была поставлена и успешно реализована цель, связанная с повышением эффективности щелочно-кислотного способа комплексного выщелачивания предварительно механически активированного эвдиалитового концентрата. Все это свидетельствует об актуальности выполненного исследования с точки зрения выбора объектов и использованных методов, то есть работа в этом отношении соответствует требованиям ВАК к диссертациям, представленным на соискание ученой степени кандидата наук.

О.В. Хохловой предложен способ двухстадийного выщелачивания эвдиалитового концентрата, подвергнутого предварительной механоактивации (МА). Выявлен эффект сохранения морфологической неоднородности концентрата после МА, позволяющий селективно извлекать кремний.

Установлен критерий эффективности предварительной МА эвдиалита с применением оценки энергетического состояния кристаллической решетки активируемого материала, в том числе энергии структурных изменений, аккумулированных эвдиалитом в виде свежесформированной поверхности областей когерентного рассеяния и микродеформаций.

Разработаны рекомендации по повышению технико-экономических показателей переработки эвдиалитового концентрата, подтвержденные испытаниями на предприятии (ОАО "СМЗ").

Совокупность перечисленных научно-технологических достижений является существенным вкладом соискателя в решение проблемы создания новых технологий получения современных материалов. Представленные в диссертационной работе данные обладают новизной и являются оригинальными. Полученные результаты соответствуют поставленной цели и задачам, а тема диссертации соответствует заявленной специальности.

Достоверность и обоснованность выводов и научных заключений автора не вызывает сомнений, т.к. они базируются на большой экспериментальной работе, выполненной с использованием современных методов технического и физико-химического анализа веществ и материалов.

Автореферат О.В. Хохловой хорошо оформлен, содержит большое количество фактического и иллюстративного материала. Основные результаты работы (выводы) сформулированы автором четко и конкретно. По материалам диссертации опубликовано 8 научных трудов, в том числе 2 статьи в журналах, входящих в перечень ВАК РФ. Автором зарегистрировано 1 ноу-хау.

По автореферату имеются замечания:

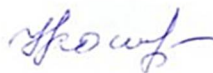
1. При описании использованного оборудования автор дважды изложила характеристики дифрактометра ДРОН-4 (с. 9).

2. Автор подтверждает отсутствие кристаллической фазы в продуктах выщелачивания (с. 19) данными электронной микроскопии. Однако в случае сохранения микрокристаллов, по-видимому, более информативной была бы дифрактометрия.

Вместе с тем, наличие замечаний не влияет на общую положительную оценку работы.

Работа отвечает требованиям п. 9 "Положения о присуждении ученых степеней" (утверждено постановлением Правительства РФ № 842 от 24.09.2013 в ред. Постановления Правительства РФ от 21.04.2016 № 335), выдвигаемым к работам, представленным на соискание ученой степени кандидата технических наук, а ее автор, Оксана Викторовна Хохлова, заслуживает присвоения ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.02 – Metallurgy черных, цветных и редких металлов.

Косенко Надежда Федоровна



доктор технических наук по специальности 02.00.04 – физическая химия, технические науки, профессор;

профессор кафедры технологии керамики и наноматериалов

ФГБОУ ВО "Ивановский государственный химико-технологический университет"

Адрес: 153000, г. Иваново, Шереметевский просп., 7

Тел.: 8(4932)30-73-46, д. 2-41. Факс: 8(4932)30-18-14.

e-mail: htnism@isuct.ru, nfkosenko@gmail.com

Веб-сайт: <http://isuct.ru>

Подпись Косенко Н.Ф. заверяю:

Ученый секретарь



на автореферат диссертации **Хохловой Оксаны Викторовны**
**«Повышение эффективности щелочно-кислотного способа комплексного
выщелачивания эвдиалитового концентрата»**, представленной на соискание ученой
степени кандидата технических наук по специальности 05.16.02 - «Металлургия чёрных,
цветных и редких металлов»

Актуальность проблемы. Ловозерское месторождение (Кольский полуостров) помимо лопарита является источником эвдиалита мирового значения, извлекаемого попутно. Этот минерал наряду с цирконием содержит РЗМ средней и тяжелой групп, которые наиболее востребованы. Проблема переработки эвдиалита состоит в том, что этот минерал представляет собой сложный силикат с содержанием SiO_2 выше 40% масс., что является одной из причин низкой степени извлечения. Ограниченность сведений о физико-химических основах работы с кремний-содержащими рудами препятствует широкому их практическому использованию.

Этим, в частности, объясняется то, что разработанные пиро- и гидрометаллургические варианты разложения эвдиалитовых концентратов по разным причинам не реализованы в промышленном объеме.

Идея сочетания предварительной механической активации концентрата с последовательным использованием щелочной и кислотной обработки является, на наш взгляд, весьма плодотворной.

Данная работа, посвященная разработке эффективной технологии получения редких металлов из эвдиалита как альтернативного отечественного сырьевого источника для растущего импортозамещения, является актуальной и своевременной.

Научная новизна. На основании термодинамического анализа вероятности взаимодействия эвдиалита со щелочью при температурах 25-150°C впервые определены условия образования цирконата Na_2ZrO_3 и цирконосиликатов вида $\text{Na}_x\text{Zr}_y\text{Si}_v\text{O}_z$;

- выполнена теоретическая оценка степени извлечения кремния в раствор из эвдиалитового концентрата, позволяющая обеспечить высокие степени извлечения целевых элементов.

Автором впервые выявлен эффект сохранения морфологической неоднородности концентрата после МА вплоть до состояния, близкому к рентгеноаморфному, что обеспечило селективное извлечение кремния из фазы эвдиалита.

Хохловой О.В. установлены количественные оценки эффективности механоактивации эвдиалита в терминах энергии структурных изменений фазы эвдиалита на извлечение кремния в раствор в процессе щелочного выщелачивания.

Практическая значимость. В работе установлено, что глубокая щелочная обработка с предварительной механоактивацией позволяет достичь наивысшие среди известных вариантов степени извлечения РЗЭ и циркония из эвдиалита.

Выявлено значительное (на 2 порядка) увеличение скорости фильтрации растворов, полученных при щелочном выщелачивании.

Разработанные Хохловой О.В. рекомендации подтверждены опытом укрупненных лабораторных испытаний переработки эвдиалитового концентрата при участии опытного цеха ОАО «СМЗ» (г. Соликамск).

Суммарное извлечение рассматриваемых компонентов эвдиалитового концентрата в растворы составило, в % масс.: 95,16 Zr; 92,42 РЗМ; 93,74 Ti; 63,62 Nb; 99,22 Mn, что следует признать весьма высоким для сырья подобного состава.

По результатам выполненных исследований предложен способ двухстадийного щелочно-кислотного выщелачивания эвдиалитового концентрата с применением предварительной механоактивации концентрата, имеющий хорошие технологические перспективы.

Достоверность полученных результатов подтверждается использованием современного оборудования и методов анализа (рентгенографического, спектрально-эмиссионного, рентгенофлуоресцентного, растровой электронной микроскопии, электронно-зондового микроанализа, метода БЭТ), взаимно подтверждающих полученные данные, и использовании приборов, прошедших государственную поверку.

По теме диссертации опубликовано 8 научных работ, в том числе 2 статьи в журналах, включенных в перечень рецензируемых научных изданий ВАКа, 5 тезисов докладов научных конференций, зарегистрировано 1 ноу-хау.

Диссертационная работа изложена на 167 страницах, включает 43 рисунка, 31 таблицу, 3 приложения, списка 111 литературных источников и состоит из введения, 7 глав и заключения.

К автореферату имеются следующие вопросы:

1. с. 23-24, рис. 9 и комментарии к нему. Возможно ли уменьшить продолжительность и глубину стадии щелочного вскрытия эвдиалита, не снижая показателей извлечения РЗЭ и циркония? Какова, по мысли автора, перспектива использования силиката кальция, полученного при регенерации кремний-содержащих растворов?

2. Каким образом предполагается извлекать марганец из осадка после регенерации щелочного раствора?

3. Какой способ автор предлагает для обогащения осадка после кислотного выщелачивания?

Замечаний к работе нет. Полученные Хохловой О.В. результаты вносят важный вклад в химию и технологию гидрохимического способа переработки эвдиалитовых концентратов.

Заключение рецензентов:

По нашему мнению, диссертация, представленная на соискание ученой степени кандидата технических наук, соответствует основным современным требованиям, является законченной научно-квалификационной работой, соответствует требованиям пункта 9 Положения о присуждении ученых степеней (утвержденного постановлением № 843 Правительства РФ от 24.09.2013 г.) ВАК Министерства образования и науки России, применяемым к диссертациям на соискание ученой степени кандидата наук, а её автор **Хохлова Оксана Викторовна заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.02 – Metallургия чёрных, цветных и редких металлов.**

Данные о рецензентах:

Ученая степень, ученое звание: доктор и кандидат технических наук, специальность 05.17.02 – «Технология редких, рассеянных и радиоактивных элементов».

Должность: заместитель начальника и старший мастер опытного цеха № 3 ОАО «Соликамский магниевый завод», руководители группы перспективных направлений.

Место работы: ОАО «Соликамский магниевый завод», опытный цех № 3.

Фамилия, имя, отчество: Чуб Александр Васильевич, Цурика Андрей Анатольевич.

Адрес места работы: 618500, Пермский край, г. Соликамск, ул. Правды, 9

Телефон: 8-(34253)-66-3-28, 66-6-09.

E-mail: chub328@rambler.ru; and-zur@mail.ru

Дата: 28.04.2018 г.

Заместитель начальника опытного цеха, руководи-
тель группы перспективных направлений, д.т.н.,
специальность 05.17.02–«Технология редких,
рассеянных и радиоактивных элементов»



А.В. Чуб

Старший мастер, к.т.н., специальность
05.17.02–«Технология редких, рассеянных
и радиоактивных элементов»

А.А. Цурика

Подписи Чуба Александра Васильевича, доктора технических наук, заместителя
начальника и Цурики Андрея Анатольевича, кандидата технических наук, старшего
мастера опытного цеха ОАО «Соликамский магниевый завод», удостоверяю:

И.о. начальника административно-
хозяйственного отдела ОАО «СМЗ»



М.Г. Велижанинова

ОТЗЫВ

на автореферат диссертации Хохловой Оксаны Викторовны по теме
**«Повышение эффективности щелочно-кислотного способа комплексного
выщелачивания эвдиалитового концентрата»**, представленной на
соискание учёной степени кандидата технических наук по специальности
05.16.02 – Metallургия чёрных, цветных и редких металлов

В связи с поиском альтернативных сырьевых источников редкоземельных металлов (РЗМ) и необходимостью внедрения эффективных технологических решений для переработки редкоземельного сырья данное исследование, посвященное разработке способа комплексного выщелачивания эвдиалитового концентрата, является, безусловно, актуальным.

Процесс кислотного разложения эвдиалита ограничен образованием нерастворимых двойных солей РЗМ со щелочными металлами и оксида кремния гелевой структуры, сорбирующим на своей поверхности ионы РЗМ и циркония.

Использование автором способа комплексного (щелочно-кислотного) выщелачивания с применением предварительной механоактивации концентрата позволяет извлекать кремний в щелочной раствор и получать РЗМ, титан, цирконий и ниобий при кислотном выщелачивании осадка.

Автором выполнена теоретическая оценка извлечения кремния в раствор из фаз эвдиалитового концентрата в широком интервале температур на основании термодинамического анализа продуктов взаимодействия эвдиалита со щелочью – цирконосиликатов различного состава и рассчитанных значений энергий структурных изменений кристаллических решеток эвдиалита в результате механоактивации.

Диссертантом проведена большая экспериментальная работа, итогом которой является разработка рекомендаций по повышению технико-экономических показателей переработки эвдиалитового концентрата, подтвержденных актом укрупненных лабораторных испытаний выщелачивания эвдиалита на ОАО «СМЗ» (г. Соликамск).

Можно заключить, что представляемая работа, несомненно, имеет высокую научную и практическую значимости.

По тексту автореферата, тем не менее, имеются следующие замечания.

1. Выявленные продукты выщелачивания - цирконосиликаты, указанные автором на стр. 5 автореферата на основании проведенного термодинамического исследования, достоверно не подтверждаются результатами рентгенофазового анализа в силу образования аморфных

гидратированных продуктов выщелачивания, не имеющих кристаллической структуры (стр. 14, 19). Остается невыясненным вопрос о значениях растворимости цирконосиликатов в щелочных растворах, их зависимости от концентрации щелочи, солевого фона и прочих факторах, способствующих увеличению степени извлечения кремния, возможно, и не только до 64%.

2. Концентрационный диапазон гидроксида натрия не может снижать (стр. 17) вероятность образования гидратированных цирконосиликатов, определяемых законами термодинамики, в то время как может оказывать влияние на количественный выход продуктов процесса выщелачивания.

Высказанные замечания, разумеется, ни в коей мере не снижают ценности представленной работы. Полагаю, что автореферат диссертационной работы Хохловой Оксаны Викторовны содержит необходимые квалификационные признаки, соответствующие Постановлению правительства РФ от 24.09.2013 № 842 «О порядке присуждения учёных степеней», а **сам автор представленной работы заслуживает присуждения учёной степени кандидата технических наук по специальности 05.16.02 – Metallургия чёрных, цветных и редких металлов**

07.05.2018

Заведующая кафедрой
физической химии Санкт-
Петербургского горного
университета,
доктор технических наук,
доцент
07.05.2018

Черемисина Ольга
Владимировна

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования «Санкт-Петербургский горный университет»
199106, Санкт-Петербург, 21 линия, д. 2
Cheremisina_OV@pers.spmi.ru
8(812)328-84-92



Подпись
заведующей:

наименование отдела
производства

O.V. Cheremisina

E.P. Yanovitskaya

Е.Р. Яновичкая

" 04 " 05 2018 г.

ОТЗЫВ

на автореферат диссертации **Хохловой Оксаны Викторовны**

«Повышение эффективности щелочно-кислотного способа комплексного выщелачивания эвдиалитового концентрата», представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.02 «Металлургия черных, цветных и редких металлов»

В условиях всё большего потребления высокотехнологичными областями промышленности дефицитных редкоземельных металлов (РЗМ), актуальной видится задача вовлечения в переработку трудно перерабатываемого сырья, что позволит обеспечить потребность как отечественных, так и зарубежных производителей. К подобному сырью относятся эвдиалитовые концентраты, которые являются перспективным источником РЗМ. Однако технологические трудности связанные, прежде всего, с особенностями минерального состава являются на сегодняшний момент непреодолимым фактором для промышленного освоения эвдиалитового сырья. Учитывая это, попытки разработать технологические приемы, позволяющие повысить эффективность гидрометаллургических процессов извлечения РЗМ, безусловно представляют практический и научный интерес.

В рамках рассматриваемой проблемы автором сформулирована цель исследований, заключающаяся в изучении процесса механической активации концентратов в высокоэнергетических мельницах для повышения эффективности щелочно-кислотного выщелачивания эвдиалитового концентрата.

Исходя из актуальности и поставленной цели автор достаточно грамотно и четко определил для себя задачи исследований, для решения которых использовалось современное аналитическое и экспериментальное оборудование. По результату проведенной работы сформулированы несколько пунктов научной новизны, заключающейся в определении условий образования цирконатов и цирконосиликатов различного состава при щелочном выщелачивании, в установлении критериев эффективности механоактивации эвдиалита с применением методики оценки ЭСКР, а также установлении влияния энергии структурных изменений фазы эвдиалита в процессе механохимической активации на извлечение кремния в раствор.

Представленная работа имеет комплексный характер и логическую завершенность. Работа представляет собой выполненное на высоком научно-техническом уровне исследование, которое включает в себя анализ современного состояния вопроса, касающегося технологического процесса активации эвдиалитовых концентратов, а также результаты исследований и выводы, позволяющие не только преодолеть проблемы, присущие технологии комплексного выщелачивания, но и существенно повысить эффективность этого процесса.

Результаты работы изложены в 8 научных работах, из них две в научных журналах, входящих в перечень рецензируемых научных изданий ВАК РФ.

Подтверждением уникальности предлагаемой технологии является зарегистрированное ноу-хау.

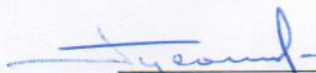
По работе имеются следующие замечания:

1. Позволяет ли технические особенности существующих планетарных мельниц реализовать механическую активацию эвдиалитовых концентратов в промышленных масштабах?
2. Непонятен принцип выбора соотношения шаров к концентрату при реализации процесса механической активации, рассматривался ли вариант повышения доли обрабатываемого материала, что в свою очередь повлекло бы за собой увеличение производительности технологического процесса?

Следует отметить, что указанные замечания не носят принципиальный характер и не снижают научную и практическую значимость проведенных исследований.


Диссертационная работа Хохловой Оксаны Викторовны выполнена в полном соответствии с требованиями ВАК России, в т.ч. п. 9 и 14 «Положения о присуждении ученых степеней» (Постановление Правительства Российской Федерации от 24.09.2013 г. №842), предъявляемым к кандидатским диссертациям, а ее автор, Хохлова Оксана Викторовна, заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.02 «Металлургия черных, цветных и редких металлов».

Начальник сектора,
ОАО «Композит», к.т.н.

 М.С. Гусаков
«07» 05 2016 г.

Подпись Гусакова М.С. заверяю.
Заместитель генерального директора
ОАО «Композит»



 В.Н. Бутрим

Гусаков Максим Сергеевич, кандидат технических наук, специальность 05.16.02 «Металлургия черных, цветных и редких металлов», открытое акционерное общество «Композит», начальник сектора порошковых материалов;
Адрес: Российская Федерация, 141070, Московская область, г. Королёв, ул. Пионерская, 4.
Телефон: 8-495-513-23-89
e-mail: info@kompozit-mv.ru

Отзыв

на автореферат диссертации Хохловой Оксаны Викторовны на тему: «Повышение эффективности щелочно-кислотного способа комплексного выщелачивания эвдиалитового концентрата», представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.02 – Metallургия, черных, цветных и редких металлов.

После распада СССР и последующей эскалации отношений между Россией и другими странами-соседями цепочка производства редкоземельных металлов разрушилась, и Россия начала их импортировать. Однако, имея собственное сырьё и учитывая развитие современных промышленных технологий встает необходимость обеспечить рост собственного производства редкоземельных металлов (РЗМ). Организовать это возможно вводя в переработку новые источники, например, эвдиалитовый концентрат месторождения Аллуайв, содержащий в себе редкие и редкоземельные металлы. В связи с выше изложенным, разработка нового способа внедрения данного концентрата в промышленную переработку является важным и актуальным для современной промышленности.

Диссертация Хохловой О.В. посвящена решению проблемы интенсификации щелочного вскрытия предварительно механически активированного эвдиалитового концентрата. Для интенсификации щелочного разложения эвдиалита применялась механическая активация. Эффективность механоактивации эвдиалита прогнозировалась по ранее разработанной в НИТУ «МИСиС» и подтвердившей свою применимость, «Методике оценки энергетического состояния кристаллической решетки».

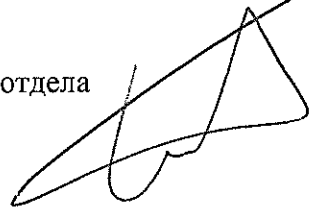
На основе полученных результатов предложена технологическая схема щелочно-кислотного способа комплексного выщелачивания предварительно механически активированного эвдиалитового концентрата, проверка которой в укрупненных лабораторных испытаниях на ОАО «Соликамский магниевый завод», подтвердила результаты полученные в лабораторных условиях.

К достоинствам схемы следует отнести то, что по сравнению с разработанным ранее способом автоклавно щелочной обработки эвдиалита, извлечение циркония увеличилось на 20-40 %, а извлечение РЗМ в раствор составило не менее 90 %.

В качестве замечания можно отметить, что разработанная схема ориентирована только на операцию вскрытия концентрата. Следовало бы отобразить, какие операции можно использовать для получения оксидов и металлов.

В целом по актуальности темы, ее нацеленности на решение производственных проблем, объему полученных данных, значимости и обоснованности выводов, диссертационная работа Хохловой О.В. является законченной научно-квалифицированной работой, в связи с чем, считаю, что автор диссертации заслуживает присуждения ему ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.02 – «Металлургия черных, цветных и редких металлов».

Начальник технологического отдела
ООО «ВПО Сталь»,
кандидат технических наук



Съёмщиков Николай Семенович

Общество с ограниченной ответственностью «ВПО Сталь»
143007, МО, г. Одинцово, ул. Молодежная д.46, оф. 218
sns@vpostal.ru
8(916)100-02-93

Подпись Съёмщикова Н.С. заверяю
Генеральный директор ООО «ВПО Сталь»



И.А. Граделева

ОТЗЫВ

на автореферат диссертационной работы Хохловой Оксаны Викторовны на тему «Повышение эффективности щелочно-кислотного способа комплексного выщелачивания эвдиалитового концентрата», представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.02 – «Металлургия черных, цветных и редких металлов»

Эвдиалитовые руды Ловозерского массива, запасы которых практически не ограничены, могут стать основным источником для производства редких и редкоземельных металлов. В этих рудах содержится около 300 млн. т оксида циркония и 60-70 млн. т оксидов редкоземельных элементов. Руды легко обогатимы, и добычу их можно осуществить открытым способом. Учитывая, что после распада СССР основные месторождения циркония и значительные мощности по производству ниобия, тантала и редкоземельной продукции остались за пределами России, эвдиалитовые руды Ловозерского месторождения имеют большие перспективы. В связи с этим, диссертационная работа Хохловой Оксаны Викторовны, посвященная повышению эффективности комплексной переработки эвдиалитового концентрата, является весьма актуальной.

Автором разработан новый эффективный способ комплексной переработки эвдиалитового концентрата, основанный на процессах предварительной механической активации (МА) концентрата и его последовательных щелочного и кислотного выщелачиваний. Для оптимизации исследований проведен термодинамический анализ вероятности взаимодействия компонентов эвдиалитового концентрата со щелочью. Исследованы условия предварительной механической активации концентрата на его структурные изменения и реакционную способность в щелочных растворах. Установлен критерий оценки эффективности предварительной МА эвдиалитового концентрата для интенсификации его вскрытия в условиях щелочного выщелачивания; определены оптимальные параметры процесса выщелачивания концентрата с высокими технологическими показателями по извлечению кремния в раствор. На основании выполненных исследований разработан эффективный способ комбинированного щелочно-кислотного выщелачивания эвдиалитового концентрата, который проверен в ходе укрупненных лабораторных испытаний, показавших положительные результаты. В результате предложена новая принципиальная технологическая схема комплексной переработки эвдиалитового концентрата.

В работе были использованы современные методы исследований: рентгенофазовый, растровая электронная микроскопия, электронно-микрозондовый анализ и т.д. Исследования и сделанные заключения, безусловно, являются новыми, оригинальными и важными. Их достоверность не вызывает сомнения. Диссертационная работа имеет научную новизну и большое практическое значение.

По работе имеются следующие замечания:

1. Цель диссертационной работы сформулирована не очень удачно. По содержанию работы цель ее можно было обозначить так: разработка нового комбинированного процесса щелочно-кислотной переработки эвдиалитового концентрата с применением предварительной механической активации.

2. По структуре диссертации: целесообразно было бы методики щелочного и кислотного выщелачивания представить во второй главе; пятую, шестую и седьмую главы, которые посвящены исследованиям по выщелачиванию активированного концентрата щелочными и кислотными растворами, объединить.

3. В тексте автореферата допущены некоторые ошибки, например, на стр. 18 и 19 в одном предложении 2 раза написано «достигается».

Однако отмеченные замечания не снижают научной и практической значимости выполненной работы. Она отвечает требованиям ВАК РФ, п.9 Положения о присуждении ученых степеней, а её автор Хохлова Оксана Викторовна заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.02 – «Металлургия черных, цветных и редких металлов».

Заведующий лабораторией
«Проблем металлургии комплексных
руд им. акад. И.П. Бардина» ИМЕТ РАН,
доктор технических наук

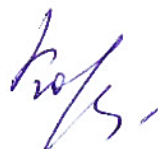


Г.Б. Садыхов

16.05.2018 г.

Подпись рецензента Садыхова Г.Б. заверяю:

Начальник отдела кадров ИМЕТ РАН

Г.А. Корочкина

Садыхов Гусейн Бахлулович, доктор технических наук, специальность 05.16.02- «Металлургия чёрных, цветных и редких металлов».

119334, г. Москва, Ленинский пр-т, д. 49, Федеральное государственное бюджетное учреждение науки ИНСТИТУТ МЕТАЛЛУРГИИ И МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЯ им. А.А. Байкова Российской академии наук (ИМЕТ РАН).

Тел.: 8 (499) 135-86-40; E-mail: sadykhov@imet.ac.ru.

ОТЗЫВ

на автореферат Хохловой Оксаны Викторовны на тему: «Повышение эффективности щелочно-кислотного способа комплексного выщелачивания эвдиалитового концентрата», представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.02 – Metallургия черных, цветных и редких металлов

1. Актуальность работы. Редкие металлы являются металлами наиболее передовых технологий, а ускорившиеся темпы потребления редких металлов в последнее десятилетие определяют их растущее значение в современном технократическом мире.

В результате распада СССР за пределами России остались основные месторождения циркония, значительные мощности по производству титана, тантала, ниобия и редкоземельной продукции. В связи с этим изыскания альтернативных сырьевых источников редких металлов и разработка эффективных технологических решений для их переработки является актуальной задачей.

Перспективным источником для производства РЗМ и циркония в России являются эвдиалитовые руды Ловозерского щелочного массива (Кольский полуостров), запасы которых практически неограничены. Разработанные пиро- и гидрометаллургические варианты разложения эвдиалитовых концентратов по разным причинам так и не реализованы в промышленном объеме.

В работе обоснована перспективность комплексной переработки эвдиалитового концентрата, сочетающей кратковременную предварительную механическую активацию концентрата с последовательным селективным щелочным выщелачиванием из него кремния, а затем кислотным выщелачиванием РМ.

Рецензируемая диссертация содержит ряд новых научных данных, которые позволяют влиять, а следовательно, и управлять реакционной способностью фазы эвдиалита в процессе щелочного выщелачивания.

Это и определяет высокую актуальность данной работы.

2. Новизна исследований и полученных результатов, выводов и рекомендаций. Соискателем установлен критерий эффективности механообработки эвдиалитового концентрата для целенаправленной интенсификации последующего низкотемпературного щелочного выщелачивания и показана возможность удаления основной части кремния из механически активированного эвдиалитового концентрата в процессе щелочного выщелачивания и получение концентрата редких металлов (РЗМ, Zr, Ti, Nb, Ta), пригодного для последующей кислотной переработки.

Разработаны рекомендации по повышению технико-экономических показателей переработки эвдиалитового концентрата. Предложенный способ прошел укрупненные испытания на ОАО «СМЗ».

Новизна технических решений, предложенных соискателем, подтверждена 1 ноу-хау, зарегистрированным в депозитарии НИТУ «МИСиС» (№ 37-341-2015 ОИС от 16 ноября 2015 г.)

3. Значимость для науки и производства полученных результатов. Основные научные результаты, полученные соискателем, и их новизна состоят в следующем:

- определена термодинамическая вероятность образования цирконосиликатов в процессе выщелачивания и выполнена теоретическая оценка извлечения кремния в раствор из эвдиалита эвдиалитового концентрата;

- установлен критерий эффективности кратковременной предварительной механоактивации эвдиалита с применением рентгеноструктурного анализа;

- предложена зависимость влияния энергии структурных изменений фазы эвдиалита после механоактивации на извлечение кремния в раствор в процессе щелочного выщелачивания.

Практическая значимость работы состоит в разработке и опробовании способа щелочно-кислотного выщелачивания предварительно активированного эвдиалитового концентрата в укрупненном лабораторном масштабе в условиях ОАО «СМЗ», обеспечивающий увеличение извлечения циркония в раствор на 20-40 % (по сравнению с ранее разработанным способом автоклавно-щелочной обработки), высокую скорость фильтрации и извлечение РЗМ в процессе последующего кислотного выщелачивания не менее 90 %.

По нашему мнению, совокупность перечисленных выше исследований и результатов Хохловой О.В. вносит вклад в теорию и технологию переработки такого редкометаллического сырья, как эвдиалитовый концентрат.

4. Степень обоснованности и достоверности научных положений, выводов и заключения, сформулированных в диссертации. Теоретические положения и практические рекомендации базируются на результатах, полученных автором с использованием современных инструментальных методов исследований и с соблюдением необходимых процедур поверки приборов. Достоверность результатов исследований подтверждена большим объемом экспериментальных исследований, укрупненных лабораторных испытаний, воспроизводимостью экспериментальных данных, корреляцией теоретических и экспериментальных результатов исследований, а также результатами обсуждения основных данных на международных и российских конференциях.

Обобщая вышеизложенное, следует заключить, что работа выполнена на экспериментальном уровне, который соответствует современному состоянию науки.

5. Соответствие работы требованиям, предъявляемым к диссертациям

5.1. Соответствие материалов диссертации пункту 9 Положения ВАК. По нашему мнению, диссертация Хохловой О.В., представленная на соискание ученой степени кандидата технических наук, соответствует основным современным требованиям, предъявляемым к диссертациям.

В диссертации научно обосновано и разработано техническое решение, позволяющее реализовать комплексное вскрытие эвдиалитового концентрата. Работа имеет важное хозяйственное значение для России и в перспективе, при внедрении ее результатов, может внести вклад в развитие производства редких металлов в Казахстане.

5.2. Соответствие материалов диссертации пункту 10 Положения ВАК. Личное участие Хохловой О.В. в выполнении работы заключается в анализе литературных данных, планировании и проведении теоретических и экспериментальных исследований. Обработка, обобщение и анализ полученных результатов, а также подготовка и публикация статей осуществлены с научным руководителем.

5.3. Соответствие материалов диссертации пункту 11-14 Положения ВАК. По теме диссертации опубликовано 8 печатных работ, в том числе 2 в журналах, рекомендованных ВАК Министерства образования и науки России, 1 ноу-хау.

Диссертация изложена на 167 страницах, содержит 31 таблицу и 43 рисунка. Список используемой литературы включает 111 источников.

6. Основные достоинства и недостатки по содержанию диссертации. Работа хорошо структурирована, изложена ясным языком, технически грамотно и соответствует сути исследуемой проблемы.

По работе имеются следующие вопросы и замечания:

1. В работе предложена зависимость влияния энергии структурных изменений фазы эвдиалита после механоактивации на извлечение кремния в раствор в процессе щелочного выщелачивания. Каковы пределы применимости этой зависимости?

2. В приложениях к диссертационной работе приведен большой объем первичных данных. Следовало его сократить.

Несмотря на высказанные замечания, диссертация Хохловой О.В., представленная на соискание ученой степени кандидата технических наук, соответствует основным положениям ВАК.

Научные и практические результаты диссертационной работы целесообразно рекомендовать к внедрению на предприятиях, перерабатывающих редкометальное сырье.

7. Мнение о научной работе соискателя в целом. Диссертационная работа Хохловой О.В. является законченным научно-квалификационным трудом, в котором на основании выполненных автором исследований созданы и научно обоснованы энергосберегающие технические решения по вскрытию нетрадиционного редкометаллического сырья – эвдиалитового концентрата, внедрение которого внесет вклад в развитие редкометаллического производства.

Оформление диссертации отвечает современным требованиям.

Материалы диссертации прошли неоднократную апробацию на международных и российских конференциях. Основные положения работы достаточно полно изложены в публикациях. По теме диссертации опубликовано 8 печатных работ, включая 2 статьи в журналах, рекомендованных ВАК Министерства образования и науки России, 1 ноу-хау.

Автореферат и публикации соответствуют содержанию диссертации.

На основании вышеизложенного можно считать, что по актуальности, новизне, практической значимости диссертационная работа Хохловой О.В. является законченным научно-квалификационным трудом и по своему содержанию соответствует паспорту специальности 05.16.02 - Metallургия черных, цветных и редких металлов.

Диссертация соответствует требованиям пункта 9 Положения ВАК Министерства образования и науки России, применяемым к кандидатским диссертациям, а автор диссертации заслуживает присуждения ей ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.02 – Metallургия черных, цветных и редких металлов.

**Профессор кафедры «Металлургия
и обогащение полезных ископаемых»,
доктор технических наук, академик НИА РК**



Даулетбаев Т.С.

- 1. Ученая степень, ученое звание:** доктор технических наук, профессор, академик Национальной Инженерной академии РК.
Специальность: 05.16.02 – Metallургия черных, цветных и редких металлов.
- 2. Должность:** Профессор кафедры «Металлургия и обогащение полезных ископаемых»
- 3. Место работы:** Казахский национальный исследовательский технический университет имени К.И.Сатпаева, Горно-металлургический институт.
- 4. Фамилия, имя, отчество:** Даулетбаев Тимур Суванович
- 5. Адрес места работы:** 050013, г. Алматы, ул.Сатпаева, 22.
- 6. Телефон:** 8 (727) 292 13 65.
- 7. E-mail:** dauletbakov_t@mail.ru

Подпись доктора технических наук, профессора, академика НИА РК
Даулетбаева Тимура Сувановича удостоверяю:

Заместитель директора
Горно-металлургического института
КазНITU им.К.И.Сатпаева



Айтенев К.Д.