



**Акционерное общество
«Научно-исследовательский институт по
удобрениям и инсектофунгицидам имени
профессора Я.В. Самойлова»
(АО «НИУИФ»)**

162622, Российская Федерация,
Вологодская область, город Череповец,
Северное шоссе, д. 75
Тел.: +7 (8202) 59 37 96, факс: +7 (8202) 59 30 59
E-mail: info@niuif.ru, www.niuif.ru
ОКПО 00209438,
ОГРН 1027700150257
ИНН/КПП 7736032036/352801001

ОТЗЫВ

официального оппонента, к.т.н. Норова Андрея Михайловича на диссертационную работу Филенко Игоря Анатольевича на тему «Кислотное разложение природных фосфоритов с получением различных форм комплексных удобрений», представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.17.01 – Технология неорганических веществ

Диссертационная работа Филенко И.А. посвящена поиску решения важной задачи – вовлечению фосфоритных месторождений в производство комплексных минеральных удобрений. На фоне неизбежной перспективы истощения апатитовых месторождений и необходимости обеспечения отечественного производителя сельскохозяйственной продукцией в условиях импортозамещения и поддержки отечественного производителя, испытывающего дефицит в фосфорсодержащих удобрениях, делает диссертационную работу Филенко И.А. актуальной.

Содержание работы

Диссертационная работа Филенко И.А. состоит из введения, методической и экспериментальной части, выводов и списка цитируемой литературы. Объем работы составляет 141 страницу машинописного текста, включает 20 таблиц, 45 рисунков. Библиографический список включает 192 работы отечественных и зарубежных авторов. Диссертационная работа логично построена и оформлена в соответствии требованиям, установленным Министерством образования и науки РФ.

Во введении автор обосновывает актуальность работы, анализируя мировое потребление фосфатного сырья, перспективы выработки богатых месторождений и целесообразность обращения к альтернативным источникам. Формулируются актуальность, научная новизна, практическая значимость работы, положения, выносимые на защиту.

В литературном обзоре (глава 1) автор приводит детальный анализ текущего состояния рынка фосфатного сырья в России и в мире, для чего использует, в числе прочего, официальные отечественные и зарубежные государственные доклады, рассматривает

существующие способы обогащения и переработки фоссырья на целевые продукты на базе отечественного и зарубежного опыта. На основании литературного анализа автор формулирует цель и задачи исследования.

В методической части (глава 2) работы автор приводит методики проведения экспериментов, аналитического контроля сырья, полупродуктов и продуктов переработки. Описаны объекты исследования, схема лабораторной установки по переработке фосфорита, приборы и реактивы. Полученные экспериментальные данные и сделанные выводы обеспечивались использованием современного оборудования (просвечивающий электронный микроскоп LEO 912 AB OMEGA, сканирующий электронный микроскоп высокого разрешения JEOL JSM-6510 LV и другие) что говорит в пользу **достоверности и надежности** экспериментального материала.

В экспериментальной части (глава 3) содержатся результаты проведенных исследований и их обсуждение, включающие:

1. Изучение химического и минералогического состава фосфоритной муки Полпинского месторождения (ФМПМ);
2. Изучение закономерностей кислотного разложения ФМПМ. Рассмотрено влияние температуры реакционной среды и концентрации разлагающего агента, исследована кинетика выщелачивания попутных компонентов, в частности, полуторных оксидов, изучены способы подавления пенообразования, исследованы газовыделение и реологические характеристики кислых пульп;
3. Изучение стадии аммонизации кислотных вытяжек и введение дополнительной калийной добавки, реологических характеристик реакционных масс в процессе переработки;
4. Изучение стадий гранулирования и сушки, физико-механических свойств и химического состава готовых продуктов. Приведена технологическая схема процесса.

В выводах обобщены основные результаты работы:

1. Показана неэффективность обогащения руды путем химического выщелачивания примесей слабыми органическими кислотами. Установлено, что полуторные оксиды экстрагируются в 4-5 раз медленнее, чем CaO и P_2O_5 , увеличение времени экстракции отрицательно сказывается на составе кислотной вытяжки.
2. Изучение процесса пенообразования при разложении показало, что его снижения можно достичь путем применения разбавленных кислот на стадии разложения в сочетании с их ступенчатой подачей.
3. Исследовано влияние температуры и концентрации азотной кислоты на процесс разложения сырья, получено математическое описание процесса.
4. Изучение реологические характеристики пульп, получаемых в ходе переработки низкосортного фосфатного сырья на стадиях кислотного разложения, аммонизации и введения калийной добавки, показало псевдопластичный характер течения пульп.
5. На основании экспериментальных данных о влиянии влажности, температуры и химического состава на реологические свойства пульп определены значения влагосодержания, обеспечивающие минимально допустимую текучесть пульп при $\text{Ж:Т}=2:3$.

6. Разработаны условия получения сложных удобрений из низкосортных фосфоритов Полпинского месторождения, отличающихся составом и содержанием питательных веществ, определены расходные коэффициенты сырья для получения различных марок удобрений и получены лабораторные образцы продукции. Повышения содержания питательных веществ можно достичь путем отделения инертной фазы.
7. Изучены физико-механические свойства полученных гранулированных продуктов, которые по влажности, гигроскопичности и прочности соответствуют требованиям, предъявляемым к товарной продукции нитроаммофосфатам.
8. Предложена принципиальная технологическая схема переработки бедного сырья полпинского месторождения на сложные NPK-удобрения марок 12:8:8 и 10:10:10.

Научная новизна результатов представленной диссертационной работы состоит:

1. В получении новых экспериментальных данных о влиянии температуры в диапазоне 20 - 50 °С, концентрации азотной кислоты 0,01 - 9,8 М и отношения Ж:Т от 1÷0,01 до 3:1 на разложение фосфоритной муки.
2. Установлении влияния физико-химических факторов на степень извлечения примесей из полпинского фосфорита различными кислотами.
3. Установлении реологических характеристик пульп на стадиях кислотного разложения, аммонизации и введения хлорида калия.
4. Изучении физико-химических свойств полученных сложных удобрений.

Практическая значимость работы заключается в:

1. Определении технологических условий отдельных стадий процесса: кислотного разложения, аммонизации и введения дополнительного питательного компонента в ходе переработки фосфоритной муки Полпинского месторождения на сложные NPK-удобрения.
2. Получении зависимости вязкости реакционных пульп от их влагосодержания на стадиях кислотного разложения и от соотношения $\text{H}_3\text{PO}_4:\text{NH}_3$ на стадии аммонизации.
3. Определении значений влагосодержания и соотношения $\text{H}_3\text{PO}_4:\text{NH}_3$, позволяющих осуществлять их транспортировку в технологической схеме производства сложных удобрений.
4. Получении NPK-удобрений с суммарным содержанием питательных компонентов 27÷45%, сопоставимых по качеству с промышленно выпускаемой нитроаммофоской с суммарным содержанием питательных компонентов 33÷42%.

Выводы по диссертационной работе Филенко И.А. отвечают поставленным целям и задачам.

Диссертация изложена грамотным научным языком и аккуратно оформлена. Все литературные источники снабжены соответствующими ссылками, отдельно указаны результаты, полученные в соавторстве.

Содержание автореферата согласуется с содержанием диссертации и содержит основные результаты, полученные в ходе работы.

Соискатель имеет 11 печатных работ, в числе которых 4 публикации в журналах, включенных в перечень рецензируемых научных журналов ВАК, 1 работу, индексируемую в

международной базе Scopus, 1 патент РФ на изобретение. Указанные публикации в рецензируемых изданиях, а так же участие в международных и всероссийских конференциях указывают на достаточную апробацию материалов представленной работы и отражают ее основное содержание, результаты экспериментальных исследований и основные научные положения.

Вопросы и замечания по работе:

1. Приведенный на стр. 67 в табл. 3.2 усредненный химический анализ не является характерным для полпинского фосфорита, кроме того, он не полный – отсутствуют данные по фтору;
2. Вызывает сомнение низкое выделение окислов азота в газовую фазу при азотнокислотном разложении полпинского фосфорита (раздел 3.2.4), тем более при таком отношении содержания железа (металла с переменной валентностью) к фосфору. Соответственно не предложено никаких мер по недопущению этого выделения;
3. Не вполне понятен выбор критерия пригодности пульпы к переработке, на стр. 94 отмечено, что «оценивать вязкость потока в промышленных условиях целесообразно по тем значениям, которые отвечают максимально разрушенной структуре», но в дальнейшем в качестве критерия используется значение вязкости при скорости сдвига 10 с^{-1} ; АО «НИУИФ» в своих разработках ориентируется только на вязкость при максимально разрушенной структуре;
4. Кислотная переработка фосфоритов со столь значительным (более 40%) содержанием нерастворимого остатка (кварц, кремнезем) связана с применением специальных устойчивых к абразивному износу материалов и оборудования, однако в работе по данному поводу ничего не сказано;
5. Не указана какая фосфорная кислота использовалась в качестве добавки для приготовления образцов комплексных удобрений: реактивная или полученная в производственных условиях?
6. Для получения удобрения марки 15-15-15 предложено включить стадию фильтрации нерастворимого остатка. Вместе с тем не приведено никаких данных по составу этого остатка после отделения путем фильтрации, а также не предложено способов его утилизации;
7. В работе сделан вывод о том, что удобрения не требуют поверхностной обработки только на основании их гигроскопических свойств (стр.113) без определения важного показателя – слеживаемости;
8. В принципиальной схеме получения комплексных удобрений не отражена важная стадия технологического процесса – очистка газов. Предложенный автором охлаждающий барабан для охлаждения продукта – на наш взгляд не лучшее решение. Предпочтительнее был бы аппарат кипящего слоя, кондуктивный водяной холодильник или их сочетание;
9. Чем обусловлен обнаруженный автором диссертационной работы характер зависимости вязкости аммонизированных суспензий от величины мольного отношения $[\text{NH}_3]:[\text{H}_3\text{PO}_4]$ и наличие максимума в области мольных отношений 0,5-0,7?

Вышеуказанные замечания, не снижают ценности выполненной диссертационной работы. Диссертация Филенко Игоря Анатольевича по своей актуальности, научной новизне, практической значимости, достоверности результатов и сделанных выводов, представляет собой завершённую научно-квалификационную работу и удовлетворяет требованиям, предъявляемым к научно-квалификационной работе на соискание ученой степени кандидата наук.

Диссертационная работа Филенко Игоря Анатольевича соответствует паспорту специальности 05.17.01 – Технология неорганических веществ по пунктам

формулы специальности:

1. Технологические процессы (химические, физические и механические) изменения состава, состояния, свойств, формы сырья, материала в производстве неорганических продуктов.

и области исследования:

1. Химические и физико-химические основы технологических процессов: химический состав и свойства веществ, термодинамика и кинетика химических и межфазных превращений.

4. Способы и последовательность технологических операций и процессов переработки сырья, промежуточных и побочных продуктов, вторичных материальных ресурсов (отходов производства и потребления) в неорганические продукты.

Автор диссертации – **Филенко Игорь Анатольевич** достоин присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.17.01 – Технология неорганических веществ.

Официальный оппонент:

Директор по промышленной технологии АО «НИУИФ»

кандидат технических наук (специальность 05.17.01 – Технология неорганических веществ), заслуженный химик Российской Федерации



А.М. Норов

Подпись А.М. Норова заверяю.

Начальник

административного управления АО «НИУИФ»



Е.В. Козлова

Адрес: 162622, Россия, Вологодская область, г. Череповец, Северное шоссе, д. 75, АО «Научно-исследовательский институт по удобрениям и инсектофунгицидам им. профессора Я.В. Самойлова» (АО «НИУИФ»).

Тел. +7(8202) 59 25 08. E-mail: ANorov@phosagro.ru