

Письменный отзыв

официального рецензента на диссертационную работу Асылханқызы Айгерім на тему «Разработка технологии получения калийных удобрений из карналлитовых руд месторождения Челкар», представленную на соискание степени доктора философии (PhD) по специальности 6D072000 – Химическая технология неорганических веществ

№ п/п	Критерии	Соответствие критериям	Обоснование позиции официального рецензента
1.	Тема диссертации (на дату ее утверждения) соответствует направлениям развития науки и/или государственным программам	<p>1.1 Соответствие приоритетным направлениям развития науки или государственным программам:</p> <p><u>1) Диссертация выполнена в рамках проекта или целевой программы, финансируемого(ой) из государственного бюджета (указать название и номер проекта или программы)</u></p> <p>2) Диссертация выполнена в рамках другой государственной программы (указать название программы)</p> <p>3) Диссертация соответствует</p>	<p>Диссертация выполнена в соответствии с планом научно-исследовательской работы кафедры «Химическая технология неорганических веществ» ЮКУ им. М. Ауэзова по госбюджетным НИР на 2016-2020 гг. Б-16-02-03 «Исследования по созданию альтернативно-инновационных технологий обогащения сырья и получения продуктов синтеза неорганических соединений из природных рудно-минеральных ресурсов и техногенных отходов различных отраслей промышленности» и на 2021-2025 гг. Б-21-03-02 «Разработка новых перспективных технологий и усовершенствование традиционных технологий получения неорганических продуктов, экологически безопасных удобрений и стимуляторов роста растений на основе минерального сырья и техногенных отходов».</p>

		приоритетному направлению развития науки, утвержденному Высшей научно-технической комиссией при Правительстве Республики Казахстан	
2.	Важность для науки	Работа <u>вносит</u> /не вносит существенный вклад в науку, а ее важность хорошо раскрыта/не раскрыта	Диссертация вносит существенный вклад в развитие науки. Ее содержание и результаты свидетельствуют о важности исследования. Казахстан обладает уникальной сырьевой базой калийных руд, сосредоточенных в Западно-Казахстанской и Актюбинской областях, запасы которых считаются одними из крупнейших в мире. Калий является ключевым компонентом минеральных удобрений для повышения урожайности сельскохозяйственных культур. Наиболее ценным является сульфат калия, который идеален для культур, чувствительных к хлоридам. Несмотря на огромные запасы калийного сырья, их добыча и переработка в калийные удобрения на сегодняшний день отсутствует. Одно из самых мощных - месторождение карналлитовых руд Челкар; промышленное освоение его еще не началось, исследование возможности переработки данного сырья в калийные удобрения также не проводилось. Поэтому изучение способов получения калийных удобрений на основе данной калийной руды представляет важную научную задачу, решение которой позволит создать отечественное производство и обеспечить сельхозпроизводителей бесхлорными минеральными удобрениями.
3.	Принцип самостоятельности	Уровень самостоятельности:	На основании представленного описания применяемых методов научного исследования, обработки экспериментальных данных и

		<p>1) Высокий; 2) Средний; 3) Низкий; 4) Самостоятельности нет</p>	<p>участия докторанта в опытно-лабораторных испытаниях технологии получения калийных удобрений можно судить о высоком уровне самостоятельности автора диссертационной работы.</p>
4.	Принцип внутреннего единства	<p>4.1 Обоснование актуальности диссертации: 1) Обоснована; 2) Частично обоснована; 3) Не обоснована.</p>	<p>Актуальность диссертации убедительно обоснована тем, что производство калийных удобрений на основе местного сырья в Казахстане отсутствует, несмотря на наличие уникальной сырьевой базы калийных руд. Это вызывает большой спрос на калийные соли, которые приходится импортировать из соседних стран. В связи с этим для развития отечественной калийной промышленности требуется проведение исследований способов переработки руды месторождений Западного Казахстана, в частности, месторождения Челкар с целью получения калийных и сложных минеральных удобрений.</p>
		<p>4.2 Содержание диссертации отражает тему диссертации: 1) Отражает; 2) Частично отражает; 3) Не отражает</p>	<p>Содержание диссертации полностью отражает тему диссертации. На основании результатов аналитического обзора обоснована актуальность темы исследования, определены цель и задачи работы и описаны методы анализа и исследования процессов переработки карналлитовой руды в калийные удобрения. В диссертации подробно изложены и обсуждены данные о составе калийной руды, показателях процесса отмывки руды от солей натрия и математической обработки экспериментальных данных; представлены результаты исследования различных методов переработки обогащенной калийной руды в калийные удобрения, кинетический и термодинамический анализ протекающих реакций, приведены результаты испытаний предложенной технологии получения калийных удобрений.</p>
		<p>4.3. Цель и задачи</p>	<p>Цель и задачи полностью соответствуют теме диссертации.</p>

		<p>соответствуют теме диссертации: 1) <u>соответствуют</u>; 2) частично соответствуют; 3) не соответствуют</p>	<p>Целью исследования является разработка технологии получения безбалластных калийных удобрений путем переработки карналлитовых руд месторождения Челкар. Для достижения этой цели поставлены задачи исследования.</p>
		<p>4.4 Все разделы и положения диссертации логически взаимосвязаны: 1) <u>полностью взаимосвязаны</u>; 2) взаимосвязь частичная; 3) взаимосвязь отсутствует</p>	<p>Диссертация представляет комплексное исследование, которое характеризуется внутренним единством и логической последовательностью изложения. Полученные результаты исследования каждого раздела научно обоснованы. Все разделы и положения диссертации логически взаимосвязаны друг с другом.</p>
		<p>4.5 Предложенные автором новые решения (принципы, методы) аргументированы и оценены по сравнению с известными решениями: 1) <u>критический анализ есть</u>; 2) анализ частичный; 3) анализ представляет собой не собственные мнения, а цитаты других авторов</p>	<p>Предложенные автором новые решения аргументированы и оценены по сравнению с известными решениями, имеется критический анализ.</p> <ul style="list-style-type: none"> - Соискателем обоснован оптимальный режим отмывки калийной руды от солей натрия методом неполного холодного растворения, при котором достигается максимальная степень обогащения руды с минимальными потерями калия и с минимальным вводом воды в процесс обогащения; - на основании кинетического и термодинамического анализа предложен эффективный метод разложения обогащенной калийной руды азотной кислотой и фильтрования азотнокислотной суспензии, позволяющий существенно улучшить фильтрующие свойства осадка гипса; - обоснован режим кристаллизации калийных солей из азотнокислого раствора на основании графического анализа процесса по диаграмме фазовых равновесий в

			<p>трехкомпонентной системе $K_2SO_4-MgSO_4-H_2O$. Предложенные автором новые методы и технологический режим аргументированы и оценены по сравнению с известными методами переработки калийных руд Жилинского месторождения. Критический сравнительный анализ показал эффективность предложенной технологии получения бесхлорных калийных удобрений.</p>
5.	Принцип научной новизны	<p>5.1 Научные результаты и положения являются новыми? 1) полностью новые; 2) частично новые (новыми являются 25-75%); 3) не новые (новыми являются менее 25%)</p>	<p>Полученные научные результаты и положения являются полностью новыми:</p> <ul style="list-style-type: none"> - определен количественный минералогический состав природной соли месторождения Челкар, данные о котором отсутствуют в научной литературе; установлено, что, кроме калийных минералов карналлита и глазерита, в составе руды присутствуют примеси гипса и галита; - установлен оптимальный режим отмывки руды от растворимых солей натрия, которые являются примесным компонентом в калийных удобрениях; это обеспечивает максимальную степень обогащения руды по калию; - статистической обработкой экспериментальных данных обогащения руды по калию определена статистическая значимость коэффициентов регрессии путем расчета t-критерия Стьюдента для уравнений с корреляционным коэффициентом, близким к 1; - определено значение энергии активации реакции сульфата калия с азотной кислотой, равное 41,37 кДж/моль, которое характеризует внутренне-кинетическую область протекания изучаемого процесса; - установлено время достижения равновесия по калию и магнию в жидкой и твердой фазах азотнокислотной суспензии;

			<p>определены параметры азотнокислотного разложения обогащенной руды.</p> <p>- обоснован метод и режим кристаллизации сульфата калия из азотнокислого раствора на основе графического анализа процесса по фазовой диаграмме в водно-солевой системе K_2SO_4-$MgSO_4$-H_2O.</p>
		<p>5.2 Выводы диссертации являются новыми?</p> <p>1) полностью новые;</p> <p>2) частично новые (новыми являются 25-75%);</p> <p>3) не новые (новыми являются менее 25%)</p>	<p>Выводы диссертации являются полностью новыми. Научно обоснована эффективность обогащения природной калийной руды по калию методом неполного растворения. Установлен оптимальный режим отмывки руды от солей натрия – время процесса 20 минут, массовое соотношение: вода/соль=1/2, температура 20°C, при котором достигается максимальная степень обогащения руды. В результате математической обработки экспериментальных данных получены уравнения регрессии со значимыми коэффициентами, адекватно описывающие процесс обогащения в виде зависимостей содержания калия и натрия в жидкой и твердой фазах от параметров процесса. На основе рассчитанного значения энергии активации реакции сульфата калия с азотной кислотой, равного 41,37 кДж/моль, определена внутренне-кинетическая область протекания процесса, на основании чего выбрана температура разложения обогащенной руды 50°C. Определено время достижения равновесия в системе - 30 минут, оптимальная концентрация азотной кислоты – 20%. Обоснован выбор изотермического метода кристаллизации сульфата калия в трехкомпонентной системе. Данные выводы подтверждены публикациями в научном журнале, входящем в базу данных Scopus и в научных изданиях, рекомендуемых Комитетом по контролю в сфере образования и науки МОН РК.</p>

		<p>5.3 Технические, технологические, экономические или управленческие решения являются новыми и обоснованными:</p> <p>1) <u>полностью новые</u>;</p> <p>2) частично новые (новыми являются 25-75%);</p> <p>3) не новые (новыми являются менее 25%)</p>	<p>Все технологические решения являются новыми и научно обоснованными. Разработана технология переработки калийной руды месторождения Челкар в бесхлорные калийные и комплексные минеральные удобрения на основе установленных оптимальных технологических параметров процессов. Обоснован режим фильтрования азотнокислотной суспензии с целью обеспечения хорошей фильтруемости осадка и минимального расхода воды на отмывку гипса. Полученный гипс успешно прошел испытания на соответствие его нормально твердеющему гипсовому вяжущему. Определены расходные коэффициенты по сырью и рассчитан материальный баланс разложения обогащенной калийной руды, что является основой для разработки исходных данных на проектирование нового производства. Преимуществом разработанной технологии является отсутствие твердых и жидких отходов производства, возможность комплексного использования всех компонентов природной калийной соли месторождения Челкар. На разработанную технологию получен патент на полезную модель «Способ переработки калийных руд с получением сульфата калия».</p>
6	Обоснованность основных выводов	<p>Все основные выводы <u>основаны</u>/не основаны на весомых с научной точки зрения доказательствах либо достаточно хорошо обоснованы (для qualitative research и направлений подготовки по искусству и гуманитарным наукам)</p>	<p>Все основные выводы, научные результаты, сформулированные соискателем, обоснованы с научной точки зрения; установленные закономерности протекания процессов переработки природных калийных руд подтверждены известными научными теориями и имеют теоретическую значимость. Достоверность новых научных данных обеспечена расчетом суммарной стандартной неопределенности и абсолютной суммарной погрешности измерений содержания калия, натрия и магния в составе жидкой и твердой фаз.</p>

7	<p>Основные положения, выносимые на защиту</p>	<p>Необходимо ответить на следующие вопросы по каждому положению в отдельности: 7.1 Доказано ли положение? 1) доказано; 2) скорее доказано; 3) скорее не доказано; 4) не доказано</p>	<p>Соискатель выносит на защиту 6 основных положений:</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. Химический и минералогический состав карналлитовой руды месторождения Челкар; обогащение природной руды по калию методом неполного растворения. Положение доказано результатами исследований, опубликованных в журнале «Вестник КБТУ», рекомендованном ККСОН МОН РК, и в трудах международных научных конференций. 2. Математическая обработка экспериментальных данных по отмывке сырья от хлорида натрия, определение значимых коэффициентов уравнений регрессии. Положение подтверждено результатами, опубликованными в журнале «RASAYAN Journal of Chemistry», входящем в БД Scopus (Q3, процентиль 44%). 3. Кинетика азотнокислотного разложения обогащенной карналлитовой руды месторождения Челкар ; расчет энергии Гиббса взаимодействия сульфатов калия и магния с азотной кислотой. Доказано результатами теоретических исследований, опубликованных в журнале «Вестник Карагандинского университета», рекомендованном ККСОН МОН РК. 4. Фильтрующие свойства нерастворимого остатка и режим отмывки гипса в процессе разложения отмытой калийной руды раствором азотной кислоты; испытания гипса на соответствие его нормально твердеющему гипсовому вяжущему. Доказано экспериментальными данными, изложенными в статье в журнале «Комплексное использование минерального сырья», рекомендованном ККСОН МОН РК. 5. Процессы растворения и кристаллизации калийных солей и
---	--	---	---

		<p>калийно-магниевых солей для получения водорастворимого бесхлорного безбалластного удобрения.</p> <p>Доказано результатами экспериментальных исследований, опубликованных в журнале «Вестник Карагандинского университета», рекомендованном ККСОН МОН РК.</p> <p>6. Технология переработки карналлитовой руды месторождения Челкар в калийные и калийно-азотно-магниевые удобрения.</p> <p>Подтверждено патентом на полезную модель «Способ переработки калийных руд с получением сульфата калия».</p>
	<p>7.2 Является ли тривиальным?</p> <p>1) да;</p> <p>2) нет</p>	<p>Все положения, выносимые на защиту, являются не тривиальными и имеют научную новизну и практическую значимость.</p>
	<p>7.3 Является ли новым?</p> <p>1) да;</p> <p>2) нет</p>	<p>Основные положения являются новыми, они подтверждены публикациями в научном журнале, входящем в базу данных Scopus и в научных изданиях, рекомендуемых ККСОН МОН РК.</p>
	<p>7.4 Уровень для применения:</p> <p>1) узкий;</p> <p>2) средний;</p> <p>3) широкий</p>	<p>Уровень для применения всех положений является широким. Разработанную технологию можно использовать для организации нового производства калийных и калийно-магниевых удобрений из руды Челкарского месторождения, которое отсутствует в Казахстане.</p>
	<p>7.5 Доказано ли в статье?</p> <p>1) да;</p> <p>2) нет</p>	<p>Результаты исследования доказаны в 10 научных публикациях: 3 из которых изданы в журналах, рекомендуемых Комитетом по контролю в сфере образования и науки Министерства образования и науки Республики Казахстан; 1 - в журнале, входящем в международную базу данных Scopus (Q3, процентиль 44%); 3 - в трудах международных научно-практических конференций; 3 – в других научных изданиях.</p>

8	Принцип достоверности Достоверность источников и предоставляемой информации	8.1 Выбор методологии - обоснован или методология достаточно подробно описана 1) да; 2) нет	Методология исследования обоснована и достаточно подробно описана. На основе проведенного аналитического обзора методов переработки калийных руд и выявленной необходимости создания отечественного производства калийных удобрений путем переработки богатых залежей калийных руд сформулированы цель и задачи исследования, выбраны методы и инструменты, необходимые для выполнения экспериментальных исследований. Структура и содержание диссертации свидетельствуют о том, что соискатель выполнял исследование в соответствии с тщательно разработанным планом, включающим логически построенную последовательность частей работы, методы обработки полученных данных, их анализ и интерпретацию.
		8.2 Результаты диссертационной работы получены с использованием современных методов научных исследований и методик обработки и интерпретации данных с применением компьютерных технологий: 1) да; 2) нет	Результаты диссертационной работы получены с использованием современных методов научных исследований и методик обработки и интерпретации данных. При выполнении исследований использованы как стандартные химические, так и инструментальные методы исследования и анализа с использованием современных приборов с программным обеспечением. Отмывку калийной руды от солей натрия осуществляли методом неполного растворения и путем двух- и трехкратной промывки маточным раствором. Содержание калия и натрия в изучаемых системах определяли с помощью атомно-абсорбционного спектрометра Квант-2 и пламенно-фотометрического анализатора ПФА-378. Анализ сырья и продуктов выполнен методами спектрального микроскопического, дифференциально-термического и ИК-спектроскопического исследований. Рентгенографический полуколичественный анализ проб твердых фаз выполнен с

			<p>помощью дифрактометра D8 Advance (Bruker). Обработка полученных данных дифрактограмм и расчет межплоскостных расстояний проводились с помощью программного обеспечения EVA. Для микроскопического спектрального анализа сырья использовали растровый электронный микроскоп (РЭМ) JSM-64901 V (Jeol, Япония). Седиментационный анализ гипса выполнен с помощью фотоседиментометра ФСК-6. Математическая обработка экспериментальных данных осуществлена в программе Statistica 10, значимость коэффициентов регрессии определена путем расчета <i>t</i>-критерия Стьюдента.</p>
		<p>8.3 Теоретические выводы, модели, выявленные взаимосвязи и закономерности доказаны и подтверждены экспериментальным исследованием (для направлений подготовки по педагогическим наукам результаты доказаны на основе педагогического эксперимента):</p> <p>1) <u>да</u>; 2) нет</p>	<p>Теоретические выводы и модели, выявленные взаимосвязи и закономерности доказаны и подтверждены экспериментальными исследованиями. Кинетический анализ процесса взаимодействия сульфата калия с азотной кислотой, включающий расчет константы скорости реакции и энергии активации, позволил определить внутренне-кинетическую область протекания процесса, согласно которой установлены параметры азотнокислотного разложения и определены способы интенсификации разложения. В результате математической обработки экспериментальных данных отмывки руды от солей натрия определены статистически значимые коэффициенты уравнений регрессии путем расчета <i>t</i>-критерия Стьюдента. Полученные уравнения регрессии со значимыми коэффициентами адекватно описывают процесс обогащения в виде зависимостей содержания калия и натрия в руде и промывной воде от параметров процесса. Математические модели могут быть использованы для оперативного регулирования процесса обогащения калийной руды и прогноза</p>

			данных зависимостей в различных условиях процесса.
		8.4 Важные утверждения подтверждены /частично подтверждены/не подтверждены ссылками на актуальную и достоверную научную литературу	Установленные зависимости и закономерности процесса переработки калийных руд месторождения Челкар подтверждены ссылками на актуальную и достоверную научную литературу.
		8.5 Использованные источники литературы достаточны /не достаточны для литературного обзора	Для осуществления диссертационного исследования использовано 104 литературных источника, качество которых не вызывает сомнения. Приведены ссылки на источники, входящие в базы данных Scopus и Web of Science. Использованных источников достаточно для литературного обзора по теме данного исследования.
9	Принцип практической ценности	9.1 Диссертация имеет теоретическое значение: 1) да ; 2) нет	Диссертация имеет большое теоретическое значение. Получены новые данные о количественном минералогическом составе изучаемой калийной руды месторождения Челкар, сведения о котором отсутствуют в научных публикациях. Установлен оптимальный технологический режим обогащения руды по калию, подтвержденный полученными математическими моделями в виде уравнений регрессии со значимыми коэффициентами. На основании исследования кинетики азотнокислотного разложения обогащенной руды установлена область протекания процесса переработки и основные технологические параметры. Обоснован режим кристаллизации сульфата калия из азотнокислого раствора изотермическим методом на основании графического анализа по диаграмме растворимости в системе K_2SO_4 - $MgSO_4$ - H_2O . Результаты научного исследования внедрены в учебный процесс в

			<p>содержание лекционного курса «Химическая технология неорганических веществ», что подтверждено актом внедрения НИР №369 от 17.05.2021г. Полученные результаты могут быть основой для дальнейших исследований в области получения калийных удобрений.</p>
		<p>9.2 Диссертация имеет практическое значение и существует высокая вероятность применения полученных результатов на практике: 1) да; 2) нет</p>	<p>Диссертация имеет практическое значение и существует высокая вероятность применения полученных результатов на практике, так как:</p> <ul style="list-style-type: none"> - разработана технология переработки калийной руды месторождения Челкар в калийные и комплексные удобрения: установлен оптимальный режим обогащения калийной руды с минимальными потерями калия с промывной водой, азотнокислотного разложения обогащенной руды, обеспечивающий полное извлечение калия в жидкую фазу, и кристаллизации солей из азотнокислого раствора; - обоснован экономичный режим фильтрования азотнокислотной суспензии для обеспечения высокой производительности фильтрования кристаллов гипса и для ввода минимального количества воды на его отмывку; - на основании установленных оптимальных параметров переработки калийного сырья разработана технологическая схема производства калийных и калийно-магниевых удобрений и определены расходные коэффициенты по сырью; - на предлагаемую технологию получен патент на полезную модель «Способ переработки калийных руд с получением сульфата калия».

		<p>9.3 Предложения для практики являются новыми?</p> <p>1) <u>полностью новые</u>;</p> <p>2) частично новые (новыми являются 25-75%);</p> <p>3) не новые (новыми являются менее 25%)</p>	<p>Предложения для практики являются новыми. Предложенная технология может быть использована для разработки исходных данных для проектирования нового отечественного производства калийных и комплексных удобрений из карналлитовой руды месторождения Челкар, которое до сих пор не создано в Казахстане.</p>
10	Качество написания и оформления	<p>Качество академического письма:</p> <p>1) <u>высокое</u>;</p> <p>2) среднее;</p> <p>3) ниже среднего;</p> <p>4) низкое.</p>	<p>Качество написания диссертационной работы высокое. Диссертация написана грамотным научным языком, каждый раздел выстроен логически, начинается с постановки задачи исследования и заканчивается аргументированными выводами. Диссертация оформлена в соответствии с требованиями, предъявляемыми к диссертационным работам, и представляет собой законченную научную работу.</p>

Вывод:

На основании вышеизложенного считаю диссертацию Асылханқызы Айгерім законченным научным трудом, рекомендую работу к защите и ходатайствую перед Комитетом по обеспечению качества в сфере науки и высшего образования Министерства науки и высшего образования РК для присуждения степени «Доктора философии (PhD)» по специальности 6D072000 - Химическая технология неорганических веществ.

Д.т.н., профессор кафедры «Управление и инжиниринг в сфере охраны окружающей среды» ЕНУ им. Л.Н. Гумилева



Б.А. Спсалиямов

