

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА
РХТУ.05.01 РХТУ им. Д.И. Менделеева
по диссертации на соискание ученой степени кандидата наук

аттестационное дело № 2/21
решение диссертационного совета
от 22 апреля 2021 г., протокол № 6

О присуждении ученой степени кандидата технических наук Ле Хонг Фук, представившего диссертационную работу на тему «Азотнокислотная переработка бедного апатита месторождения Лаокай» по научной специальности 05.17.01 Технология неорганических веществ (технические науки).

Принята к защите «18» марта 2021, протокол № 5 диссертационным советом РХТУ.05.01 РХТУ им. Д.И. Менделеева.

Состав диссертационного совета утвержден в количестве 24 человек приказами ректора РХТУ им. Д.И. Менделеева № 94 ОД от «23» декабря 2019 г., № 776 А от «22» декабря 2020 г.

Соискатель Ле Хонг Фук, 1982 года рождения, в 2012 году окончил магистратуру Ханойского государственного университета по специальности «Химия», диплом серия QM номер 013666, регистрационный номер 3136/12/TN, выдан 22 февраля 2012 г.

Диссертация выполнена в ФГБОУ ВО «Российский химико-технологический университет им. Д.И. Менделеева». В 2017 году Чинь Нгуен Куинь был зачислен в аспирантуру РХТУ им. Д.И. Менделеева по направлению подготовки 18.06.01 Химическая технология, образовательная программа 05.17.01 Технология неорганических веществ.

Научный руководитель профессор кафедры технологии неорганических веществ и электрохимических процессов РХТУ им. Д.И. Менделеева, доктор технических наук, доцент, Почиталкина Ирина Александровна.

Официальные оппоненты:

д.т.н., доцент Лановецкий Сергей Викторович, профессор кафедры химической технологии и экологии Березниковского филиала ФГБОУ ВО «Пермский национальный исследовательский политехнический университет».

к.т.н. Норов Андрей Михайлович, директор по промышленной технологии АО «Научно-исследовательский институт по удобрениям и инсектофунгицидам имени профессора Я.В. Самойлова».

Ведущая организация: федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Санкт-Петербургский горный университет».

Основные положения и выводы диссертационного исследования в полной мере изложены в 9 научных работах, опубликованных соискателем, в том числе в 2 публикациях в изданиях, индексируемых в международных базах данных, и в 1 публикации в рецензируемом издании.

1. Pochitalkina, I.A. D.F. Composition of Lean Apatite Ores from the Laokai Deposits / I.A. Pochitalkina, D.F. Kondakov, H.F. Le, and Ch. T. Wu // Russian Journal of Inorganic Chemistry. - 2018.- Vol. 63. - N 8. - P. 1046-1049. (Web of Science, Scopus).

В статье приведены состав, морфология и свойства исследуемых образцов. Статья опубликована в рецензируемом издании, индексируемом в базах Scopus, Web of Science, объем статьи 4 страницы.

2. Pochitalkina, I.A. Study of the interaction kinetics of apatite ore with nitric acid by independent analytical methods / I.A. Pochitalkina, P.H. Le, T.T. Vu, I.A. Petropavlovskii // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. - 2019.- Vol. 525.- P. 1-6. (Scopus).

В статье представлены результаты кинетического эксперимента, отражающие разложение апатита Лаокай 2-го класса азотной кислотой при аналитическом контроле процесса независимыми методами в широком диапазоне концентраций исходной кислоты,

температуры и гидродинамики процесса. Статья опубликована в рецензируемом издании, , индексируемой в базе Scopus, объем статьи 6 страниц.

3. Почиталкина, И.А. Регулирование подвижности фосфора в комплексных удобрениях, получаемых из апатита Лаокай / И.А. Почиталкина, Д.Ф. Кондаков, Ф.Х. Ле // Химическая технология. - 2020.- №12. –С. 276-281.

В статье исследован процесс нейтрализации азотнокислотной вытяжки и выбраны параметры, обеспечивающие заданную растворимость фосфатов в готовом продукте. Объем статьи 6 страниц.

Результаты работы также апробированы на 3 научных конференциях всероссийского и 3 конференциях международного уровня.

Помимо рецензируемых изданий, по итогам выступления на Российских и международных конференциях опубликовано 6 научных работ.

Все работы опубликованы в соавторстве. Личный вклад автора составляет не менее 65%, заключается в непосредственном участии в проведении экспериментов, анализе и обсуждении полученных результатов, написании работ.

На диссертацию и автореферат поступили отзывы:

1. **Ведущей организации, федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Санкт-Петербургский горный университет».** Отзыв на диссертационную работу Ле Хонг Фук обсуждался и был одобрен на заседании кафедры химических технологий ФГБОУ ВО «Санкт-петербургский горный университет 31 марта 2021 г. (протокол № 23).

В отзыве отражены актуальность темы, сформулированные и решенные задачи, научная новизна, практическая значимость, конкретные рекомендации по использованию результатов и выводов работы.

Замечания по работе:

1. Исходя из результатов кинетического эксперимента определяют время взаимодействия компонентов. Насколько результаты лабораторного эксперимента в системе Ж-Т соответствуют реальному технологическому процессу, в частности, гидродинамическому режиму в отделении разложения апатита для достижения степени извлечения основного компонента 99.7%.

2. Какое фильтровальное оборудование предполагается использовать на стадии выделения балластной примеси после стадии разложения сырья минеральной кислотой (стр. 127 диссертации рис. 3.39)?

3. Как повлияет введение сульфатов на 1-ой и 3-ей стадии процесса получения NPK-удобрения на их фазовый состав?

4. Не корректно сформулировано выражение, приведённое на с.69 диссертации “типичные морфологические признаки характерные для руды магматического характера...”, данную микросъемку можно отнести ко всем видам руд.

5. Не приведено конкретное содержание P_2O_5 в “бедном” фосфатном сырье и поэтому не понятно, какой химический состав указан на с.73 диссертации. Заключение по работе положительное.

6. В диссертационной работе не хватает экономической оценки предложенной технологии обогащения “бедного” апатита месторождения Лаокай.

7. В тексте диссертации и в автореферате автор использует значительное количество неудачных выражений “бедная руда”, “ортофосфорные группировки”.

8. Орфографические и пунктуационные ошибки: с.28 диссертации (ошибка в слове “тоже”, с.47 текста диссертации ошибка в слове “смоченною”, с.109 диссертации ошибка в слове “составляло”, с.117 подпись рисунка 3.34 ошибка в слове “высушенного” и некоторые другие.

Отзыв положительный. Диссертация Ле Хонг Фук представляет собой завершённую научно-квалификационную работу на актуальную тему, ее автор заслуживает присуждения

ученой степени кандидата технических наук по научной специальности 05.17.01 Технология неорганических веществ.

2. **Официального оппонента**, доктора технических наук, доцента, профессора кафедры химической технологии и экологии Березниковского филиала федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Пермский национальный исследовательский политехнический университет» **Лановецкого Сергея Викторовича**.

В отзыве отражены актуальность темы, научная новизна, достоверность и надежность полученных данных, общий обзор работы.

Замечания и вопросы по диссертационной работе:

1. В литературном обзоре автор указывает, что «... для сохранения производственной мощности отрасли фосфорных удобрений требуется всестороннее изучение состава и свойств бедной апатитовой руды месторождения Лаокай 2 класса и исследование возможности ее вовлечения в производство сложных удобрений»; тем не менее, из таблицы 1.3 (стр. 15 диссертации) следует, что качество апатитовой руды 2-го типа значительно лучше руды 3-го типа. В связи с чем возникает вопрос, чем объясняется, что активнее эксплуатируется 3-й тип руды, а не 2-й, который автор рассматривает в диссертации?

2. Определению химического состава исследуемого образца автор уделяет достаточно большое внимание, в том числе и содержанию редкоземельных элементов, наличие которых в сырье, как известно, свидетельствует о целесообразности применения азотнокислотной технологии. Данный факт следовало бы указать в выводах работы.

3. На стр. 108 диссертации автор утверждает, что «Извлечение R_2O_3 в жидкую фазу при прочих равных условиях при азотнофосфорнокислотном способе меньше, чем при азотнокислотном способе и составляет менее 70 % для железа и около 75% для алюминия, что окажет благоприятное воздействие на реологические характеристики суспензий в процессе аммонизации». Однако в работе не представлены результаты исследований реологических свойств реакционных систем.

4. С чем на взгляд автора связана наибольшее влияние на скорость фильтрации суспензии кислотной вытяжки именно сульфата калия по сравнению с добавками серной кислоты и сульфата аммония (стр. 110-112 диссертации)?

5. На стр. 81 диссертации автор пишет, что «На кинетических зависимостях, представленных на рисунке 3.10, были выделены три участка: $0 \div 20$ с, $20 \div 200$ с, $200 \div 1800$ с,.....». Однако, временной интервал $200-1800$ с на данном рисунке отсутствует.

Отмеченные вопросы и замечания не снижают значимости представленных исследований и носят частный характер, не ставя под сомнение основные выводы и результаты работы.

Отзыв положительный. Диссертационная работа Ле Хонг Фук «Азотнокислотная переработка бедного апатита месторождения Лаокай» является законченной научно-квалификационной работой. Представленная работа соответствует требованиям, предъявляемым к диссертациям на соискание ученой степени кандидата наук, а ее автор Ле Хонг Фук заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.17.01 Технология неорганических веществ.

3. **Официального оппонента**, кандидата технических наук, директора по промышленной технологии АО «Научно-исследовательский институт по удобрениям и инсектофунгицидам имени профессора Я.В. Самойлова» **Норова Андрея Михайловича**.

В отзыве отражены актуальность темы, научная новизна, достоверность и надежность полученных данных, общий обзор работы.

Вопросы и замечания по работе:

1. Введение, стр. 7, Практическая значимость работы, в п.2 записано: «Рассчитаны и практически подтверждены расходные коэффициенты для получения удобрений сбалансированного состава N:P:K = 1:1:1». Но в материалах диссертации нигде не приведены значения этих расходных коэффициентов.

2. П. 1.2.2, стр.17 написано «В соответствии с термической технологией переработки фосфатную руду сжигают при высоких температурах ...» - при термическом способе получения фосфора и его соединений происходят сложные окислительно-восстановительные процессы, и называть это сжиганием руды некорректно.

3. П. 3.3, стр. 108-111. Не приведено достаточных данных о составе нерастворимых осадков и не предложены способы их утилизации

4. П. 3.4.3, стр. 18-120. Целесообразнее было бы указывать в табл. 3.16 и 3.17 и на рис. 3.35 и 3.36 не абсолютные значения концентраций, а отношений содержаний различных форм P_2O_5 : P_2O_5 усв./ P_2O_5 общ. и P_2O_5 вод./ P_2O_5 общ.

5. Стр. 126-127. На представленной принципиальной схеме получения NPK удобрений в качестве исходного сырья указана фосфорная кислота нетипичной для производства удобрений концентрации 85% (рис. 3.39). Вместо аммиака предлагается использовать 25% - ную аммиачную воду, что может серьезно усложнить водный баланс и ухудшить экономику производства. На схеме показана перекачка пульпы в барабан-гранулятор-сушилку (БГС) с помощью центробежного насоса. При этом в работе не содержится исследований по реологии этих пульп, на основании которых можно было бы определить оптимальные значения влажности и температуры. Для стадии охлаждения удобрений предлагается устаревшее барабанное оборудование.

6. В работе не приведено никаких выкладок и расчетов по подтверждению экономической целесообразности предложенного способа переработки апатитов месторождения Лаокай на удобрения.

Данные замечания не являются критичными и не снижают уровня диссертационной работы.

Отзыв положительный. Диссертация Ле Хонг Фук по своей актуальности, объему материала, научной новизне и практической значимости соответствует паспорту специальности 05.17.01 Технология неорганических веществ и требованиям, предъявляемым к диссертациям на соискание ученой степени кандидата наук, а ее автор – Ле Хонг Фук заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по научной специальности 05.17.01 Технология неорганических веществ.

4. Доктора химических наук, профессора, профессора кафедры «Фундаментальная химия» Новомосковского института (филиала) федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева», **Добрыднева Сергея Владимировича** на автореферат диссертации.

В отзыве на автореферат отмечено, что тема диссертационной работы, ее цели и задачи связаны единой линией, полностью согласуются с заключением, а положения, выносимые на защиту, обеспечены необходимой и достаточной доказательной базой, работа характеризуется большим объемом экспериментальных данных, логической последовательностью постановки эксперимента и изложения материала, его аккуратным оформлением.

Замечание по работе:

отсутствует значение погрешности определения химического состава апатита месторождения Лаокай (таблицы 2, 3 стр. 6 автореферата).

Однако указанное замечание не снижает ценности диссертационной работы.

Отзыв положительный.

5. Кандидата химических наук, старшего научного сотрудника лаборатории Термического анализа и калориметрии ИОНХ им. Н.С. Курнакова РАН, **Рюмина Михаила Александровича** на автореферат диссертации.

В отзыве отмечено, что диссертационная работа является законченной научно-квалификационной работой, выполненной автором самостоятельно и на высоком уровне, в которой представлены научно-обоснованные технологические решения по азотнокислотной переработке бедного апатита месторождения Лаокай, имеющие существенное значение для

развития химической промышленности.

Замечания по работе:

1. Нет пояснения, с чем связано снижение скорости перехода Fe^{3+} и Al^{3+} в кислотную вытяжку при замене части HNO_3 на H_3PO_4 .

Отмеченное замечание не снижает общей научной и практической ценности рассматриваемой работы.

Отзыв положительный.

6. Кандидата технических наук, доцента, доцента кафедры технологии неорганических веществ и материалов ФГБОУ ВО «Казанский национальный исследовательский технологический университет» **Юсуповой Алсу Ансаровны** на автореферат диссертации.

В отзыве на автореферат отмечена актуальность изученной проблемы, основные научные достижения соискателя и практическая значимость работы.

В качестве замечания отмечено отсутствие погрешности измерения химического состава апатита месторождения Лаокай (таблицы 2,3, стр. 6 автореферата), не раскрыт вопрос экологической безопасности предлагаемой технологии азотнокислотного получения NPK-удобрений из апатита Лаокай 2-ого класса.

Однако указанные замечания не снижают ценности диссертационной работы и носят рекомендательный характер.

Отзыв положительный.

7. Кандидата технических наук, доцента федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Казанский национальный научно-исследовательский университет» **Аксенчика Константина Васильевича**.

В отзыве на автореферат отмечена актуальность работы, причины распространения азотнокислотной технологии переработки апатитов и фосфоритов на сложные и комплексные удобрения; научная новизна и практическая значимость работы, достоверность полученных результатов, а также выводы, которые соответствуют поставленным целям, задачам и положениям, выносимым на защиту.

Отзыв положительный, без замечаний.

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации основывается на компетентности оппонентов в соответствующей отрасли науки, наличия у них публикаций по научной специальности и тематике защищаемой диссертационной работы. В качестве ведущей организации выбрана организация, широко известная своими достижениями в соответствующей отрасли науки и способная определить научную и практическую ценность диссертации.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

разработаны технологические основы азотнокислотной переработки бедного апатита месторождения Лаокай на NPK-удобрения, включающие новые данные о составе и свойствах апатита 2-го класса, кинетике его разложения и технологических параметрах отдельных стадий, составе конечных продуктов и их физико-механических характеристиках;

установлены технологические параметры, обеспечивающие высокую эффективность стадии разложения сырья ($\omega=120$ об/мин, $t=45^\circ C$, $C_{H^+}=40\%$) - извлечение фосфора составляет $99,7\pm 0,2\%$; стадии аммонизации ($\omega=180$ об/мин, $t=70^\circ C$, $Q_{NH_4OH}=4$ мл/мин, $C_{H_3PO_4}=85\%$), исключают образование $Ca_3(PO_4)_2$ и, соответственно, потери фосфора;

доказана возможность прямой переработки бедного апатита на кондиционный продукт – NPK-удобрение.

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:

установлены химический и вещественный составы, структурные особенности сырья и продуктов его переработки с помощью комплекса базовых методов анализа (фотоколориметрический, ионометрический, микроскопический, рентгенофазовый и

рентгенофлюоресцентный), применены методы статистической обработки полученных результатов;

получены кинетические параметры процесса азотнокислотного разложения Полпинского фосфорита (порядок реакции, константа скорости, энергия активации);

предложены режимы для эффективного проведения процессов кислотного разложения бедного апатита месторождения Лаокай 2-го класса, нейтрализации кислотной вытяжки и введения калийной соли.

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

обоснован азотнокислотный способ получения NPK-удобрений пролонгированного действия, определены технологические режимы отдельных стадий процесса: разложения апатита Лаокай 2-го класса, аммонизации полученной азотнокислотной вытяжки и введения в нее калийной соли;

рассчитаны и практически подтверждены расходные коэффициенты для получения удобрений сбалансированного состава N:P:K=1:1:1;

на основании результатов кинетического эксперимента *показана* возможность использования модернизированной технологической схемы производства NPK-удобрений для переработки апатита Лаокай 2-го класса азотно- и азотнофосфорнокислотным способами;

определены физико-механические характеристики образцов NPK-удобрений пролонгированного действия с суммарным содержанием питательных компонентов 31÷45%.

Оценка достоверности результатов исследования выявила:

экспериментальные данные получены с использованием современного сертифицированного оборудования и стандартизированных аналитических средств;

калибровочные зависимости, сбор и обработка экспериментальных данных выполнены с использованием современных методик, включающих анализ погрешностей, показана воспроизводимость результатов исследования в различных условиях;

достоверность полученных результатов обеспечена использованием методик эксперимента, соответствующих современному научному уровню, и подтверждена их согласованностью;

выводы диссертации обоснованы, не вызывают сомнения и согласуются с современными представлениями о процессах переработки фосфатного сырья.

методологические подходы базируются на анализе и обобщении отечественного и зарубежного опыта переработки фосфатного сырья.

Личный вклад соискателя состоит в планировании, разработке методики постановке экспериментов, участии на всех этапах процесса, непосредственном участии соискателя в получении исходных данных и научных экспериментах, личном участии в апробации результатов исследования, разработке экспериментальных установок, обработке и интерпретации экспериментальных данных, подготовке основных публикаций по выполненной работе.

На заседании диссертационного совета РХТУ.05.01 «22» апреля 2021 г. принято решение о присуждении ученой степени кандидата технических наук Ле Хонг Фук.

Присутствовало на заседании 17 членов диссертационного совета, в том числе в режиме видеоконференции 7. Докторов наук по научной специальности, отрасли науки рассматриваемой диссертации 6.

При проведении голосования члены диссертационного совета по вопросу присуждения ученой степени проголосовали:

Результаты тайного голосования:

«за» - 10,

«против» - 0,

недействительные бюллетени - 0.

Проголосовало 7 членов диссертационного совета, присутствовавшие на заседании в режиме видеоконференции:

«за» - 7,

«против» - 0,

не проголосовало - 0.

Итоги голосования:

«за» -17,

«против» - 0,

не проголосовало - 0.

Председатель диссертационного совета

Ученый секретарь
диссертационного совета

Дата «22» апреля 2021 г.



д.т.н, проф. Ваграмян Т.А.

к.т.н. Стоянова А.Д.