

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА
РХТУ 2.6.04 РХТУ им. Д.И. Менделеева
по диссертации на соискание ученой степени кандидата наук

аттестационное дело № 17/22
решение диссертационного совета
от 27.10.22 г. № 6

О присуждении ученой степени кандидата технических наук Вацуре Фёдору Ярославовичу, представившему диссертационную работу на тему «Сорбционное извлечение рения и урана из сернокислых растворов подземного выщелачивания полиметаллического сырья» по научной специальности 2.6.8 Технология редких, рассеянных и радиоактивных элементов.

Принята к защите 8 сентября 2022 года протокол № 5 диссертационным советом РХТУ 2.6.04 федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева».

Состав диссертационного совета утвержден в количестве 14 человек приказом ректора РХТУ им. Д.И. Менделеева № 17 ОД от 03 февраля 2022 г.

Соискатель Вацура Фёдор Ярославович 26 января 1994 года рождения, гражданин Российской Федерации, в 2018 году окончил федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева», диплом серия 107718 номер 0608573, регистрационный номер 84, дата выдачи 26 января 2018 года.

В 2022 году окончил аспирантуру федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева». Справка об обучении выдана Российским химико-технологическим университетом имени Д.И. Менделеева в 2022 году.

В настоящее время работает главным специалистом в научно-исследовательской лаборатории геомеханики и недропользования НИЛ-37 Акционерного общества «Ведущий проектно-изыскательский и научно-исследовательский институт промышленной технологии».

Диссертация выполнена на кафедре технологии редких элементов и наноматериалов на их основе федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева» и в научно-исследовательском отделе технологий, геомеханики и недропользования Акционерного общества «Ведущий проектно-изыскательский и научно-исследовательский институт промышленной технологии».

Научный руководитель – профессор, доктор технических наук, профессор кафедры технологии редких элементов и наноматериалов на их основе федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева» Трошкина Ирина Дмитриевна.

Научный консультант – кандидат технических наук, начальник научно-исследовательского отдела технологий, геомеханики и недропользования Акционерного общества «Ведущий проектно-изыскательский и научно-исследовательский институт промышленной технологии» Головки Валерий Васильевич.

Официальные оппоненты:

Профессор, доктор технических наук Блохин Александр Андреевич – заведующий кафедрой технологии редких элементов и наноматериалов на их основе Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования Санкт-Петербургский государственный технологический институт (технический университет).

Кандидат химических наук Герман Константин Эдуардович – ведущий научный сотрудник лаборатории химии технеция федерального государственного бюджетного

учреждения науки Института физической химии и электрохимии им. А. Н. Фрумкина Российской академии наук.

Ведущая организация – Акционерное общество «Высокотехнологический научно-исследовательский институт неорганических материалов имени академика А.А. Бочвара».

Основные положения и выводы диссертационного исследования в полной мере изложены в 19 научных работах (объем 91 с), опубликованных соискателем, в том числе в 3 публикациях в изданиях, индексируемых в международных базах данных. Результаты работы апробированы на 7 всероссийских и 6 международных научных конференциях и симпозиумах. В публикациях по теме диссертационной работы представлены результаты исследования сорбционных процессов извлечения рения и урана, в частности, при переработке продуктивных растворов подземного выщелачивания урана. Все работы опубликованы в соавторстве. Личный вклад автора составляет 70-75 %, заключается в непосредственном участии в проведении экспериментов, анализе данных, обсуждении полученных результатов и написании текста работ.

Основное содержание диссертации изложено в следующих работах:

1. Трошкина И.Д., Веселова О.А., Вацура Ф.Я., Захарьян С.В., Серикбай А.У. Сорбция рения из сернокислых растворов импрегнатами, содержащими триалкиламин // Известия высших учебных заведений. Цветная металлургия. 2017. № 5. С. 42–49 (*Scopus*).

2. Руденко А.А., Трошкина И.Д., Данилейко В.В., Барабанов О.С., Вацура Ф.Я. Перспективы селективно-опережающего извлечения рения из продуктивных растворов подземного выщелачивания урановых руд месторождения Добровольное // Горные науки и технологии. 2021. Т. 6. Вып. 3. С. 158–169 (*Scopus*).

3. Вацура Ф.Я., Трошкина И.Д., Буланова Д.А. Сорбция урана гелевым сильноосновным анионитом из сернокислых растворов подземного выщелачивания // Химическая промышленность сегодня. 2021. № 6. С. 64–71 (*Chemical Abstracts*).

На диссертацию и автореферат поступили отзывы:

1. Отзыв официального оппонента, доктора технических наук (05.17.02 Технология редких, рассеянных и радиоактивных элементов), профессора, заведующего кафедрой технологии редких элементов и наноматериалов на их основе федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования Санкт-Петербургский государственный технологический институт (технический университет) **Блохина Александра Андреевича**. Отзыв положительный. Имеются замечания:

1. Не в полной мере охарактеризован предлагаемый автором к применению анионит Axionit VPA G2.4, а именно, привиты ли его ионогенные группы к матрице на основе сополимера стирола и дивинилбензола (по аналогии с известным анионитом АМП), или этот анионит представляет собой алкилированный сополимер винилпиридина и дивинилбензола, т. е. типа анионитов ВП-1А или ВП-3А.

2. К сожалению, в табл. 7 не приведены значения полной обменной емкости известных анионитов, с которыми в дальнейшем сравнивается анионит Axionit VPA G2.4 в отношении сорбции урана. Отсутствие таких сведений затрудняет дать ответ на вопрос, какова природа повышенного сродства предлагаемого автором анионита к урану по сравнению с известными анионитами, связано ли оно с его более высокой полной обменной емкостью или все же особенностями строения этого анионита.

3. Не всегда корректно проведена интерпретация ИК-спектров анионита Axionit VPA G2.4, а именно, полоса с максимумом при $905,34 \text{ см}^{-1}$ почему-то приписывается колебаниям « $\text{N}^+(\text{CH}_3)_3$ -групп в сильноосновных анионитах с алифатическими аминогруппами» (табл. 29 и 30), хотя в исследованном анионите такие группы не должны присутствовать, небрежно выполнен рис. 45, на котором приведены ИК-спектры образцов импрегнанта (выбран крайне мелкий шрифт на шкале оси абсцисс и слишком широкий шаг шкалы – 500 см^{-1}), и никак не обсуждено наличие в его спектре полос, соответствующих колебаниям карбоксильных групп.

4. Не вполне уместно называть примесями по отношению к урану хлорид- и сульфат-ионы, концентрация которых в растворах на 1–2 порядка выше концентрации урана.

5. Автор убедительно доказал преимущество анионита Axionit VPA G2.4 над другими известными анионитами, используемыми на практике при извлечении урана из растворов ПВ в экспериментах, проведенных на модельных растворах, но в завершающей части, посвященной опробованию этого анионита при переработке реальных растворов АО «Хиагда», сравнение показателей, достигаемых при сорбционном извлечении урана предлагаемым анионитом и ныне используемым (каким?), отсутствует. Это не позволяет в полной мере оценить целесообразность замены в этой технологии применяемого анионита на новый. К тому же следовало бы учесть ценовой фактор. Несомненно, автор поторопился, и такие данные у него имеются.

6. В тексте диссертации имеются отдельные опiski и неточности. Например, на стр. 21 дважды повторяется одно и то же предложение, на схеме, приведенной на рис. 6, стр. 26, указано, что десорбцию рения проводят 10 %-ным раствором аммиака, а в тексте на следующей странице – 2 %-ным раствором, в литературном обзоре зачастую приводятся наименования марок малоизвестных, по-видимому, экспериментальных анионитов без расшифровки их функциональности.

В заключении указано, что диссертация Вацуры Фёдора Ярославовича соответствует паспорту специальности 2.6.8 Технология редких, рассеянных и радиоактивных элементов в части «Очистка и концентрирование рудных щелоков, газообразных и твердых продуктов разложения рудных концентратов и других видов сырья» и требованиям, установленным Положением о порядке присуждения ученых степеней в федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего образования «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева», предъявляемым к диссертациям на соискание ученой степени кандидата наук, а ее автор, Вацура Фёдор Ярославович, заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.8 Технология редких, рассеянных и радиоактивных элементов.

2. Отзыв официального оппонента, кандидата химических наук (02.00.14 Радиохимия), ведущего научного сотрудника лаборатории химии технеция федерального государственного бюджетного учреждения науки Института физической химии и электрохимии им. А.Н. Фрумкина Российской академии наук **Германа Константина Эдуардовича**. Отзыв положительный. Имеются замечания:

1. Автором установлен факт значительного увеличения емкости по урану при сорбции из продуктивных растворов с низкой температурой. Чем он обусловлен?

2. Из текста диссертации не вполне ясно, какие примеси оказывают наибольшее влияние на сорбцию рения из урансодержащих растворов подземного выщелачивания?

3. Для концентрирования рения автор рекомендует использовать импрегнат с третичным амином. Не приведет ли такой процесс к загрязнению экстрагентом оборотных растворов подземного выщелачивания?

4. Автор рекомендует в качестве носителя импрегната макропористый катионит. Не приведет ли такой выбор носителя к накоплению в импрегнате примесей, присутствующих в растворе подземного выщелачивания в катионной форме?

5. В работе имеются опечатки и технические погрешности: автореферат, с. 9, таблица 4: указана концентрация рения 10 мг/л, а в предыдущем абзаце – 14,7 мг/л; автореферат, рисунок 5: обозначения осей показан мелким шрифтом; рисунок 9: названия операций в блок-схеме плохо видны.

В заключении указано, что диссертация Вацуры Фёдора Ярославовича соответствует паспорту специальности 2.6.8 Технология редких, рассеянных и радиоактивных элементов в части «Очистка и концентрирование рудных щелоков, газообразных и твердых продуктов разложения рудных концентратов и других видов сырья» и требованиям, установленным Положением о порядке присуждения ученых степеней в федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего образования «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева», предъявляемым к диссертациям на соискание ученой степени кандидата наук, а ее автор, Вацура Фёдор Ярославович,

заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.8 Технология редких, рассеянных и радиоактивных элементов.

3. Отзыв ведущей организации, Акционерного общества «Высокотехнологический научно-исследовательский институт неорганических материалов имени академика А.А. Бочвара». Отзыв положительный. Имеются замечания:

1. Предложенная автором последовательность операций сорбционного извлечения рения из ураносодержащих растворов (глава 4), предполагает получение перрената аммония марки AP-1. Обеспечат ли операции двухстадийной сорбции (на слабоосновном анионите и импрегнате К-ТАА) из растворов подземного выщелачивания сложного состава качество перрената аммония по имеющимся техническим условиям?

2. Был ли проведен анализ рения в продуктивных растворах, образующихся при подземном выщелачивании урана руд Хиагдинского рудного поля? В каком диапазоне концентраций варьируется его содержание?

3. Было ли проведено сравнение составов элюата, образующихся при десорбции с гелевого анионита VPA G2.4 и реальной используемой смеси анионитов? Оценивали ли качество получаемого «желтого кека» при использовании выбранного нового анионита?

4. В тексте диссертации не представлен расчет чистого приведенного дохода до 2064 года. Не совсем понятно, учитывалось ли получение рения при расчете?

В заключении указано, что диссертация Вацуры Фёдора Ярославовича соответствует паспорту специальности 2.6.8 Технология редких, рассеянных и радиоактивных элементов в части «Очистка и концентрирование рудных щелоков, газообразных и твердых продуктов разложения рудных концентратов и других видов сырья» и требованиям, установленным Положением о порядке присуждения ученых степеней в федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего образования «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева», предъявляемым к диссертациям на соискание ученой степени кандидата наук, а ее автор, Вацура Фёдор Ярославович, заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.8 Технология редких, рассеянных и радиоактивных элементов. Отзыв рассмотрен и одобрен на заседании НТС научного технологического отделения П-220 Акционерного общества «Высокотехнологический научно-исследовательский институт неорганических материалов имени академика А.А. Бочвара», протокол № 59 от 4 октября 2022. Отзыв подписан кандидатом химических наук, старшим научным сотрудником отдела радиохимических технологий Сафиулиной Алфией Минеровной, утвержден генеральным директором института, кандидатом химических наук Карпюком Леонидом Александровичем.

4. Отзыв на автореферат кандидата технических наук, доцента кафедры «Техники и технологии производства нанопродуктов» федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Гамбовский государственный технический университет» Бураковой Ирины Владимировны. Отзыв положительный. Имеются замечания: В качестве недостатков работы можно указать, что в автореферате отсутствуют ИК-спектры, подтверждающие предположение, выдвинутое в автореферате о том, что сорбция урана и рения происходит по механизму обмена преимущественно комплексного трисульфатоуранилат-иона и перренат-иона с сульфат (бисульфат)-ионом, связанным с катионом пиридиния в анионите Axionit. Также не отражены условия получения импрегнатов с различными полимерными носителями.

5. Отзыв на автореферат кандидата химических наук, старшего научного сотрудника лаборатории химии легких элементов и кластеров федерального государственного бюджетного учреждения науки Института общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова Российской академии наук Копытина Александра Викторовича. Отзыв положительный. Замечаний нет.

6. Отзыв на автореферат доктора геолого-минералогических наук, заместителя генерального директора федерального государственного бюджетного учреждения «Институт минералогии, геохимии и кристаллохимии редких элементов», директора Центра научно-

методического обеспечения геологоразведочных работ на редкометалльные объекты Левченко Елены Николаевны. Отзыв положительный. Имеются замечания:

1. Представленная структура автореферата недостаточно наглядна и понятна. В основных главах раскрывается 5 защищаемых положений, однако, где и какое – не указано и с трудом определяется. Логичнее было бы структуру автореферата сформировать не по задачам, а согласно защищаемым положениям.

2. В главе 2, в которой (предположительно) раскрывается первое защищаемое положение «Сорбционные характеристики пиридиновых анионитов при извлечении рения и урана из сернокислых растворов» отсутствуют характеристики существующих (известных) анионитов, дана только характеристика анионита Axionit VPA G 2.4.

3. В главе 5, где раскрывается два защищаемых положения: «Результаты апробации сорбции рения гелевым анионитом VPA G 2.4 из продуктивных растворов ПВ полиметалльных руд Далматовского месторождения» и «Результаты полупромышленных испытаний на опытной установке сорбции урана гелевым анионитом VPA G 2.4 из продуктивных растворов ПВ полиметалльных руд Хиагдинского рудного поля». Однако, в главе 4 указано, что «для дальнейшей работы по сорбции рения из растворов был выбран другой импрегнат – К-ТАА – на основе слабокислотного катионита, поскольку наличие в нем функциональных групп способствует развитию внутренней структуры, что может снизить потери экстрагента.». Если это так, то не понятно почему апробация сорбции рения из продуктивных растворов ПВ полиметалльных руд Далматовского месторождения проведена гелевым анионитом VPA G 2.4?

7. Отзыв на автореферат кандидата технических наук, ученого секретаря Акционерного общества «Государственный научно-исследовательский и проектный институт редкометаллической промышленности «Гиредмет» имени Н.П. Сажина Нескоромной Елены Анатольевны. Отзыв положительный. Имеется замечание:

1. В качестве замечания можно отметить отсутствие в тексте автореферата сведений по стоимости выявленного в работе гелевого анионита в сравнении с существующими аналогами.

8. Отзыв на автореферат доктора технических наук, профессора кафедры химии и технологии материалов современной энергетики Северского технологического института – Филиала федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ» Софронова Владимира Леонидовича. Отзыв положительный. Имеется замечание:

1. Были ли рассмотрены вопросы стабильности характеристик импрегната К-ТАА и его сравнительной стоимости?

9. Отзыв на автореферат доктора химических наук, начальника научно-исследовательской части Новомосковского института (филиала) федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева» Голубиной Елены Николаевны. Отзыв положительный. Имеются замечания:

1. Табл. 2 с. 7 автореферата. Не совсем ясно, почему для реакции псевдо-первого порядка с увеличением температуры константа скорости увеличивается, а для реакции псевдо-второго порядка снижается. Не понятно, как по уменьшающимся кажущимся константам скорости получено положительное значение энергии активации. Почему автор решил, что реакция псевдо-второго порядка? Различие в коэффициентах корреляции для реакции псевдо-первого и псевдо-второго порядка мало.

2. Вацура Ф.Я. утверждает, что «наибольшая емкость смолы по урану наблюдается при сорбции из растворов имеющих рН от 1,8 до 2 (рисунок 3)» На рис. 3 приведена экстремальная зависимость, появление которой не объяснено.

3. Фраза «по оценке АО «ВНИПИпромтехнологии» чистый приведенный доход до 2064 г. составит 1218,9 млн.руб» очень самонадеянна. Лучше было бы написать «по оценке

АО «ВНИИПромтехнологии» чистый приведенный доход до 2064 г. может составить 1218,9 млн.руб.»

10. Отзыв на автореферат доктора технических наук, профессора кафедры Цветных металлов и золота Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС» Богатыревой Елены Владимировны. Отзыв положительный. Имеются замечания:

1. Рис 1, 2, 3, 7, 8 не содержат сведений о условиях проведения эксперимента.

2. В автореферате отсутствуют сведения об устойчивости импрегната К-ТАА к потере экстрагента. Каков срок эффективной работы импрегната? Проводилась ли сравнительная экономическая оценка сорбционного концентрирования рения импрегнатом К-ТАА и традиционно применяемых способов?

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается их высокой компетентностью, которая подтверждена значительным количеством публикаций в области химии и технологии редких и радиоактивных элементов и позволяет оценить научную и практическую значимость диссертации.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

разработана принципиальная технологическая схема извлечения рения из рафинатов сорбции урана из растворов подземного выщелачивания;

предложены и оптимизированы условия и режимы попутного извлечения рения из низкотемпературных растворов подземного выщелачивания урановых руд сорбцией на новом анионите Axionit VPA G2.4 с пиридиновыми группами;

впервые предложено использовать для вторичного концентрирования рения из оборотных растворов подземного выщелачивания урана импрегнат К-ТАА, совмещающий положительные свойства сорбента и селективность экстрагента – сульфата триалкиламмония;

доказана (кинетическими и динамическими исследованиями) эффективность низкотемпературной сорбции урана для усовершенствования его извлечения из растворов подземного выщелачивания.

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:

изучены закономерности сорбционного извлечения рения и урана из низкотемпературных сернокислых растворов новым гелевым анионитом Axionit VPA G2.4 с пиридиновыми группами, позволяющие расширить границы применимости сорбционного процесса для извлечения урана из природных сырьевых источников и разработки новых ресурсосберегающих методов комплексной переработки полиметаллического сырья;

применительно к проблематике диссертации эффективно использован комплекс экспериментальных методов, обеспечивший получение обладающих новизной результатов повышенной сорбционной емкости по урану нового гелевого анионита Axionit VPA G2.4 с пиридиновыми группами из растворов с температурой 4–8 °С по сравнению с емкостью используемой на практике смеси анионитов на основе смолы АМП;

установлены значения кажущихся энергий активации процессов ионного обмена урана и рения при сорбции новым гелевым анионитом Axionit VPA G2.4 с пиридиновыми группами и поглощения рения импрегнатом-ТАА, позволившие выявить лимитирующие стадии этих процессов.

Значение полученных соискателем результатов исследования для практики подтверждается тем, что:

разработана и апробирована в лабораторном масштабе с использованием продуктивных растворов технологическая схема попутного сорбционного извлечения рения при переработке урансодержащих растворов подземного выщелачивания с концентрированием рения на второй стадии из оборотных растворов импрегнатом на основе третичного амина (К-ТАА). Извлечение рения на стадии сорбции в выбранных условиях составило 92,4 %, Схема рекомендована для проведения опытных испытаний на

продуктивных растворах подземного выщелачивания урана месторождения Добровольное, Акционерное общество «Далур»;

усовершенствована и апробирована в опытно-промышленном масштабе технологическая схема извлечения урана из продуктивных низкотемпературных растворов подземного выщелачивания с использованием нового гелевого анионита Axionit VPA G2.4, показавшего повышение емкости по урану примерно в 3 раза по сравнению с используемой смесью анионитов на основе смолы АМП;

представлены рекомендации и предложения для дальнейшего усовершенствования анионообменной сорбции урана и рения применительно к комплексной переработке полиметаллического сырья.

Оценка достоверности результатов исследования выявила:

экспериментальные результаты получены с использованием современных методов анализа на сертифицированном оборудовании; показана воспроизводимость полученных результатов в различных условиях и их согласованность с опубликованными данными, представленными в независимых источниках по близкой тематике;

идея использования новых отечественных сорбентов для усовершенствования сорбционного извлечения рения и урана из растворов подземного выщелачивания базируется на анализе передового российского и зарубежного опыта комплексной переработки урановых руд;

использованы современные методики сбора и обработки исходной информации, сопоставление с опубликованными в независимых источниках данными авторских результатов для стандартных образцов сравнения;

установлено качественное и количественное совпадение авторских результатов с результатами, представленными в независимых источниках по тематике исследования.

Личный вклад соискателя состоит в: непосредственном участии в постановке цели и задач исследований, нахождении и анализе литературных данных по комплексной переработке продуктивных растворов подземного выщелачивания, в разработке теоретических положений, составлении программ и методик проведения экспериментов, получении исходных экспериментальных данных, оптимизации и разработке отдельных стадий технологической схемы попутного извлечения рения из серноокислых растворов, предварительно прошедших сорбцию урана, создании и монтаже лабораторных установок для изучения сорбции, участии в проведении укрупненных лабораторных и опытно-промышленных испытаний на полигоне подземного выщелачивания (Акционерное общество «Хиагда»), наработке необходимых данных для технико-экономической оценки перехода предприятия на работу с новым сорбентом, подготовке публикаций по выполненной работе.

На заседании диссертационного совета РХТУ 2.6.04 от 27 октября 2022 года принято решение о присуждении ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.8 Технология редких, рассеянных и радиоактивных элементов Вацуре Фёдору Ярославовичу.

Присутствовало на заседании 12 членов совета, в том числе докторов наук по научной специальности, отрасли науки рассматриваемой диссертации 11.

При проведении голосования члены диссертационного совета по вопросу присуждения ученой степени проголосовали:

«за» – 12,

«против» – нет,

«воздержались» – нет.

Председатель диссертационного совета

Ученый секретарь
диссертационного совета

«27» октября 2022 г.



д.т.н., доцент Растунова И.Л.

к.х.н. Боева О.А.