

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА ГУ 212.224.03  
ПО ДИССЕРТАЦИИ  
НА СОИСКАНИЕ УЧЕНОЙ СТЕПЕНИ КАНДИДАТА (ДОКТОРА) НАУК

аттестационное дело № \_\_\_\_\_  
решение диссертационного совета от 30.09.2021 № 28

О присуждении Олейнику Ивану Леонидовичу, гражданину Российской Федерации ученой степени кандидата технических наук.

Диссертация «Повышение глубины переработки фосфатного сырья с попутным извлечением редкоземельных металлов» по специальности 05.16.02 Metallургия черных, цветных и редких металлов принята к защите 26.07.2021 г., протокол № 14 диссертационным советом ГУ 212.224.03 федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Санкт-Петербургский горный университет» Минобрнауки России, 199106, Санкт-Петербург, 21-я линия, дом 2, приказ ректора Горного университета от «25» июня 2019 № 836 адм.

Соискатель, Олейник Иван Леонидович, 04.05.1993 года рождения, в 2017 году окончил федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Санкт-Петербургский горный университет» Минобрнауки России и является аспирантом очной формы обучения кафедры физической химии федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Санкт-Петербургский горный университет» Минобрнауки России.

Справка о сданных кандидатских экзаменах получена 10.06.2021 г.

Диссертация выполнена на кафедре физической химии федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Санкт-Петербургский горный университет» Минобрнауки России.

Научный руководитель - доктор технических наук, доцент, **Литвинова Татьяна Евгеньевна**, федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования Санкт-Петербургский горный университет, кафедра физической химии, профессор.

Официальные оппоненты:

**Тойкка Александр Матвеевич**, доктор химических наук, профессор, федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Санкт-Петербургский государственный университет», кафедра химической термодинамики и кинетики, заведующий кафедрой;

**Кириллов Евгений Владимирович**, кандидат технических наук, федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина», кафедра редких металлов и наноматериалов, доцент;

дали положительные отзывы на диссертацию.

Ведущая организация – **федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Санкт-Петербургский государственный технологический институт (технический университет)**, г. Санкт-Петербург в своем положительном отзыве, подписанном Чарыковым Николаем Александровичем, доктором химических наук, профессором кафедры физической химии, Слободовым Александром Арсеньевичем, доктором химических наук, профессором той же кафедры и утверждено Шевчиком Андреем Павловичем, ректором, указала, что тема диссертационной работы актуальна, так как направлена на разработку технических решений, обеспечивающих переработку фосфатного редкоземельного сырья техногенного происхождения, что предполагает попутное выделение редкоземельных металлов при максимально полной переработке техногенных объектов.

Соискатель имеет 2 опубликованные работы, из них в рецензируемых научных изданиях опубликовано 2 работы, в том числе 2 – в изданиях,

входящих в международную базу данных и систему цитирования Scopus. Подана 1 заявка на патент.

Общий объем – 1 печатный лист, в том числе 0,52 печатных листов – соискателя.

*Публикации в изданиях, входящих в международную базу данных и систему цитирования Scopus:*

1. Denis Lutskiy, Tatiana Litvinova, Ivan Olejnik and Igor Fialkovskiy Effect of anion composition on the extraction of cerium (III) and yttrium (III) by oleic acid. ARPN Journal of Engineering and Applied Sciences. – May 2018. - Volume 13. - PP. 3152-3161. - URL:[http://www.arpnjournals.org/jeas/research\\_papers/rp\\_2018/jeas\\_0518\\_7043.pdf](http://www.arpnjournals.org/jeas/research_papers/rp_2018/jeas_0518_7043.pdf) (date of request: 24.06.2021).

*Соискателем проведены экспериментальные исследования и обработаны данные по влиянию анионного состава на межфазные равновесия.*

2. Litvinova Tatiana, Oleynik Ivan and Denis Lutskiy. Thermodynamic justification of the extraction of rare-earth metals during the carbonate conversion of secondary phosphate raw materials. ARPN Journal of Engineering and Applied Sciences. – December 2020. - Volume 15. - PP. 2919-2924. - URL:[http://www.arpnjournals.org/jeas/research\\_papers/rp\\_2020/jeas\\_1220\\_8435.pdf](http://www.arpnjournals.org/jeas/research_papers/rp_2020/jeas_1220_8435.pdf) (date of request: 24.06.2021).

*Соискателем обобщены и проанализированы литературные данные по константам нестойкости карбонатных комплексов РЗМ, составлены методики и выполнены необходимые расчёты.*

*Патенты:*

1. Заявка на изобретение «Способ комплексной переработки фосфогипса» / И.Л. Олейник, И.Т. Жадовский, С.А. Герасев, Т.Е. Литвинова. Регистрационный номер 2021117361 от 16.06.2021; заявитель федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования "Санкт-Петербургский горный университет".

*Соискателем разработан способ извлечения РЗМ из фосфогипса при его комплексной переработке.*

Апробация работы проведена на научно-практических мероприятиях с докладами:

1. XVI International Forum-Contest of Students and Young Researchers «Topical Issues of Rational Use of Natural Resources» (г. Санкт-Петербург, 2020 г.). Тема доклада: Thermodynamic explanation of the carbonization process of rare-earth metal phosphates.

16 Международная конкурс-конференция студентов и молодых ученых «Актуальные проблемы недропользования» (г. Санкт-Петербург, 2020 г.). Тема доклада: Термодинамическое обоснование процесса карбонизации фосфатов редкоземельных металлов.

2. V Всероссийская студенческая конференция с международным участием, посвященной Международному году Периодической таблицы химических элементов. Санкт-Петербург (г. Санкт-Петербург, 2019 г.). Тема доклада: Исследование растворимости фосфата церия в карбонатах аммония и щелочных металлов.

3. 58 Konferencija Studenckich Kol Naukowych Pionu Gorniczego 7 grudnia (г. Краков, Польша, 2017 г.). Тема доклада: Methods of utilization of phosphogypse.

58 Конференция студенческих научных ассоциаций горного дела (г. Краков, Польша, 2017 г.). Тема доклада: Способы утилизации фосфогипса.

В диссертации Олейника Ивана Леонидовича отсутствуют недостоверные сведения об опубликованных соискателем работах, в которых изложены основные научные результаты диссертации.

На диссертацию и автореферат поступили отзывы от: **В.А. Маслбоева**, д.т.н., старшего научного сотрудника, научного руководителя Института проблем промышленной экологии Севера, советника руководителя ФИЦ Кольский научный центр РАН; **М.В. Успенской**, д.т.н., профессора, директора НОЦ «БиоИнженерии»

ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский университет ИТМО»; **М.И. Калашниковой**, д.т.н., заведующей лабораторией гидрометаллургии ООО «Институт Гипроникель»; **С.В. Жукова**, к.т.н., заместителя руководителя НИЦ АО «ГК «Русредмет»; **А.В. Чуба**, д.т.н., пенсионера.

В отзывах дана положительная оценка проведенных исследований, отмечена актуальность выбранной темы, большая практическая значимость работы и профессиональный подход к решению поставленных задач, однако имеется ряд замечаний:

- автору может быть рекомендовано расширить номенклатуру изученных соединений лантаноидов и более детально исследовать процессы конверсии фосфатов РЗМ в малорастворимые карбонаты и гидроксиды (д.т.н. **В.А. Маслобоев**);

- полученные значения энергии активации могут указывать на смешанную область, в которой лимитирующей стадией может быть как диффузия, так и собственно химическое взаимодействие, включая конкурирующие реакции (д.т.н. **В.А. Маслобоев**);

- каково, по мнению автора, распределение по продуктам карбонатной конверсии фосфогипса других элементов, в нем содержащихся? (д.т.н. **В.А. Маслобоев**);

- следовало бы более детально проработать вопрос оборота карбонатных растворов и возможности утилизации углекислого газа, исходя из климатических ограничений (д.т.н. **В.А. Маслобоев**);

- поскольку фосфогипс содержит остаточное количество фосфорной кислоты, следовало бы изучить влияние кислотности пульпы на степень извлечения в раствор иттрия и лантаноидов (д.т.н. **В.А. Маслобоев**);

- по какой причине автор не приводит результаты исследования состава и структуры синтетических препаратов фосфатов РЗМ? (д.т.н. **М.В. Успенская**);

- как будет влиять изменение кислотности раствора на извлечение РЗМ в раствор и замена карбонат-иона на гидрокарбонат? (д.т.н. **М.В. Успенская**);

- термодинамический расчет показывает возможность образования карбонатов или гидроксидов лантаноидов. Эти вещества являются побочным или промежуточным продуктом? (д.т.н. **М.В. Успенская**);

- рассмотрена ли возможность сорбции карбонатов РЗМ на поверхности карбоната кальция, особенно в предположении получения мелкодисперсного осадка с достаточно развитой поверхностью? (д.т.н. **М.В. Успенская**);

- влияние концентрации карбоната калия представлено в работе при его существенном избытке. Проведены ли исследования при более низких концентрациях карбоната, включая стехиометрические соотношения? (д.т.н. **М.И. Калашникова**);

- Очень обобщенно описан процесс извлечения соединений РЗМ из получаемых сульфатно-карбонатных растворов. Непонятно, выполнялось ли экспериментальное тестирование предложенных способов (д.т.н. **М.И. Калашникова**);

- Автор не проводил углубленное исследование причин отличия кинетических показателей для церия от иттрия и других лантаноидов, что могло бы быть весьма интересным с научной точки зрения (д.т.н. **М.И. Калашникова**);

- требуется ли корректировка параметров конверсии фосфогипса с целью извлечения лантаноидов? Не повлечет ли попутное извлечение РЗМ необходимость разбавления пульпы и, соответственно, увеличения объема оборудования? Делалась ли укрупненная оценка экономической эффективности предложенной технологии? (д.т.н. **М.И. Калашникова**);

- есть ряд мелких замечаний, связанных с опечатками и неточностями, например: в реакции (4) допущена опечатка:  $\text{Ln}_2(\text{CO}_4)_3$  вместо  $\text{Ln}_2(\text{CO}_3)_3$ ; отношение Ж:Т характеризует содержание твердого в пульпе и нужно для

оценки объемов реакционного оборудования. В данном случае это отношение используется для отношения количества раствора к массе конкретных фазовых составляющих в твердом, что не совсем точно; в подписи к рисунку 5 не указано, для какого из РЗМ построены кривые; на рисунке 5 а) и б) в легенде 5 температур, а кривых только 3 (д.т.н. **М.И. Калашникова**);

- не проведена оценка перехода лимитирующей стадии в область внутренней диффузии из-за образования малорастворимого продукта – карбоната кальция (к.т.н. **С.В. Жуков**);

- не рассмотрены равновесия с участием других неорганических анионов, способных образовывать растворимые комплексы с РЗМ, и присутствующих в составе фосфогипса, например, сульфат-иона или избытка фосфата (к.т.н. **С.В. Жуков**);

- не исследовано влияние гранулометрического состава на растворимость фосфата РЗМ (к.т.н. **С.В. Жуков**);

- не установлено поведение кремния и фосфора при карбонатном выщелачивании фосфогипса (к.т.н. **Жуков С.В.**);

- по какой причине исследования выполнены в среде карбоната калия? (д.т.н. **А.В. Чуб**);

- насколько востребован искусственный мел в сравнении с очищенным гипсом, который предлагается получать при реализации других вариантов переработки фосфогипса (например, проект «Скайград») (д.т.н. **А.В. Чуб**);

- какие экономические оценки были выполнены в процессе работы, или это предполагается сделать на этапе пилотных испытаний? (д.т.н. **А.В. Чуб**);

- из текста работы неясно о масштабах проводимых исследований и составе оборудования. Были ли проведены испытания в условиях приближенным к промышленным или это лишь лабораторная разработка? (д.т.н. **А.В. Чуб**)

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается наличием исследований и публикаций по теме диссертации и

их компетентностью в области теории и практики извлечения и разделения редкоземельных металлов.

**Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:**

**разработана** научная концепция комплексной переработки фосфогипса с попутным извлечением соединений редкоземельных металлов и получением продукции общетехнического назначения – сульфата щелочного металла (аммония) и химически осажденного карбоната кальция;

**предложена** научная гипотеза о влиянии комплексообразования РЗМ с неорганическими лигандами на процессы карбонатной конверсии малорастворимых соединений иттрия и лантаноидов;

**доказана** перспективность использования новых идей при разработке ресурсосберегающих технических решений, обеспечивающих эффективное извлечение и разделение редкоземельных элементов, обеспечивающих, в перспективе, решение задачи импортозамещения соединений редкоземельных металлов;

**введен** новый подход к переработке техногенных отходов, основанный на образовании прочных растворимых комплексов лантаноидов с «мягкими» кислотами по Пирсону в качестве лигандов;

**Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:**

**доказаны** теоретические предположения, вносящие вклад в расширение представлений об изучаемом материале, расширяющие границы применимости полученных результатов.

**применительно к проблематике диссертации результативно использован** комплекс существующих базовых методов исследования гетерогенных реакций выщелачивания и экстракции, в том числе с применением сочетания численных методов и экспериментальных методик исследования состава растворов и химизма процессов, протекающих при карбонатном разложении фосфатного редкоземельного сырья.



**изложены** применение положений теории влияния природы аниона, тенденции выбора реагента согласно составу водного раствора и «жесткости» неорганического аниона-лиганда; описано влияние «жестких» оснований по Пирсону на выщелачивание фосфатного сырья;

**раскрыты** существенные проявления теории влияния природы аниона во взаимосвязи между значением эффективной энергии Гиббса процесса извлечения редких и редкоземельных металлов из фосфатного сырья;

**изучены** химизм, закономерности извлечения редких и редкоземельных металлов; установлено, что процесс кинетически ограничен процессом диффузии и носит сложный многостадийный характер;

**проведена модернизация** алгоритмов расчета эффективных констант равновесия и энергии Гиббса процессов сольватации, ионно-молекулярного состава многокомпонентных водных растворов сложного солевого состава; определены принципиальные направления модернизации технических решений, применяемых на разных стадиях обращения с РЗМ, с целью расширения сырьевой базы за счет включения в переработку низкокачественного природного и техногенного сырья и извлечения РЗМ в качестве попутных компонентов.

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

**разработаны и внедрены** на лабораторном уровне технические решения, обеспечивающие попутное извлечение соединений редкоземельных металлов при переработке вторичного фосфатного сырья;

**определена** последовательность технологических операций попутного извлечения соединений РЗМ при карбонатной конверсии фосфогипса на карбонат кальция и сульфат щелочного металла (аммония);

**создана** система практических рекомендаций, применимых для вовлечения в переработку фосфатно-сульфатного минерального РЗМ-содержащего сырья природного и техногенного происхождения;

**представлены** методические рекомендации и предложения по дальнейшему совершенствованию метода попутного извлечения соединений РЗМ при комплексной переработке фосфатного минерального РЗМ-содержащего сырья природного и техногенного происхождения.

**Оценка достоверности результатов исследования выявила:**

для экспериментальных работ результаты получены на сертифицированном оборудовании, обоснованы калибровки, показана воспроизводимость результатов исследования;

теория построена на известных, проверяемых данных, фактах, согласуется с опубликованными экспериментальными данными по теме диссертации, в том числе по смежным областям (физическая химия, химическая термодинамика и кинетика, коллоидная химия);

**идея базируется** на анализе практики, обобщении передового опыта;

**использованы** сравнение авторских данных и данных, полученных ранее по рассматриваемой тематике;

**установлено** качественное и количественное совпадение авторских результатов с результатами, представленными в независимых источниках по данной тематике, в тех случаях, когда такое сравнение является обоснованным;

**использованы** современные методики сбора и обработки исходной информации, представительные выборочные совокупности с обоснованием подбора объектов (единиц) наблюдения и измерения.

Личный вклад соискателя состоит во включенном участии на всех этапах исследований, непосредственном участии соискателя в получении исходных данных и научных экспериментах, личном участии в апробации результатов исследования, разработка экспериментальных стендов и установок выполненных лично автором или при участии автора, обработка и интерпретация экспериментальных данных, выполненных лично автором или при участии автора, подготовка публикаций по выполненной работе,

формировании цели, идеи, задачи, основных защищаемых положений и выводов.

В ходе защиты диссертации критических замечаний высказано не было. Соискатель ответил на задаваемые ему в ходе заседания вопросы и привел собственную аргументацию.

На заседании 30.09.2021 года диссертационный совет принял решение присудить Олейнику И.Л. ученую степень кандидата технических наук за решение важной научной задачи повышения глубины переработки рудного сырья за счет извлечения ценных компонентов и переработки отходов производства.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 15 человек, из них 7 докторов наук (по научной специальности рассматриваемой диссертации), участвовавших в заседании, из 21 человека, входящих в состав совета, дополнительно введены на разовую защиту – нет, проголосовали: за – 15, против – нет, недействительных бюллетеней – нет.

Председатель  
диссертационного совета



Ученый секретарь  
диссертационного совета

Сизяков Виктор Михайлович

Бодуэн Анна Ярославовна

30.09.2021 г.