

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА 24.2.383.04, СОЗДАННОГО
НА БАЗЕ ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО БЮДЖЕТНОГО
ОБРАЗОВАТЕЛЬНОГО УЧРЕЖДЕНИЯ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ «САНКТ-
ПЕТЕРБУРГСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ
(ТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ)» МИНИСТЕРСТВА НАУКИ И ВЫСШЕГО
ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ, ПО ДИССЕРТАЦИИ НА
СОИСКАНИЕ УЧЕНОЙ СТЕПЕНИ КАНДИДАТА ТЕХНИЧЕСКИХ НАУК

Аттестационное дело № _____

Решение диссертационного совета от 11.04.2024 г. № 39

О присуждении Пермяковой Наталии Анатольевне, гражданке РФ, ученой степени кандидата технических наук.

Диссертация «Гидрометаллургическая технология стадийного извлечения редких металлов и сопутствующих компонентов из пироксид-монацит-гётитовых руд Чукотского месторождения» по специальности 2.6.8. Технология редких, рассеянных и радиоактивных элементов (технические науки) принята к защите 01 февраля 2024 г. (протокол заседания № 38) диссертационным советом 24.2.383.04, созданным на базе федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Санкт-Петербургский государственный технологический институт (технический университет)» Министерства науки и высшего образования Российской Федерации (190013, Россия, Санкт-Петербург, Московский проспект, дом 24-26/49 литера А), утвержденным приказом Минобрнауки Российской Федерации № 368/нк от 20.12.2018 г.

Соискатель Пермякова Наталия Анатольевна, 1992 года рождения.

В 2015 году соискатель окончила магистратуру в федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего профессионального образования «Московский государственный университет тонких химических технологий имени М.В. Ломоносова». В 2019 году окончила очную аспирантуру в федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего образования «МИРЭА – Российский технологический университет» (Институт тонких химических технологий имени М.В. Ломоносова), в настоящее время работает ведущим специалистом технологического отдела Федерального государственного бюджетного учреждения «Всероссийский научно-

исследовательский институт минерального сырья имени Н.М. Федоровского», Министерство природных ресурсов и экологии Российской Федерации.

Диссертация выполнена в технологическом отделе Федерального государственного бюджетного учреждения «Всероссийский научно-исследовательский институт минерального сырья имени Н.М. Федоровского» (ФГБУ «ВИМС») Министерства природных ресурсов и экологии Российской Федерации.

Научный руководитель – кандидат химических наук Ануфриева Светлана Ивановна, Федеральное государственное бюджетное учреждение «Всероссийский научно-исследовательский институт минерального сырья имени Н.М. Федоровского», технологический отдел, заведующий технологическим отделом.

Официальные оппоненты:

Герасимова Лидия Георгиевна, доктор технических наук, доцент, обособленное подразделение Федерального государственного бюджетного учреждения науки Федерального исследовательского центра «Кольский научный центр Российской академии наук» Институт химии и технологии редких элементов и минерального сырья имени И.В. Тананаева, г. Апатиты, лаборатория химии и технологии сырья тугоплавких редких элементов, главный научный сотрудник;

Нечаев Андрей Валерьевич, кандидат технических наук, Акционерное общество «Группа компаний «Русредмет», генеральный директор
дали положительные отзывы на диссертацию.

Ведущая организация – Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева», г. Москва, в своем положительном отзыве, подписанном Степановым Сергеем Илларионовичем, доктором химических наук, профессором, кафедра технологии редких элементов и наноматериалов на их основе, заведующий кафедрой и Бояринцевым Александром Валентиновичем, кандидатом химических наук, кафедра технологии редких элементов и наноматериалов на их основе, доцент, утвержденном Щербиной Анной Анатольевной, доктором химических наук, проректором по науке Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева», указала, что рассматриваемая диссертация может быть оценена только положительно. По мнению ведущей организации диссертационное исследование по своему научному и техническому уровню соответствует требованиям пп. 9–14 «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденного Постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября

2013 г. № 842, предъявляемым к диссертациям на соискание ученой степени кандидата наук, а ее автор, Пермякова Наталия Анатольевна, заслуживает присуждения ей ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.8. Технология редких, рассеянных и радиоактивных элементов (технические науки). Работа Н.А. Пермяковой может представлять большой интерес для производства.

Установленные индивидуальные природные особенности руд, экспериментально доказанная их необогатимость, наличие разработанной технологии полного цикла (от руды до конечной ликвидной продукции) помогут заинтересованным недропользователям дать компетентную оценку возможности вовлечения чуктуконских руд в промышленное освоение. Разработанные технологические решения (автоклавное азотнокислотное выщелачивание, экстрактивное выщелачивание) являются фундаментальным заделом в технологии переработки комплексных редкометалльно-редкоземельных руд. С результатами работ следует ознакомить научные, учебные и производственные организации (Томский политехнический университет, Уральский федеральный университет им. Первого президента России Б.Н. Ельцина, Санкт-Петербургский горный университет Императрицы Екатерины II, Санкт-Петербургский государственный технологический институт (технический университет), Университет науки и технологий МИСИС, МИРЭА – Российский технологический университет – Институт тонких химических технологий им. М.В. Ломоносова, АО «ГИРЕДМЕТ», АО «ВНИИХТ», ФГБУН «Институт минералогии, геохимии и кристаллохимии редких элементов», ФГБУН «Институт химии и химической технологии СО РАН», ОП ФГБУН ФИЦ «Кольский научный центр РАН» «Институт химии и технологии редких элементов и минерального сырья им. И.В. Тананаева», ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина», АО «Группа компаний «Русредмет», АО «Сибирский химический комбинат», ОАО «Соликамский магниевый завод») с целью развития данных научно-исследовательских направлений.

Соискатель имеет 35 опубликованных работ, в том числе по теме диссертации опубликованы 22 работы, в том числе 2 статьи в научных изданиях, индексируемых в международных базах данных (*Web of Science*, *Scopus*, *Springer*), 4 статьи в рецензируемых журналах по списку ВАК РФ, тезисы 14 докладов на международных и всероссийских конференциях, получен 1 патент. Авторский вклад соискателя заключается в мониторинге научных перспектив в области технологической оценки минерального сырья, выборе методики и методов проведения исследований, сопровождении минералогических исследований с аппроксимацией полученных данных на технологический процесс, в разработке планов экспериментов, проведении

экспериментальных исследований по переработке исследуемых руд обогащательными и химико-металлургическими методами, разработке нового технологического подхода по извлечению ниобия из высокожелезистого фосфорсодержащего сырья (кека автоклавного вскрытия), проведении анализов растворов кислот на содержание в них ниобия и кремния. Автор принимал непосредственное участие в интерпретации результатов исследований и их обобщении, формулировке выводов по работе, написании статей и представлении докладов на конференциях.

Опубликованные работы полностью отражают основные положения диссертационного исследования, в диссертации отсутствуют недостоверные сведения об опубликованных соискателем работах.

Наиболее значимые работы автора по теме диссертации:

1. Пат. 2717421 Российская Федерация, МПК С22В 34/24, 3/06. Способ извлечения ниобия из кеков от выщелачивания комплексного редкометалльного сырья сложного состава / Пермякова Н.А., Цыганкова М.В., Лысакова Е.И.; заявитель и патентообладатель ФГБОУ ВО «МИРЭА – Российский технологический университет». – № 2019142655/19; заявл. 20.12.2019; опубл. 23.03.2020, Бюл. № 9. – 7 с.

2. Пермякова, Н.А. Поведение редкоземельных металлов при гидрометаллургической переработке пирохлор-монацит-гётитовых руд / Н.А. Пермякова, Е.И. Лысакова, С.И. Ануфриева, Е.Г. Лихникевич // Тонкие химические технологии. – 2018. – № 3. – С. 64-71.

3. Пермякова, Н.А. Извлечение ниобия при комплексной переработке пирохлор-монацит-гётитовых руд / Н.А. Пермякова, М.В. Цыганкова, Е.И. Лысакова // Цветные металлы. – 2021. – № 3. – С. 35-41.

4. Лихникевич, Е.Г. Особенности поведения марганца и редкоземельных элементов при гидрометаллургической переработке комплексных редкометалльно-редкоземельных руд / Е.Г. Лихникевич, Н.А. Пермякова, Н.А. Сычева // Разведка и охрана недр. – 2016 г. – № 7. – С. 51-54.

5. Лихникевич, Е.Г. Минералогический прогноз выбора технологий переработки редкометалльных руд / Е.Г. Лихникевич, Е.Г. Ожогина, Н.А. Пермякова // Разведка и охрана недр. – 2021. – № 6. – С. 56-60.

На диссертацию и автореферат отзывы прислали:

1 – Сачков Виктор Иванович, доцент, доктор химических наук, заведующий лабораторией «Лаборатория химических технологий» химического факультета, Медведев Родион Олегович, кандидат технических наук, старший научный сотрудник

«Лаборатория химических технологий» химического факультета Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский Томский государственный университет», г. Томск;

2 – Александрова Татьяна Николаевна, профессор, член-корр. РАН, доктор технических наук, заведующий кафедрой обогащения полезных ископаемых, Афанасова Анастасия Валерьевна, кандидат технических наук, доцент кафедры обогащения полезных ископаемых металлургии ФГБОУ ВО «Санкт-Петербургский горный университет императрицы Екатерины II», г. Санкт-Петербург;

3 – Цурика Андрей Анатольевич, кандидат технических наук, старший мастер опытного цеха ОАО «Соликамский магниевый завод», г. Соликамск;

4 – Сметанников Андрей Филиппович, доктор геолого-минералогических наук, заведующий сектором технологической минералогии «ГИ УрО РАН» – филиала Федерального государственного бюджетного учреждения науки Пермского федерального исследовательского центра Уральского отделения Российской академии наук, г. Пермь;

5 – Макаров Дмитрий Викторович, доктор технических наук, директор Института проблем промышленной экологии Севера – обособленного подразделения ФГБУН ФИЦ «Кольский научный центр РАН», г. Апатиты;

6 – Немчинова Нина Владимировна, профессор, доктор технических наук, заведующая кафедрой металлургии цветных металлов, Бельский Сергей Сергеевич, доцент, кандидат технических наук, доцент кафедры металлургии цветных металлов ФГБОУ ВО «Иркутский национальный исследовательский технический университет», г. Иркутск;

7 – Миненко Владимир Геннадиевич, доктор технических наук, заведующий лабораторией 4.1 ФГБУН Института проблем комплексного освоения недр имени Н.В. Мельникова, г. Москва;

8 – Котова Ольга Борисовна, доктор геолого-минералогических наук, главный научный сотрудник лаборатории технологии минерального сырья, Институт геологии имени академика Н.П. Юшкина Коми научного центра Уральского отделения Российской академии наук – обособленное подразделение ФИЦ Коми НЦ УрО РАН, г. Сыктывкар;

9 – Фоменко Илья Владимирович, кандидат технических наук, генеральный директор ООО «НИЦ «Гидрометаллургия», г. Санкт-Петербург;

10 – Семенов Сергей Александрович, профессор, доктор химических наук, профессор кафедры химии и технологии редких элементов имени К.А. Большакова, Чернышова Оксана Витальевна, кандидат технических наук, доцент кафедры химии и технологии редких элементов имени К.А. Большакова ФГБОУ ВО «МИРЭА – Российский технологический университет» (Институт тонких химических технологий имени М.В. Ломоносова), г. Москва;

11 – Даминов Артем Сергеевич, кандидат технических наук, генеральный директор ООО «Завод редких металлов», р.п. Кольцово (Новосибирская область);

12 – Штойк Сергей Гарриевич, кандидат технических наук, заместитель генерального директора по стратегическому развитию ООО «УК «НОК ГРУПП», г. Красноярск;

13 – Гаджиев Гаджи Рабаданович, кандидат технических наук, главный химик АО «Аксион – редкие и драгоценные металлы», р.п. Андреева (Московская область). Все отзывы положительные.

В отзывах указывается, что диссертационная работа выполнена по актуальной тематике, обладает научной новизной и практической значимостью, в автореферате полностью отражена суть исследования, осуществлено детальное изучение вещественного состава исследуемой руды, проведен широкий спектр экспериментальных исследований по вскрытию пироклор-монацит-гётитовых руд, предложен способ экстрактивного выщелачивания ниобия, разработана гидрометаллургическая технология комплексной переработки руд Чуктуконского месторождения, сделана предварительная оценка экономической целесообразности разработанных технологических решений, проведен глубокий научный анализ полученных результатов, автор работы заслуживает присвоения ему ученой степени кандидата технических наук.

В отзывах содержатся следующие замечания критического характера:

Сачков В.И., Медведев Р.О.

1) Необходимо пояснить, что обусловило использовать для осаждения ниобия раствор аммиака

2) При оценке экономической эффективности учитывали затраты на добычу и подготовку руды? Или оценка велась только на гидрометаллургический передел?

Александрова Т.Н., Афанасова А.В.

3) Первый пункт научной новизны требует уточнений, так как в тексте автореферата нет информации по режимным параметрам при проведении исследований. Какое оборудование и режимные параметры экспериментов были

использованы для установления обогатимости данного типа руд? Также стоит отметить, что данный пункт скорее относится к практической значимости работы, нежели к научной новизне.

4) Какое оборудование и какие методы анализы были использованы для изучения минералогических особенностей сырья и элементного и фазового состава образцов при проведении исследований?

5) Были ли проведены автором теоретические исследования выщелачивания ценных компонентов путем оценки термодинамических параметров реакций выщелачивания?

6) Достаточно большое количество параметров при проведении экспериментальных исследований подразумевает применение методов статистической обработки экспериментальных данных и применения методов планирования эксперимента. Были ли они использованы? Как была оценена погрешность полученных данных?

Цурика А.А.

7) Стр. 11: в приведенной реакции торий образует тетранитрат, поэтому указание тория в одном ряду с редкоземельными металлами, образующими тринитраты, не совсем корректно.

8) Стр. 13: возможно ли заменить при выщелачивании руды азотную на соляную кислоту как более сильную и менее экологически проблемную?

9) Стр. 14-15: оценивались ли потери органического экстрагента ТБФ при его сорбции на нерастворимом осадке – железистом продукте – от экстрактивного выщелачивания?

Макаров Д.В.

10) В автореферате можно было бы кратко рассмотреть переработку фильтрата, содержащего РЗМ и марганец, его дезактивацию и получение товарных продуктов.

Немчинова Н.В., Бельский С.С.

11) Получение какой товарной редкоземельной и марганцевой продукции предполагает разработанная технологическая схема комплексной переработки руд Чуктуконского месторождения?

12) По тексту автореферата не везде раскрыты сокращения и аббревиатуры.

Миненко В.Г.

13) В автореферате не приведены основные закономерности ЭВ ниобия из высокожелезистого кека автоклавного азотнокислотного вскрытия руды в системе $\text{HF-H}_2\text{SO}_4\text{-ТБФ}$, о которых идет речь в положениях, выносимых на защиту

(положение № 3) и в научной новизне («Впервые установлены основные закономерности созэкстракции кремния с ниобием трибутилфосфатом (ТБФ) из фторидно-сульфатных сред в диапазоне концентраций кислот ($0,33 \div 7,43 \text{M HF}$ и $7,04 \div 11,04 \text{M H}_2\text{SO}_4$) при суммарной кислотности 12M и времени контакта фаз 5 мин »).

Котова О.Б.

14) Есть мелкие замечания по тексту, например, не корректна запись с указанием температур (с. 9 и др.) или (с. 12) автор указывает только верхний предел: «увеличение продолжительности выщелачивания с $0,5$ до 2 -х ч повышает степень извлечения РЗМ в раствор до $89\% \text{ TREO}$ », увеличение же величины с XX до XXX, предполагает изменение также с YY до YYY».

Фоменко И.В.

15) Существуют ли обоснования для проведения автоклавного выщелачивания в две стадии (сначала $140-160^\circ\text{C}$, затем $200-220^\circ\text{C}$)? По какой причине нельзя провести процесс в одну стадию при температуре $200-220^\circ\text{C}$?

16) Проводилось ли опробование выбранной схемы на других пробах руд этого же месторождения? Насколько доказана воспроизводимость технологии?

17) Операция обескремнивания ниобийсодержащего кека раскрыта недостаточно полно. В частности, не ясно, как предполагается перерабатывать щелочные растворы обескремнивания перед их сбросом в хвостохранилище.

18) Была ли произведена оценка потерь ТБФ в процессе фильтрации пульпы экстракции ниобийсодержащего кека? Были ли учтены эти потери при определении экономической эффективности технологии?

19) Оценивалась ли категория опасности продуктов и отходов технологии?

Семенов С.А., Чернышова О.В.

20) Все технологические режимы отработаны на исходной пробе руды крупностью $-0,074 \text{ мм}$. Материал с такой крупностью поступает на стадию разложения после обогащения различными методами, в том числе флотацией. Однако в работе указано, что рудный материал не подвергался обогащению. Чем обоснован выбор крупности рудного материала? Проводились ли исследования на пробах руды с другой крупностью?

21) В автореферате не представлены данные щелочного метода переработки руды м. Чуктуконское спеканием с KOH .

22) Чем обусловлен выбор восстановителя (H_2O_2) и его количество ($5 \text{ об.}\%$) на стадии автоклавного выщелачивания?

23) Чем обусловлен выбор экстрагента на стадии экстрактивного выщелачивания? Проводилась ли оценка потерь экстрагента на стадии экстрактивного выщелачивания?

Даминов А.С.

24) Для перевода марганца в кислоторастворимую форму при автоклавном азотнокислотном выщелачивании в качестве восстановителя был выбран пероксид водорода. Оказывает ли влияние добавка пероксида водорода на распределение остальных компонентов между твердой и жидкой фазами?

25) Оборудование из каких конструкционных материалов предлагается использовать в рекомендованном варианте гидрометаллургического передела? Все ли оборудование является стандартным. Все ли оборудование изготавливается в РФ?

Штойк С.Г.

26) В работе представлен достаточно ёмкий материал по индивидуальным особенностям вещественного состава исследуемой руды. Однако, непонятно, был ли изучен гранулометрический состав исходной руды, так как данный фактор является одним из главных, определяющим раскрываемость минералов и возможность обогащения руд. Чем продиктована выбранная для исследований крупность рудной массы (-0,074 мм)?

27) Соискатель экспериментально подтверждает неэффективность применения для исследуемых руд традиционных методов обогащения. Не лишним было бы дополнить данные автореферата апробированными режимами.

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается их широкой известностью своими достижениями в данной отрасли науки, наличием публикаций в соответствующей сфере исследования и способностью определить научную и практическую ценность диссертации.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

разработаны научно-технологические основы вскрытия пироклор-монацит-гётитовых руд азотнокислотным агитационным выщелачиванием при атмосферном давлении и азотнокислотным автоклавным выщелачиванием при повышенном давлении и температуре;

доказано образование фаз нетрадиционного состава (ферритов РЗМ при термохимическом вскрытии руды, оксифосфатов ниобия при сульфатизации руды,

гидроксиферрофосфаты при автоклавном азотнокислотном выщелачивании руды), оказывающих значительное влияние на показатели эффективности процессов вскрытия исходной чуктуконской руды;

определены и научно обоснованы условия экстрактивного выщелачивания ниобия из высокожелезистого ниобийсодержащего сырья: время контакта фаз, концентрация плавиковой и серной кислот, массовое соотношение твердой, водной и органической фаз, органический реагент, температурный режим;

впервые установлены основные закономерности созкстракции кремния с ниобием трибутилфосфатом из фторидно-сульфатных сред в диапазоне концентраций кислот ($0,33 \div 7,43 \text{M HF}$ и $7,04 \div 11,04 \text{M H}_2\text{SO}_4$) при суммарной кислотности 12M и времени контакта фаз 5 мин ;

предложена гидрометаллургическая технология комплексной переработки пирохлор-монацит-гётитовых руд Чуктуконского месторождения на основе автоклавного азотнокислотного и экстрактивного выщелачивания, обеспечивающая получение пентаоксида ниобия металлургического качества, ликвидного железистого продукта, редкоземельной и марганцевой продукции;

получены пентаоксид ниобия, соответствующий требованиям ТУ 1763-019-00545484-2000 и пригодный для выплавки феррониобия марки НБОФ-2, а также железистый продукт ($91,3 \% \text{ Fe}_2\text{O}_3$) для подшихтовки при производстве железорудных окатышей в металлургической отрасли;

введен авторский вариант названия разработанного технологического решения по переработке высокожелезистого ниобийсодержащего сырья – экстрактивное выщелачивание.

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:

изложен новый фактический материал о возможных технологических решениях по переработке сложных комплексных ниобий-редкоземельных руд: результаты экспериментальных исследований по сульфатизации и термохимии латеритных кор выветривания карбонатитов железо-марганцевого состава;

предложен режим кислотного термобарического вскрытия пирохлор-монацит-гётитовых руд, за счет которого достигнута конверсия ценных компонентов чуктуконской руды в технологически оптимальную форму: нитраты редких земель и марганца – в растворе; колумбитизированный пирохлор, труднорастворимые гидроксиферрофосфаты – в твердом остатке;

определены новые экстракционные характеристики кремния в системе HF-H₂SO₄-ТБФ, дополняющие имеющуюся базу данных по его экстракции из фторидно-сульфатных сред;

предложено использование параметра энергоплотности для оценки химической устойчивости слагающих руду минералов;

применительно к проблематике диссертации результативно, с получением обладающих новизной результатов использованы приемы технологической минералогии на основе комплекса физических методов минералогического анализа (рентгенографический фазовый анализ, методы оптической микроскопии, аналитическая электронная микроскопия, рентгеноспектральный энергодисперсионный микроанализ), что позволило определить индивидуальные текстурно-структурные особенности руд, сложный характер взаимоотношения рудных и породообразующих минералов, спрогнозировать их поведение на стадии обогащения и на химико-металлургическом переделе.

Значение полученных соискателем результатов исследования для практики подтверждается тем, что

определены минералого-технологические особенности руд Чуктуконского месторождения, на основании которых руды месторождения отнесены к категории практически необогатимых традиционными методами;

решена проблема радиоактивности руд на технологическом переделе: радионуклиды сконцентрированы в одном продукте передела – в азотнокислом растворе автоклавного вскрытия руд;

разработана на опытно-лабораторном уровне гидрометаллургическая технология стадийного извлечения редких металлов и сопутствующих компонентов из пироклор-монацит-гётитовых руд Чуктуконского месторождения на основе автоклавного и экстрактивного выщелачивания;

проведена сравнительная оценка экономической эффективности разработанных технологических решений с альтернативной технологией, в которой переработка ниобийсодержащего кека осуществлялась традиционным методом спекания с гидроксидом натрия;

внедрены полученные результаты исследований в технологическую часть технико-экономического обоснования временных разведочных кондиций при подсчете запасов месторождения и в экспертную оценку технологических возможностей месторождения, проводимую ООО «ВЭБ Инжиниринг».

Оценка достоверности результатов исследования выявила:

для экспериментальных работ достоверность результатов исследования обеспечена применением надежных аналитических методов, стандартной измерительной аппаратуры, согласованностью полученных результатов и их сопоставлением со справочными и литературными источниками;

теория основана на достоверных и проверяемых данных и в целом соответствует современным представлениям в научной литературе по теме диссертации;

идея базируется на критическом анализе отечественных и зарубежных литературных данных по тематике исследования, учете и обобщении опыта извлечения редких металлов и сопутствующих компонентов из труднообогатимого комплексного редкометалльного сырья;

использованы известные подходы и соответствующие решаемым задачам методы обработки и теоретического анализа экспериментальных результатов;

установлено качественное и количественное совпадение авторских результатов с результатами по близким аналогам материалов, представленными в независимых источниках по данной тематике;

использованы современные методики сбора и анализа исходной информации, методы анализа и стандартизованные методики.

Личный вклад соискателя состоит в проведении поиска и анализа литературы по тематике работы, выполнении исследований по изучению влияния вещественного состава чукуконских руд на технологический передел, выполнении комплекса исследований по переработке исходной руды и продуктов передела с оценкой распределения всех ценных компонентов и расчетом показателей эффективности, разработке гидрометаллургической технологии извлечения РЗМ, ниобия, марганца и железа из кор выветривания карбонатитов пироклор-монацит-гётитового минерального типа, подтверждении экономической эффективности предлагаемой технологии, анализе и обобщении экспериментальных данных, подготовке публикаций. Работа выполнена автором самостоятельно.

В ходе защиты диссертации были высказаны следующие критические замечания:

Федоров Ю.С.

1. Слайд 22. У Вас получается анионный комплекс или нейтральный?

2. После азотнокислотного выщелачивания Вы работали щелочью и у Вас получился пентаоксид ниобия. А здесь указан оксифторид. Как получаете оксифторид ниобия из пентаоксида?

3. Раз у Вас анионный комплекс, то почему вы не использовали амины, аниониты, а использовали именно нейтральный экстрагент?

4. Слайд 25. Вы уверены, что лучше использовать трехфазный аппарат, а не двухфазный: сначала обрабатываете кек водным раствором, а потом проводите отдельно экстракцию? Может быть так эффективнее будет? Вы это сравнивали?

Нечаев А.Ф.

5. Удовлетворите мое любопытство: «стадиальное» – это что? В названии заявлено «стадиальное извлечение». Этот термин закреплён в словарях? Может лучше «стадийное»?

6. Что Вы делаете с ТБФ после экстракции? Куда направляете? После циклов думали что с ним делать? Как вы собираетесь его утилизировать?

Ежовский Ю.К.

7. В заключении Вы пишете, что подтверждена экономическая эффективность. С чем Вы ее сравнивали? Как подтвердили и как рассчитывали? Какие подходы использовали?

Чежина Н.В.

8. Что такое TREO?

9. По ниобию. У вас пирохлор-монацит-гётитовые руды. Гетит – понятно, а пирохлор и монацит – где у Вас ниобий? Ниобий, наверно, находится в структуре пирохлора. А кто еще там сидит? Может быть, редкие земли в качестве целевого компонента? Что такое монацит?

Лопатин С.И.

10. Слайд 13. Приведено содержание в массовых процентах. У меня не получилось 100 %. Там есть что-то еще? Элементы, которые не важны?

11. Радиоактивность с чем связана, с торием?

12. Слайд 16. В нижней рамочке: загрязнение растворов фосфором. Именно фосфором как таковым, или фосфатной составляющей?

13. Слайд 18. Левый верхний рисунок: последовательное повышение температуры. С чем связаны именно такие температуры: 160 и 220 °С, а не 150 и 230 °С? Вы что-то делали между 160 и 220 градусами? Какие-то исследования были?

14. Слайд 19. Таблица с химическим составом. Что такое P_2O_5 , я такого соединения не знаю. Такого соединения нет ни в какой фазе: ни в твердой, ни в жидкой.

Удалов Ю.П.

15. В работе у Вас используется очень много вредных и химически активных компонентов (кислоты и т.д.). Для оценки Вашей технологии важно знать, что у Вас идет в виде сточных вод, что с ними можно сделать? И то же самое с твердой фазой.

16. Когда Вы делаете экстракцию, у Вас плавиковая кислота. Куда потом ее девать?

Потехин В.В.

17. У меня вопрос по технологии. Какую роль в такой сложной компании химических соединений выполняет перекись водорода. Зачем она там нужна?

18. Пероксид водорода может разрушаться под действием других металлов на кислород и воду. Вы доказывали это?

19. Когда мы говорим о технологии, мы оперируем понятием «выход». На слайде представлена технология, с чем ее сравнивали?

20. В масштабе какого аппарата создавалась технология экстрактивного выщелачивания?

Мазур А.С.

21. Скажите, пожалуйста, Вы делали выбор между химическими и техническими науками? Ваша работа по техническим наукам?

Илюшин М.А.

22. Руда содержит естественную радиоактивность, верно? В технологии ничего не сказано, что Вы делали с радиоактивными хвостами. Вы их отделяете, но что с ними делаете дальше? Их ведь так просто не сбросить.

Соискатель Пермякова Н.А. согласилась с замечаниями, ответила на задаваемые ей вопросы и привела собственную аргументацию:

1. Комплекс – нейтральный.

2. Переработка ниобийсодержащего кека получается в несколько стадий: сначала проводим щелочную обработку, т.е. обескремнивание (удаляем кремний и фосфор из кека), а потом кек направляем на стадию экстрактивного выщелачивания (смесь кислот и органический реагент в одном сосуде). Оксифторид ниобия получаем не на стадии щелочной обработки.

3. Мы взяли классический экстрагент, ориентировались на то, что он производится в России, универсальный, с хорошими экстракционными характеристиками.

4. Аппарат разработан на основе разработанной лабораторной системы. Разработанный аппарат не представляет из себя ничего сложного, уровни органической и водной фаз могут быть легко рассчитаны. Это обычный реактор с лопастной мешалкой и лопастями на разных уровнях для хорошего перемешивания, сливные отверстия на границе раздела фаз. Либо можем сливать органическую фазу (как показано на 2-ом варианте), а кислотную и кек отправлять на нутч-фильтр и делить кислоту и твердую фазу.

5. «Стадиальное» извлечение, т.к. в моей технологии задействовано два основных процесса: на первой стадии автоклавное выщелачивание, на второй – экстрактивное. В технологической литературе таким сленгом оперируют. Можно использовать термин и так, и так.

6. ТБФ можно рассматривать в качестве оборотного, в нескольких циклах. Наша дальнейшая задача проверить, сколько циклов он будет держать. Далее – утилизировать. Это предмет дальнейших размышлений. Пока не видятся пути о дальнейшей переработке ТБФ.

7. Подходов было несколько. Во-первых, оценка проводилась на основе расхода реагентов, затрат на оборудование, добычной комплекс, на производственную площадку. Кроме этого, технология сравнивалась с технологией, заложенной в ТЭО временных разведочных кондиций месторождений. По разработанной технологии добились хорошего технологического эффекта.

8. TREO – total rare earth element. Это сумма оксидов редкоземельных металлов или сумма редкоземельных элементов.

9. Все редкоземельные металлы сконцентрированы в монаците и минералах группы крандаллита. Пироксид заточен на ниобий. В руде находился вторичный пироксид, т.е. он разрушенный, прошел в природе несколько стадий выветривания, окисления/восстановления, замещения, аморфизации. У нас был Се-, Sr-, Ва-пироксид. Монацит это фосфат редкоземельных металлов, с ним связана основная радиоактивность.

10. На слайде представлены основные элементы. Имеются другие компоненты, но мы на них не делали акцент. Как правило, их содержания – от сотых, тысячных, десятитысячных процентов.

11. Да, с радионуклидами ториевого ряда.

12. Да, конечно, это фосфатная составляющая.

13. Автоклавное выщелачивание это высокотемпературный процесс. Начинали процесс в мягком режиме, начали с самого нижнего предела – 160 °С. Когда увидели высокие содержания фосфора в растворе, решили поднять температуру и удалось сконцентрировать фосфор в твердой фазе. Снималась последовательно кинетика при повышении температуры. При 220 °С уже получили высокие показатели.

14. P_2O_5 – это не химическое соединение; просто приведен химический состав на оксид фосфора. Корректнее было бы дать химический состав по-элементно.

15. Азотнокислотный раствор идет на экстракционный передел, на котором полученные нитрозные газы потенциально могут быть регенерированы в азотную кислоту. Щелочной фильтрат после обескремнивания можно рассматривать для выделения фосфорсодержащих продуктов (например, тринатрийфосфата), а также можно возвращать в «голову» процесса при переработке кека. Железосодержащий остаток после экстрактивного выщелачивания пригоден для использования в металлургической отрасли в качестве подшихтовки при производстве железорудных окатышей.

16. Планируем кислоту пускать в оборот, а после того, как она не покажет свою функциональность – нейтрализовать и сбрасывать в хвостохранилище.

17. Перокись водорода в минимальных количествах вводится на стадии автоклавного азотнокислотного вскрытия с целью восстановления марганца: переводим марганец из фазы пиролюзита (нерастворимой) в нитратное соединение марганца, которое уже растворимо.

18. Эксперимент проводили в герметично закрытой аппаратуре, где пероксид не разлагается и не летит. Очевидно, получен технологический эффект, она сработала как восстановитель. В системе без перекиси марганец извлекался в раствор всего лишь на шестнадцать процентов.

19. Технологии для данного месторождения ранее не было. Предлагаемые мной технологические решения нигде не применяются в России, не применяется автоклавное выщелачивание для кор выветривания карбонатитов. Экстрактивное выщелачивание – это новый способ, таких технологических подходов в опытно-промышленном масштабе не было. Эта технология рассматривалась как самостоятельная единица.

20. Технология экстрактивного выщелачивания отработывалась в лабораторном масштабе на реакторе из фторопласта литрового объема.

21. Сомнений не было, работа носит чисто техническую направленность.

22. Да, все верно. На стадии автоклавного азотнокислотного вскрытия удалось сконцентрировать всю радиоактивность в растворе. На экстракционном переделе по классическим подходам выделен ториевый кек путем дезактивации нитратом бария и сульфатом натрия.

Диссертация Пермяковой Наталии Анатольевны представляет собой законченную научно-квалификационную работу, которая соответствует критериям, установленным пп. 9-14 Положения о присуждении ученых степеней, утвержденного постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 г. № 842 (с последующими изменениями).

На заседании 11 апреля 2024 года диссертационный совет принял решение за новые научно обоснованные технические и технологические решения и разработки в области создания технологии полного цикла по извлечению стратегически важных и критически зависимых от импорта металлов из коры выветривания карбонатитов, имеющие существенное значение для развития редкометалльной промышленности в Российской Федерации, присудить Н.А. Пермяковой ученую степень кандидата технических наук.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 16 человек, из них 3 доктора наук по специальности 2.6.8. Технология редких, рассеянных и радиоактивных элементов (технические науки), участвовавших в заседании, из 22 человек, входящих в состав совета, проголосовали: за – 15, против – нет, недействительных бюллетеней – 1.

Председатель
диссертационного совета



Чарыков Николай Александрович

Ученый секретарь
диссертационного совета

Фишер Андрей Игоревич

11 апреля 2024 года