

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации  
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение  
высшего образования

**«Пермский национальный исследовательский политехнический университет»**

**Заключение диссертационного совета Д ПНИПУ.05.02**

**по диссертации Нисиной Ольги Евгеньевны**

**на соискание ученой степени**

**кандидата технических наук**

Диссертация «Разработка технологических основ ультразвуковой очистки галитового сырья от примеси сульфата кальция» по специальности 05.17.01 - Технология неорганических веществ принята к защите 11 июня 2020 г. (протокол заседания № 4) диссертационным советом Д ПНИПУ.05.02, созданным по приказу ректора Пермского национального исследовательского политехнического университета от 13 сентября 2018 г. № 71-О в рамках реализации предоставленных ПНИПУ прав, предусмотренных абзацами вторым - четвертым пункта 3.1 статьи 4 Федерального закона от 23 августа 1996 г. №127-ФЗ «О науке и государственной научно-технической политике» на основании распоряжения Правительства Российской Федерации от 23 августа 2017 г. № 1792-р.

Диссертация выполнена на кафедре «Химические технологии» федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Пермский национальный исследовательский политехнический университет» Министерства науки и высшего образования Российской Федерации.

**Научный руководитель** - доктор технических наук, доцент Лановецкий Сергей Викторович, профессор кафедры «Химическая технология и экология» Березниковского филиала федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Пермский национальный исследовательский политехнический университет» Министерства науки и высшего образования Российской Федерации.

**Официальные оппоненты:**

Прокофьев Валерий Юрьевич, доктор технических наук (05.17.01), профессор, профессор кафедры «Технологии неорганических веществ» федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Ивановский государственный химико-технологический университет» Министерства науки и высшего образования Российской Федерации;

Почиталкина Ирина Александровна, кандидат технических наук (05.17.01), доцент, доцент кафедры «Технологии неорганических веществ и электрохимических процессов» федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Российских химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева» Министерства науки и высшего образования Российской Федерации.

**Ведущая организация** - федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Казанский национальный исследовательский технологический университет» Министерства науки и высшего образования Российской Федерации, г. Казань (отзыв ведущей организации утвержден врио ректора Казаковым Юрием Михайловичем, д-ром техн. наук, доцентом; заслушан на расширенном заседании кафедры технологии неорганических веществ и материалов 25 июня 2020 года (протокол № 16); подписан заведующим кафедрой технологии неорганических веществ и материалов Хацриновым Алексеем Ильичом, д-ром техн. наук, профессором).

По теме диссертации соискателем опубликовано 11 научных трудов, из них 3 статьи опубликованы в изданиях, включенных в Перечень ведущих рецензируемых научных изданий, в том числе 1 статья - в журнале, индексируемом в международных реферативных базах Chemical Abstracts, Web of Science и Scopus. В диссертации отсутствуют недостоверные сведения об опубликованных соискателем научных трудах. Наиболее значимые научные работы по теме диссертации:

1. Нисина О.Е. Разработка способа очистки карьерной соли от сульфата кальция/ О.Е. Нисина, С.В. Лановецкий, О.К. Косвинцев // Химическая технология. –2014. – Т. 15, № 6. – С. 321-324. (0,58 п.л., авт. 0,21 п.л.) (Перечень).

*Соискателем получены, подготовлены к публикации и опубликованы результаты исследований, на основании которых установлена дислокация примесей сульфата кальция в галитовых отходах. Показано, что агрегаты галитовых отходов покрыты мелкими кристаллическими частицами сульфата кальция со средним размером от 20 до 80 мкм. Представлены результаты исследования по влиянию гидромеханического и ультразвукового воздействия на гранулометрический состав галитовых отходов. Установлено, что в процессе ультразвуковой обработки водно-солевой суспензии галитовых отходов, существенно снижается содержание примеси сульфата кальция в твердой фазе суспензии.*

2. Нисина О.Е. Влияние интенсивности ультразвукового воздействия на степень очистки галитовых отходов от примеси сульфата кальция/ О.Е. Нисина, С.В. Лановецкий, О.К. Косвинцев // Известия высших учебных заведений. Химия и химическая технология. –2018. – Т. 61, № 12.– С. 103-109. (1,04 п.л., авт. 0,34 п.л.) (Перечень, Scopus, Web of Science, Chemical Abstracts).

*Соискателем получены, подготовлены к публикации и опубликованы результаты исследований, на основании которых впервые установлен фазовый состав сульфатных примесей в твердых галитовых отходах. На основании проведенных исследований установлен механизм влияния ультразвуковой обработки на эффективность очистки карьерной соли и галитового отвала. Показано, что при интенсивности ультразвуковой обработки  $I = 9,4 \text{ Вт/см}^2$  в течение 6 минут степень очистки галитовых отходов от примесей  $\text{CaSO}_4$  достигает максимальной величины 80-82%.*

3. Нисина О.Е. Влияние параметров ультразвуковой обработки на остаточное содержание сульфата кальция в твердых галитовых отходах / О.Е. Нисина, С.В. Лановецкий, О.К. Косвинцев // Вестник технологического университета. – 2018. – Т. 21, № 8. – С. 70-73 (0,46 п.л., авт. 0,17 п.л.) (Перечень).

*Соискателем получены, подготовлены к публикации и опубликованы результаты исследований, на основании которых впервые установлено, что существует зависимость эффективности процесса очистки как от времени воздействия, так и от мощности ультразвукового воздействия. В данной статье показано, что степень очистки галитового сырья достигает максимального значения при соотношения фаз Ж:Т=5:1. Показана потенциальная возможность использования полученных результатов для совершенствования технологии производства технического раствора хлорида натрия с использованием в качестве сырья, как карьерной соли, так и галитового отвала, поступающих с обогатительных фабрик ПАО «Уралкалий».*

**Диссертационный совет отмечает,** что на основании выполненных соискателем исследований:

**установлена** возможность использования ультразвуковой обработки водно-солевой суспензии для очистки галитового сырья от примеси сульфата кальция. При использовании УЗ-обработки суспензии галита в гидродинамическом режиме ( $Re = 7500$ ) при соотношении Ж : Т = 5 : 1 с интенсивностью  $9,4 \text{ Вт/см}^2$  с частотой 22 кГц при амплитуде колебаний 80 мкм в течение 360 с позволяет достичь степени очистки галита от сульфата кальция не менее 80% (карьерная соль – 82 %, галитовый отвал – 80 %);

**разработаны** и научно обоснованы технологические решения по повышению эффективности очистки галитового сырья от примеси сульфата кальция при помощи ультразвукового воздействия на водно-солевую суспензию галита;

**определен** фазовый состав галитовых отходов, образующихся при флотационном и галургическом обогащении калийных руд. При галургическом обогащении сильвинита в карьерной соли сульфат кальция представлен в форме ангидрита и дигидрата, а в галитовом отвале примесь находится только в форме ангидрита. При флотационном обогащении сильвинита  $\text{CaSO}_4$  в галите представлен

в форме ангидрита вне зависимости от способа складирования отходов;

**доказана** перспективность использования ультразвуковой обработки для интенсификации и повышения эффективности процесса очистки галитового сырья от примеси сульфата кальция.

**Теоретическая значимость исследования** обоснована тем, что:

**установлены** зависимости распределения дислокаций примесей  $\text{CaSO}_4$  в галитовых отходах от способов обогащения калийной руды. Установлено, что процессы растворения-кристаллизации, непрерывно протекающие в результате галургической переработки руды, способствуют достаточно интенсивному захвату примесей галитовыми агрегатами за счет окклюзии и адсорбции. При флотационном методе обогащения данные процессы не являются доминирующими, что приводит к локализации примесных частиц преимущественно на поверхности галита;

**раскрыты** особенности отделения частиц  $\text{CaSO}_4$  от кристаллов галита в процессе гидросепарации и ультразвуковой обработки. Так, для удаления примесных включений, слабо закрепленных на поверхности крупных кристаллов, достаточно гидромеханической обработки суспензии галитовых отвалов, а для очистки от примеси, внедренной в поверхностный слой кристаллов, и удаления кристаллических частиц сульфата кальция, распределенных по микротрещинам галита, эффективно применение метода ультразвукового воздействия;

**изучено** влияние длительности и интенсивности УЗ-обработки водно-солевой суспензии галита на эффективность очистки галитового сырья от примеси сульфата кальция.

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

**разработаны** технологические решения для производства технического раствора и технической соли  $\text{NaCl}$  с остаточным содержанием сульфата кальция менее 0,55 %;

на основании результатов пилотных испытаний на промышленной площадке ПАО «Уралкалий» (г. Березники) **установлена** принципиальная возможность использования разработанной технологии для очистки галитовых отходов от примесей  $\text{CaSO}_4$ ;

для АО «Березниковский содовый завод» (г. Березники) **представлены** исходные данные для проектирования технологии очистки водно-солевой суспензии галита в производстве кальцинированной соды, позволяющей уменьшить концентрацию примеси  $\text{CaSO}_4$  на стадии предварительной очистки и снизить расход химических реагентов, необходимых для дальнейшей очистки полученных полупродуктов, а также увеличить периоды межремонтных пробегов

технологического оборудования;

**полученные** результаты могут быть использованы в производстве неорганических веществ на химических предприятиях России при получении технического раствора и технической соли NaCl из отходов калийного производства, таких промышленных компаний, как ПАО «Уралкалий» (г. Березники), ООО «Еврохим-Усольская калийная компания» (г. Березники), ООО «Еврохим-Волгокалий» (г. Котельниково).

**Оценка достоверности результатов исследования** выявила:

**экспериментальные работы** проводились в лабораторных условиях с применением известных методов физико-химического анализа, на современном оборудовании, обеспечивающем достаточную точность результатов;

**теория** построена на комплексном и системном подходе к решению научно-методических, теоретических и практических задач по переработке твердых галитовых отходов калийной промышленности в неорганические целевые продукты заданного качества;

**идея базируется** на анализе и обобщении отечественного и зарубежного опыта в области переработки и вторичного использования отходов химических производств;

**установлено, что** результаты, полученные автором, не противоречат данным, представленным в современной научной литературе.

**Личный вклад соискателя** состоит в постановке цели и задач диссертации; планировании, подготовке и проведении эксперимента; обработке и интерпретации полученных результатов; формулировании основных выводов и подготовке публикаций по теме диссертации; апробации результатов исследования; разработке технологических решений для производства технического раствора и технической соли NaCl с остаточным содержанием сульфата кальция менее 0,55 %.

**Диссертационный совет пришел к выводу 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 2013г. № 842, и Порядком присуждения ученых степеней в ПНИПУ, утвержденным приказом ректора ПНИПУ от 09 января 2018 г. № 1-О: в работе предложены научно обоснованные технические и технологические решения в области ультразвуковой очистки галитового сырья от примеси сульфата кальция, имеющие существенное значение для совершенствования технологий получения неорганических веществ, в том числе из отходов калийных производств;
- 2) диссертация представляет собой научно-квалификационную работу,



включающую исследования по п. 2. «Технологические процессы (химические, физические и механические) изменения состава, состояния, свойств, формы сырья, материала в производстве неорганических продуктов» паспорта научной специальности 05.17.01 – Технология неорганических веществ.

На заседании 10 сентября 2020 г. диссертационный совет Д ПНИПУ.05.02 принял решение присудить **Нисинной Ольге Евгеньевне** ученую степень *кандидата технических наук* (протокол №6 от 10 сентября 2020 г.).

При проведении открытого голосования диссертационный совет в количестве 15 человек, из них 6 докторов технических наук по специальности защищаемой диссертации, участвовавших в заседании, из 20 человек, входящих в состав совета, проголосовал: за присуждение ученой степени - 15, против присуждения ученой степени – 0.

Председатель диссертационного совета Д ПНИПУ.05.02,  
доктор технических наук, профессор  Рудакова Лариса Васильевна

Ученый секретарь диссертационного совета Д ПНИПУ.05.02,  
кандидат технических наук  Калинина Елена Васильевна

«22» сентября 2020

