

ОТЗЫВ ОФИЦИАЛЬНОГО ОППОНЕНТА
на диссертацию Хейн Пьея
«Извлечение скандия из отходов ММС железо-титано-магнетитов», представленную
на соискание ученой степени кандидата технических наук
по специальности 05.17.02 – Технология редких, рассеянных и радиоактивных
элементов

Наряду с комплексными рудными месторождениями редких металлов, в которых присутствует скандий, в качестве перспективного источника его получения можно рассматривать техногенные отходы добычи и переработки, в составе которых Sc присутствует в виде попутного компонента. Учитывая преимущественно низкие содержания редкометалльных компонентов, в том числе и скандия, в комплексных производственных отходах, наибольший интерес могут представлять прежде всего крупнообъемные вторичные скопления, при переработке которых необходимо не только получать продукты с ценными компонентами, но максимально полно использовать и основной объем техногенного материала, сокращая тем самым его негативное воздействие на природную среду (отторжение земель, загрязнение гидро- и атмосферы и т.д.).

Среди наиболее перспективных для извлечения скандия крупнотоннажных техногенных образований, имеющих предпосылки перейти в разряд техногенных месторождений, в настоящее время позиционируются текущие и лежалые скандийсодержащие хвосты мокрой магнитной сепарации (ММС) Качканарского ГОКа, отрабатывающего Гусевогорское титаномагнетитовое месторождение на Урале. Этих хвостов накоплено более 1 млрд т. Хвостохранилище занимает площадь более 40 Га и ежегодно пополняется примерно 35 млн т свежих отходов. В таком количестве отходов ресурсы скандия превышают 100 тыс т. Скандий заключен в основном в породообразующих минералах – диопсиде и роговой обманке, из которых на 90% состоят отходы обогащения. Его содержание в этих минералах составляет 80-200 г/т, а также в ильмените – 100 г/т. Концентрация скандия в отходах примерно соответствует его содержанию в минералах-носителях и составляет 0,01-0,02%.

Руды Гусевогорского месторождения состоят из титаномагнетита (17,6%), ильменита (0,8%), пироксенов+роговой обманки+хлорита (73,2%), оливина+серпентина (4%), плагиоклаза (4,4%), сульфидов (менее 1%). Обогащение руд Гусевогорского месторождения осуществляется по схеме двухстадийной сухой магнитной сепарации с последующей мокрой магнитной сепарацией концентрата, измельченного до крупности - 0,074 мм. Сходными показателями рудоносности, в том числе скандиевой, характеризуется и Собственно-Качканарское месторождение.

В рудах Гусевогорского и Собственно-Качканарского месторождений были подсчитаны запасы Sc по категории С₂ в количестве соответственно 5,1 тыс.т и 82,1 тыс.т, но при утверждении запасов в ГКЗ они были отнесены к прогнозным ресурсам кат. Р₁ по причине недоизученности техногенных образований Качканарского ГОКа, в том числе и отсутствия рентабельной технологии.

Следует отметить, что существующая в настоящее время технология получения скандия из породообразующих пироксенов высокочрезмерно затратна и требует совершенствования. Существует необходимость не только в повышении технологических показателей, но и в комплексном подходе переработки отходов обогащения ММС. Если вопрос комплексного использования отходов Качканарского ГОКа будет решен положительно, проблема сырьевых источников скандия в России может быть полностью закрыта, поскольку количество скандия, содержащегося только в ежегодно образующихся отходах обогащения (около 3 тыс.т), превышает потребности страны в этом металле.

Диссертационная работа Хейна Пьейна посвящена вопросам оптимизации технологической схемы получения оксида скандия высокой чистоты из отходов обогащения ММС титаномагнетитовых руд Качканарского ГОКа на основе использования промышленных механоактиваторов высокой производительности и разработки вариантов утилизации гипсо-кремниевых остатков, образующихся после выщелачивания скандия. Решение этих вопросов является актуальной задачей и представляет несомненный научный и практический интерес.

Научная новизна

В работе представлено подробное описание комплекса исследований по вскрытию отходов ММС с применением механоактивации и последующим сернокислотным выщелачиванием скандия и других ценных компонентов в раствор. На основе представленного практического материала доказано, что степень извлечения скандия в раствор зависит от степени аморфизации кристаллической структуры силикатной матрицы, представленной диопсидом. Предложен технологический режим сернокислотного выщелачивания, обеспечивающий извлечения скандия ~ 95%. На основании данных рентгенофазового анализа установлен фазовый состав кеков после сернокислотного выщелачивания скандия из аморфизированных хвостов ММС. Показано, что фазы полугидрата сульфата кальция и диопсида с кварцем могут быть разделены водными промывками с получением гипса и силикатной основы для цемента.

Автором обоснован выбор экстрагентов и выявлены оптимальные технологические параметры экстракционного передела: экстракции скандия из сернокислых растворов выщелачивания смесями Д2ЭГФК+сульфат МТАА и Д2ЭГФК+сульфат ТОА и

твердофазной реэкстракции скандия водными растворами $\text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{NaOH}$ с получением черного скандиевого концентрата, содержащего до 8% скандия.

Научная новизна работы заключается в выявлении особенностей и эффективности проведения механоактивации для повышения степени аморфизации кристаллической структуры силикатной матрицы диоксида; обосновании путей оптимизации всех стадий полного цикла переработки отходов ММС титаномагнетитового сырья.

Практическая значимость

Оптимизированная автором технологическая схема комплексной переработки хвостов ММС титаномагнетитовых руд Качканарского ГОКа, включающая механообработку на промышленных активаторах Активатор-500 и МП-5, экстракционную переработку сернокислых растворов выщелачивания с использованием в качестве экстрагента смесей Д2ЭГФК и сульфата МТАА и щелочную обработку кека после сернокислотного выщелачивания скандия из отходов ММС, имеет большую практическую ценность.

Структура и объем работы

Диссертационная работа состоит из введения, литературного обзора, 6 глав, выводов, списка литературы, включающего 142 источника. Работа изложена на 157 страницах машинописного текста, содержит 30 рисунков и 60 таблиц.

Автором в первой главе проведен обзор разработанных гидрометаллургических технологий переработки отходов ММС. Выявлена эффективность использования технологии, разработанной в РХТУ им. Д.И. Менделеева, позволяющая извлекать от 70 до 99% скандия из отходов ММС в раствор на стадии выщелачивания при проведении предварительной механообработки. Отмечена целесообразность применения для экстракционного выделения, очистки от примесей и концентрирования скандия из сернокислых растворов смеси экстрагентов Д2ЭГФК и сульфата МТОА.

Во второй главе автором рассмотрены методы и объекты исследования.

В главе 3 приводится методика исследования процессов механоактивации отходов ММС и сернокислотному выщелачиванию Sc из активированных образцов. По степени аморфизации исследуемых образцов установлены эффективность и режим механоактивации. Полученные автором зависимости позволяют в практических условиях оптимизировать параметры гидрометаллургического процесса и повысить степень извлечения скандия в продуктивный раствор.

В четвертой главе представлены результаты по извлечению скандия из сернокислых растворов смесями Д2ЭГФК и сульфата МТАА или ТОА в толуоле. Автором разработана схема проведения многоступенчатой экстракции с применением

полупротивоточного режима, обеспечивающего степень извлечения скандия более 99,9%. Необходимо отметить большой объем проведенных автором экспериментальных работ, подробный анализ полученных зависимостей и их выражение в уравнениях экстракций и реэкстракции.

Глава 5 посвящена исследованиям по переработке твердого остатка после сернокислотного выщелачивания скандия из отходов ММС. На основании фазового состава кека, полученного методом РФА, автором определены оптимальные условия его переработки с получением продуктов: гипса и кремниевого остатка, пригодного для производства цемента.

В главе 6 приведены результаты экспериментальных исследований по щелочной переработке отходов ММС. Для интенсификации щелочного выщелачивания автором предложено применение ультразвукового воздействия на пульпу. Это привело к снижению времени выщелачивания и повышению извлечения кремния до 35%. На основании комплекса проведенных технологических исследований автором предложен вариант технологической схемы переработки отходов ММС с получением черного скандиевого концентрата и утилизацией твердого остатка.

Выводы автора основаны на большом фактическом материале и не вызывают сомнений. Работа выполнена на высоком теоретическом и экспериментальном уровне.

Научные положения, выносимые на защиту:

1. Оптимизация процесса аморфизации кристаллической структуры отходов ММС с использованием лабораторных и промышленных механоактиваторов высокой производительности.
2. Оптимизация процесса сернокислотного выщелачивания скандия из механоактивированных отходов ММС.
3. Разработка и оптимизация экстракционного выделения, очистки от примесей и концентрирования скандия из сернокислых растворов смесями Д2ЭГФК с сульфатами МТАА и ТАО.
4. Разработка и оптимизация процесса твердофазной реэкстракции скандия из органических экстрактов смесей Д2ЭГФК и сульфата МТАА водными растворами $\text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{NaOH}$ с получением 2-8% ЧСК.
5. Разработка и оптимизация метода щелочной переработки кремниевого остатка кеков сернокислотного выщелачивания скандия из отходов ММС с получением гипса и водных растворов силиката натрия.

6. Оптимизация технологической схемы комплексной переработки отходов ММС с получением 2-8% ЧСК и ликвидных продуктов из кеков выщелачивания: гипса и «жидкого стекла».

Первое и второе защищаемые положения доказаны в третьей главе большим объемом проведенных автором экспериментальных исследований, а также подробным анализом полученных закономерностей.

Третье и четвертое положения в полной мере доказаны в четвертой главе обоснованием выбора эффективных экстрагентов, описанием уравнений экстракции и реэкстракции, использованием дополнительных реагентов с целью очистки от примесей продуктивных растворов.

Разработка и оптимизация метода щелочная переработка кремниевого остатка кеков сернокислотного выщелачивания скандия из отходов ММС с получением гипса и водных растворов силиката натрия доказана в шестой главе посредством построения кинетических кривых выщелачивания кремния растворами NaOH и применением ультразвукового воздействия на пульпу. Предусмотрено доизвлечение Sc дополнительной стадией сернокислотного выщелачивания из кеков, прошедших стадию щелочной обработки.

В шестой главе автор предлагает вариант технологической схемы переработки отходов ММС сернокислотным методом с получением чернового скандиевого концентрата, содержащего до 8% Sc_2O_3 с учетом оптимизации узлов механоактивации отходов ММС, сернокислотного выщелачивания, рационализации числа оборотов рафината экстракции скандия на стадию его сернокислотного выщелачивания из хвостов ММС, совершенствования узла карбонатно-щелочной твердофазной реэкстракции скандия, а также оптимизации щелочной переработки кеков, образующихся после сернокислотного выщелачивания скандия из хвостов ММС.

Достоверность и обоснованность научных положений и результатов работы

Представленные в диссертации научные положения, выводы и рекомендации достаточно аргументированы и подтверждены проведенными исследованиями.

Достоверность и обоснованность результатов диссертации базируется на применении современных методов исследования (ICP, ААС, РФА, спектрофотометрическими и др.), взаимно подтверждающих полученные данные, и использовании приборов, прошедших государственную поверку.

Несмотря на общий достаточно высокий уровень диссертационной работы Хейна Пьейна, необходимо отметить ряд замечаний.

1. Неудачно сформулировано название диссертации:

- непонятно сокращение ММС (рекомендуется расшифровка);

- «железо-титано-магнетиты» - произошло смешение двух понятий: титаномагнетит-минерал, в состав которого априори входит железо. Хотя следует отметить, что в тексте литературного обзора руды названы правильно - титаномагнетитовые.

2. Не обоснованы технологические показатели (соотношения Т:Ж) при выщелачивании и предварительной сульфатизации.

3. Из табл.16 (стр. 69) неясно, данные по переработке каких образцов ММС представлены в таблице.

4. Вызывает сомнения (стр. 50) наличие самостоятельной фазы Sc_2O_3 в составе исходного порошка отходов ММС-III на основании данных РФА.

5. Необходимо уточнить (стр. 86), каким образом осуществлялось разделение фаз и какие методы использовались для определения их составов.

6. В тексте диссертации сказано, что выданы исходные данные для проектирования опытной установки по переработке 10 тыс. т/г отходов ММС. При этом не представлены основные технологические показатели (степень извлечения, выход готовой продукции, расход реагентов, расход электроэнергии и т.д.), необходимые для оценки экономической эффективности использования предложенной технологии.

В работе также имеются незначительные опечатки. Указанные замечания не затрагивают существа выполненной диссертационной работы и не снижают научной и практической ценности выполненного диссертационного исследования.

Результаты работы могут быть рекомендованы для использования при технологической оценке руд и техногенных образований, имеющих силикатную основу и содержащих ценные компоненты (редкие, цветные и благородные металлы) в научных организациях, а также на предприятиях по переработке титаномагнетитового сырья, в частности ОАО «Ванадий» и др.

Основные результаты диссертационной работы опубликованы в 5 печатных трудах, в том числе в 2 статьях в журналах, входящих в перечень ВАК Министерства образования и науки Российской Федерации. Автореферат полностью отражает содержание диссертации.

Заключение о соответствии диссертации критериям «Положения о порядке присуждения ученых степеней»

По своему содержанию диссертационная работа Хейн Пъея соответствует паспорту научной специальности 05.17.02 – Технология редких, рассеянных и радиоактивных элементов в части формулы специальности «Создание и

совершенствование технологических схем, ресурсо-, энергосбережение, охрана окружающей природной среды в технологии редких и радиоактивных элементов» и области исследования «Способы утилизации техногенного и вторичного сырья».

Диссертация Хейн Пьея представляет собой научно-квалификационную работу, в которой изложены научно обоснованные технологические решения по комплексной переработке отходов ММС титаномагнетитовых руд, что является существенным вкладом в обеспечение расширения перспективной ресурсной базы скандия России.

По актуальности, новизне, практической значимости диссертация соответствует требованиям «Положения о присуждении учёных степеней», утвержденного Постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 года № 842 (с изменениями и дополнениями), предъявляемым к диссертациям на соискание ученой степени кандидата наук, а ее автор, Хейн Пьей, заслуживает присуждения ему учёной степени кандидата *технических* наук по специальности 05.17.02 – Технология редких, рассеянных и радиоактивных элементов.

Официальный оппонент,
зав. технологическим отделом, Федеральное государственное бюджетное учреждение «Всероссийский научно-исследовательский институт минерального сырья им. Н.М. Федоровского», кандидат химических наук
119017, Москва, Старомонетный пер. д.31
e-mail: anufrieva.05@mail.ru
тел.: 8(495)951-74-09

Ануфриева Светлана Ивановна

“ 23 ” ноября 2018 г.

