

ПРОТОКОЛ № 6 от 06.06.2017 г.

заседания Ученого совета

Федерального государственного бюджетного учреждения науки
Института химии и технологии редких элементов и минерального сырья им. И.В.Тананаева
Кольского научного центра Российской академии наук

6 июня 2017 г.

Председатель – и.о. директора института,
к.т.н. Громов П.Б.

Секретарь – ученый секретарь института,
к.т.н. Васильева Т.Н.

Присутствовали члены ученого совета:

чл.-корр., д.т.н. Николаев А.И., д.т.н.

Герасимова Л.Г., к.т.н. Громов О.Г., д.т.н.

Иваненко В.И., д.т.н. Палатников М.Н.,

д.х.н. Печенюк С.И., д.ф.-м.н. Сидоров

Н.В., д.т.н. Матвеев В.А., д.х.н. Гришин

Н.Н., д.т.н. Орлов В.М., к.т.н. Кузьмич

Ю.В., к.т.н. Васильева Т.Н., д.х.н. Калинин

А.М., к.х.н. Семушин В.В., к.т.н. Суворова

О.В., к.т.н. Домонов Д.П.

Приглашены: д.г.-м.н. Иванюк Г.Ю., к.г.-
м.н. Селиванова Е.А.

ПОВЕСТКА ДНЯ:

1. Рассмотрение диссертационной работы м.н.с. Института химии и технологии редких элементов и минерального сырья им. И.В.Тананаева Кольского научного центра Российской академии наук (ИХТРЭМС КНЦ РАН) Мудрук Натальи Владимировны «Закономерности экстракции тантала, ниобия и сурьмы из фторидных растворов», представляемой на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.02 – Metallургия черных, цветных и редких металлов.

Докл. Мудрук Н.В.

1. СЛУШАЛИ: Рассмотрение диссертационной работы м.н.с. Мудрук Натальи Владимировны «Закономерности экстракции тантала, ниобия и сурьмы из фторидных растворов», представляемой на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.02 – Metallургия черных, цветных и редких металлов.

Докл. Мудрук Н.В.

Рецензенты: к.т.н. Скиба Г.С., к.т.н. Маслобоева С.М.

В обсуждении диссертационной работы приняли участие: чл.-корр., д.т.н. Николаев А.И., к.т.н. Громов П.Б., д.т.н. Палатников М.Н., д.ф.-м.н. Сидоров Н.В., д.т.н. Орлов В.М., к.т.н. Васильева Т.Н., д.т.н. Колосов В.Н., д.х.н. Калинин А.М., д.т.н. Маслова М.В.

В ходе обсуждения были заданы следующие вопросы:

д.т.н. Палатников М.Н.: В чем принципиальная разница вашей работы и работ, проведенных ранее (система октанол-тантал)?

Мудрук Н.В.: Работ, касающихся именно очистки от сурьмы, нет, но существуют работы, где проводится очистка от различных примесей и в заключении делается спектральный анализ полученных образцов, где дается состав по широкому спектру примесей, в том числе и по сурьме. Но в этих работах не приводится содержание сурьмы в первоначальных растворах или исследуемых соединениях, поэтому сложно говорить об очистке от данной примеси – т.к. содержание сурьмы в этих случаях могло быть таким же и в исходных растворах и соединениях.

д.т.н. Орлов В.М.: В чем отличие вашей работы от работ Майорова В.Г.? В чем смысл введения РЗЭ? Нет экспериментальных данных экстракции тантала. Что нового внесли в очистку растворов от сурьмы?

Мудрук Н.В.: Ранее в работах Майорова В.Г. была проведена оценка извлечений 15-ти примесей из раствора конкретного состава. Были получены коэффициенты распределения для сурьмы (для данного раствора). Но чтобы изучить, какими способами может быть удалена сурьма из растворов различного состава, необходимо было изучить именно закономерности ее экстракции из фторидных растворов при варьировании различных факторов, влияющих на экстракцию – содержания кислот, соотношения объемов фаз, вида экстрагента. Также до нашей работы не было проведено очистки от примеси сурьмы, а только получены значения ее извлечений и коэффициента распределения для раствора определенного состава.

С корректировкой содержания свободной HF в растворах посредством добавления хлоридов РЗЭ мы проводили поисковые опыты. Из откорректированных таким способом растворов затем проводили экстракцию изучаемых элементов и определяли влияние содержания свободной HF на их извлечения и разделение.

Из-за ограничений по времени, к сожалению, я не добавила зависимости по отделению тантала от двух других элементов, только озвучила полученные оптимальные условия, найденные нами для данной операции. Я отредактирую свой доклад в этом отношении.

Новизна в том, что ранее не была изучена возможность экстракции сурьмы из фторидных растворов – литературных данных, помимо уже упомянутой работы Майорова В.Г., было очень мало, и в них упоминалось к тому же, что сурьма плохо экстрагируется из фторидных растворов. Полученные данные по экстракции сурьмы из модельных индивидуальных растворов позволили опровергнуть эти данные. Изучение экстракции элементов из коллективных модельных и технологических растворов позволило определить составы растворов и условия экстракции, которые наиболее пригодны для очистки тантала и ниобия от примеси сурьмы. С учетом наших данных становится возможна корректировка технологических растворов от переработки различных видов сырья и техногенных продуктов для наиболее эффективного разделения тантала и ниобия и их попутной очистки от примеси сурьмы. Как показали пилотные испытания, в данном режиме могут быть получены продукты, где содержания остальных примесей так же находятся на уровне порядка 1 ppm.

д.х.н. Калинин А.М.: На четвертом слайде 2 и 3 спектр – это спектры, снятые на одном и том же растворе? Почему в спектре 3 сигналы только от $[SbF_6]^-$? Нет уравнений равновесий – были попытки описания экстракционных равновесий? По второму слайду, в цели работы указано «...нетрадиционного бедного и богатого сырья...». Какого именно сырья? Примеры?

Мудрук Н.В.: Это спектры, снятые на различных растворах, спектр 2 – из раствора с минимальным содержанием свободной HF, в котором видны сигналы от низших по фтору форм, которые образует сурьма, а спектр 3 получен из раствора с высоким содержанием

свободной HF и в данном спектре мы видим лишь сигнал от комплекса с шестью атомами фтора. Описание различного сырья приведено в диссертации – описана возможность нахождения сурьмы в богатом и бедном редкометалльном сырье, а также во вторичном – техногенных продуктах.

д.ф.-м.н. Сидоров Н.В.: Замечание по названию. Может быть заменить «Закономерности экстракции...» на «Экстракция...»?

Мудрук Н.В.: Спасибо за замечание, мы обязательно подумаем про формулировку названия.

д.т.н. Матвеев В.А.: Вопрос по сырью – почему нет описания сырья в автореферате? И почему проводится экстракция из фторидных растворов? В автореферате это не обосновано.

Мудрук Н.В.: Из-за ограничений по объему автореферата описание сырья в нем не приводилось. Экстракцию ведут из фторидных растворов, т.к. именно в данных растворах комплексообразование элементов таково, что позволяет извлечь образованные комплексы нейтральными кислород-содержащими экстрагентами, к которым относятся использованные нами трибутилфосфат и октанол. Я внесу исправления в автореферат.

к.т.н. Васильева Т.Н.: Диаграмма извлечения на слайде 16 абстрактна.

Мудрук Н.В.: Спасибо за замечание, я внесу изменения в доклад и презентацию.

д.т.н. Колосов В.Н.: В третьем выводе опечатка.

Мудрук Н.В.: Да, действительно, должно быть указано « $10^{-4}\%$ », а не « $10^{-3}\%$ », я исправлю данную опечатку.

д.т.н. Орлов В.М.: Когда начата данная работа?

Мудрук Н.В.: Работа начата в 2009-ом году.

д.ф.-м.н. Сидоров Н.В.: Необходимо подработать выводы.

Мудрук Н.В.: Спасибо за замечание, будут внесены исправления.

к.т.н. Громов П.Б.: Изучали ли до вас связывание фторид-иона путем добавления хлоридов РЗЭ? Есть ли в диссертации экстракционные каскады?

Мудрук Н.В.: Ранее подобные исследования не проводились. Схемы экстракционных каскадов в работе не приводятся.

д.т.н. Палатников М.Н.: Зачем вводили такое количество сурьмы в модельных растворах?

Мудрук Н.В.: Чтобы изучить возможность очистки от микропримеси сурьмы, вначале необходимо было изучить ее извлечение из растворов, где она содержалась бы в больших концентрациях. Нами были с этой целью изучены индивидуальные и коллективные (с танталом и ниобием) модельные растворы, в которых сурьма содержалась в различных концентрациях – от 0.005 до 25г/л. В технологических растворах, на которых были проведены модельные испытания, порядок содержания сурьмы также оказался велик – около 1-5г/л по оксиду сурьмы.

д.т.н. Маслова М.В.: У вас в работе рассмотрено два экстрагента, какой из них рекомендуете?

Мудрук Н.В.: Рекомендовать можно оба экстрагента, т.к. провести разделение и очистку оказалось возможным с использованием обоих. Различия лишь в том, что каждый имеет свои преимущества и недостатки. К примеру, ТБФ дает более высокие извлечения

элементов и, соответственно, меньшие значения для количества ступеней на стадиях экстракции, и, как следствие, меньший расход экстрагента. Но в отличие от ОКЛ он разрушается со временем и его необходимо чаще менять, к тому же цена на него выше. В итоге выбор экстрагента будет зависеть от возможностей и целей производителя.

к.т.н. Васильева Т.Н.: Какова природа этого явления при введении фторида аммония? Это известный эффект?

Мудрук Н.В.: При добавлении фторида аммония он связывает свободную HF в растворе в бифторид-фторид аммония. То, что при этом извлечение ниобия падает в следствие образования неэкстрагируемых комплексов – факт известный, а то, что не снижается извлечение сурьмы – то различие в химических свойствах данных элементов, которое было обнаружено и использовано нами для изобретения более эффективного способа очистки ниобия от сурьмы.

Рецензии:

к.т.н. Скиба Г.С.: В рецензии дан положительный отзыв о диссертации и предложено рекомендовать работу для рассмотрения на диссертационном совете.

Замечания по диссертационной работе:

1. Вызывает сомнение, что ссылка 8 (с. 6) обосновывает необходимость очистки ниобия от примесей.
2. С. 32 в табл.1.5 указываются примеси Na и K, но у нас спектральным методом они не определяются.
3. С. 29. Кажется, более логичным в литературном обзоре раздел по получению высокочистых соединений поставить в конец главы либо изменить его название.
4. С. 42. Название раздела 1.2.2 «Устойчивость фторидных растворов...» не отражает излагаемой сути – разделение тантала и ниобия в разных условиях.
5. С. 47. Необходимо изменить название главы 2.
6. С. 55. Ошибочно в подписи к рис. 3.1 указан $\beta\text{-Nb}_2\text{O}_5$.
7. С. 82. рис. 4.4 дублируется на рис. 4.5.
8. С. 83. повтор первого абзаца в третьем.
9. С. 87. Описывается экстракция сурьмы, не называя экстрагента.
10. С. 91. Не ясно, чем вызвано изучение соединений, образующихся в гидротермальных условиях, при корректировке кислотности растворов за счет введения РЗЭ.
11. С. 111. повторение предыдущего абзаца.
12. С. 111-112. Не называется экстрагент, который использовался в испытаниях.
13. С. 116. Говорится «В результате исследований, установлено образование NH_4NbOF_4 », но в этом разделе этих исследований нет.
14. Замечание практически к подавляющему числу рис., на которых по ординате откладывается извлечение, а по оси абсцисс-параметр: в подписи написано «распределение», которого нет, а не извлечение.
15. С. 120. ссылка в табл. 5.2 ошибочные номера рис.
16. Работа выиграла бы, если бы приводились балансы по операциям, особенно по результатам испытаний.

Ответ **Мудрук Н.В.** на замечания: Благодарю Вас за замечания. Исправления будут внесены в текст диссертации и автореферата.

к.т.н. Маслобоева С.М.: В рецензии дан положительный отзыв о диссертации и предложено рекомендовать работу для рассмотрения на диссертационном совете.

Замечания по диссертационной работе:

1. На мой взгляд, нужно изменить название работы, т.к. из названия должна прослеживаться цепочка: конкретный результат – актуальность – научная новизна – практическая значимость. Цель работы должна быть согласована с названием.
2. Необходимо четко определить постановку задач, исходя из данных литературного обзора.
3. Изменить название главы 2, т.к. последующие главы также включают экспериментальную часть.
4. Дать более конкретное название главы 3. Исключить из нее раздел 3.1., а также из постановки задач пункт: «Установить условия приготовления... фторидных растворов Ta и Nb при растворении их оксидов и гидроксидов», т.к. это известно из литературных источников.
5. Возможно объединить главы 4 и 5 в одну главу, которую назвать, например, «Разработка эффективных методов разделения тантала, ниобия и сурьмы на основе изучения закономерностей их экстракции на модельных и технологических растворах».
6. В последней главе представить разработанную технологическую схему, сравнить ее с существующими. Осуществить выбор экстрагента, оценив его по всем технологическим параметрам. Примерно показать в цифрах преимущества предлагаемой схемы последовательного экстракционного разделения Ta, Nb и Sb с получением продуктов более высокой степени чистоты по сравнению с выпускаемыми в России.
7. С. 36. Ссылку [91] заменить на «Nishimura I., Matsumara S. // In: Proc. Inter. Symp. Tantalum and Niobium. Goslar (Germany), 1995. P. 355-369», т.к. японские исследователи действительно могут получать пентаоксиды Ta и Nb с чистотой по Si от 2 до $4 \cdot 10^{-6}\%$ и увидеть разницу в дефектной структуре монокристаллов ниобата и танталата лития в этом диапазоне концентраций.
8. При изучении устойчивости растворов в присутствии катионов щелочных металлов и аммония не дано объяснение, почему для промывки экстрактов, полученных с использованием экстрагента ТБФ, были выбраны растворы $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$, Na_2SO_4 и K_2SO_4 с концентрациями 0.3-1.5 моль/л.
9. Что будет происходить, если концентрации ниобия, тантала и титана во фторидных растворах будут меньше или больше указанного в работе диапазона (0.8-1.2 моль/л)?
10. В тексте работы имеется ряд неточностей. Например, на каком экстрагенте подтвержден гидратно-сольватный механизм экстракции Sb(V) ? Необходимо это указать в предложении «... и впервые на основании изучения форм, в которых Sb(V) находится во фторидных водных растворах и в органических экстрактах, подтвержден гидратно-сольватный механизм экстракции Sb(V) [109]». Далее идет «Это происходит в результате взаимодействия фторидов в рафинате со стеклом ампулы, т.е. связывания свободной HF». В чем связь этих двух предложений?
Раздел 3.3 называется «Устойчивость растворов в присутствии катионов щелочных металлов и аммония», однако в разделе рассматривается также влияние Ca и La, которые не относятся к щелочным металлам.
11. С. 95. Каковы потери тантала при добавлении хлоридных растворов K и Ce к фторидному раствору Ta? Имеются ли потери Nb, Ti на этих операциях? Фториды РЗМ содержат другие фазы? Если да, то где они могут быть использованы?
12. Рис. 4.4 убрать, т.к. на рис. 4.5-7 данная кривая представлена.
13. Почему не рассчитывали коэффициенты разделения $\beta = \text{Ta/Nb}$, Ta/Sb , Nb/Sb в зависимости от условий экспериментов, а рассматривали только их извлечения? Наиболее наглядной, на мой взгляд, была бы таблица, в которой приводились бы данные: соотношения объемов органической и водной фаз О:В, содержания равновесных концентраций Ta, Nb и Sb в органической и водной фазах после экстракции на том или ином экстрагенте, и далее, рассчитанные на основе этих значений, степень извлечения и коэффициенты разделения.
14. Имело бы смысл изучить изотермы экстракции из растворов $\text{HF} + \text{NH}_4\text{F}$ при различном содержании NH_4F в смеси, анализ которых позволил бы установить возможность

эффективной очистки Nb от Sb, а также провести расчет теоретического числа ступеней, необходимых для разделения.

15. В работе следует обратить внимание на подрисовочные надписи, из которых можно было бы получить полную информацию об объекте исследования. Кроме того, в тесте во многих местах отсутствует, какой используется экстрагент.

16. По числу соавторов в списке публикаций, в которых опубликованы основные положения и результаты работы, трудно оценить личный вклад автора. Этот момент необходимо отразить.

Ответ **Мудрук Н.В.** на замечания: Благодарю Вас за замечания. Исправления будут внесены в текст диссертации и автореферата.

В выступлении научного руководителя **Николаева А.И.** был дан положительный отзыв о диссертации и предложено рекомендовать работу для защиты на диссертационном совете.

2. ПОСТАНОВИЛИ:

Заслушав и обсудив диссертационную работу Мудрук Натальи Владимировны «Закономерности экстракции тантала, ниобия и сурьмы из фторидных растворов» принять следующее заключение:

ЗАКЛЮЧЕНИЕ:

Актуальность работы

Редкие металлы, в том числе Ta, Nb, и их соединения широко используются в современных отраслях промышленности, определяющих общий уровень технического развития страны. Внутренний объем производства редкометаллической продукции в России не обеспечивает потребностей собственной промышленности. Дефицит в указанных соединениях покрывается за счет импорта. Причины такого положения с производством Ta, Nb и функциональных материалов на их основе связаны с неэффективным использованием отечественных месторождений и недостаточным количеством разработок по получению высокочистых соединений.

Использование Ta и Nb в производстве изделий современной техники повышает требования к чистоте используемых соединений по целому ряду примесных элементов. К материалам для таких изделий относятся ниобаты и танталаты трехвалентных металлов, в частности РЗЭ. Оптическая и лазерная фторидная керамика является объектом интенсивных исследований последних лет. Производные поликристаллов должны отвечать определенным требованиям и прежде всего по чистоте, соответствие которым обеспечивает их необходимые характеристики.

Главными сырьевыми источниками Ta и Nb являются минералы танталит, микролит, колумбит, пирохлор, лопарит. В России для производства соединений Ta и Nb используется лопаритовый концентрат. Более бедным по содержанию редких металлов является перовскит. Сложный состав нетрадиционных минеральных источников предполагает их комплексную переработку. Среди отечественных источников редкометаллического сырья рассматриваются также колумбито-танталитовые и пирохлоровые месторождения, но их добыча и переработка требуют значительной доработки. Помимо природного сырья существует также техногенные отходы, проблема переработки которых стоит весьма остро.

Для получения качественной редкометаллической продукции важную роль играет метод жидкостной экстракции, который позволяет не только извлечь ценные компоненты из растворов, но и разделить их, а также отделить от большого числа примесей. Одной из нерешенных проблем является очистка оксидов металлов от примеси Sb. Сурьма широко распространена в месторождениях, как сурьмяных, так и полиметаллических. В связи с

этим её присутствие в промежуточных и конечных продуктах вполне вероятно. Так, сурьма в силу сходства химических свойств с Ta и Nb сопровождает эти элементы на всех стадиях технологического процесса переработки лопарита и перовскита, в результате чего конечные продукты содержат Sb в качестве примеси на уровне от 20 до 100 ppm. Проведение исследований, результаты которых послужат усовершенствованию технологии получения соединений Nb и Ta практически свободных от примеси Sb и расширению областей их использования для получения изделий гражданского и оборонного назначения – задача актуальная и важная.

Цель работы – исследование закономерностей экстракции Ta, Nb и Sb для нахождения условий экстракционной очистки соединений Ta и Nb от примеси Sb и разработка и обоснование малоотходной технологической схемы получения чистых соединений Ta и Nb экстракцией *n*-октанолом (ОКЛ-1) и трибутилфосфатом (ТБФ) при гидрометаллургической переработке нетрадиционного бедного и богатого редкометалльного сырья.

Задачи работы:

- Изучить формы существования Ta, Nb и Sb в водных фторидных растворах и в экстрактах;
- Исследовать закономерности экстракции Sb из фторидных растворов, а также взаимное влияние Ta, Nb и Sb при их экстракции ТБФ и ОКЛ-1, и выявить условия их разделения;
- Изучить возможность корректировки состава фторидных растворов Ta и Nb для проведения экстракции;
- Разработать принципиальную усовершенствованную схему получения высокочистых соединений Ta и Nb из растворов с повышенным содержанием примеси Sb.

Научная новизна

- С использованием методов хромато-масс-спектрометрии и ЯМР определены продукты разрушения экстрагентов, образующиеся при экстракции, оценены изменения экстракционных свойств органических фаз во времени;
- Впервые определены и обоснованы условия регулирования концентрации $\text{HF}_{\text{своб.}}$ в растворах перед экстракцией путем допирования соединений РЗМ;
- Определен состав комплексов Sb в исходных фторидных растворах и органических экстрактах, что позволило сделать вывод о гидратно-сольватном механизме экстракции Sb;
- Впервые изучены закономерности экстракции Sb ТБФ и ОКЛ-1, установлено ее влияние на извлечение Ta и Nb и условия их глубокой очистки от Sb.

Практическая значимость

- Выявлены условия снижения концентрации $\text{HF}_{\text{своб.}}$ в растворах для экстракции, позволяющие повысить эффективность разделение Ta и Nb и их очистку от примесей;
- На основе результатов проведенных исследований впервые разработана малоотходная схема селективной экстракции ТБФ Ta и Nb с очисткой от трудноотделимой примеси Sb, защищенная патентом РФ;
- Успешно проведены модельные испытания по экстракционному выделению высокочистых Ta_2O_5 и Nb_2O_5 из некондиционных технологических растворов с высоким содержанием Sb и др. примесей; результаты испытаний позволяют рекомендовать разработанные приемы для практической реализации;
- Выполнено сопоставление показателей усовершенствованной схемы по сравнению с известной схемой; сравнение удельного расхода реагентов, качества и выхода получаемой редкометалльной продукции по различным технологическим вариантам свидетельствует о перспективности разработанного передела.

Обоснованность и достоверность результатов работы

Достоверность и обоснованность основных научных результатов обеспечивалась использованием современных методов исследования, стандартных методик,

статистической обработки результатов, многократным воспроизведением ряда экспериментов. Обоснованность предлагаемых технологических схем подтверждена испытаниями на реальных объектах.

Основные положения, выносимые на защиту

- Обоснование форм существования Sb во фторидных растворах и экстрактах ОКЛ-1 и ТБФ в виде анионов $[SbF_6]^-$ с незначительными содержаниями (<5%) низших по фтору комплексов $-[SbF_5OH]^-$ и $[SbF_4(OH)_2]^-$, которые экстрагируются по гидратно-сольватному механизму подобно Ta и Nb;
- Извлечение Sb ОКЛ-1 и ТБФ из фторидных растворов составляет 40-80% и повышается до >90% при добавке $H_2SO_4 \sim 4 \text{ моль}\cdot\text{л}^{-1}$. Снижение содержаний свободной $HF_{\text{своб.}}$ с 8 до $\sim 2 \text{ моль}\cdot\text{л}^{-1}$ уменьшает извлечение Sb, но сохраняет его высоким (40-60%);
- Условия отделения Ta от Nb и Sb из растворов состава $H_2SO_4 \text{ 1 моль}\cdot\text{л}^{-1}$ и $HF_{\text{своб.}} \text{ 2.5 моль}\cdot\text{л}^{-1}$ при $V_o:V_v = 1.5:1$ для ОКЛ-1 и 0.3:1 для ТБФ. Условия разделения Sb и Nb из растворов состава $HF_{\text{своб.}} \text{ 7.5 моль}\cdot\text{л}^{-1}$ и $H_2SO_4 \text{ 1 моль}\cdot\text{л}^{-1}$ при $V_o:V_v = 0.5:1$ для ОКЛ-1 и 0.3:1 для ТБФ или из растворов с добавкой NH_4F до содержаний 30% NH_4F в сумме $HF+NH_4F$ ($[HF+NH_4F] \text{ 7-16 моль}\cdot\text{л}^{-1}$) и $V_o:V_v = 1.2:1$ для ТБФ;
- Предложена усовершенствованная экстракционная схема последовательной экстракции Ta, Sb и Nb, позволяющая получать высокочистые соединения Ta и Nb с содержанием примеси Sb $< 3 \cdot 10^{-4}\%$.

Личный вклад автора

Исследования, представленные в диссертации, являются результатом работы автора, который самостоятельно участвовал в планировании и выполнении экспериментов, обработке результатов и написании научных отчетов и публикаций.

Апробация работы

Результаты проведенных исследований докладывались и обсуждались на ежегодных научно-технических конференциях: «Научно-практические проблемы в области химии и химических технологий» (Апатиты, 2005-2009, 2011-2014, 2017), «Состояние и перспективы развития промышленного комплекса на Кольском Севере» (Апатиты, 2005), Международная научно-техническая конференция «Наука и образование 2005» (Мурманск, 2005), «Комплексная переработка нетрадиционного титано-редкометалльного и алюмосиликатного сырья. Современное состояние и перспективы» (Апатиты, 2006), «Глубокая переработка минеральных ресурсов» (Апатиты, 2007), Всероссийская научная конференция с международным участием «Исследования и разработки в области химии и технологии функциональных материалов» (Апатиты, 2010), IV Всероссийская конференции по химической технологии «Химическая технология» (Москва, 2012), 2-ая Российская конференция с международным участием «Новые подходы в химической технологии минерального сырья» (Апатиты 2013), Всероссийская научная конференция с международным участием «Полифункциональные химические материалы и технологии» (Томск, 2013), а также на I, II и III Международных симпозиумах по сорбции и экстракции (Владивосток, 2008, 2009, 2010).

Публикации

Результаты проведенных исследований представлены в 7 статьях в отечественных журналах, рекомендованных ВАК для публикации основных положений кандидатских и докторских диссертаций, 1 патенте РФ и 18 статьях в прочих отечественных журналах, сборниках трудов и материалах совещаний.

Структура и объем работы

Диссертация состоит из введения, пяти глав, выводов, перечня цитируемой литературы, включающего 119 источников. Диссертация изложена на 135 страницах, включает 22 таблицы и 73 рисунка. В приложении представлены Акт о промышленных испытаниях и патент об изобретении РФ, подтверждающие практическое применение результатов работы.

Публикации по теме диссертации:

Статьи в журналах из списка ВАК

1. Николаев А.И., **Кириченко Н.В.**, Майоров В.Г. Фторидные растворы ниобия, тантала и титана // Журнал неорганической химии. 2009. Т. 54. № 4. – С. 558-564.
2. Николаев А.И., **Кириченко Н.В.**, Рыськина М.П. Выделение комплексных фторсолей ниобия, тантала и титана с катионами щелочных металлов // Журнал неорганической химии. 2009. Т. 54. № 7. – С. 1131-1136.
3. Ильин Е.Г., Тюремнов А.В., **Кириченко Н.В.**, Майоров В.Г., Николаев А.И. Экстракция Sb(V) из фторидных растворов n-октанолом. Новые аквагидроксифторокомплексы Sb(V) // Доклады Академии наук. 2011. Т. 439. № 5. – С. 625-629.
4. Майоров В.Г., **Кириченко Н.В.**, Елизарова И.Р., Сафонова Л.А., Николаев А.И. Экстракция фторидов тантала, ниобия и сурьмы // Химическая технология. 2012. Т. 13. № 6. – С. 358-362.
5. **Кириченко Н.В.**, Николаев А.И., Майоров В.Г., Тюремнов А.В., Ильин Е.Г. Экстракция сурьмы и тантала из фторидных водных растворов n-октанолом и трибутилфосфатом // Журнал неорганической химии. 2013. Т. 58. № 4. – С. 541-548.
6. Майоров В.Г., **Кириченко Н.В.**, Елизарова И.Р., Николаев А.И., Сафонова Л.А. Очистка ниобия от сурьмы экстракцией трибутилфосфатом. // Химическая технология. 2014. № 6. – С. 300-304.
7. Майоров В.Г., **Мудрук Н.В.**, Николаев А.И., Елизарова И.Р., Сафонова Л.А. Экстракция сурьмы и ниобия трибутилфосфатом из фторидно-аммонийных растворов // Химическая технология. 2015. Т. 16. № 8. – С. 452-456.

Патенты

1. Пат. РФ RU 2 599 463 C1, 2015121000/02. Способ переработки ниобийсодержащего фторидного раствора с примесью сурьмы /Майоров В.Г., **Мудрук Н.В.**, Николаев А.И., Елизарова И.Р., Сафонова Л.А.; ФГБУН Институт химии и технологии редких элементов и минерального сырья им. И.В. Тананаева Кольского научного центра Российской академии наук – Бюл. №28; заявл. 02.06.2015; опубл. 10.10.2016. .

Статьи в сборниках трудов и материалов конференций

1. **Кириченко Н.В.** Изучение фторидных растворов ниобия, тантала и титана, применяемых в технологии титано-тантало-ниобатов Кольского полуострова / Материалы научной конференции «Научно-практические проблемы химии и технологии комплексного использования минерального сырья Кольского полуострова». Апатиты. 2007 г. С. – 74-79.
2. **Кириченко Н.В.** Выделение соединений РЗЭ из фторидных растворов от переработки редкоземельных титано-ниобатов Кольского полуострова / «Глубокая переработка минеральных ресурсов». Сборник материалов IV школы молодых ученых и специалистов. Апатиты. 2007 г. – С. 123-127.
3. **Кириченко Н.В.**, Майоров В.Г., Николаев А.И. Экстракция сурьмы из фторидных растворов / II Международный симпозиум по сорбции и экстракции: материалы. Владивосток: Дальнаука. 2009 г. – С. 97-102.
4. **Кириченко Н.В.**, Короткова Г.В., Николаев А.И. Растворимость, эмульсионный унос и устойчивость октанола-1 и циклогексанона в водных растворах / III Международный симпозиум по сорбции и экстракции: материалы. Владивосток: ДВГТУ. 2010. – С. 162-164.
5. **Кириченко Н.В.**, Николаев А.И., Майоров В.Г., Ильин Е.Г. Экстракция тантала, ниобия и сурьмы из фторидных растворов / IV Всероссийская конференция по

химической технологии, сбор.тез. докладов «Химическая технология», Москва 2012. Том 4. – С.140-141.

6. **Кириченко Н.В.** Влияние серной и фтороводородной кислот на экстракцию Ta, Nb и Sb октанолом / Материалы научной конференции «Научно-практические проблемы химии и технологии комплексного использования минерального сырья Кольского полуострова». Апатиты. 2012. – С.79-82.

7. **Кириченко Н.В.,** Савченко Е.А., Николаев А.И., Яковенчук В.Н. Изучение состава осадков, выделяемых из фторидных растворов титана, тантала и ниобия в присутствии катионов калия, натрия и РЗЭ / Материалы 2-ой Российской конференции с международным участием «Новые подходы в химической технологии минерального сырья». Апатиты. 2013 г. ч.2. – С. 137-139.

8. **Кириченко Н.В.** Изучение состава осадков, выделяемых из фторидных растворов Ti, Ta и Nb и хлоридных растворов РЗЭ, при регулировании содержания HF / Материалы Всероссийской научной конференции с международным участием «Полифункциональные химические материалы и технологии». Томск: Изд. Дом ТГУ 21-23 ноября 2013 г. – С.21-22.

9. **Мудрук Н.В.** Разделение ниобия и сурьмы при экстракции трибутилфосфатом / Материалы VIII межрегиональной научно-технической конференции молодых ученых, специалистов и студентов ВУЗов. Институт химии и технологии редких элементов и минерального сырья им. И.В. Тананаева. Апатиты. 2014. – С. 59-60.

Диссертация Мудрук Натальи Владимировны «Закономерности экстракции тантала, ниобия и сурьмы из фторидных растворов» является законченной научно-квалификационной работой, полностью соответствующей требованиям п.9 «Положения о порядке присуждения ученых степеней» ВАК РФ, предъявляемым к кандидатским диссертациям.

Учитывая вышеизложенное, Ученый совет рекомендует диссертацию Мудрук Натальи Владимировны «Закономерности экстракции тантала, ниобия и сурьмы из фторидных растворов», представляемую на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.02 – Metallургия черных, цветных и редких металлов, к защите на диссертационном совете при Институте химии и технологии редких элементов и минерального сырья им. И.В. Тананаева Кольского научного центра РАН.

Председатель совета, к.т.н.

Секретарь совета, к.т.н.



П.Б. Громов

Т.Н. Васильева