

УТВЕРЖДАЮ

Первый заместитель директора Центра по науке



2023 г.

ОТЗЫВ

ведущей организации федерального государственного бюджетного учреждения
«Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт»
(НИЦ «Курчатовский институт») на диссертацию Винокуровой Ольги Владимировны
«Исследование кинетики процесса разложения высококремнистого фосфатного сырья»,
представленную на соискание учёной степени кандидата технических наук по
специальности 2.6.7. Технология неорганических веществ.

Одной из важнейших задач современного мира является укрепление агропромышленного комплекса, что, в свою очередь, невозможно без повышения плодородия почв. Содержание питательных компонентов (азота, фосфора, калия) в пахотных землях напрямую зависит от качества и количества используемых минеральных удобрений. Постепенное исчерпание запасов природных ресурсов, диспропорции в их географическом размещении, наличие или отсутствие перерабатывающих предприятий вблизи мест добычи сырья – это лишь некоторые причины, приводящие к ежегодному увеличению стоимости конечной продукции на их основе.

Современная промышленность фосфорсодержащих удобрений России в основном базируется на переработке кольского апатитового концентрата, цена на который за последние годы увеличилась почти в два раза. В связи с этим месторождения фосфоритов центральной части России рассматриваются в качестве потенциального сырья для производства фосфорных удобрений на действующих технологических схемах.

Актуальность работы диссертанта обусловлена возрастающим интересом к альтернативному виду фосфатного сырья регионального значения для производства доступных по цене фосфорсодержащих минеральных удобрений. В пользу снижения стоимости минеральных удобрений на базе фосфорита Полпинского месторождения может свидетельствовать факт наличия промышленно значимых запасов фосфатного сырья, развитая инфраструктура в регионе, близость непосредственных

сельскохозяйственных потребителей. Доля логистических затрат в конечной стоимости продукции из полининского фосфорита будут значительно меньше, а значит, следует ожидать меньшую стоимость минеральных удобрений и большую доступность для региональных потребителей. Также актуальность работы доктора наук связана с предлагаемыми подходами внедрения высококремнистого фосфатного сырья в существующие технологии переработки. Использование попутного продукта (кварцевого песка) в смежных отраслях промышленности снижает долю промышленных отходов, что, безусловно, является одной из сторон эффективного природопользования.

Целью работы явилось обоснование рациональной технологии переработки высококремнистого фосфорита Полининского месторождения в неорганические продукты с помощью изучения кинетики взаимодействия сырья с азотной кислотой.

Основные результаты работы заключаются в:

- обосновании возможности комплексной азотнокислотной переработки высококремнистого фосфорита Полининского месторождения на неорганические продукты (NPK-удобрения и SiO_2) с учетом отличительной особенности сырья желвакового типа: наличия матричной мезонористой структуры рудообразующей породы α -кварца, стабильной в исследуемых условиях разложения и механического воздействия ($P_{\text{пресс}}=2.8 \text{ МПа}$), что объясняет непропорциональное изменение параметров твердой фазы, в частности, изменение массы и удельной площади поверхности выделенных фракций;
- установлении оптимальных параметров вскрытия сырья: эффективного диаметра частиц $(0.1-1.0) \cdot 10^{-3} \text{ м}$, $C_{\text{HNO}_3}=0.1 \text{ М}$, $N_{\text{HNO}_3}=120 \text{ \%}$, $T=20-30 \text{ }^{\circ}\text{C}$, $\omega=180 \text{ об/мин}$, обеспечивающих $K_p=99.7 \pm 0.2 \text{ \%}$, выявленных в условиях лабораторного эксперимента;
- определении кажущихся кинетических параметров процесса (n , k , E_a), получении согласующихся значений энергии активации, рассчитанных по результатам независимых методов гравиметрических и сорбционных измерений ($E_{a(m)}=34.6$ и $E_{a(S)}=33.4 \text{ кДж/моль}$), сопоставимых с величиной энергии активации ($E_{a(lq)} = 42.1 \text{ кДж/моль}$), рассчитанной по результатам анализа жидкой фазы;
- предложением автором механизме кислотной экстракции растворимых веществ из фосфорита желвакового типа, соответствующего модели с фронтальным перемещением зоны реакции ($R^2=0.998$) и, полученным математическом описании процесса с учетом площади поверхности раздела фаз;
- рекомендации дооснащения стандартной схемы получения азофоски оборудованием для фильтрации и магнитной сепарации, обеспечивающим повышение коэффициента использования высококремнистого фосфатного сырья.

Научная новизна работы заключается в получении массива новых данных, отражающих поведение твердой фазы в процессе азотнокислотного разложения высококремнистого фосфатного сырья осадочного происхождения; выявлении особенностей сырья желвакового типа; установление матричной структуры α -кварца, объясняющей характеристики твердой фазы.

В результате проведенного исследования было подобрано математическое описание процесса кислотного разложения фосфорита желвакового типа, а также

предложен механизм взаимодействия рассматриваемого вида фосфатного сырья с азотной кислотой. При условии подобия характеристик твердой фазы, полученные результаты можно проецировать на другие виды фосфатного сырья.

Практическая значимость результатов работы состоит в установлении технологических параметров энергоэффективного азотнокислотного разложения высококремнистого фосфорита Брянской области в лабораторных условиях: за счет высокой реакционной способности сырья возможно проводить экстракцию целевого компонента разбавленной кислотой при температуре близкой к комнатной.

Безусловным положительным результатом работы является обоснование возможности использования стандартных промышленных схем переработки фосфатного сырья с дооснащением их дополнительным узлом выделения и очистки попутного продукта для смежных областей промышленности.

Достоверность полученных результатов обеспечивается применением систематического анализа литературных данных, использованием современного лабораторного оборудования, получением воспроизводимых экспериментальных данных и их критического анализа.

Выводы автора являются достоверными, имеющими существенную новизну, и могут быть использованы при реализации ресурсосберегающей технологии переработки высококремнистого фосфатного сырья желвакового типа. С учетом выявленных особенностей твердой фазы и технологических параметров процесса азотнокислотной экстракции в рамках лабораторного эксперимента показана возможность получения двух видов продуктов: основного - NPK-удобрения и попутного - кварцевого песка.

Результаты исследований в достаточной степени апробированы в докладах на научных конференциях и в научных журналах.

Диссертационная работа хорошо структурирована, обладает внутренним единством и содержит новые научно-экспериментальные результаты, что свидетельствует о значительном вкладе автора в развитие исследований альтернативных видов фосфатного сырья (на примере высококремнистого фосфорита Полинского месторождения) для производства доступных по цене минеральных удобрений.

Тема и содержание диссертации соответствуют п. 1, 4 и 8 паспорта научной специальности 2.6.7. Технология неорганических веществ.

Автореферат диссертации оформлен в соответствии с установленными требованиями, и полностью отражает содержание диссертации, включает в себя цели и задачи исследования, научной новизны, практической значимости и основные выводы.

Материал, представленный в диссертации, вызывает ряд замечаний как по изложению материала, так и непосредственно по содержанию работы.

1. В описании эксперимента по разложению фосфорита не указано отношение Т:Ж.

2. С поискатель ученой степени на стр.83-84 пишет, что концентрация кислоты не является значимым фактором для процесса разложения, ссылаясь на результаты, полученные на стадии форопытов кинетического эксперимента. Однако эти результаты

в тексте диссертации отсутствуют, что, как кажется было бы полезно для подтверждения сказанного.

3. В экспериментах по разложению соискателем используется 0,1N азотная кислота, тогда как в промышленности для вскрытия фосфоритов применяют кислоту с концентрацией в несколько десятков раз выше (10-12N). Насколько корректно будет проводить аналогии?

4. Из текста диссертации не ясно использовались ли соискателем в дальнейших исследованиях рассмотренные принципы механоактивации (п. 1.3.1) и флотационных методов обогащения (п.1.3.2) исходной руды.

5. Необходимо разъяснить какое оборудование предлагается использовать в предлагаемой стандартной схеме на стадии фильтрования.

6. В работе не приведены современные тенденции развития технологий фосфорсодержащих удобрений на основе низкосортного фосфатного сырья.

7.В тексте диссертации (стр. 59-62) не приведены основные задач исследований, что затрудняет выявление причинно-следственных связей исследований.

8. Не приведены данные о зависимости реологических свойств суспензии о которых упоминается в работе.

9.Учитывались ли при интерпретации результатов фазового состава (п. 2.1.4) на основе рентгенофазового анализа, что на этапе подготовки проб фазовый состав может существенно искажаться, за счет протекающие обменных твердофазовых реакций.

10. В связи с чем в работе не приведены технико-экономические показатели по организации производства или наработке продукции на основе диоксида кремния, что затрудняет определить потенциальную возможность его использования в качестве сырья для производства широкого спектра продукции.

Отмеченные недостатки, не снижают общей высокой оценки работы, в связи с чем считаем, что диссертационная работа Винокуровой О.В. является законченным самостоятельно выполненным научно-квалификационным исследованием, в котором автором решена актуальная научно-техническая задача, имеющая значение для предприятий отрасли минеральных удобрений Российской Федерации и ближнего зарубежья (ПАО «ФосАгр», АО «МХК «ЕвроХим», ОАО «Гомельский химический завод» и др.), а также научно-исследовательских институтов (ЦНИИгеолнеруд, НИУИФ им. Самойлова, Курганский НИИСХ Россельхозакадемии, ИПА СО РАН и др.).

По актуальности избранной темы, научной новизне, степени обоснованности, достоверности полученных результатов, выводов и рекомендаций, значимости для профильной отрасли промышленности, апробации основных результатов в научных изданиях диссертационное исследование Винокуровой Ольги Владимировны на тему «Исследование кинетики процесса разложения высококремнистого фосфатного сырья» выполнено на высоком уровне, соответствует требованиям п. 9 Положения о присуждении ученых степеней, предъявляемым к кандидатским диссертациям, а ее автор, Винокурова Ольга Владимировна, заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.7. Технология неорганических веществ.

Отзыв составили доктор технических наук, доцент, первый заместитель руководителя Курчатовского комплекса химических исследований (ИРЕА) по научной работе Макаренков Дмитрий Анатольевич, кандидат технических наук, доцент, заместитель начальника отдела инжиниринга химико-технологических процессов Назаров Вячеслав Иванович.

Отзыв рассмотрен и одобрен на заседании Курчатовского комплекса химических исследований (ИРЕА) НИЦ «Курчатовский институт», протокол от 13.10.2023 № 4 (в обсуждении приняли участие 12 специалистов, в том числе 6 кандидатов и 3 доктора наук).

Отзыв составили:

Первый заместитель руководителя,
Курчатовского комплекса
химических исследований (ИРЕА) по научной работе,
доктор технических наук, доцент
(научная специальность 05.17.08 – Процессы и аппараты химических технологий)
Заместитель начальника отдела Курчатовского
комплекса химических исследований (ИРЕА),
кандидат технических наук
(научная специальность 05.17.08 – Процессы и аппараты химических технологий)

Председатель заседания
Курчатовского комплекса химических
исследований (ИРЕА),
кандидат химических наук

Секретарь заседания
Курчатовского комплекса химических
исследований (ИРЕА),
кандидат химических наук

Подписи Д.А. Макаренкова, В.И. Назарова, В.М. Ретивова, А.А. Архиповой заверяю

Главный Ученый секретарь
НИЦ «Курчатовский институт»

Адрес НИЦ «Курчатовский институт»:
123182, Москва, пл. Академика Курчатова, д. 1
e-mail: nrcki@nrcki.ru
<http://www.nrcki.ru>



Макаренков
Дмитрий Анатольевич
тел.: +7 (495) 9637070
e-mail: makarenkovd@mail.ru

Назаров
Вячеслав Иванович

Ретивов
Василий Михайлович

Архипова
Анна Александровна

Борисов
Кирилл Евгеньевич

Вход. № 05-4439
«08» 11 2023
подпись *Бз.*