

Отзыв

официального оппонента о диссертации Величкиной Натальи Сергеевны на тему «Сорбционная технология регенерации иода из сбросных маточных растворов и газовых потоков при иодидном рафинировании циркония», представленной на соискание учёной степени кандидата технических наук по специальности 05.17.02 – «Технология редких, рассеянных и радиоактивных элементов».

Для получения циркония высокой чистоты, а также переработки некондиционных материалов и металлических отходов широко используется процесс иодидного рафинирования, в результате которого происходит значительное снижение содержания в металле азота, кислорода, углерода и многих металлических примесей, не образующих летучих йодистых соединений. Так, например, технический цирконий, содержащий 0,15% в сумме кислорода и азота, после иодидного рафинирования даёт металл с суммарным содержанием примеси кислорода и азота менее 0,01%.

В России процесс иодидного рафинирования циркония и гафния успешно внедрён на предприятии АО «ЧМЗ» г. Глазов. Однако, в результате осуществления процесса иодидного рафинирования и ряда вспомогательных операций происходят потери иода, что наносит серьёзный экономический ущерб предприятию и создаёт напряжённую экологическую ситуацию.

Экологическая безопасность на предприятии напрямую связана с состоянием окружающей среды и здоровьем людей. Поэтому в настоящее время компании платят налог за выбросы: чем их больше - тем выше сумма. В случае превышения установленных норм загрязнения накладываются штрафные санкции. Поэтому если выясняется, что экология производства недостаточно организована, компания может не пройти аттестацию. В результате кроме штрафа организация может получить еще и запрет на работу до устранения причин.

Таким образом, нет сомнения, что решение проблемы улавливания иода при иодидном рафинировании циркония является своевременным, а тема рецензируемой диссертации **актуальной**.

Диссертация изложена на 167 страницах, содержит 81 рисунок, 42 таблицы и 1 приложение. Библиография содержит 71 литературный источник.

Научная новизна состоит в следующем:

1. Впервые изучены и установлены физико-химические параметры применения российского угольного сорбента ВСК-400 в качестве эффективного сорбента элементного иода как из газовых потоков, так и растворов в широком интервале концентраций от 5 мг/м^3 до 5 г/м^3 для газовой фазы и от 0,07 до 3 г/дм^3 для жидкой фазы.

2. Впервые исследована кинетика процесса сорбции иода из маточных растворов на углях марки ВСК-400 (Российское производство) и СУФ (импорт). Установлено, что в результате физической сорбции на угле происходит эффективная очистка раствора от иода.

3. Впервые исследовано и доказано, что при десорбции иода с угля ВСК-400 сульфитом натрия, образующаяся в результате химической реакции иодводородная кислота деблокирует поры угля, в результате чего значительное увеличение срока эксплуатации сорбента до момента его повторной активации. Исследованиями методом БЭТ установлено, что величина удельной поверхности углеродного сорбента ВСК-400 после 15 циклов сорбции-десорбции практически не изменилась.

Практическая значимость работы:

1. Показана возможность применения угольного сорбента ВСК-400 для улавливания иода из газовых потоков и сбросных маточных растворов (Патент РФ № 2534250).

2. Разработана технология и предложена принципиальная технологическая схема сорбционной очистки газовых потоков и сбросных маточных растворов от иода при иодидном рафинировании циркония.

3. Выданы рекомендации по аппаратному оформлению процесса очистки сбросных газовых и жидких отходов от иода.

Результаты работы могут быть использованы при переработке и иммобилизации газообразных радиоактивных отходов радиохимических предприятий атомной промышленности, а также на атомных станциях.

В главе 1 в литературном обзоре дано подробное описание процесса иодидного рафинирования циркония и гафния, представлены свойства иода и методы его получения.

Особое внимание в литературном обзоре автор уделяет активным углям, их структуре, удельной поверхности и обменным свойствам.

Автором проанализированы все рассматриваемые в обзоре данные, что позволило ему сформулировать цели и задачи исследований.

Глава 2 описывает, физико-химические характеристики исходных материалов и методы их исследования.

Следует отметить, что Н.С. Величина использовала в работе как классические методы исследования (ситовый анализ определения размера частиц, весовой метод определения плотности, влагосодержания и пористости активного угля) так и современные методы исследования (анализ содержания иода (I) в исходном растворе и маточниках сорбции с помощью анализатора жидкости «Эксперт-001»).

Глава 3 является основной в смысле разработки процесса сорбции иода из газовой фазы на активных углях различных марок. Она состоит из семи основных частей, которые в совокупности позволили решить проблему улавливания иода, рекомендовать оборудование и внедрить технологию на заводе.

Первая экспериментальная часть посвящена анализу основных причин потерь иода в процессе иодидного рафинирования циркония на АО «ЧМЗ». На основании полученных статистических данных установлено, что основные потери иода происходят на стадии сублимационной очистки и

стадии осаждения иода. Представлен баланс распределения потерь иода на каждой стадии.

Во второй экспериментальной части, опираясь на полученные результаты, диссертант создал лабораторные установки для сорбционного извлечения иода из газовых потоков и последующей десорбции, провёл исследования по сорбции на активных углях различных марок в статических и динамических условиях, осуществил выбор сорбента, обладающего наибольшей сорбционной способностью (ВСК-400).

В третьей и четвёртой частях представлены результаты ресурсных испытаний по сорбции-десорбции иода в лабораторных условиях и на АО «ЧМЗ».

Соискателем было доказано, что активный уголь ВСК-400 после пятнадцати полных циклов сорбции-десорбции сохраняет сорбционную способность, не теряет ёмкость по иоду, выдерживает механические нагрузки и не изменяет свою структуру (не подвергается измельчению и разрушению), то есть обладает высокой ресурсоспособностью.

На основании проведённых испытаний были выданы рекомендации по оснащению участка сублимации на АО «ЧМЗ» угольным фильтром СУФ фирмы НПП «Фолтер».

В пятой, шестой и седьмой частях разработаны рекомендации по аппаратурному оформлению процесса десорбции, проведены исследования по выбору конструкционных материалов, предложены новые оригинальные технологические и конструкторские решения.

Вся третья глава представляет серьёзную, продуманную научную работу и могла бы претендовать на самостоятельную кандидатскую диссертацию.

Это самое сильное место в диссертационной работе, так как в настоящее время на заводе в технологической схеме сублимации уже два года активно эксплуатируется угольный фильтр, установленный в соответствии с рекомендациями, выданным Н.С. Величкиной. В связи с этим

следует отметить масштабность этой части работы и бесспорную практическую значимость.

Глава 4 посвящена исследованию процесса сорбции иода из сбросных маточных растворов на активных углях. Эта глава, так же, как и третья, состоит из семи частей, в которых последовательно и досконально проводятся исследования по сорбции, десорбции и выбору оптимального сорбента. Проведены ресурсные испытания в лабораторных условиях и на АО «ЧМЗ». Выданы рекомендации по организации промышленного узла сорбции-десорбции иода из сбросных маточных растворов, даны рекомендации по выбору оборудования и конструкционных материалов.

Особое внимание в главе посвящено выбору десорбирующего раствора.

Определено, что использование сульфата натрия в качестве десорбирующих растворов способствует эффективному удалению иода из фазы угля ВСК-400. Доказано, что плотный углеродный каркас угля ВСК-400 гарантирует высокую механическую, химическую устойчивость и обеспечивает эффективность, а так же, многократность его использования в технологическом цикле сорбции-десорбции иода.

На способ извлечения иода из жидкой и газовой фазы активным углём ВСК-400 был получен патент РФ № 2534250.

Глава 5 описывает результаты измерений и расчётов удельной поверхности и сорбционной ёмкости углей ВСК-400 и СУФ, полученные методом БЭТ. Представленные результаты подтвердили вариант физической адсорбции микропористыми телами – 1 тип изотермы по современной классификации (БДДТ). Установлено, что величина удельной поверхности углеродного сорбента ВСК-400 и угля марки СУФ после 15 циклов сорбции-десорбции практически не изменилась. Полученные данные, с использованием метода БЭТ, обобщают и подтверждают результаты экспериментальных исследований.

В главе 6 представлена принципиальная технологическая схема полного цикла процесса сорбции-десорбции иода из газовой фазы и маточных растворов.

Выполненные технико-экономические расчёты позволили доказать экономическую эффективность процесса регенерации иода из газовых потоков и маточных растворов. Ожидаемая прибыль от внедрения технологии составит 3,7 млн. рублей в год.

Заключение обобщает результаты проделанной серьёзной, хорошо структурированной и качественной работы.

Можно с уверенностью утверждать, что диссертационная работа Н.С. Величкиной содержит достаточное количество новых научных результатов и экспериментальных материалов, обладающих **научной новизной** и достаточно полно опубликованного в научной литературе.

Автореферат диссертации и публикации (7 печатных работ, из которых 2 являются статьями в рецензируемых научных журналах и 1 патент) достаточно полно и точно отражают содержание диссертации.

Автореферат соответствует содержанию диссертации, а публикации автора с достаточной полнотой передают её содержание.

По диссертации можно сделать несколько замечаний.

1. В литературном обзоре много внимания уделено технологии извлечения и получения иода, достаточно было бы нескольких фраз для общего представления о процессе.

2. Не указано содержание циркония в маточных сбросных растворах.

3. Непонятно, зачем исследовали уголь марки СУФ, если его показатели хуже угля марки ВСК-400.

Указанные замечания не снижают общей ценности диссертационной работы и не влияют на главные её теоретические и практические результаты. Автор доказал, что прекрасно владеет информацией по теме диссертации,

умело пользуется современными методами исследования, делает обоснованные выводы.

Диссертационная работа Н.С. Величкиной соответствует паспорту специальности 05.17.02 – Технология редких, рассеянных и радиоактивных элементов в части Формулы специальности «Создание и совершенствование технологических схем, ресурсо-, энергосбережения, охраны окружающей природной среды в технологии редких и рассеянных элементов», и Области исследования «снижение отходности производств, фиксация отходов в виде малоподвижных, безопасных для окружающей среды соединений или трансформация их в полезные продукты».

Диссертационная работа Н.С. Величкиной представляет собой научно-квалификационную работу, в которой содержится решение научной задачи, имеющей значение для развития технологии получения циркония и гафния ядерной чистоты.

Диссертация соответствует требованиям «Положения о порядке присуждения ученых степеней» (Постановление Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 года № 842), а ее автор – Величкина Наталья Сергеевна заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.17.02 – технология редких, рассеянных и радиоактивных элементов.

Зав. отделом сорбционных технологий
Института химии ДВО РАН,
Доктор химических наук, член-корр. РАН

В.А. Авраменко
26.10.16

690022, г. Владивосток, Пр. 100-летия Владивостока, 159
Тел. 8 914 0695980
Email: avramenko1@yandex.ru

Подпись Авраменко Валентина
Александровича заверяю
Ученый секретарь ИХ ДВО РАН



Д.В. Маринин