

МИНОБРНАУКИ РОССИИ  
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ  
БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ НАУКИ  
**ФЕДЕРАЛЬНЫЙ  
ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ЦЕНТР  
«КОЛЬСКИЙ НАУЧНЫЙ ЦЕНТР»  
РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК  
(ФИЦ КНЦ РАН)**

УТВЕРЖДАЮ  
Генеральный директор ФИЦ КНЦ РАН,  
академик РАН



С.В. Кривовичев

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

**Федерального государственного бюджетного учреждения науки  
Федерального исследовательского центра  
«Кольский научный центр» Российской академии наук**

Диссертация «Синтез аналога минерала иванюкита и его применение для извлечения серебра и свинца из технологических растворов медно-никелевого производства» выполнена в Институте химии и технологии редких элементов и минерального сырья им. И.В. Тананаева – обособленном подразделении Федерального государственного бюджетного учреждения науки Федерального исследовательского центра «Кольского научного центра» Российской академии наук (ИХТРЭМС КНЦ РАН).

В период подготовки диссертации соискатель Самбуров Глеб Олегович работал в должности младшего научного сотрудника Лаборатории природоподобных технологий и техносферной безопасности Арктики центра наноматериаловедения ФИЦ КНЦ РАН.

В 2016 году Самбуров Г.О. окончил бакалавриат Федерального государственного образовательного учреждения высшего профессионального «Мурманский государственный технический университет» (очная форма обучения), направление подготовки 04.03.01 «Химия».

В 2018 году Самбуров Г.О. окончил магистратуру Федерального государственного образовательного учреждения высшего профессионального «Мурманский государственный технический университет» (очная форма обучения), специальность 04.04.01 «Химия», направленность (профиль) «Неорганическая химия».

В 2022 году окончил аспирантуру Федерального государственного бюджетного учреждения науки Федерального исследовательского центра «Кольский научный центр»

Российской академии наук, направление 22.06.01 «Технологии материалов», направленность (профиль) 05.16.02 «Металлургия черных, цветных и редких металлов».

Научный руководитель – Николаев Анатолий Иванович, доктор технических наук, член-корреспондент РАН, профессор, заместитель директора Института химии и технологии редких элементов и минерального сырья им. И.В. Тананаева – обособленного подразделения Федерального государственного бюджетного учреждения науки Федерального исследовательского центра «Кольского научного центра» Российской академии наук (ИХТРЭМС КНЦ РАН).

По итогам обсуждения вынесено следующее заключение:

### **1. Оценка выполнения соискателем работы**

Диссертационное исследование Самбура Г.О. «Синтез аналога минерала иванюкита и его применение для извлечения серебра и свинца из технологических растворов медно-никелевого производства» является завершённой научно-квалификационной работой, в которой содержится решение проблемы научно-прикладного характера: эффективная сорбционная очистка синтетическим аналогом минерала иванюкита растворов переработки пылей медно-никелевого производства от вредных для основной технологии примесей серебра и свинца. В работе содержатся сведения о синтетическом получении каркасных титаносиликатных сорбентов из некондиционных апатито-нефелиновых руд. В работе впервые установлена кристаллическая структура иванюкита-Pb. Результаты работы по очистке технологических растворов медно-никелевого производства способствуют развитию стратегического направления металлургической промышленности в области комплексной переработки техногенных отходов.

Актуальность темы диссертации заключается в том, что из-за природных аномалий в массиве пород Хибинского массива часто встречаются аномально обогащенные титанитом участки. При поступлении на обогатительную фабрику такая руда затрудняет выделение типового апатитового концентрата, но, вместе с тем, возможно её химическое обогащение получением высокотитанового концентрата, продукты переработки которого могут выступать в качестве прекурсоров при синтезе титаносиликатных сорбентов.

В то же время, на предприятиях АО «Кольская ГМК» (пгт. Никель, г. Заполярный и Мончегорск, Мурманская область, Россия) при утилизации обжиговых пылей никелевого концентрата образуются маточные растворы, остаточные количества свинца и серебра в которых препятствует их использованию в действующей технологии получения чистового никеля.

Концепция Кольского химико-технологического кластера подразумевает использование отходов одних предприятий в технологии других. Так, необходимая для переработки титанитового концентрата на сульфатные соли титана серная кислота является сопутствующим продуктом переработки сульфидного сырья на АО «Кольская ГМК». В свою очередь, синтезированный из продуктов переработки титанитового концентрата иванюкит перспективен для сорбционной очистки производственных растворов АО «Кольская ГМК».

## **2. Личное участие соискателя в получении результатов, изложенных в диссертации**

Личный вклад автора заключается в обобщении литературных данных, подготовке аналитического обзора, определении условий обогащения и сернокислотного разложения титанитовой руды, подбора условий для приготовления титан-кремниевого золя-прекурсора и гидротермального синтеза иванюкита, определении оптимальных условий получения его гидразин-замещенной формы, планировании и проведении ионообменных экспериментов, интерпретации и обобщении полученных данных, подготовке образцов для всех проведённых исследований, написании статей и тезисов для представления результатов работы, написании заявок на изобретения.

Кроме того, автором проводилась подготовка образцов и непосредственное их исследование рентгеноструктурным и рентгенофазовым методами анализа, расшифровка и интерпретация результатов. Автор готовил препараты для электронной микроскопии и исследования методом комбинационного рассеяния света, принимал участие в получении данных.

Результаты, приведенные в данной диссертационной работе, неоднократно докладывались автором на международных и российских конференциях

## **3. Степень достоверности результатов и проведенных исследований**

Достоверность полученных результатов подтверждена сходимостью результатов параллельных опытов по синтезу, сорбции, сопоставимостью полученных результатов для природных и синтетических аналогов с данными других авторов по аналогичным сорбентам; использованием современных подходов к изучению кристаллических соединений и общепризнанно высокой квалификацией специалистов в области минералогии, кристаллохимии и радиохимии, участвовавших в получении и интерпретации результатов.

Результаты работы представлены на 6 конференциях («International Technical Fair ITF 2019», Пловдив, Болгария, 2019; XXII международная Черняевская конференция по химии, аналитике и технологии платиновых металлов, Москва, Россия, 2019; XII

российский семинар по технологической минералогии «Минералого-технологическая оценка новых видов минерального сырья», Петрозаводск, Россия, 2019; XIII межрегиональная научно-техническая конференция молодых ученых, специалистов и студентов ВУЗов «Научно-практические проблемы в области химии и химических технологий», Апатиты, Россия, 2019; XVIII международная конференция студентов, аспирантов и молодых ученых «Перспективы развития фундаментальных наук», Томск, Россия, 2021; XIV международная Конференция «Металлургия цветных, редких и благородных металлов», посвященная 40-летию Института химии и химической технологии Сибирского отделения РАН, Красноярск, Россия, 2021).

#### **4. Новизна и практическая значимость результатов проведенных исследований**

Научная новизна работы заключается в следующем:

1. Изучена возможность получения SIV из продуктов переработки титанит-апатит-нефелиновой руды;
2. Изучено поведение природного и синтетического иванюкита в водных растворах свинца, изменение его структуры и свойств в кислой среде.
3. Впервые исследована возможность применения SIV для очистки растворов выщелачивания пылей предприятий цветной металлургии от примесей свинца и серебра.

Теоретическая и практическая значимость работы заключается в том, что доказана возможность получения SIV из продуктов сульфатной переработки титанит-апатит-нефелиновых руд и его применения для очистки модельных водных растворов и растворов переработки пылей медно-никелевого производства от примесей серебра и свинца.

#### **5. Ценность научных результатов**

Научные работы соискателя, опубликованные в журналах, рекомендованных ВАК РФ, и в прочих изданиях, отражают основное содержание и результаты диссертационного исследования.

Результаты выполненного автором научного исследования позволяют заключить, что возможно химическое обогащение комплексных апатито-нефелиновых руд, имеющих повышенное содержание титанита, с получением сфенового концентрата. Продукты сернокислотной переработки такого сырья - сульфатные соли титана - титанилсульфат моногидрат и сульфат титанила и аммония, могут быть использованы в качестве титанового прекурсора в гидротермальном синтезе аналогов минералов группы иванюкита. Исследование условий модификации SIV солями гидразина сорбционным методом

показало, что значительно более полно ионы гидразиния извлекаются из раствора солянокислого гидразина, чем из раствора гидразина гидрата. Объяснением этому является предпочтительная область рН протекания процесса – нейтральная, именно в этой области рН наблюдается максимальная степень извлечения ионов гидразиния. Изначально кислый раствор солянокислого гидразина нейтрализуется внекаркасными катионами натрия и калия. Оптимальные условия для обработки сорбента – содержание ионов гидразиния в растворе на уровне 0,5...0,7 г/л при соотношении Т:Ж = 1:130

Установлено, что для извлечения серебра из растворов предпочтительно применение модифицированного гидразином иванюкита. Механизм извлечения серебра заключается в восстановлении его на поверхности частиц сорбента до металлической формы. В то же время не модифицированный SIV не проявляет сорбционных свойств.

При исследовании сложных растворов с высоким хлоридным фоном (130...180 г/л) установлено, что присутствие хлорида натрия в растворе способствует извлечению серебра. Сорбционная емкость по отношению к серебру из хлоридного раствора, содержащего 130 г/л Cl<sup>-</sup>, 60 г/л Na<sup>+</sup> и 0,1 г/л Ag<sup>+</sup> составляет 20 мг/г при степени извлечения серебра из раствора более 80%.

Показано, что для извлечения свинца из раствора, модифицирование сорбента гидразином не требуется. При сорбции из раствора с концентрацией свинца порядка 2 г/л сорбционная емкость SIV превышает 350 мг/г при степени извлечения компонента из раствора более 99%. Путем ионного обмена из природного кристалла получен иванюкит-Pb. На основании данных, полученных при помощи порошковой и монокристаллической дифрактометрии, а также Рамановской спектроскопии определена кристаллическая структура соединения. Установлено, что катион свинца занимает позицию в каналах иванюкита. При этом свинец не только входит в структуру сорбента, но образует на поверхности кристаллы Pb<sub>3</sub>O<sub>4</sub>;

Исследование сорбции свинца из реального некондиционного раствора, полученного на действующей установке по переработке обжиговых пылей АО «Кольская ГМК» показало возможность извлечения 65-70% металла. Это позволит использовать раствор в основной технологии производства никеля, соответствующего требованиям ГОСТ 849-2008.

## **6. Специальность, которой соответствует диссертация**

Работа соответствует пункту № 1 направлений исследований научной специальности 2.6.2 «Металлургия черных, цветных и редких металлов» – «Рудное, нерудное, техногенное и энергетическое сырье», пункту №2 – «Твердое и жидкое состояние

металлических, оксидных, сульфидных, хлоридных и смешанных систем», пункту № 3 – «Рециклинг материалов, переработка отходов производства и потребления», пункту № 8 – «Разработка принципов экологической безопасности и промышленного развития на примере металлургии», пункту № 9 – «Энергосбережение, утилизация отходов металлургического производства, снижение выбросов, в том числе парниковых газов», пункту № 19 – «Гидрометаллургические процессы и агрегаты».

#### **7. Полнота изложения материалов диссертации в работах, опубликованных соискателем**

Результаты исследований опубликованы в работах [1-17]. В изданиях, индексируемых в базах данных Web of Science и Scopus, а также рекомендованных ВАК для публикации основных результатов кандидатских и докторских диссертаций, опубликованы работы [1-3]. В изданиях, индексируемых в РИНЦ опубликованы работы [4-16]. Получен 1 патент на изобретение [17].

1. Samburov G.O. A synthetic analog of the mineral ivanyukite: sorption behavior to lead cations / G.O. Samburov, G.O. Kalashnikova, T.L. Panikorovskii et al. // Crystals. – 2022. – 12 (3). – P.311. – doi: 10.3390/cryst12030311.

2. Gerasimova L.G. Hydrochloric acidic processing of titanite ore to produce a synthetic analogue of korobitsynite / L.G. Gerasimova, A.I. Nikolaev, E.S. Shchukina, M. L.G. Gerasimova, A.I. Nikolaev, M.V. Maslova, G.O. Kalashnikova, G.Y. Ivanyuk, G.O. Samburov // Minerals. - 2019. – Т.9. №5. - С. 315. – doi: 10.3390/min9050315.

3. Gerasimova L.G. Titanite ores of the Khibiny apatite-nepheline-deposits: selective mining, processing and application for titanosilicate synthesis / L.G. Gerasimova, A.I. Nikolaev, M.V. Maslova, E.S. Shchukina, V.N. Yakovenchuk, G.Y. Ivanyuk, G.O. Samburov // Minerals. - 2018. - №10. - С. 446. – doi: 10.3390/min8100446.

4. XIX International meeting on crystal chemistry, X-RAY diffraction and spectroscopy of minerals. Book of Abstracts. / Gerasimova L.G., Ivanyuk G.Yu., Kalashnikova G.O., Krivovichev S.V., Nikolaev A.I., Pakhomovsky Ya.A., Panikorovskii T.L., Samburov G.O., Selivanova E.A., Yakovenchuk V.N., Под ред. С.В. Кривовичева. - Апатиты: 2019. - 164 с.

5. Рамзайцева В.В. Подготовка Cu, Zn-содержащего соединения для получения металл-органических веществ на основе синтетического аналога линтисита / В.В. Рамзайцева, Г.О. Калашникова, Г.О. Самбуров // Труды Кольского научного центра РАН. – 2020. - № 3-4. – С.151-156.

6. Самбуров Г.О. Сорбция ионов гидразиния синтетическими аналогами иванюкита и фожазита / Г.О. Самбуров, В.В. Рамзайцева, Ю.Г. Киселев // Труды Кольского научного центра РАН. - 2019. – Т.10. №1-3. - С. 291-296.

7. Щукина Е.С. Нетрадиционные приемы в технологии получения титаносодержащих функциональных материалов / Е.С. Щукина, Ю.В. Кузьмич, Ю.Г. Киселев, Л.Г. Герасимова, М.В.Маслова, Г.О. Самбуров // Труды Кольского научного центра РАН. - 2018. – Т.9. №2-1. - С. 380-385.
8. Самбуров Г.О. Усовершенствование технологии получения соединений титана из обогащенной сфенитовой руды / Г.О. Самбуров, Ю.Г. Киселев // Труды Кольского научного центра РАН. - 2018. – Т.9. №56. - С. 51-56.
9. Самбуров Г.О. Титаносодержащий концентрат из "сфенитовых" руд / Г.О. Самбуров, Е.С. Щукина, Ю.Г. Киселев // Труды Кольского научного центра РАН. - 2017. – Т.8. №5-1. - С. 148-154.
10. Самбуров Г.О. Выделение серебра из водных растворов каркасными титаносиликатами / Г.О. Самбуров, Г.О. Калашникова, А.И. Николаев // Сборник тезисов докладов XIV международной конференции, посвященной 40-летию Института химии и химической технологии Сибирского отделения РАН. – 2021. – с. 11-12.
11. Самбуров Г.О. Синтетические титаносиликаты SIV и AM-4 для извлечения благородных металлов из водных растворов металлургических производств / Г.О. Самбуров, Г.О. Калашникова, Д.В. Грязнова // Сборник научных трудов XVIII Международной конференции студентов, аспирантов и молодых ученых. Под редакцией И.А. Курзиной, Г.А. Вороновой. – 2021. – Т.2. - С.226-228.
12. Герасимова Л.Г. Фундаментальные исследования природных и синтетических титаносиликатов и их использование в решении экологических проблем Арктики / Л.Г. Герасимова, Г.О. Калашникова, А.И. Николаев, Т.Л. Паниковровский, Я. А. Пахомовский, Г.О. Самбуров, В.Н. Яковенчук // Сборник материалов II Всероссийской научно-практической конференции. Министерство науки и высшего образования Российской Федерации, Федеральное государственное образовательное учреждение высшего образования, Северный (Арктический) федеральный университет имени М.В. Ломоносова. – 2021. – С.363-366.
13. Калашникова Г.О. Новые материалы для гетеро- и фотокатализа на основе синтетических титаносиликатных аналогов минералов Хибин / Г.О. Калашникова, М.Н. Тимофеева, Е.А. Селиванова, Г.О. Самбуров, Ю.Г. Киселев, Е.С, Щукина, Я.А. Пахомовский // Труды Ферсмановской научной сессии ГИ КНЦ РАН. - 2020. - №17. - С. 231-235.
14. Герасимова Л.Г. Получение синтетического титаносиликата со структурой коробицынита / Л.Г. Герасимова, А.И. Николаев, Г.О. Самбуров и др. // Сборник статей по материалам докладов XII Российского семинара по технологической минералогии. - 2019. – с. 97-100. – doi: [https://doi.org/10.17076/tm13\\_15](https://doi.org/10.17076/tm13_15)

15. Герасимова Л.Г. Универсальная технология солянокислотной переработки титанита с получением функциональных материалов / Л.Г. Герасимова, Ю.Г. Киселев, Е.С. Щукина, Г.О. Самбуров // Экологические проблемы северных регионов и пути их решения. Тезисы докладов VII Всероссийской научной конференции с международным участием, посвященной 30-летию Института проблем промышленной экологии Севера ФИЦ КНЦ РАН и 75-летию со дня рождения доктора биологических наук, профессора В.В. Никонова. Под ред. Е.А. Боровичёва, О.И. Вандыш. - Апатиты: 2019. - 321-322 с.

16. Самбуров Г.О. Технология и применение титаносиликатных сорбентов каркасной структуры для очистки стоков от радионуклидов и катионов токсичных металлов / Г.О. Самбуров, А.И. Николаев, Л.Г. Герасимова Л.Г. и др. // Теория и практика проектного образования. - 2019. - №3 (11). - С. 75-80.

17. Патент № 2769193 С1 Российская Федерация, МПК С22В 11/00, С22В 3/06, С22В 7/02. Способ извлечения серебра из пирометаллургических отходов : № 2021124566 : заявл. 17.08.2021 : опубл. 29.03.2022 / А. И. Николаев, Г. О. Самбуров, Г. О. Калашникова [и др.]; заявитель Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Федеральный исследовательский центр "Кольский научный центр Российской академии наук".

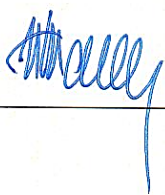
Рецензенты Арешина Наталья Станиславовна, кандидат технических наук, старший научный сотрудник ИХТРЭМС ФИЦ КНЦ РАН и Милютин Виталий Витальевич, доктор химических наук, заведующий лабораторией хроматографии радиоактивных элементов ИФХЭ РАН предоставили положительные отзывы.

Диссертация «Синтез аналога минерала иванюкита и его применение для извлечения серебра и свинца из технологических растворов медно-никелевого производства» Самбурова Глеба Олеговича рекомендуется к защите на соискание ученой степени кандидата технических наук по научной специальности 2.6.2. – «Металлургия черных, цветных и редких металлов».

Заключение принято на заседании Учёного совета Института химии и технологии редких элементов и минерального сырья им. И.В. Тананаева - обособленного подразделения Федерального государственного бюджетного учреждения науки Федерального исследовательского центра «Кольского научного центра» Российской академии наук (ИХТРЭМС КНЦ РАН).

На заседании присутствовало 19 человек. Результаты голосования: «за» - 19 чел., «против» – 0 чел., «воздержалось» - 0 чел., протокол № 6 от 22 апреля 2024 года.





Тананаев Иван Гундарович, чл.-корр. РАН,  
директор Института химии и технологии  
редких элементов и минерального сырья  
им. И.В. Тананаева - обособленного  
подразделения Федерального  
государственного бюджетного учреждения  
науки Федерального исследовательского  
центра «Кольского научного центра»  
Российской академии наук

184209, Россия, Мурманская область, г. Апатиты, Академгородок мкр., д.26А.

Тел.: (815-55)7-52-95, (815-55)79-5-49. Факс: (815-55)6-16-58.

E-mail: [chemi-office@ksc.ru](mailto:chemi-office@ksc.ru)

Подпись Тананаева Ивана Гундаровича, члена-корреспондента РАН, директора ИХТРЭМС  
КНЦ РАН, заверяю

Ученый секретарь ИХТРЭМС КНЦ РАН,

К.Т.Н.



/Васильева Татьяна Николаевна/