

УТВЕРЖДАЮ
Первый проректор
федерального государственного
бюджетного образовательного
учреждения высшего образования



«Санкт-Петербургский горный университет»
доктор экономических наук, профессор

Н.В. Пашкевич
«05» 04 2021 г.

ОТЗЫВ

ведущей организации - Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Санкт-Петербургский горный университет» на диссертационную работу **Ле Хонг Фук** «Азотнокислотная переработка бедного апатита месторождения Лаокай», представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.17.01 - Технология неорганических веществ

Диссертационная работа Ле Хонг Фук на тему «Азотнокислотная переработка бедного апатита месторождения Лаокай» выполнена в федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего образования «Российском химико-технологическом университете имени Д.И. Менделеева».

1. Актуальность темы диссертационной работы

В соответствии с перспективным планом развития Социалистической республики Вьетнам намечено увеличение темпов роста производства фосфорсодержащих минеральных удобрений. Истощение запасов качественного сырья приводит к необходимости вовлечения в кислотную переработку сравнительно бедных видов фосфатов, что приводит к необходимости изменения технологического регламента стандартных промышленных схем получения фосфорных удобрений.

Метод азотнокислотной переработки, в частности низкосортных фосфатов, является наиболее перспективным, поскольку менее требователен к качеству сырья, кроме того, он позволяет извлекать попутные продукты и осуществлять комплексную переработку сырья.

Основной стадией процесса получения NPK-удобрений, определяющей его эффективность, является стадия разложения сырья, по результатам исследования которой определяются температурно-концентрационные условия, дисперсность сырья, интенсивность перемешивания и время взаимодействия компонентов.

Обоснование выбранных показателей процесса, обеспечивающих заданный коэффициент извлечения фосфора, осуществляется по результатам кинетического эксперимента. Необходимо учитывать, что часть компонентов сырья, среди которых соединения железа, алюминия, магния, карбонаты и др., оказывают негативное влияние на процесс извлечения P_2O_5 . Поэтому всестороннее глубокое изучение сложной реакционной системы, образующейся при разложении бедного вьетнамского апатита азотной кислотой, является актуальной научной и практической задачей.

Цель работы - исследование процесса азотнокислотного разложения бедного апатита Лаокай.

Для достижения поставленной цели последовательно решались задачи:

1. Определение фракционного, фазового и химического состава представительного образца бедной руды месторождения Лаокай 2-го класса и оценка возможности его обогащения первичными методами.
2. Изучение влияния физико-химических факторов на кинетику азотнокислотного и азотнофосфорнокислотного разложения исследуемого образца и определение оптимальных параметров процессов.
3. Определение технологических параметров стадии аммонизации кислотной вытяжки, смешения с калийной солью, грануляции и сушки при получении NPK-удобрений.
4. Определение физико-химических и механических характеристик полученных образцов удобрений.
5. Разработка рекомендаций к техническому оформлению процесса получения сложных удобрений из бедного апатита Лаокай.

2. Структура и содержание работы

Диссертационная работа состоит из введения, трех глав, выводов и списка цитируемой литературы. Работа изложена на 143 страницах машинописного текста, содержит 33 таблицы, 51 рисунок. Список литературы включает 132 публикации отечественных и зарубежных авторов.

3. Научная новизна диссертационной работы

Научная новизна работы:

1. Получены новые экспериментальные данные о составе, свойствах и особенностях представительного образца бедного апатита месторождения Лаокай 2-го класса.
2. Исследована кинетика разложения сырья сильными минеральными кислотами и установлено влияние физико-химических факторов: температуры (в диапазоне $20 \div 50^\circ\text{C}$), концентрации HNO_3 ($0,05 \div 10\text{M}$), отношения Ж:Т (1:0,005 до 3:1) и размера частиц (в диапазоне $0,04 \div 3,0$ мм) на степень извлечения основного компонента и примесей.
3. Обоснован способ эффективной технологии переработки бедной руды азотно- и азотнофосфорнокислотным способом. Установлено, что разложение апатита Лаокай происходит по сходному кинетическому механизму, реакции протекают во внешнедиффузионной области, кажущиеся значения кинетических параметров процессов близки: $n=2$; $k=0,013 \div 0,091$ (моль/л) \cdot с \cdot л; $\gamma\Delta t/10 < 2$; $E_{\text{акт}} = 48,09 \div 48,75$ кДж/моль.
4. Установлено влияние условий аммонизации азотнокислотной вытяжки на вид соединений фосфора в готовом продукте и определен технологический режим, исключающий потери целевого компонента.
5. Определены физико-химические свойства полученных NPK-удобрений: концентрация основных компонентов, влагосодержание, статическая прочность гранул.

4. Практическая значимость исследований

Практическая значимость работы:

1. 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.

2. Рассчитаны и практически подтверждены расходные коэффициенты для получения удобрений сбалансированного состава N:P:K=1:1:1.

3. 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.

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

Положения, выносимые на защиту:

1. Результаты аналитического определения химического, фазового и фракционного составов апатита Лаокай 2-го класса.

2. Результаты кинетических исследований кислотного разложения, определение кинетических параметров процесса: n , k , $\tau_{1/2}$, E , обоснование выбора оптимальных условий разложения при азотнокислотном ($T=45\text{ }^{\circ}\text{C}$; $C_{\text{H}^+}=1,0\text{ M}$; $d_{\text{част.ап.}}=0,04\div 3,0\text{ мм}$; $\omega=120\text{ мин}^{-1}$) и азотнофосфорнокислотном способах ($T=45\text{ }^{\circ}\text{C}$; $C_{\text{H}^+}=1,0\text{ M}$; $d_{\text{част.ап.}}=0,04\div 3,0\text{ мм}$; $\omega=120\text{ мин}^{-1}$).

3. Технологические параметры стадий кислотного вскрытия, аммонизации кислой суспензии, внесения дополнительного питательного компонента, обеспечивающие получение NPK-удобрений с заданными свойствами.

4. Характеристики экспериментальных образцов NPK-удобрений: химический и фазовый состав, влагосодержание, прочность гранул.

5. Технологическое оформление процесса получения NPK-удобрений с учетом особенностей апатита Лаокай 2-го класса.

5. Степень обоснованности и достоверности научных положений, выводы и рекомендации, содержащиеся в диссертационной работе

По материалам диссертационного исследования опубликовано 9 научных работ, в том числе 3 статьи в рецензируемых журналах, из них 2 статьи в журналах, индексируемых в международных базах цитирования Web of Science и Scopus.

Основные положения и результаты настоящих исследований докладывались на Российских с международным участием и международных конференциях: «XIV-XVI Международный конгресс молодых ученых по химии и химической технологии (Москва, ноябрь 2018-2020 г.), Четвертый, пятый, шестой междисц. науч. форум с междун. уч. «Новые материалы и перспективные технологии», РАН, Москва, 2018 – 2020 гг.

Достоверность полученных результатов обеспечивалась за счет использования прецизионного лабораторного оборудования, современных физико-химических методов исследований, высокой сходимости экспериментальных результатов, применения математических методов обработки анализируемой информации.

6. Вопросы и замечания по диссертации

При ознакомлении с диссертационной работой и авторефератом возникли следующие *вопросы и замечания*:

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 НРК-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» фосфорсодержащем сырье и поэтому не понятно, какой химический состав указан на с.73 диссертации.
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 «смоченноюю», с. 109 диссертации ошибка в слове «составляло», с. 117 подпись рисунка 3.34 ошибка в слове «высушенного» и некоторые другие.

7. Заключение

1. Определен химический и фазовый состав бедного апатита Лаокай 2-го класса; установлена нецелесообразность его обогащения методом классификации ввиду равномерного распределения компонентов по фракциям; показана целесообразность его азотнокислотной переработки на НРК-удобрения ввиду высокого содержания нерастворимого остатка и наличия P_2O_5 в составе сырья.

2. По совокупности кинетических параметров: ($n=2$; $k=0,013 \div 0,078$ (моль/л) $^{-1} \cdot c^{-1}$; $\gamma^{\Delta t/10} < 2$; $E_{акт}=48,09 \div 48,75$ кДж/моль установлена диффузионная область протекания процесса разложения представительного образца апатита.

3. Систематические исследования влияния физико-химических факторов на эффективность разложения сырья в изученных диапазонах перемешивания ($60 \div 120$ об/мин), концентрации исходной кислоты ($30 \div 47\%$) и температуры ($20 \div 50^\circ C$) позволили выбрать технологические параметры процесса, обеспечивающие практически полное извлечение целевого компонента ($99,7\%$).

4. Исследование процесса нейтрализации азотнокислотной вытяжки аммиаком позволило определить режимные показатели получения НР-суспензий с заданной цитраторастворимой формой фосфатов в готовом продукте, учитывающем региональные особенности климата, тип почв и выращиваемые культуры.

5. Получены гранулированные НРК-удобрения сбалансированного состава (1:1:1), которые по концентрации азота, фосфора (в усвояемой форме), калия, влагосодержанию и механической прочности соответствуют требованиям ГОСТ 11365-75.

6. Предложена принципиальная технологическая схема переработки бедного сырья на НРК-удобрения с суммарным содержанием питательных веществ от 31 до 45%.

На основании вышеизложенного считаю, что диссертационная работа Ле Хонг Фук на тему «Азотнокислотная переработка бедного апатита месторождения Лаокай» по своей актуальности, объему экспериментального материала, его достоверности, научной новизне и практической значимости соответствует паспорту специальности 05.17.01 - Технология неорганических веществ (п. 1, 2, 3, формулы специальности и п. 1, 3, 4, области исследований) и требованиям, установленным Положением о порядке присуждения ученых степеней в федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего образования «Российский химико-

