

ОТЗЫВ

официального оппонента, д.т.н., профессора А.В. Невского

на диссертационную работу

Гайдукова Евгения Николаевича

«ЭЛЕКТРОФЛОТАЦИОННОЕ ИЗВЛЕЧЕНИЕ ТРУДНОРАСТВОРИМЫХ СОЕДИНЕНИЙ ЛАНТАНА ИЗ ВОДНЫХ РАСТВОРОВ»,

представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук
по специальности 05.17.03 – Технология электрохимических процессов
и защита от коррозии

Диссертационная работа Гайдукова Е. Н. состоит из введения, литературного обзора, методической части, экспериментальной части, технологической части, заключения, списка литературы из 102 наименования и копий приложенных 2-х актов о проведении производственных испытаний и внедрении предлагаемых автором технологических решений. Работа изложена на 156 страницах машинописного текста, содержит 53 рисунка и 48 таблиц. Диссертационная работа хорошо структурирована, оформление соответствует предъявляемым требованиям.

В результате изучения текстов диссертации, автореферата и опубликованных работ соискателя мною установлено следующее.

Актуальность темы выполненной работы.

Известно, что лантан и его соединения являются чрезвычайно важным сырьём в различных производствах. Оксид лантана широко применяется в производстве высокотехнологичного стекла: при изготовлении линз, призм для кино и фотоаппаратуры, в производстве оборудования для астрономических целей, для нанесения спецпокрытий оконных стёкол; совместно с молибдатом лантана - в электронике для синтеза высокотемпературных сверхпроводников. Хромит лантана используется для производства долговечных высокотемпературных печных нагревателей. Значительный интерес промышленности и электроники вызывает использование соединений лантана в производстве аккумуляторов с твёрдым электролитом (фторид лантана в качестве электролита в паре с металлическим лантаном в качестве анода). Многие специалисты в области химических источников тока видят в них альтернативу другим видам аккумуляторов благодаря высоким характеристикам: удельной энергоёмкости, длительному времени хранения заряда, прочности, долговечности работы. Исключительно важное народнохозяйственное значение имеет использование металлического лантана высокой чистоты в атомной промышленности - в технологии переработки ядерного топлива с целью извлечения плутония. Одновременно с этим, весьма

перспективным методом извлечения из воды с параллельным разделением дисперсной фазы является метод электрической флотации. Он широко применяется в различных отраслях промышленности и постоянно находится в сфере интересов исследователей, работающих в области повышения эффективности производственных процессов и их экологизации. В этой связи тема диссертационной работы Гайдукова Е. Н., посвящённой электрофлотационному извлечению труднорастворимых соединений лантана из водных растворов, является весьма актуальной. Актуальность и значимость проведённого исследования подтверждается также и тем, что работа выполнена при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования РФ в рамках выполнения государственного задания в РХТУ им. Д.И. Менделеева.

Во введении обозначены цель, задачи, объекты, а также основные направления исследований.

В литературном обзоре (глава 1) представлен анализ отечественной и зарубежной литературы по: сферам применения лантана, основным физическим и химическим свойствам лантана и его соединений, методам извлечения труднорастворимых соединений металлов из водных растворов. Проведённая оценка литературных данных позволят автору сделать вывод о целесообразности дальнейшего изучения метода электрофлотации, как положительно зарекомендовавшего себя в практике. При выборе направления исследования автор считает необходимым, наряду с электрофлотацией, применение других методов извлечения труднорастворимых соединений лантана с целью разработки высокоэффективного комбинированного метода. Следует отметить весьма высокий процент цитирования автором современных (после 2010-2015 г.г.) источников литературы.

Во второй главе диссертации содержится описание методик проведения эксперимента. В качестве основного экспериментального оборудования в работе были использованы непроточный лабораторный электрофлотатор трубчатой формы с электродным блоком из нерастворимых оксидных рутениево-титановых анодов и сеточных катодов из нержавеющей стали, а также полупромышленная электрофлотационная установка проточного типа.

Следует отметить, что автор использовал современные аналитические методы контроля для определения значений pH, качественного и количественного состава изучаемых растворов, дисперсных и электрокинетических свойств твёрдой фазы. В этой связи достоверность представленных результатов не вызывает сомнений.

В третьей главе диссертации представлены основные результаты экспериментальных исследований. Экспериментальные данные, полученные в работе автор делит на четыре блока направлений исследования: 1) извлечение труднорастворимых соединений La^{3+} из разбавленных водных растворов электролитов; 2) извлечение труднорастворимых соединений La^{3+} из концентрированных водных растворов электролитов; 3) извлечение и разделение смеси

труднорастворимых соединений La^{3+} и $\text{La}^{3+}/\text{Ce}^{4+}$ из водных растворов в непроточном флотаторе: 4) извлечение и разделение смеси труднорастворимых соединений La^{3+} и Ce^{4+} из водных растворов в проточном флотаторе

Автором установлены закономерности электрофлотационного извлечения труднорастворимых соединений La^{3+} из разбавленных водных растворов (промывных вод) с концентрацией фона 1 г/л. Степень извлечения, в зависимости от фона, составила от 22 до 70% без применения добавок, с применением наиболее эффективных добавок 95 - 98%.

Определены параметры электрофлотационного извлечения труднорастворимых соединений La^{3+} из концентрированных водных растворов (фильтратов) с концентрацией электролита 100 г/л. Степень извлечения, в зависимости от фона, составила 43 - 85% без применения добавок, с применением наиболее эффективных добавок 70 - 97%.

В обоих случаях найдены оптимальные значения pH для извлечения соединений La^{3+} из хлоридных, сульфатных, нитратных систем (pH=10); из карбонатных и оксалатных систем (pH=7-8). Установлена оптимальная объемная плотность тока процесса (0,4 А/л). Определено время извлечения (до 20 минут), в случае растворов с концентрацией нитрата натрия до 300 г/л время обработки возрастает до 40-50 минут.

Установлены закономерности электрофлотационного процесса извлечения и разделения труднорастворимых соединений La^{3+} и Ce^{4+} из различных растворов. В случае использования непроточного режима максимальные коэффициенты разделения $\text{Ce}^{4+}/\text{La}^{3+}$ составили: в сульфатных растворах – 4, в карбонатных – 4,5, в нитратных – 5, в хлоридных – 20. Для проточного режима максимальные коэффициенты разделения составили: в хлоридных растворах – 2,4, в нитратных – 9,4, в сульфатных – 15.

В четвертой главе диссертации на основании проведённых автором исследований проведён анализ полученных результатов и предложены новые технологические решения.

Проведённый нами анализ результатов представленной работы позволяет сделать вывод о том, что в диссертационном исследовании несомненно присутствует состав **научной новизны** и **практической ценности** исследования, полученных результатов, выводов и рекомендаций, сформулированных в диссертации.

Научная новизна работы заключается в следующем. В ходе работы автором установлены новые закономерности электрофлотационного извлечения труднорастворимых соединений La^{3+} из разбавленных и концентрированных водных растворов, определены технологические параметры высокоэффективного процесса электрофлотационного извлечения труднорастворимых соединений лантана из разбавленных и концентрированных водных растворов.

Впервые изучено влияние добавок флокулянтов и ПАВ на интенсификацию

электрофлотационного процесса извлечения дисперсной фазы труднорастворимых соединений лантана различной природы.

Установлены новые технологические параметры процесса разделения соединений лантана и церия методом последовательного электрофлотационного извлечения при различных значениях рН в проточном и непроточном режимах.

Автор впервые обозначил основы технологического решения задачи электрофлотационного извлечения труднорастворимых соединений лантана и селективного электрофлотационного разделения пары церий (IV) – лантан.

Практическая значимость для науки и производства полученных автором диссертации результатов обусловлена разработкой и апробированием: электрофлотационной установки для высокоэффективного извлечения труднорастворимых соединений La^{3+} из водных растворов различной концентрации и природы; электрофлотомембранной установки для селективного извлечения и разделения соединений La^{3+} и Ce^{4+} . Предложены соответствующие технологические схемы высокоэффективных процессов. При этом затраты электроэнергии на проведение процесса извлечения труднорастворимых соединений La^{3+} из водных растворов составили 1-2 кВт·ч/м³.

Степень обоснованности и достоверности научных положений, выводов и практических рекомендаций диссертации.

Все научные положения, выводы и рекомендации диссертации Е.Н. Гайдукова обоснованы, аргументированы и имеют значительную степень достоверности. Выводы и практические рекомендации являются логичным следствием проведенных экспериментальных исследований и имеют лаконичную формулировку.

Сведения о полноте публикаций и апробации результатов работы.

Материалы по теме диссертации опубликованы автором в 21-ой печатной работе, в том числе в 5-ти статьях в журналах, рекомендованных ВАК, при этом три статьи в изданиях, индексируемых международными базами данных Scopus и Web of Science, подана заявка на изобретение. Основные результаты диссертационной работы Е.Н. Гайдукова прошли апробацию на представительных международных и всероссийских конференциях. Публикации в полной мере характеризуют все задачи, решенные автором в ходе диссертационного исследования. Во всех работах, в том числе выполненных в соавторстве, личный вклад автора является определяющим.

Диссертация написана хорошим научным языком. Приведенные в работе выводы

достаточно полны и обоснованы. Автореферат и опубликованные работы в достаточной степени отражают основное содержание диссертации.

По работе имеются **замечания и вопросы**.

1. Проводя научную работу, автору необходимо дать формулировку не только цели, задачам, объекту исследования, но и **предмету** исследования. К сожалению, мы не нашли в диссертации и автореферате определения **предмета** данного исследования.

2. В методической части, к сожалению, отсутствует описание способа и порядка проведения процесса **фильтрования дисперсной фазы**. В этой связи трудно понять смысл используемых терминов "фильтрационная обработка концентрата", "микрофильтрация"... (стр. 41, 56, 63, 65, 67 и др. дисс.).

3. Не ясно, имеет ли место в изучаемых автором процессах только непосредственно стадия электрофлотации, или наблюдается многостадийный процесс: "коагуляция – флокуляция – электрофлотация"? Если стадии "коагуляция – флокуляция" протекают (судя по введению в электрофлотатор в начало процесса натриевой щёлочи, см. рис. 4.4, стр. 138 дисс.), то почему они не описаны в работе?

4. Данный вопрос связан с предыдущим. Известно, что значения величины такого электрокинетического параметра, как ζ -потенциал, обычно, играют существенную роль при исследовании процессов коагуляции - флокуляции, и использование соответствующих реагентов может быть полезным приёмом нейтрализации заряда частиц дисперсной фазы с целью более эффективного их извлечения. Приведённые в табл. 3.6 (стр. 80 дисс.) данные свидетельствуют об отсутствии взаимосвязи между наличием добавок и изменением значения ζ -потенциала. Кроме того, в случае карбонатных растворов, характеризующихся высоким значением ζ -потенциала, автор не предлагает какое-либо средство (добавку-реагент) для снижения заряда частиц и повышения степени их извлечения. Величины ζ -потенциала, на наш взгляд, не являются значимыми и в случае анализа дисперсности взвешенных частиц (табл. 3.12, стр. 93 дисс.). Автор прямо свидетельствует об "ожидаемости" полученных результатов. В таком случае, чем обусловлен смысл экспериментального определения ζ -потенциала в ходе исследования?

5. Проводя анализ дисперсности взвешенных частиц, автор, к сожалению, не использует общепринятые термины для названия размеров частиц (минимальный, максимальный, средний, медианный). В этой связи представляет затруднение понимание таких терминов автора, как "основной размер" (стр. 79 дисс.), "самый большой средний размер" (стр. 92 дисс.).

6. Автор не приводит, на наш взгляд необходимого, описания устройства и принципа действия фильтров в каскаде фильтров Ф1-Ф3 в составе предлагаемой технологической схемы по извлечению La^{3+} из водных растворов (рис. 4.4, стр. 138 дисс.).

7. Требуется пояснения экологическая составляющая предложенных автором технических решений (стр. 138 - 141 дисс.). Не совсем ясно продолжение жизненного цикла разбавленных сточных вод с концентрацией соединений лантана менее 1 мг/л и концентрированных - с концентрацией соединений лантана 1 - 5 мг/л? Предлагает ли автор использовать их повторно в качестве технологической воды (или какой-либо другой) в основном производстве или направлять их на сброс в соответствующие системы водоотведения (с учётом величин допустимых концентраций для соединений лантана, церия, а также ПАВ и других добавок)? О каких конкретно нормах ПДК для ионов лантана идёт речь при описании функционирования предлагаемой технологической схемы (стр. 139 дисс.)?

Сделанные нами замечания и поставленные вопросы не снижают очевидной ценности работы, выполненной на высоком научно-техническом уровне и, несомненно, заслуживающей положительной оценки.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Диссертационная работа **Гайдукова Евгения Николаевича** «**ЭЛЕКТРОФЛОТАЦИОННОЕ ИЗВЛЕЧЕНИЕ ТРУДНОРАСТВОРИМЫХ СОЕДИНЕНИЙ ЛАНТАНА ИЗ ВОДНЫХ РАСТВОРОВ**», представленная к защите на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.17.03 – Технология электрохимических процессов и защита от коррозии, соответствует требованиям п.п. 9-14 «Положения о порядке присуждения ученых степеней» (Постановлении Правительства РФ от 24.09.2013 № 842) к кандидатским диссертациям, так как она *является научно-квалификационной работой, в которой на основании выполненных автором исследований изложены новые научно обоснованные технологические решения по эффективному электрофлотационному извлечению труднорастворимых соединений лантана из водных растворов различного состава для решения производственных задач, очистки сточных вод, что совершенствует производственные электрохимические процессы, снижает техногенную нагрузку на окружающую природную среду и имеет существенное значение для развития страны.*


Диссертационная работа Гайдукова Евгения Николаевича соответствует паспорту специальности 05.17.03 – Технология электрохимических процессов и защита от коррозии в

части п. 9 «Экологические вопросы коррозии, противокоррозионных и электрохимических технологий. Очистка, регенерация, обезвреживание и утилизация отходов электрохимических производств и использование отходов в противокоррозионной технике».

Автор диссертации – **Гайдуков Евгений Николаевич** заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.17.03 – Технология электрохимических процессов и защита от коррозии.

Официальный оппонент:

доктор технических наук, профессор,
профессор кафедры Общей химической
технологии


04.03.19
Невский Александр Владимирович

Федеральное государственное бюджетное
образовательное учреждение высшего
образования «Ивановский государственный
химико-технологический университет»

РФ, 153000, г. Иваново, Шереметевский просп., 7
тел: 8(4932)32-92-41, факс: 8(4932)41-79-95
e-mail: rector@isuct.ru, nevsky@isuct.ru
Internet: www.isuct.ru, www.isuct.ru/eco

Подпись Невского А.В. заверяю:

Углич: секретарь



Колмова Л.В.