

ОТЗЫВ

научного консультанта доктора технических наук РФ, доктора PhD
Самойлова В.И. (специальность 05.17.02 – Технология редких, радиоактивных и
рассеянных элементов) на диссертацию Садуакасовой Айгуль Талгатовны
«Сорбционная технология извлечения урана из техногенного и
гидроминерального сырья с применением природных модифицированных
сорбентов», представленную на соискание учёной степени доктора PhD
по специальности 6D070900 (Металлургия)

Садуакасова Айгуль Талгатовна не получала моего согласия на представление данной диссертации в диссертационный совет (<http://www.kazntu.kz/ru/node/15954>) для её защиты в этом совете, т. к. указанная диссертация имеет следующие недостатки.

1. Во Введении диссертантом недоработаны разделы «Общая характеристика работы», «Оценка современного состояния научно-технологической проблемы», «Достоверность и обоснованность полученных результатов диссертации», «Рекомендации», «Связь диссертационной работы с научно-исследовательскими программами».

2. Раздел 1 перегружен излишними подробностями, не связанными с экспериментальной частью диссертации. Имело смысл часть раздела 1 перенести в раздел Приложения, а часть удалить из диссертации.

3. Обзор литературы – раздел 1, по теме диссертации выполнен диссертантом некачественно, т. к. она в нём очень мало внимания уделила современному состоянию технологии сорбционного извлечения урана из техногенного и гидроминерального сырья и путям её развития. Этой технологии и путям её развития автор отвела лишь 7 страниц в разделе 1. Автору диссертации следовало бы весь прямо не связанный с темой диссертации объём раздела 1 перенести в Приложения к диссертации, а на его место разместить материалы, относящиеся к теме диссертации.

4. В разделе 4 имеются недоработки диссертанта на страницах 85, 96 диссертации и других, связанные с материалом страницы 40 диссертации и опечатками в этом разделе.

5. Таблица 6 не прокомментирована. Почему для фосфогипса в данной таблице не приведено содержание фосфора? Ведь это один из ключевых элементов для диссертации. И вообще, почему в диссертации нигде не приводится содержание фосфора в сорбентах, полученных с использованием трибутилфосфата. То есть в диссертации необоснованно не исследовано влияние расхода трибутилфосфата при модификации сорбентов на сорбционную ёмкость модифицированных сорбентов.

6. В первом абзаце страницы 47 не конкретизировано, о каких тепловых эффектах, имеющих место при нагревании шунгита, цеолита и фосфогипса, идёт речь и, с чем они связаны для каждого из этих трёх материалов.

7. В комментарии к рисунку 21 (рентгенограмма насыщенного ураном сорбента) перечислены соединения урана присутствующие в сорбенте, которые указаны на этой рентгенограмме, но отсутствует какое-либо заключение, вытекающее из этих данных. То же самое относится к комментарию рисунка 27.

Согласно рентгенограмме рисунка 21 диссертации, насыщенный ураном сорбент содержит тетрафторид урана. В диссертации требовалось пояснить происхождение фторсодержащей фазы урана в сорбенте. То же самое относится к карбонату уранила (рисунок 21 диссертации).

8. Поскольку на рисунке 22 приведены результаты испытаний процесса сорбции урана из сбросных растворов производства АО «УМЗ», а не из лабораторных растворов, этот рисунок воспринимался бы лучше, если размерности на осях координат и в подрисуночной надписи были бы увеличены в 1000 раз, как это сделано в презентации для защиты диссертации в диссертационном совете. То же самое относится к рисунку 23 и к комментариям рисунков 22 и 23.

9. В разделе 5 диссертации для сорбции урана из сбросного раствора АО «УМЗ» в динамических условиях сорбции диссертант рекомендует 5 полученных ею сорбентов. Но,

если обратиться к таблицам 16 и 17, то обнаруживается, что сорбент, который лучше всех других, рекомендованных к применению, насыщается ураном в процессе его сорбции (до 5,29 % масс.), хуже всех остальных отдаёт уран при его десорбции (лишь на 60,02 %), И наоборот, сорбент, который хуже всех других, рекомендованных к применению, насыщается ураном в процессе его сорбции (лишь до 1,86 % масс.), лучшее всех остальных отдаёт уран при его десорбции (на 98,95 %). Для остальных 3-х сорбентов результаты их опробования менее привлекательны: после сорбции в них содержится лишь 2,66÷3,36 % масс. урана, а степень его десорбции составляет всего 64,47÷80,56 %. Так вот и надо было диссертанту взять первые 2 сорбента и отработать для одного режим десорбции урана, а для другого режим его сорбции, а не рекомендовать производителям не доведённые до требуемого качества сорбенты. Зачем им нужны в цехе большие колонны сорбции-десорбции урана или большой оборот урана со стадии десорбции на стадию его сорбции. В диссертации требовалось обосновать выбор диссертантом режима десорбции урана в опытах, результаты которых представлены в таблице 17. Нужно было указать в диссертации про эту недоработку или снова проводить эксперименты.

10. Никак непрокомментирована таблица 18, содержащая противоречия.

11 Страницу 82 нужно было начать словами «Из данных ... следует», а не «Согласно данным ... следует», т. к. это стилистически не верно.

12. Расположенный на стыке страниц 85-86 комментарий графических зависимостей рисунка 26 – это комментарий не о чём, повёрнутый против диссертанта громадным удельным расходом сорбента и не содержащий никаких полезных рекомендаций для проведения очистки подземной воды ТОО «Казцинк» от урана. В указанном комментарии нужно было привести полезные рекомендации по снижению указанного удельного расхода сорбента.

13. В п. 2 Примечания к таблице 24 указано «Удельный расход сорбентов в опыте 3 составлял значительно меньше 8 кг/т U в подземной воде». Необходимо конкретнее указать удельный расход.

14. В последнем абзаце страницы 86 и в Примечании к таблице 24 повторяется объём исходной воды – 0,5 л.

15. Нужно было указать прогнозируемое число ступеней сорбции во втором абзаце страницы 89, чтобы оценить масштаб внедрения технологии сорбции-десорбции урана.

16. Абзацы 3-5 подраздела 4.2 не на месте (т. к. они относятся к литобзору), их нужно было перенести в литобзор на страницу 15.

17. В п. 4.2.1 и в п. 4.2.2 диссертации необходимо было объяснить, почему для сорбции урана из воды озера Алаколь диссертант использовала крупнозернистые (а не порошкообразные) шунгит и цеолит. То есть требовалось объяснить, для чего диссертант пошла в этих опытах на получение заведомо худших результатов эксперимента.

18. В п. 5.1.2 диссертации для статической сорбции урана из сбросного раствора АО «УМЗ» диссертант рекомендует использовать шунгит, цеолит и фосфогипс, которые были опробованы ею для сорбции урана из указанного раствора. Однако в диссертации не была опробована десорбция урана из указанных сорбентов, что необходимо было отразить в п. 5.1.2 диссертации. То есть рекомендовать в диссертации эти сорбенты было преждевременно без проведения экспериментов по десорбции урана из шунгита, цеолита и фосфогипса в АО «УМЗ».

19. В последнем абзаце п. 5.2.2 указано: «При найденном технически грамотном решении задачи организации добычи урана из воды озера Алаколь уже в настоящее время представляется вполне реализуемым получение концентрата урана в объёме первые сотни килограммов в год в пересчёте на уран».

Так вот диссертанту и надо было внести в диссертацию хотя бы какое-нибудь техническое предложение, каким образом конкретно может быть реализован «мешочный вариант» сорбции урана из воды озера Алаколь. Не нужно было в диссертации предлагать кому-то искать технически грамотные решения за диссертанта.

Что касается озера Алаколь, то в диссертации диссертант не даёт чёткого и развёр-

технологических схем участков сорбции-десорбции урана АО «УМЗ», ТОО «Казцинк». Поэтому утверждать в этой диссертации о практической её значимости преждевременно.

26. В подразделе 5.1.2 диссертант необоснованно рекомендует для использования в АО «УМЗ» шунгит, цеолит и фосфогипс крупностью 50÷100 мкм для доизвлечения урана из сбросного урансодержащего раствора данного предприятия с использованием статической сорбции урана указанными сорбентами из указанного раствора в каскаде отстойников. Данный вывод основан на том, что диссертант при работе над диссертацией не поставила ни одного эксперимента по определению среднеинтегральной скорости отстаивания шунгита, цеолита и фосфогипса в сбросном урансодержащем растворе АО «УМЗ». Следовательно, диссертант не может достоверно определить геометрию отстойников для реализации сорбции урана из сбросных растворов АО «УМЗ» в статических условиях.

27. Недостатком диссертационной работы является крайне слабая проработка диссертантом вопроса десорбции урана из полученных в диссертации сорбентов, т. к. в данной работе ею поставлено всего 12 опытов по десорбции урана, в результате которых получены крайне бедные по урану элюаты, содержащие лишь первые сотни мг/л урана (только в 3-х опытах достигнуто промышленно приемлемое извлечение урана из сорбента в элюат – 90÷99 %). В диссертации рекомендуется использовать эти элюаты в урановом производстве АО «УМЗ» на стадии азотнокислого выщелачивания химконцентрата природного урана. Но прежде, чем делать такие рекомендации в диссертации, нужно было выяснить последствия их реализации в АО «УМЗ» для технологии и экономики уранового производства данного АО, что диссертантом не было сделано в ходе её стажировок на указанном предприятии.

28. В предпоследнем абзаце на странице 59 указано, что насыщенные ураном гранулы сорбента, полученные в динамических условиях сорбции урана из раствора, истирали, чтобы затем десорбировать из сорбента уран в статических условиях сорбции. Зачем диссертант истирала гранулы, и почему десорбцию урана не проводила в динамических условиях вслед за сорбцией урана в динамических условиях? Это нужно было объяснять в диссертации, т. к. введение операции истирания гранул насыщенного ураном сорбента, затем проведение десорбции урана из мелкодисперстного сорбента в статических условиях неоправданно экономически и лишено какой-либо логики. Нужно было дать объяснения в диссертации по этому поводу или снова проводить этот эксперимент по десорбции урана.

Аналогичное замечание относится и к последнему абзацу страницы 89.

29. Ещё одним недостатком диссертации является не проработанность диссертантом вопроса о механической прочности полученных в диссертации гранулированных и крупнозернистых сорбентов, т. к. они очень быстро разрушаются в процессе сорбции урана из растворов, что, к сожалению, диссертант умалчивает в диссертации. Для отдельных из разработанных гранул разрушение наступает уже, через несколько суток процесса сорбции (и даже на первых минутах работы сорбента, как это неоднократно имело место при снятии выходных кривых, представленных в разделе 2). Полученные в диссертации гранулированные и крупнозернистые сорбенты легко разрушаются при нажатии на них.

30. Во Введении (п. 1 раздела «Научная новизна работы») диссертантом безосновательно указано: «Установлено, что химическое осаждение гидроксидов меди (II), никеля, цинка на шунгите и цеолите повышает ... механические характеристики шунгита и цеолита». Но в диссертации это заявление нигде не находит своего подтверждения.

Учитывая неудовлетворительную механическую прочность ряда полученных в диссертации гранул вызывает большие сомнения практическая значимость предложенных в диссертации способов сорбции-десорбции урана в динамических условиях. Тем более, что в диссертации нет ни одного предложения по улучшению механических характеристик указанных сорбентов.

31. Вызывает большие сомнения достоверность результатов снятия выходных кривых сорбции, которые выполнены диссертантом с использованием спектрофотометра (рисунки 17-20). Данная работа была начата в моём присутствии, когда отдельные полученные в диссертации сорбенты выходили из строя в сорбционных колонках (происходило разрушение гранул сорбентов). После этого диссертант настояла на том, чтобы я покинул место данных экспериментов, а через 2-3 недели предоставила мне рисунки 17-20 и составленную с использованием данных рисунков сводную таблицу 8. В диссертации нужно было дать пояснения по этому поводу.

32. Кроме 6-ти функциональных математических зависимостей и уравнения Гендерсона-Гассельбаха в экспериментальной части диссертации нет ни одного уравнения химического взаимодействия (в простом или ионном виде), каких-то схем взаимодействия и т. п., что снижает ценность диссертации, как научной работы.

33. В диссертации не приведены сведения о новых научно обоснованных результатах. Предложенные автором новые решения не аргументированы и не оценены по сравнению с известными решениями. В диссертации не проведены кинетические исследования процесса сорбции урана, о чём диссертант предупреждал всё время её работы над диссертацией.

Требуют доработки разделы «Научная новизна работы» и «Положения, выносимые на защиту» Введения. В частности, в разделе «Положения, выносимые на защиту» Введения диссертант не отразила научную сторону её диссертации.

В диссертации отсутствует внятное обоснование, почему полученные в ней сорбенты диссертант отнесла к катионитам. Требовалось дать более полный и внятный комментарий рисунка 15 с кривыми потенциометрического титрования, полученных в диссертации сорбентов, и таблицы 7, связанной с этим рисунком.

34. Весьма не убедительно выглядит п. 2 раздела «Научная новизна работы» Введения о том, что по результатам потенциометрического титрования полученных в диссертации сорбентов установлено, что эти сорбенты являются катионитами. То же самое относится к п. 3 раздела «Научная новизна работы» Введения о том, что по результатам рентгеноструктурного анализа насыщенных ураном сорбентов (полученных в диссертации) установлены конкретные соединения урана, присутствующие в этих сорбентах. Пункт 4 раздела «Научная новизна работы» Введения диссертации больше характеризует практическую значимость диссертации, чем её научную новизну.

Другой недостаток диссертации состоит в том, что диссертант не провела исследований по определению того, в какой форме урансодержащий ион присутствует в использованных в диссертации растворах. То есть в диссертационной работе диссертанту следовало вначале установить в катионной или в анионной форме уран присутствует в использованных в диссертации растворах (что диссертантом сделано не было) и только после этого приступать к разработке соответственно катионитов или анионитов для сорбции урана из указанных растворов. Следующий недостаток диссертации состоит в том, что в ней не определено к катионитам, к анионитам или к амфолитам относятся использованные в этой работе шунгит, цеолит и фосфогипс. Указанные недостатки диссертации не позволили установить в ней научно обоснованный механизм и химизм взаимодействия урансодержащих ионов опробованных в диссертации растворов с полученными в ней сорбентами.

35. Полученные в диссертации результаты не содержат научных обоснований. После ознакомления с диссертацией создаётся впечатление, что диссертант получила в работе отдельные положительные результаты не научно обоснованно, а случайно, т. к. она не объясняет в диссертации получение этих результатов с научных позиций. Диссертант не обосновывает в диссертации с научных позиций и получение отдельных отрицательных результатов.

На странице 64 диссертации никак не обоснован выбор массового соотношения шунгит : гидроксид цинка, равного 7:1, в модифицированном сорбенте. Почему ни больше, ни меньше, а 7? Ведь в диссертации не проводилось целенаправленных исследований в этой части. Это замечание относится практически ко всем другим сорбентам, полученным в диссертации. Для большинства полученных в диссертации сорбентов массовые соотношения их компонентов даже не указаны в диссертации. Поэтому в п. 1 раздела «Научная новизна работы» Введения диссертантом совсем необоснованно заявлено: «Показано, что сорбционные свойства и механические характеристики композиций из шунгита, цеолита, фосфогипса и гидроксидов меди (II), никеля и цинка определяются массовым соотношением данных компонентов».

Как правильно было обосновать выбор указанного выше массового соотношения компонентов сорбента, равного 7:1. Следовало указать, например, что, если это соотношение равно 8:1, то происходит снижение сорбционной ёмкости сорбента по урану, а если это соотношение равно 6:1 не наблюдается увеличение сорбционной ёмкости сорбента по урану. Но диссертант не могла этого указать в диссертации, т. к. она не проводила таких исследований.

На страницах 64 и 70 диссертации никак не обоснована продолжительность сорбции 4 ч 40 мин, а на странице 77 диссертации – 4 ч, где-то указан 1 ч и т. п.

Нигде в диссертации не обоснован выбор скорости пропускания исходных урансодержащих растворов и элюентов через сорбционную колонку с сорбентом. То эта скорость такая, то она другая, то – третья. Чем руководствовалась диссертант при назначении таких скоростей в экспериментах в диссертации не указано.

Почему в опытах по статической сорбции урана из сбросного раствора АО «УМЗ» на цеолите и фосфогипсе (таблица 11) применялся разный удельный расход этих сорбентов? Ведь в данном случае по результатам этих экспериментов невозможно отдать предпочтение какому-то из этих сорбентов. И опять же, почему продолжительность сорбции в каждом из этих опытов была одинакова – 4 ч 40 мин, и почему именно столько времени? То же самое относится к таблице 15.

Чем был обоснован выбор докторантом раствора карбоната аммония для проведения десорбции урана из сорбента (страница 69 диссертации), не обеспечивший десорбцию урана? Ведь диссертант знала, что нужно было применять для десорбции урана раствор карбоната натрия. Поэтому комментарий этого эксперимента в последнем абзаце указанной страницы выглядит нелепо.

В п. 1 Примечаний к таблицам 19, 21, 24, 25 диссертации выбран режим сорбции урана из подземной воды без обоснования этого выбора. Это замечание относится и к другим разделам диссертации (начало и конец страницы 90, середина страницы 91 и другие страницы).

Никак не обоснован выбор способов десорбции урана, в частности, выбор элюентов, поскольку диссертант не исследовал механизм и химизм, а также кинетику процесса сорбции урана (страницы 59, 69, 72, 89 диссертации).

И так далее, по всей диссертации практически нет ни одного обоснования выбора условий эксперимента и, как следствие, нет ни одного обоснования результата эксперимента.

Такое изложение экспериментальных исследований диссертантом не понятно. Ведь, чем-то же она руководствовалась, когда назначала технологические параметры процесса перед экспериментом. Почему, тогда в диссертации об этом не указывается? Нужно было кропотливо доработать в свете данного замечания всю диссертацию, а не только приведённые выше примеры.

Таким образом, приведённые выше примеры показывают, что в диссертации даже около научно (не то, что научно) не обоснованы способы получения сорбентов, выбор режимов сорбции и десорбции урана с использованием этих сорбентов и, как следствие, не обоснованы полученные в диссертации результаты, как это должно быть в диссертационной работе. Поэтому в диссертации сложно увидеть сведения о научно обоснованных результатах, тем более, сведения о **новых** научно обоснованных результатах.

Поскольку диссертант в диссертации не приводит сведения ни о механизме, ни о химизме, ни о кинетике сорбции урана из опробованных урансодержащих растворов полученными в диссертации сорбентами, а также, учитывая, что в диссертации не приводятся сведения о новых научно обоснованных результатах, говорить о том, что диссертация Садуакасовой А.Т. имеет научную новизну преждевременно.

36. По материалам диссертации не получено ни одного патента на изобретение, что делает необоснованным утверждение во Введении диссертации о её практической (технической) новизне. Поэтому говорить о том, что диссертация Садуакасовой А.Т. имеет практическую новизну также преждевременно. Утверждение диссертанта в диссертации о том, что техническая новизна диссертации подтверждена положительными результатами формальной экспертизы в ФИПС РФ заявок на изобретения по теме диссертации (раздел «Практическая новизна работы» Введения) не соответствует действительности, т. к. результаты данной формальной экспертизы не могут подтверждать технической новизны диссертации.

37. В диссертации допущено много опечаток, неточностей и небрежностей при её оформлении. Так, например: 1) вся шестая строка раздела «Обозначения и сокращения» является опечаткой; 2) в конце первого абзаца на странице 86 диссертации ошибочно указано «в руде сорта II («богатая руда»)» [должно было быть указано «в руде сорта IV («рядовая руда»)»]; 3) цифру 30,725 на рисунке 26 диссертации следовало перенести со шкалы y_2 на шкалу y_1 ; 4) в Примечании 2 к таблице 11 указано «расход цеолита», а следовало указать «расход фосфогипса» и т. д. по всей диссертации. Всего в диссертации насчитывается не менее полутысячи опечаток, неточностей и небрежностей.

38. Половина публикаций по теме диссертации подготовлены Садуакасовой А.Т. по

материалам раздел 1 диссертации, где приведён литературный обзор по теме диссертации. Основной же материал диссертации (разделы 2-5) опубликован ею недостаточно полно. Так, 50 % раздела 2, 80 % раздела 3, 25 % раздела 4 и 100 % раздела 5 диссертации нигде не опубликованы, что является нарушением требований «Правил присуждения учёных степеней» МОН РК, согласно которым «Основное содержание диссертации публикуется в научных, научно-аналитических и научно-практических изданиях».

Большое количество указанных выше недостатков рассматриваемой диссертации связано с тем, что основную часть времени пребывания Садуакасовой А.Т. в докторантуре она не работала над её диссертацией, многократно позволяла себе месяцами не появляться на консультациях и не работала над этой диссертацией самостоятельно, будучи прикрепленной, как докторант, к кафедре «Химии, металлургии и обогащения» ВКГТУ им. Д. Серикбаева. Замечания, делавшиеся Садуакасовой А.Т. по этому поводу, она игнорировала. Об указанном отношении Садуакасовой А.Т. к её диссертации неоднократно сообщалось Куленовой Н.А. – заведующей кафедрой «Химии, металлургии и обогащения» ВКГТУ им. Д. Серикбаева. Однако и после этого Садуакасова А.Т. продолжала пропускать консультации и не работала над её диссертацией самостоятельно.

На указанные выше недостатки диссертации мною обращалось внимание Садуакасовой А.Т. в течение всего времени её пребывания в докторантуре. Однако, несмотря на это, за два месяца до представления Садуакасова А.Т. её диссертации в диссертационный совет она ни разу не появилась на консультации и не дорабатывала диссертацию самостоятельно. То есть сразу после защиты Садуакасовой А.Т. её диссертации в ВКГТУ им. Д. Серикбаева она решила, что можно представлять эту диссертацию в диссертационный совет без доработки диссертационных материалов.

Отзыв научного консультанта Самойлова В.И. на рассматриваемую диссертацию, предоставленный Садуакасовой А.Т. вначале на её защиту в ВКГТУ им. Д. Серикбаева, а затем и на её окончательную защиту в диссертационный совет (<http://www.kazntu.kz/ru/node/15954>), является подделкой Садуакасовой А.Т., включая подпись Самойлова В.И. Садуакасова А.Т. пошла на такую подделку, воспользовавшись отсутствием Самойлова В.И. на защите её диссертации в ВКГТУ им. Д. Серикбаева.

Учитывая недоработку рассматриваемой диссертации и подделку отзыва на неё, Садуакасова А.Т. в день планировавшейся ею защиты этой диссертации в диссертационном совете 21.12.16 г. сняла данную диссертацию с защиты, когда узнала, что Самойлов В.И. прибыл на эту защиту, т. к. указанный выше материал мог получить огласку в ходе этой защиты.

Таким образом, диссертация Садуакасовой Айгуль Талгатовны в настоящее время не может быть рекомендована к её защите в диссертационном совете, т. к. материалы данной диссертации требуют основательной доработки.

Научный консультант,
докт. техн. наук РФ,
доктор PhD, ст. преподаватель
кафедры «Химия, металлургия
и обогащение» Восточно-
Казахстанского государственного
технического университета
им. Д. Серикбаева

В.И. Самойлов

ПОДПИСЬ

В.И. Самойлов заверяю

ОТДЕЛ КАДРОВ

" 20 " 01 2017 г.