

УТВЕРЖДАЮ

Проректор по науке и инновациям
Пермского национального

университета,
наук, профессор
Горотаев В.Н.

__ 2020 г.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

федерального государственного бюджетного образовательного учреждения
высшего образования
«Пермский национальный исследовательский политехнический университет»
Министерства науки и высшего образования Российской Федерации

Диссертация «Разработка технологических основ ультразвуковой очистки галитового сырья от примеси сульфата кальция» выполнена на кафедре «Химические технологии».

В период подготовки диссертации Нисина Ольга Евгеньевна работала в Березниковском филиале федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Пермский национальный исследовательский политехнический университет», в должности старшего преподавателя кафедры «Химическая технология и экология».

В 2010 году окончила Государственное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Тольяттинский государственный университет» по специальности «Безопасность технологических процессов и производств».

В 2017 году окончила аспирантуру заочной формы обучения в федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего образования «Пермский национальный исследовательский политехнический университет» по специальности 05.17.01 – Технология неорганических веществ (период обучения с 01.11.2012 по 31.10.2017).

Научный руководитель – доктор технических наук, доцент Лановецкий Сергей Викторович, работает профессором кафедры «Химическая технология и экология» Березниковского филиала ФГБОУ ВО «ПНИПУ».

По итогам обсуждения принято следующее заключение:

1. Личное участие автора в получении результатов, изложенных в диссертации, заключается в следующем: постановке цели и задач диссертации; анализе и обобщении научно-технической литературы; разработке методики экспериментальных исследований и основных положений выносимых на защиту, определяющих научную новизну и практическую значимость работы; в выполнении лабораторных исследований; в анализе, обработке и обобщении полученных результатов и формулировании выводов; подготовке публикаций по материалам диссертационной работы.

2. Степень достоверность результатов проведенных исследований подтверждается применением современных методов исследования и анализа с использованием достоверных данных. Научные положения и выводы, сформулированные в диссертации, подтверждены убедительными данными. Подготовка, статистический анализ и интерпретация полученных результатов проведены с использованием методов обработки информации.

3. Научная новизна диссертационного исследования заключается в следующем:

- Впервые установлен фазовый состав сульфатных примесей в галитовых отходах в зависимости от способа обогащения сильвинита и используемого метода хранения галитовых отходов. Показано, что при галургическом обогащении в карьерной соли сульфат кальция представлен в форме ангидрита и дигидрата, а в галитовом отвале только в форме ангидрита. Наличие двухводного сульфата кальция обусловлено открытым способом хранения карьерной соли, который способствует гидратации ангидрита. При флотационном обогащении сильвинита CaSO_4 в галите представлен в форме ангидрита вне зависимости от способа складирования отходов благодаря гидрофобной пленке солянокислого амина на поверхности кристаллов, препятствующей гидратации ангидрита.

- Доказана зависимость дислокации примесей 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, в основном,

на поверхности галита. Так, доля сульфата кальция, локализованного на поверхности галитовых агрегатов, полученных при флотационном обогащении, составляет 60,5%, против 52,5% на галитах, сформированных в процессе галургической переработки. В то же время доля CaSO_4 , прочно удерживаемого галитом за счет адсорбции и окклюзии в галургических отходах (29%), практически в 2 раза превышает аналогичный показатель для флотационных отходов (17%).

- Выявлены особенности отделения частиц CaSO_4 от кристаллов галитовых отходов в процессе УЗ-обработки водно-солевых суспензий галита. Показано, что отделение труднорастворимой примеси сульфата кальция происходит за счет кавитационного эффекта, создаваемого ультразвуковыми колебаниями.

- Определен оптимальный технологический режим процесса очистки галитовых отходов от примесей CaSO_4 при помощи ультразвуковой обработки. Показано, что УЗ-обработка суспензии галита при соотношении Ж:Т=5:1 с интенсивностью $9,4 \text{ Вт/см}^2$ при амплитуде колебаний 80 мкм в течение 6 мин позволяет достичь степени очистки от сульфата кальция не менее 80%.

4. Практическая значимость исследования

На основе проведенных научных исследований разработана технология ультразвуковой очистки галитовых отходов от примеси CaSO_4 до остаточного содержания менее 0,55 мас.%. Данная технология может быть использована при переработке галитовых отходов для вторичного применения в химической промышленности.

Проведены пилотные испытания предлагаемых технических решений на промышленной площадке ПАО «Уралкалий». Показана принципиальная возможность использования разработанной технологии для очистки галитовых отходов от примесей сульфата кальция. Для АО «Березниковский содовый завод» разработаны исходные данные для проектирования технологии очистки водно-солевой суспензии галита в производстве кальцинированной соды, позволяющей уменьшить концентрацию примеси CaSO_4 на стадии предварительной очистки и снизить расход химических реагентов необходимых для дальнейшей очистки полученных полупродуктов.

5. Ценность научных работ полнота изложения материалов диссертации в работах, опубликованных соискателем

Содержание диссертационной работы достаточно полно отражается в 11 работах, из них 3 работы опубликованы в журналах, включенных Перечень рецензируемых научных изданий, в которых должны быть опубликованы основные научные результаты диссертаций на соискание ученой степени кандидата наук, на соискание ученой степени доктора наук, в том числе 1 работа в журнале, индексируемом в международных реферативных базах

Web of Science и Scopus. Общий объем публикаций – 4,36 печатных листа, из них авторских 1,46 печатных листа.

Основные результаты диссертационной работы отражены в следующих публикациях:

1) 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.) (Scopus, Web of Science, Chemical Abstracts).

В данной статье приведены результаты исследований фазового состава твердых галитовых отходов (карьерной соли и галитового отвала). Показано, что в карьерной соли сульфат кальция представлен в форме ангидрита и дигидрата, а в галитовом отвале только в форме ангидрита. Наличие двух форм сульфата кальция в карьерной соли, связано с открытым способом хранения отходов и регулярным воздействием на них атмосферных осадков. На основании проведенных исследований установлен механизм влияния ультразвуковой обработки на эффективность очистки карьерной соли и галитового отвала. Показано, что для карьерной соли, благодаря оклюзионному захвату примесей сульфата кальция, изменение степени очистки при низкой интенсивности ультразвуковой обработки осуществляется менее эффективно по сравнению с очисткой от CaSO_4 галитового отвала. С ростом интенсивности ультразвукового воздействия происходит частичное разрушение кристаллов карьерной соли, и эффективность очистки резко возрастает. Динамика изменения степени очистки галитового отвала с увеличением интенсивности ультразвука не меняется и эффективность очистки повышается стабильно без скачков. Установлено, что при интенсивности ультразвуковой обработки $I = 9,4 \text{ Вт/см}^2$ в течение 6 минут степень очистки галитовых отходов от примесей CaSO_4 достигает максимальной величины 80-82%.

2) 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.) (из перечня ВАК).

В работе 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. Изучено влияние гидромеханической обработки на эффективность процесса очистки. Выявлено, что механического воздействия перемешивающего устройства недостаточно для полного

удаления труднорастворимых частиц сульфата кальция с поверхности кристаллов и агрегатов галитовых отходов. Анализ полученных данных показал, что с помощью гидромеханической обработки галитовых отходов нельзя достигнуть заданной степени очистки от примеси сульфата кальция. Изучено влияние 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. Предложено техническое решение, позволяющее снизить содержание сульфата кальция в производственном растворе хлорида натрия, исключить повышенную инкрустацию оборудования и повысить качество выпускаемой кальцинированной соды.

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.) (из перечня ВАК).

В данной статье установлены оптимальные значения технологических параметров ультразвуковой обработки, влияющие на эффективность очистки карьерной соли и галитовых отвалов от примеси сульфата кальция. Показано, что степень очистки галитового сырья достигает максимального значения при соотношения фаз Ж:Т=5:1. Повышение эффективности процесса очистки суспензии объясняется снижением акустического сопротивления среды на единицу объема обрабатываемой суспензии, при дальнейшем уменьшении количества твердой фракции в суспензии степень очистки галитовых отходов практически не изменяется. Установлено, что существует зависимость эффективности процесса очистки как от времени воздействия, так и от мощности ультразвукового воздействия. 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».

Прочие работы по теме диссертационного исследования:

4) Нисина, О. Е. Особенности процессов удаления сульфата кальция из твердых галитовых отходов калийных обогатительных фабрик / О.Е. Нисина, С.В. Лановецкий, О.К. Косвинцев // Материалы XXI Менделеевского съезда по общей и прикладной химии. Том 3.– Санкт-Петербург, 2019. – С.326. (0,11 п.л., авт. 0,05 п.л.)

5) Нисина, О.Е. Влияние ультразвукового излучения на очистку агрегированных кристаллов галита / О.Е. Нисина, С.В. Лановецкий, О.К. Косвинцев // Тезисы докладов X Международной научной конференции «Кинетика и механизм кристаллизации. Кристаллизация и материалы нового поколения» – Суздаль, 2018. – С. 377-378. (0,23 п.л., авт. 0,08 п.л.)

6) Нисина, О.Е. Исследование ультразвукового излучения на эффективность очистки галитовых отходов от примесей / О.Е. Нисина, С.В. Лановецкий, О.К. Косвинцев // Материалы Всероссийской конференции студентов и молодых учёных «Молодёжная наука в развитии регионов». – Березники, 2018. – С. 252-254. (0,34 п.л., авт. 0,12 п.л.)

7) Нисина О.Е. Модернизация технологии очистки твердых галитовых отходов// О.Е. Нисина, Р.Р. Рахимов // Материалы Седьмой всероссийской научно-практической конференции «Решение» – Березники, 2018. – С. 348-350. (0,16 п.л., авт. 0,11 п.л.)

8) Нисина, О.Е. Переработка и применение твердых галитовых отходов/ О.Е. Нисина, О.К. Косвинцев // Тезисы докладов XVIII региональной научно-практической конференции «Химия. Экология. Биотехнология-2016». –Пермь, 2016. – С. 15-17. (0,13 п.л., авт. 0,08 п.л.)

9) Нисина, О.Е. Исследование влияния ультразвукового и гидромеханического воздействия на эффективность очистки кристаллов хлорида натрия / О.Е. Нисина, С.В. Лановецкий, О.К. Косвинцев / Тезисы докладов IX Международной научной конференции «Кинетика и механизм кристаллизации. Кристаллизация и материалы будущего»– Иваново, 2016. – С.66-67. (0,26 п.л., авт. 0,12 п.л.)

10) Нисина, О.Е. Переработка и вторичное использование твердых галитовых отходов / О.Е. Нисина, О.К. Косвинцев // Материалы Международной конференции студентов и молодых учёных «Молодёжная наука в развитии регионов». – Березники, 2016. – С. 105-107. (0,36 п.л., авт. 0,12 п.л.)

11) Нисина, О.Е. Совершенствование технологии очистки карьерной соли способом ультразвукового воздействия / А.П. Середкина, О.Е. Нисина, О.К. Косвинцев // Тезисы докладов XVII региональной научно-практической конференции «Химия. Экология. Биотехнология-2015». – Пермь, 2015. – С. 127-128. (0,11 п.л., авт. 0,06 п.л.)

6. Соответствие содержания диссертации специальности, по которой она рекомендуется к защите.

Содержание диссертационного исследования, представленного Нисиной Ольгой Евгеньевной, соответствует паспорту научной специальности 05.17.01 – Технология неорганических веществ, п. 3 «Механические процессы изменения состояния, свойств и формы сырья материалов и компонентов в неорганических технологических процессах».

Представленная Нисиной Ольгой Евгеньевной диссертационная работа является прикладным исследованием.

7. Соответствие содержания диссертационной работы требованиям, установленным п. 14 «Положения о присуждении ученых степеней»

В диссертационной работе автор приводит ссылки на авторов и источники заимствованных материалов и отдельных результатов. Результаты диссертационной работы опубликованы в ведущих рецензируемых изданиях, материалах конференций, соответствующие ссылки присутствуют в тексте диссертации.

Диссертационная работа «Разработка технологических основ ультразвуковой очистки галитового сырья от примеси сульфата кальция» Нисиной Ольги Евгеньевны рекомендуется к защите на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.17.01 – Технология неорганических веществ.

Заключение принято на заседании кафедры «Химические технологии» Пермского национального исследовательского политехнического университета. Присутствовало на заседании 19 чел. Результаты голосования: «за» - 19 чел., «против» - нет, «воздержалось» - нет (протокол № 11 от «17» марта 2020 г.).

Заведующий кафедрой «Химические технологии»
канд. техн. наук, доцент _____

_____/Кобелева А.Р./

✓