

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА Д 212.285.09 НА БАЗЕ  
ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО АВТОНОМНОГО  
ОБРАЗОВАТЕЛЬНОГО УЧРЕЖДЕНИЯ  
ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ «УРАЛЬСКИЙ ФЕДЕРАЛЬНЫЙ  
УНИВЕРСИТЕТ ИМЕНИ ПЕРВОГО ПРЕЗИДЕНТА РОССИИ  
Б.Н.ЕЛЬЦИНА», МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ  
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ, ПО ДИССЕРТАЦИИ НА СОИСКАНИЕ  
УЧЕНОЙ СТЕПЕНИ КАНДИДАТА НАУК

аттестационное дело № \_\_\_\_\_  
решение диссертационного совета от 28 декабря 2016 г. № 18

О присуждении Якимову Сергею Михайловичу, гражданство Российской Федерации, ученой степени кандидата химических наук.

Диссертация «Хлорирование оксидов и образования фосфатов редкоземельных элементов в расплавах на основе  $3\text{LiCl}-2\text{KCl}$ ,  $\text{NaCl}-\text{KCl}$ ,  $\text{NaCl}-2\text{CsCl}$ » по специальности 05.17.02 – Технология редких, рассеянных и радиоактивных элементов принята к защите 26 октября 2016 г., протокол № 15 диссертационным советом Д 212.285.09 на базе ФГАОУ ВО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина», Минобрнауки России; 620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, 19; созданного приказом Минобрнауки России № 105/нк от 11.04.2012 г.

Соискатель, Якимов Сергей Михайлович, 1983 года рождения. В 2006 году окончил ГОУ ВПО «Уральский государственный технический университет – УПИ» по специальности «Химическая технология материалов современной энергетики»; в 2011 году окончил очную аспирантуру ФГАОУ ВПО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина» по специальности 05.17.02 – Технология редких, рассеянных и радиоактивных элементов; работает в должности инженера-

технолога АО «Уральский электрохимический комбинат» (г. Новоуральск, Свердловская обл.).

Диссертация выполнена на кафедре редких металлов и наноматериалов Физико-технологического института ФГАОУ ВО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н.Ельцина», Минобрнауки России.

**Научный руководитель** – кандидат химических наук, PhD, доцент, Волкович Владимир Анатольевич, ФГАОУ ВО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина», Физико-технологический институт, кафедра редких металлов и наноматериалов, доцент.

Официальные оппоненты:

**Новоселова Алена Владимировна**, доктор химических наук, профессор РАН, доцент, ФГБУН Институт высокотемпературной электрохимии Уральского отделения Российской академии наук (г. Екатеринбург), лаборатория радиохимии, ведущий научный сотрудник;

**Пасечник Лилия Александровна**, кандидат химических наук, ФГБУН Институт химии твердого тела Уральского отделения Российской академии наук (г. Екатеринбург), лаборатория химии гетерогенных процессов, старший научный сотрудник,

дали положительные отзывы на диссертацию.

**Ведущая организация** – ФГБОУ ВО «Кабардино-Балкарский государственный университет им. Х.М. Бербекова», г. Нальчик – в своем положительном заключении, подписанном Кушховым Хасби Биляловичем, доктором химических наук, профессором, заведующим кафедрой неорганической и физической химии, указала, что диссертационная работа Якимова Сергея Михайловича по объему, уровню проведенных исследований, актуальности, научной и практической значимости соответствует требованиям п. 9 Положения о присуждении ученых степеней, и может рассматриваться как завершенная научно-квалификационная работа,

в которой содержится решение научной задачи, имеющей существенное значение для реализации технологий производства редкоземельных элементов и их соединений, а также неводных пирохимических методов переработки отработавшего ядерного топлива, а ее автор, Якимов С.М., заслуживает присуждения ученой степени кандидата химических наук по специальности 05.17.02 – Технология редких, рассеянных и радиоактивных элементов.

Соискатель имеет 24 опубликованные работы, в том числе по теме диссертации – 24 работы, опубликованных в рецензируемых научных изданиях – 7.

Другие публикации представлены в виде 1 главы в коллективной монографии; 4 статей в научных журналах; тезисов 12 докладов международных (6) и всероссийских (6) научных конференций. Общий объем опубликованных по теме диссертации работ 7,31 п.л., авторский вклад – 1,35 п.л.

Наиболее значительные научные работы по теме диссертации:

1. Якимов С.М. Изучение процессов осаждения фосфатов редкоземельных элементов из хлоридных расплавов / В. А. Волкович, Б. Д. Васин, Т. Р. Гриффитс, Е. О. Медведев, **С. М. Якимов** // Вестник УГТУ-УПИ. – 2004. – № 5(35). – Ч. 1. – С. 21–28 (0.48 п.л./0.03 п.л.).

2. Якимов С.М. Исследование процессов образования фосфатов лантаноидов в расплавах эвтектической смеси  $3\text{LiCl}-2\text{KCl}$  / В. А. Волкович, Т. Р. Гриффитс, Б. Д. Васин, **С. М. Якимов**, Е. О. Медведев // Расплавы. – 2007. – № 3. – С. 24–31 (1.42 п.л./0.12 п.л.).

3. Якимов С.М. Осаждение фосфатов редкоземельных элементов из расплавов на основе эвтектической смеси  $\text{NaCl}-2\text{CsCl}$  / В. А. Волкович, А. Б. Иванов, **С. М. Якимов**, Б. Д. Васин, А. В. Чукин, А. К. Штольц // Расплавы. – 2014. – № 6. – С. 58–69 (0.67 п.л./0.09 п.л.).

4. Yakimov S. M. Formation of rare earth phosphates in  $\text{NaCl}-2\text{CsCl}$ -based melts / V. A. Volkovich, A. B. Ivanov, S. M. Yakimov, I. B. Polovov, B. D. Vasin,

A. V. Chukin, A. K. Shtolts, T. R. Griffiths // Molten Salts Chemistry and Technology, M. Gaune-Escard and G. M. Haarberg, Editors, John Wiley & Sons Inc. – Hoboken. – 2014. – P. 481–488 (0.42 п.л./0.08 п.л.).

На автореферат поступили положительные отзывы от:

1. **Смоленского Валерия Владимировича**, доктора химических наук, старшего научного сотрудника лаборатории радиохимии ФГБУН Институт высокотемпературной электрохимии Уральского отделения Российской академии наук, г. Екатеринбург. Содержит вопрос и замечание: известно, что при хлорировании РЗЭ происходит образование оксихлоридов, которые в том или ином количестве могут присутствовать в расплаве. Как в этом случае происходит утилизация продуктов деления? Из текста автореферата неясна размерность «объема» (см. табл. 1, 2).

2. **Цурика Андрея Анатольевича**, кандидата технических наук, старшего мастера опытного цеха № 3 ОАО «Соликамский магниевый завод», г. Соликамск Пермской обл. Содержит вопросы: 1) стр. 12-13: известно, что в технологии хлорирования значительное увеличение скорости реакций оксидов с хлором достигается при добавлении углерода как акцептора кислорода. Почему автор не использовал добавки в расплав углерода как раскислителя?; 2) не наблюдалось ли загущения (повышения вязкости) хлоридного расплава с оксидами РЗЭ из-за образования оксохлоридов РЗЭ в процессе хлорирования?; 3) как была определена удельная поверхность (м<sup>2</sup>/г) порошков оксидов РЗЭ?; 4) считается, что скорость хлорирования при участии расплава превышает скорость реакции с газообразным хлором при наличии в расплаве «переносчиков хлора» – металлов с переменной степенью окисления. Изучались ли автором отдельно скорости стадий реакций оксидов РЗЭ с газообразным хлорагентом и насыщенным им расплавом?

3. **Жерина Ивана Игнатьевича**, доктора химических наук, профессора кафедры химической технологии редких, рассеянных и радиоактивных элементов ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский Томский

политехнический университет», г. Томск. Содержит вопросы: 1) чем объясняется разница в удельных скоростях хлорирования, полученных для одного и того же РЗЭ при одной температуре (например, данные для оксида неодима при 550 °С в расплаве NaCl-2CsCl, таблица 1)?; 2) автором показано, что для полного (более 99 %) осаждения РЗЭ из 1 расплава необходим значительный избыток фосфата. Каким образом предполагается проводить очистку технологического расплава от фосфат-ионов перед возвращением его в цикл?; 3) какие методы могут быть использованы для отделения осадка фосфатов РЗЭ от солевого расплава?

4. **Трифорова Константина Ивановича**, доктора химических наук, профессора кафедры «Безопасность жизнедеятельности, экологии и химии» ФГБОУ ВО «Ковровская государственная технологическая академия имени В.А. Дегтярева», г. Ковров Владимирской обл. Содержит вопросы и замечания: 1) анализ и сравнение данных (таблицы 1 и 2) с целью выявления зависимостей характеристик процесса хлорирования оксидов различных РЗЭ следует проводить для одних и тех же условий эксперимента, т.е. температуры, солевой среды и т.п.; 2) сто представляет собой размерность для скорости хлорирования в ч<sup>-1</sup> и с какой целью в таблицах 1 и 2 приводится колонка с отношением масса (оксида РЗЭ) / масса (расплава), и как сказывается разбавление навески оксида расплавом на характеристиках хлорирования?

5. **Чинейкина Сергея Владимировича**, кандидата технических наук, заместителя генерального директора – технического директора АО «Чепецкий механический завод», г. Глазов, Удмуртия. Содержит вопросы: 1) при каком значении избытка хлорирующего агента (хлора и хлороводорода) относительно стехиометрии реакции хлорирования оксидов РЗЭ получены результаты расчёта скорости хлорирования?; 2) проводился ли анализ коррозионной стойкости конструкционных материалов для реализации исследованных процессов хлорирования оксидов и осаждения фосфатов РЗЭ в рассматриваемых технологических средах?

6. **Кузнецова Сергея Александровича**, доктора химических наук, профессора, заведующего лабораторией высокотемпературной химии и электрохимии ФГБУН Институт химии и технологии редких элементов и минерального сырья им. И.В. Тананаева Кольского научного центра Российской академии наук, г. Апатиты Мурманской обл. Содержит вопросы и замечания: 1) в утверждениях автора имеются противоречия, так на стр. 11 указано, что снижение скорости хлорирования на стадии завершения процесса связано с уменьшением поверхности оксидных частиц в процессе растворения. В то же время на стр. 14 отмечено, что четкой зависимости скорости хлорирования от удельной поверхности не прослеживается. К сожалению, в автореферате не указаны значения удельной поверхности оксидов, использовались ли оксиды РЗЭ с одинаковой удельной поверхностью при изучении влияния природы оксида, уравнения для расчета кинетических параметров; 2) неясным из текста автореферата остается, с чем связан разный избыток фосфата щелочного металла необходимого для полного осаждения РЗЭ из расплавов?

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается их компетентностью в области физической химии и электрохимии высокотемпературных систем, исследования поведения редкоземельных элементов и их соединений в солевых расплавах, разработки методов получения соединений редкоземельных элементов, что подтверждается публикациями в рецензируемых российских и международных научных изданиях.

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

– **разработаны** физико-химические основы способа очистки технологических расплавов на основе смесей хлоридов щелочных металлов от редкоземельных продуктов деления в пирохимических технологиях переработки отработавшего ядерного топлива;

– **предложены** методики спектроскопического исследования процессов с участием ионов редкоземельных элементов в среде расплавленных хлоридов щелочных металлов;

– **предложены** технологические условия, обеспечивающие очистку расплавов на основе смесей хлоридов щелочных металлов от редкоземельных продуктов деления.

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

– **доказано**, что катионный состав расплава на основе хлоридов щелочных металлов оказывает влияние на состав и структуру фосфатов редкоземельных элементов, образующихся в данных средах;

– **применительно к проблематике диссертации результативно использован** метод электронной спектроскопии поглощения, как метод контроля процессов с участием ионов редкоземельных элементов в высокотемпературных расплавах на основе хлоридов щелочных металлов;

– **изложены** основные закономерности протекания процессов хлорирования оксидов редкоземельных элементов и образования фосфатов редкоземельных элементов в хлоридных расплавах;

– **раскрыт** механизм процесса хлорирования оксидов редкоземельных элементов хлороводородом и хлором в расплавах на основе смесей хлоридов щелочных металлов;

– **изучено** влияние катионного состава расплавов на основе хлоридов щелочных металлов, природы фосфата-осадителя на состав и структуру фосфатов редкоземельных элементов, образующихся в данных средах.

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

– **определено** влияние катионного состава хлоридного расплава на состав и структуру образующихся фосфатов редкоземельных элементов (РЗЭ), что способствует разработке методов синтеза неорганических

материалов необходимого состава в среде высокотемпературных ионных расплавов;

– **представлены** результаты исследований процессов хлорирования оксидов РЗЭ и осаждения фосфатов РЗЭ в расплавах на основе смесей хлоридов щелочных металлов, которые будут востребованы при разработке и оптимизации процессов получения хлоридных электролитов, содержащих РЗЭ, синтеза фосфатов РЗЭ, а также пирохимической переработки отработавшего ядерного топлива, в частности, на стадии растворения топлива методом хлорирования в расплавах и на стадии очистки технологических электролитов от редкоземельных продуктов деления и подготовки данной группы продуктов деления к захоронению.

**Оценка достоверности результатов исследования выявила, что:**

– **для экспериментальных работ** использовалось современное оборудование; полученные в работе электронные спектры поглощения (ЭСП) ионов РЗЭ в расплавах NaCl–2CsCl и NaCl–KCl согласуются с имеющимися в литературе данными для расплава 3LiCl–2KCl. Интерпретация ЭСП проведена в соответствии с современными квантово-химическими представлениями в области спектроскопии f-элементов и не противоречит имеющимся результатам, полученным с помощью колебательной спектроскопии и рентгеновской спектроскопии поглощения;

– **теоретические положения** о закономерностях процессов хлорирования оксидов РЗЭ в хлоридных расплавах согласуются с опубликованными экспериментальными данными по хлорированию в среде расплавленных солей и не противоречат современным научным представлениям о свойствах ионных расплавов, выявленные закономерности образования фосфатов РЗЭ в расплавах 3LiCl–2KCl, NaCl–KCl и NaCl–2CsCl согласуются с имеющимися в литературе отрывочными результатами для расплавов индивидуальных хлоридов щелочных металлов (NaCl и KCl) и эвтектической смеси 3LiCl–2KCl;



– **идея базируется** на обобщении передового мирового и российского опыта в области электронной спектроскопии поглощения солевых расплавов, содержащих ионы редкоземельных элементов, синтеза индивидуальных соединений редкоземельных элементов, приготовления хлоридных расплавов, содержащих редкоземельные элементы;

– **установлено** качественное и количественное совпадение результатов с имеющимися в литературе результатами, полученным ранее для расплавов на основе  $3\text{LiCl}-2\text{KCl}$ , а так же с результатами исследований хлоридных систем методами спектроскопии комбинационного рассеяния света и рентгеновской спектроскопии поглощения;

– **использованы** современные методики сбора и обработки информации в базах данных Scopus, Web of science, Chemical Abstracts, научной электронной библиотеки eLIBRARY.

**Личный вклад соискателя** заключается в выборе теоретических и экспериментальных методов решения поставленных задач, планировании и проведении экспериментальных исследований, получении экспериментальных данных. Постановка целей и задач исследования, анализ и интерпретация полученных данных были выполнены совместно с научным руководителем – канд. хим. наук, доцентом В.А. Волковичем. Подготовка к публикации докладов и статей была осуществлена при участии соавторов, указанных в работах.

Диссертационная работа Якимова Сергея Михайловича соответствует п. 9 Положения о присуждении ученых степеней, является завершенной научно-квалификационной работой, в которой содержится решение научной задачи по получению данных об ионно-координационном состоянии редкоземельных элементов в расплавах солей на основе хлоридов щелочных металлов, установлению механизмов процессов хлорирования оксидов редкоземельных элементов и образования фосфатов редкоземельных элементов в хлоридных расплавах, имеющей существенное значение для

технологии редких и редкоземельных элементов и пирохимической переработки отработавшего ядерного топлива.

На заседании 28 декабря 2016 года диссертационный совет принял решение присудить Якимову С.М. ученую степень кандидата химических наук.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 23 человека, из них 7 докторов наук по специальности рассматриваемой диссертации, участвовавших в заседании, из 29 человек, входящих в состав совета, проголосовали: за – 23 против – нет, недействительных бюллетеней – нет.

Председатель

диссертационного совета

Бекетов Аскольд Рафаилович

Ученый секретарь

диссертационного совета

Семенищев Владимир Сергеевич

28 декабря 2016 г.

