

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования
**«Пермский национальный исследовательский политехнический
университет»**

**Заключение диссертационного совета Д ПНИПУ.05.12
по диссертации Убаськиной Юлии Александровны
на соискание ученой степени
доктора технических наук**

Диссертация «Физико-химические основы получения адсорбентов из диатомита для очистки различных жидких сред» по специальности 2.6.7. Технология неорганических веществ принята к защите 15 июня 2023 г. (протокол заседания № 11) диссертационным советом Д ПНИПУ.05.12, созданным по приказу ректора Пермского национального исследовательского политехнического университета от 27 января 2022 г. № 5-О в рамках реализации предоставленных ПНИПУ прав, предусмотренных абзацами вторым – четвертым пункта 3.1 статьи 4 Федерального закона от 23 августа 1996 г. N 127-ФЗ «О науке и государственной научно-технической политике» на основании распоряжения Правительства Российской Федерации от 23 августа 2017 г. N 1792-р.

Диссертация выполнена в федеральном государственном бюджетном учреждении «Институт химических реактивов и особо чистых химических веществ Национального исследовательского центра «Курчатовский институт»».

Научный консультант – Алехина Марина Борисовна, доктор химических наук, профессор, профессор кафедры технологии неорганических веществ и электрохимических процессов федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева».

Официальные оппоненты:

Везенцев Александр Иванович, доктор технических наук, специальность 05.17.11 - Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов, профессор, профессор кафедры общей химии, ФГАОУ ВО «Белгородский государственный национальный исследовательский университет»,

Милютин Виталий Витальевич, доктор химических наук, специальность 02.00.14 - Радиохимия, заведующий лабораторией хроматографии радиоактивных элементов, ФГБУН Институт физической химии и электрохимии имени А. Н. Фрумкина РАН,

Ильин Александр Александрович, доктор технических наук, специальность 05.17.01 - Технология неорганических веществ, доцент, профессор кафедры технологии неорганических веществ, ФГБОУ ВО «Ивановский государственный химико-технологический университет»,

дали *положительные* отзывы диссертации.

Ведущая организация – федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Санкт-Петербургский государственный технологический институт (технический университет)», г. Санкт-Петербург. Отзыв ведущей организации утвержден ректором ФГБОУ ВО «Санкт-Петербургский государственный технологический институт (технический университет)», доктором технических наук, доцентом Шевчиком Андреем Павловичем, заслушан на заседании кафедры химии и технологии материалов и изделий сорбционной техники федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Санкт-Петербургский государственный технологический институт (технический университет)», подписан заведующим кафедрой химии и технологии материалов и изделий сорбционной техники Санкт-Петербургского государственного технологического института (технического университета) (СПБГТИ(ТУ)), доктором технических наук, профессором Самониным Вячеславом Викторовичем. В отзыве указано, что диссертационная работа Убаськиной Юлии Александровны является завершенной научной работой и отвечает требованиям п.9-11, 13, 14 «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденного Постановлением Правительства РФ № 842 от 24.09.2013 г., и критериям, которым должны отвечать диссертации на соискание ученой степени доктора наук, установленным «Порядком о присуждении ученых степеней в ПНИПУ», утвержденным ректором ПНИПУ от 9 декабря 2021 г., а соискатель Убаськина Юлия Александровна заслуживает присуждения ученой степени доктора технических наук по специальности 2.6.7. Технология неорганических веществ.

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обоснован их научными достижениями в области применения отечественного минерального сырья для производства адсорбентов для очистки различных жидких сред, которые по предметной области соответствуют направлению диссертационного исследования соискателя; наличием достаточной квалификации для оценки научной и практической значимости, обоснованности и достоверности полученных выводов.

По теме диссертации опубликовано 44 работы, 8 из которых являются статьями в журналах, включенных в перечень ведущих рецензируемых научных изданий, и 4 статьи в журналах, индексируемых в международных реферативных базах: Web of Science, Scopus, Chemical Abstracts, 2 патента на изобретение Российской Федерации.

В диссертации отсутствуют недостоверные сведения об опубликованных соискателем научных трудах. Наиболее значимые научные работы по теме диссертации:

1. Убаськина Ю.А., Алехина М.Б. Адсорбция хорошо растворимых органических соединений на диатомите // Физикохимия поверхности и защита материалов. – 2023. – Т. 59. – №2. – С. 122-127 (0,61 п.л., авт. 0,49 п.л.) (Web of Science, Scopus, Chemical Abstracts)

В статье приведены адсорбционно-структурные характеристики инзенского диатомита и данные о поверхностной плотности заряда диатомита при различных значениях pH раствора, закономерности изменения заряда поверхности диатомита от pH раствора, результаты изучения адсорбции эозина H в зависимости от величины поверхностной плотности заряда диатомита, предложен вероятный механизм адсорбции анионных органических соединений на диатомите.

2. Убаськина Ю.А., Алехина М.Б. Изучение возможности использования опал-кристобалитовых пород с высоким содержанием глинистых минералов для тонкой очистки воды от хорошо растворимых органических соединений // Стекло и керамика. – 2022. – Т. 95. – №10. – С. 48-55 (0,61 п.л., авт. 0,49 п.л.) (Web of Science, Scopus, Chemical Abstracts).

В статье приведены результаты исследования химического и минералогического составов и значений предельной адсорбции метиленового синего на образцах опал-кристобалитовых пород, сделан вывод о перспективности применения пород с высоким содержанием глинистых минералов для очистки воды от хорошо растворимых органических соединений.

3. Убаськина Ю.А., Алехина М.Б. Применение гранулометрии для экспресс-оценки эксплуатационных свойств кислотно-активированных осадочных пород // Стекло и керамика. – 2021. – №10. – С. 42-50 (0,77 п.л., авт. 0,62 п.л.) (Web of Science, Scopus, Chemical Abstracts).

В работе проведено сравнение гранулометрического состава нативных и кислотно-активированных пород, содержащих алюмосиликаты, найдены закономерности изменения их гранулометрического состава при нахождении в воде, исследовано влияние кислотной обработки на адсорбционно-структурные характеристики диатомита, показана возможность применения анализа гранулометрического состава для экспресс-оценки эксплуатационных свойств кислотно-активированных осадочных пород.

4. Ubaskina, J., Ofitserov Y. Silicon in organic and bioorganic chemistry: the development of methods of synthesizing organic derivatives of silicon based on biogenic silica. In book: «Organosilicon Chemistry VI: From Molecules to Materials

- Weinheim: WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2008. – P. 595-600 (0,37 п.л., авт. 0,33 п.л.) (Scopus).

В работе обсуждаются растворимость и стабилизация растворимых форм кремнезема опал-кристобалитовых пород, динамика процесса растворения и сорбции биогенного кремнезема опал-кристобалитовых пород – диатомита и опоки, исследованы факторы, влияющие на растворимость и стабилизацию растворимых форм кремнезема (степень измельчения породы, pH и температура раствора, содержание соединений алюминия и железа в растворе, наличие силикатразрушающих ферментов или микроорганизмов, органических реагентов с вицинальными гидроксильными группами, в частности пирокатехина, танина и гуминовых кислот).

5. Убаськина Ю.А., Алехина М.Б. Лабораторные способы получения эффективных адсорбентов на основе диатомита для очистки воды от примесей хорошо растворимых органических соединений // Бутлеровские сообщения. – 2020. – Т.64. – №10. – С.74-84 (0,94 п.л., авт. 0,75 п.л.).

В статье исследован процесс гранулирования диатомита с целью получения гранулированного адсорбента для использования его в качестве фильтрующей загрузки для очистки воды, изучены адсорбционно-структурные свойства гранул из диатомита, оптимизированы параметры термообработки гранулированного адсорбента с целью повышения проницаемости слоя частиц и прочности.

6. Убаськина Ю.А., Фетюхина Е.Г., Адаев Т.В. Исследование возможности расширения минерально-сырьевой базы для получения адсорбентов на основе опал-кристобалитовых пород // Вестник Белгородского государственного технологического университета им. В.Г. Шухова. – 2018. – № 2. – С.59-67 (0,90 п.л., авт. 0,54 п.л.)

В работе представлены результаты исследования возможности расширения минерально-сырьевой базы для получения адсорбентов на основе опал-кристобалитовых пород, исследована растворимость в растворе щелочи и адсорбция метиленового синего на образцах исследуемых пород, обнаружено, что ранее выявленные закономерности влияния химического состава опал-кристобалитовых пород на величину адсорбции метиленового синего являются общими для пород различных месторождений.

7. Убаськина Ю.А. Влияние структуры диатомита на его технологические свойства // Вестник Белгородского государственного технологического университета им. В.Г. Шухова. – 2017. – № 11. – С. 123-127 (0,41 п.л., авт. 0,41 п.л.)

Работа посвящена изучению структуры диатомита и ее изменению в результате применения различных лабораторных и промышленных способов

измельчения диатомита, а также влиянию способов измельчения диатомита на его технологические свойства – адсорбционную способность и проницаемость, при использовании его в качестве адсорбента для очистки различных жидких сред.

8. Убаськина Ю.А., Коростелева Ю.А. Исследование возможности практического применения диатомита для очистки сточных вод // Вестник Белгородского государственного технологического университета им. В.Г. Шухова. – 2017. – № 7. – С. 92-96 (0,58 п.л., авт. 0,35 п.л.)

В статье приведены результаты исследования возможности практического применения диатомита для очистки сточных вод. Исследовано влияние значений среднего диаметра частиц и температуры термообработки диатомита на проницаемость слоя частиц и адсорбционную способность веществ из раствора на диатомите. На основании полученных данных разработаны рекомендации по практическому применению диатомита для очистки сточных вод.

9. Убаськина Ю.А., Арсентьев И.В., Фетюхина Е.Г., Коростелева Ю.А., Адаев Т.В. Исследование минералогического состава диатомита для его безопасной добычи и применения в промышленности // Вестник Белгородского государственного технологического университета им. В.Г. Шухова. – 2016. – № 1. – С. 128-132 (0,58 п.л., авт. 0,35 п.л.)

В статье приведены результаты исследования минералогического состава инзенского диатомита. Найдено, что аморфный кремнезем, представленный устойчивыми к растворению панцирями диатомей и более растворимыми глобулами опала, составляет около 70% всего кремнезема диатомита. Обнаружено, что содержание кристаллического кремнезема в диатомите не превышает 7%. Найдено, что кристаллический кремнезем представлен в диатомите кварцем в виде мелкодисперсного кварцевого песка, кристаллы которого сопоставимы с размерами диатомовых панцирей. Показано, что нативный диатомит является безопасным материалом при добыче и применении его в промышленности, так как количество в нем кристаллического кремнезема соответствует принятым гигиеническим нормативам.

10. Убаськина Ю.А., Коростелева Ю.А. Адсорбция катионов и анионов органических соединений на поверхности диатомита // Вестник Белгородского государственного технологического университета им. В.Г. Шухова. – 2016. – № 10. – С. 172-178 (0,81 п.л., авт. 0,65 п.л.)

В статье приведены результаты исследования адсорбции катионов и анионов органических соединений на поверхности диатомита. Установлено, что величина адсорбции катионов и анионов органических соединений на

поверхности диатомита зависит от поверхностной плотности заряда диатомита, которая имеет положительное значение в диапазоне рН 1-5 и отрицательное значение в диапазоне рН 6-14, проходя через ноль в изоэлектрической точке. Показано, что адсорбция анионов органических соединений из растворов на поверхности диатомита увеличивается с понижением значения рН раствора. Рассмотрено значение протонирования кремнезема диатомита при адсорбции анионов органических соединений из растворов. Обнаружено, что на величину адсорбции анионов органических соединений из растворов на поверхности диатомита могут влиять стерические эффекты. Установлено, что адсорбция катионов органических соединений из растворов на поверхности диатомита увеличивается с повышением значения рН раствора. Отмечено, что величина адсорбции катионов органических соединений определяется, в основном, количеством глинистой фракции в диатомите.

11. Убаськина Ю.А., Фетюхина Е.Г., Коростелева Ю.А. Исследование адсорбционной способности диатомита // Вестник Белгородского государственного технологического университета им. В.Г. Шухова. – 2016. – № 5. – С. 140-143 (0,47 п.л., авт. 0,28 п.л.)

Статья посвящена исследованию адсорбционной способности диатомита по отношению к положительно заряженным органическим ионам, образующимся при диссоциации в воде растворимых органических соединений. Показано, что величина адсорбции положительно заряженных органических ионов на диатомите определяется количеством глинистых минералов и оксидов щелочных и щелочноземельных металлов и может быть увеличена путем добавления к диатомиту породы, содержащей глинистые минералы, в частности, бентонита.

12. Убаськина Ю.А. Изучение компонентов воды в диатомите и их влияние на адсорбционные свойства породы // Вестник Белгородского государственного технологического университета им. В.Г. Шухова. – 2014. – № 4. – С. 143-147 (0,41 п.л., авт. 0,41 п.л.)

Статья посвящена исследованию молекул воды и гидроксильных групп на поверхности диатомита и их влиянию на величину адсорбции хорошо растворимых в воде полярных органических соединений на диатомите. Показаны темп и характер удаления воды из диатомита при его термообработке.

На диссертацию и автореферат поступило 10 отзывов, все отзывы положительные: отзыв **Дорошенко Александра Александровича**, доктора геолого-минералогических наук, доцента, старшего научного сотрудника, главного научного сотрудника лаборатории подсчёта запасов Общества с

ограниченной ответственностью "Научно-исследовательский институт природных газов и газовых технологий - Газпром ВНИИГАЗ" (г. Тюмень) и **Смирнова Павла Витальевича**, кандидата геолого-минералогических наук, ведущего научного сотрудника федерального государственного бюджетного учреждения науки федерального исследовательского центра Тюменского научного центра Сибирского отделения Российской академии наук, отзыв **Дударева Владимира Ивановича**, доктора технических наук, профессора кафедры химии и биотехнологии им. проф. В.В. Тутуриной федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Иркутский национальный исследовательский технический университет», отзыв **Дудкина Дениса Владимировича**, доктора технических наук, доцента, доцента кафедры химии Института естественных и технических наук бюджетного учреждения высшего образования Ханты-Мансийского автономного округа – Югры «Сургутский государственный университет», отзыв **Коноваловой Наталии Анатольевны**, доктора технических наук, доцента по кафедре химии, ведущего научного сотрудника научно-исследовательского проектно-технологического бюро «ЗабИЖТ-Инжиниринг», профессора кафедры «Техносферная безопасность» Забайкальского института железнодорожного транспорта – филиала федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Иркутский государственный университет путей сообщения» (ЗабИЖТ ИрГУПС), отзыв **Логаниной Валентины Ивановны**, доктора технических наук, профессора, заведующего кафедрой «Управление качеством и технология строительного производства» федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Пензенский государственный университет архитектуры и строительства», отзыв **Рябкова Юрия Ивановича**, доктора химических наук, доцента, заместителя директора по научной работе Института химии федерального государственного бюджетного учреждения науки федерального исследовательского центра «Коми научный центр Уральского отделения Российской академии наук», отзыв **Савостьянова Александра Петровича**, доктора технических наук, профессора, профессора кафедры «Химические технологии» федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Южно-Российский государственный политехнический университет (НПИ) имени М.И. Платова», отзыв **Грейша Александра Авраамовича**, доктора химических наук, профессора, ведущего научного сотрудника лаборатории экологических исследований и разработок, ведущего научного сотрудника лаборатории разработки и исследования полифункциональных катализаторов федерального государственного бюджетного учреждения науки Института органической

химии им. Н.Д. Зелинского Российской академии наук, отзыв **Мухина Виктора Михайловича**, доктора технических наук, профессора, начальника лаборатории активных углей, эластичных сорбентов и катализаторов акционерного общества "Электростальское научно-производственное объединение "Неорганика" (АО "ЭНПО "Неорганика"), отзыв **Размахнина Константина Константиновича**, доктора технических наук, доцента, заведующего Читинским филиалом Федерального государственного бюджетного учреждения науки Институт горного дела им. П.А. Чинакала Сибирского отделения Российской академии наук, отзыв **Михаленко Ирины Ивановны**, доктора химических наук, профессора, профессора кафедры физической и коллоидной химии факультета физико-математических и естественных наук федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования "Российский университет дружбы народов имени Патриса Лумумбы", отзыв **Казиева Гарри Захаровича**, доктора химических наук, профессора, профессора кафедры общей химии, института биологии и химии Московского педагогического государственного университета (МПГУ)

В отзывах дана положительная оценка научного уровня, теоретической и практической значимости диссертации Убаськиной Юлии Александровны. Отмечено, что ее диссертация отвечает требованиям «Положения о присуждении ученых степеней» ВАК Минобрнауки РФ, утвержденного Постановлением Правительства РФ № 842 от 24.09.2013 г., и критериям, которым должны соответствовать диссертации на соискание ученой степени доктора наук, установленным «Порядком о присуждении ученых степеней в ПНИПУ», утвержденным ректором ПНИПУ от 9 декабря 2021 г., а Убаськина Юлия Александровна заслуживает присуждения ученой степени доктора технических наук по специальности 2.6.7. Технология неорганических веществ.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

получены результаты исследования состава и свойств диатомита как сырья для получения адсорбентов для очистки различных жидких сред;

выявлены закономерности проявления адсорбционных свойств диатомита по отношению к катионным и анионным органическим соединениям в полярной и неполярной жидких средах;

разработаны способы получения порошкового и гранулированного адсорбентов на основе диатомита для очистки воды; способы получения специфических адсорбентов на основе диатомита – порошка адсорбента для очистки воды от катионных органических соединений, порошка адсорбента для очистки воды от анионных органических соединений, адсорбента для

отбеливания подсолнечного масла; физико-химические основы получения адсорбентов из диатомита для очистки различных жидких сред с учетом физико-химических, химико-минералогических, технологических особенностей диатомита как минерального сырья для получения адсорбентов; технологии производства адсорбентов на основе диатомита.

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:

разработан новый подход к рассмотрению диатомита как породы с развитой гидроксильной поверхностью, обуславливающей его адсорбционные свойства по отношению к хорошо растворимым органическим соединениям, обосновании полярности поверхности диатомита как функции его химического и минералогического состава и разработке физико-химических основ получения адсорбентов из диатомита для очистки различных жидких сред с учетом его физико-химических, химико-минералогических, технологических особенностей как минерального сырья для получения адсорбентов, обуславливающие особенности применения методов измельчения, сушки, классификации, гранулирования и химического модифицирования диатомита при получении адсорбентов;

показана однородность диатомита в пределах одного месторождения по составу и свойствам как сырья для получения продукции ожидаемого качества в промышленных объемах;

получены закономерности, позволяющие прогнозировать адсорбционные свойства опал-кристаллитового сырья, которое предполагается использовать для получения адсорбентов для очистки различных жидких сред.

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

разработана технология производства адсорбентов на основе диатомита, позволяющая получать на одной технологической линии все разработанные адсорбенты: порошок и гранулированный адсорбенты на основе диатомита для очистки воды, специфические адсорбенты на основе диатомита для очистки воды от катионных и анионных органических соединений, адсорбент на основе диатомита для отбеливания подсолнечного масла;

разработаны проекты технологической документации на технологические процессы производства порошкового и гранулированного адсорбента на основе диатомита для очистки воды, адсорбента на основе диатомита для отбеливания подсолнечного масла;

результаты диссертационной работы **внедрены** при технической модернизации производства на предприятии ГК «Диамикс» (г. Ульяновск) в течение 2011-2015 гг. при замене технологической линии производства порошка диатомита и в течение 2011-2016 гг. на участке производства

отбеливающих земель;

представлены предложения и рекомендации по применению разработанных промышленных технологий получения адсорбентов из диатомита при организации производства адсорбентов для предприятий водоподготовки и водоочистки, предприятий текстильной, пищевой, фармацевтической, химической промышленности, коммунально-бытовых предприятий, имеющих вспомогательное водоочистное оборудование, а также масложировых, маслоэкстракционных предприятий, фермерских хозяйств и ферм, занимающиеся производством и очисткой подсолнечного масла;

на основе полученных результатов исследования **получены** патенты № 2736294 РФ «Состав нейтрализующего компонента для обезвреживания нефтеотходов комбинированным сорбционно-реагентным способом» и № 2725730 РФ «Способ получения адсорбента для очистки подсолнечного масла».

Оценка достоверности результатов исследования выявила:

экспериментальные работы проводились в аттестованных лабораториях на оборудовании, имеющем сертификаты, удостоверяющие их соответствие российским стандартам, с использованием современных стандартных и оригинальных методик, приборов и технических средств, с учетом многократного повторения экспериментов и отсутствием противоречий с основными физико-химическими и материаловедческими правилами и закономерностями;

статистический анализ данных и их интерпретация выполнены с использованием математических методов обработки информации.

Личный вклад соискателя состоит в постановке цели и задач исследования, разработке методик эксперимента, проведении и интерпретации результатов экспериментов, формулировании научных положений и выводов, обработке, в написании и подготовке к публикациям научных трудов, посвященных теме исследования.

Диссертационный совет пришел к выводам о том, что:

1) диссертация представляет собой научно-квалификационную работу, которая соответствует критериям, установленным Положением о присуждении ученых степеней, утвержденным Постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 г. № 842, и Порядком присуждения ученых степеней в ПНИПУ, утвержденным приказом ректора ПНИПУ от 09 декабря 2021 г. № 1-О: в работе изложены научно обоснованные технологические решения, связанные с разработкой технологий получения адсорбентов, применимых для очистки различных жидких сред, из отечественного минерального сырья – диатомита.

2) диссертация представляет собой научно-квалификационную работу, соответствующую по своим целям, задачам, содержанию, научной новизне и методам исследования направлениям исследований, изложенным в п. 1, 4, 8 паспорта специальности 2.6.7. Технология неорганических веществ, так как включает технологические процессы получения неорганических продуктов: сорбентов; способы и последовательность технологических операций и процессов переработки сырья в неорганические продукты; разработку теоретических основ и установление общих закономерностей проектирования и технологий изготовления неорганических материалов.

На заседании 21 сентября 2023 г. диссертационный совет Д ПНИПУ.05.12 принял решение присудить Убаськиной Юлии Александровне ученую степень доктора технических наук (протокол 12 от 21 сентября 2023 г.).

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 16 человек, из них 6 докторов наук по специальности защищаемой диссертации, участвовавших в заседании, из 21 человека, входящих в состав совета, проголосовал: за присуждение ученой степени – 16, против присуждения ученой степени – 0.

Председатель диссертационного совета Д ПНИПУ.05.12,
доктор технических наук, профессор

Рудакова Л.В.

Ученый секретарь диссертационного
кандидат технических наук, доцент

Калинина Е.В.

«22» сентября 2023 г.