

Письменный отзыв официального рецензента на диссертационную работу Утевой Райсы Акылбеккызы на тему «Комплексная переработка фосфоритов с извлечением фосфора и получением ферросилиция, карбида кальция», представленную на соискание степени доктора философии (PhD) по образовательной программе 8D07160- «Химическая технология неорганических веществ»

№п/п	Критерии	Соответствие критериям (необходимо отметить один из вариантов ответа)	Обоснование позиции официального рецензента
1	Тема диссертации (на дату ее утверждения) соответствует направлениям развития науки и/или государственным программам	1.1 Соответствие приоритетным направлениям развития науки или государственным программам: 1) Диссертация выполнена в рамках проекта или целевой программы, финансируемого(ой) из государственного бюджета (указать название и номер проекта или программы) Диссертационная работа связана с планом выполнения НИР по гранту AP14869066 «Разработка ресурсосберегающей безшлаковой технологии электротермической переработки фосфоритов» по программе прикладных исследований МОН РК «Научная и (или) научно-техническая деятельность на 2022-2025 годы», приоритету «Глубокая переработка сырья и продукции» (№ гос.регистрации 0122РК00424) и планами госбюджетных НИР ЮКУ им. М.Ауезова, в которых соискатель являлась исполнителем.	1) Диссертация выполнена в рамках проекта или целевой программы, финансируемого(ой) из государственного бюджета (указать название и номер проекта или программы) Диссертационная работа связана с планом выполнения НИР по гранту AP14869066 «Разработка ресурсосберегающей безшлаковой технологии электротермической переработки фосфоритов» по программе прикладных исследований МОН РК «Научная и (или) научно-техническая деятельность на 2022-2025 годы», приоритету «Глубокая переработка сырья и продукции» (№ гос.регистрации 0122РК00424) и планами госбюджетных НИР ЮКУ им. М.Ауезова, в которых соискатель являлась исполнителем.
2	Важность для науки	Работа вносит/не вносит существенный вклад в науку, а ее важность хорошо раскрыта/не раскрыта	Диссертационная работа вносит существенный вклад в науку, опираясь на теоретические и прикладные достижения в области переработки

		рядовых фосфоритов Чулактау и некондиционных фосфоритов Чилисай. Значение проведенных исследований проявляется в разработке безшлаковой технологии комплексной электротермической переработки фосфоритов месторождения Чулактау, Чилисай, а также их смесей, с одновременным получением карбида кальция, ферросилиция и извлечением фосфора в газовую фазу. Полученные результаты подтверждаются публикациями в рецензируемых научных журналах (проценталями 32-53), а также полученными патентами на изобретения и полезную модель РК.
3	Принцип самостоятельности	Анализ диссертационной работы позволяет сделать вывод о высоком уровне самостоятельности соискателя. Это подтверждается тем, что соискателем: - проведено термодинамическое моделирование взаимодействия трикальцийфосфата, фосфоритов Чулактау и Чилисай с углеродом и железом в температурном интервале от 500 до 2100°C и при давлении от 0,01 до 1 бар с определением степени распределения фосфора, кальция и кремния; - установлены оптимальные условия получения продуктов - извлечения фосфора в газовую фазу, карбида кальция и ферросилиция; - определены оптимальные технологические параметры (соотношение количества кокса и

		стальной стружки) для электроплавки фосфоритов Чулактау, Чилисай обеспечивающие одновременное извлечение фосфора в газовую фазу и получение карбида калция, ферросилиция; - проведены экспериментальные испытания электроплавки фосфоритов Чулактау и Чилисай с извлечением фосфора, получением карбида калция и кремнийсодержащего ферросплава; - рассчитана технико-экономическая целесообразность разработанной технологии.
4	Принцип внутреннего единства	На основе фосфоритов Каратау, добываемых в Казахстане, на предприятии ТОО «Казфосфат» с применением электротермического метода ежегодно производится от 60 до 80 тыс. тонн желтого фосфора. Несмотря на высокий коэффициент извлечения фосфора, достигающий около 90 %, данный метод переработки сопровождается образованием значительного количества отходов в виде шлака. При производстве одной тонны фосфора образуется 9-10 т фосфорного шлака, что снижает степень комплексного использования сырья до 50 %. Фосфорный шлак занимает большие земельные площади и оказывает негативное воздействие на экологическую обстановку в регионе, а его применение в строительной отрасли ограничено из-за содержания соединений фосфора.

		В связи с этим особую актуальность приобретает разработка новой безшлаковой технологии, позволяющая не только извлекать фосфор, но и получать из нерудной части фосфоритов при электроплавке высококачественную промышленную продукцию.
	4.2 Содержание диссертации отражает тему диссертации: 1) Отражает; 2) Частично отражает; 3) Не отражает	Содержание диссертации полностью соответствует теме исследования: «Комплексная переработка фосфоритов с извлечением фосфора и получением ферросилиция, карбида кальция»
	4.3. Цель и задачи соответствуют теме диссертации: 1) соответствуют; 2) частично соответствуют; 3) не соответствуют	Цель и задачи исследования полностью соответствуют теме диссертации, так как находятся в строгом соответствии с ее тематикой.
	4.4 Все разделы и положения диссертации логически взаимосвязаны: 1) полностью взаимосвязаны; 2) взаимосвязь частичная; 3) взаимосвязь отсутствует	Все разделы и положения диссертации логически взаимосвязаны, поскольку актуальность темы, постановка задачи и пути ее решения обоснованы современным состоянием проблемы, представленным в аналитическом обзоре диссертации.
	4.5 Предложенные автором новые решения (принципы, методы) аргументированы и оценены по сравнению с известными решениями: 1) критический анализ есть; 2) анализ частичный;	Предложенные автором новые решения аргументированы и критически оценены в сравнении с известными подходами. Так, в разделах диссертации и в материалах статей, опубликованных в сборниках международных конференций и научных журналах, включая

		3) анализ представляет собой не собственные мнения, а цитаты других авторов 4) анализ отсутствует	издания, входящие в базу данных Scopus, представлен критический анализ существующих методов переработки фосфоритов с извлечением фосфора в газовую фазу и получением марочных продукций.
5	Принцип научной новизны	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%)	Научные результаты и положения являются новыми, о чем свидетельствуют следующие данные: - Впервые показано, что температура начала совместного извлечения фосфора и образования карбида кальция и силицидов железа в системе $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2\text{-C-Fe-SiO}_2$ зависит от мольной доли кремния в ферросплаве, при ее увеличении температура реакции возрастает с 1557 до 1631 °C. - Установлено влияние температуры на распределение Ca, Si, P и Fe и на количественные соотношения образующихся соединений при получении карбида кальция, фосфора и ферросилиция из фосфоритов Чулактау и Чилисай. - Показано, что продукты восстановления SiO_2 реакционно активны по отношению к трикальцийфосфату в ряду: $((\text{SiO}_g,$ $\text{Si}) > \text{SiC} > \text{FeSi}_2 > \text{FeSi} > \text{Fe}_3\text{Si})$, а реакционная способность углерода ниже, чем у SiO(g), Si, SiC и FeSi_2. - Определена температурная последовательность

		образования продуктов: при 900 °С - фосфиды железа, полный переход фосфора в газ - при 1300–1500 °С, ферросилиций формируется при 1500–1800 °С, 1800–2000 °С - карбид кальция. Оптимальные условия электроплавки фосфоритов Чулактау и Чилисай установлены для получения карбида кальция и ферросилиция с высоким выходом компонентов и степенью извлечения фосфора 94–97 %. Показано, что частичная замена фосфорита Чулактау фосфоритом Чилисай позволяет получать ферросилиций марки FeSi45, расширяя возможности переработки низкокремнистых фосфоритов Чилисай.
	5.2 Выводы диссертации являются новыми? 1) полностью новые; 2) частично новые (новыми являются 25-75%); 3) не новые (новыми являются менее 25%)	Выводы диссертационного исследования обладают полной научной новизной, поскольку опираются на теоретические и экспериментальные данные, впервые полученные соискателем.
	5.3 Технические, технологические, экономические или управленческие решения являются новыми и обоснованными: 1) полностью новые; 2) частично новые (новыми являются 25-75%); 3) не новые (новыми являются менее 25%)	Технические, технологические и экономические решения являются полностью новыми и научно обоснованными, поскольку автором предложена перспективная и экономически целесообразная безшлаковая технология электротермической переработки фосфоритов, обеспечивающая максимально возможную степень комплексного использования сырья. Технология позволяет

		одновременно получать в электропечи карбид кальция, кремнийсодержащий ферросплав с извлечением фосфора в газовую фазу.
6	Обоснованность основных выводов	Все основные выводы диссертации основаны на научных доказательствах. Термодинамическое моделирование, выполненное с использованием программного комплекса HSC-10.0 в сочетании с планированием экспериментов рототабельным методом второго порядка, позволило установить теоретические закономерности и технологические параметры. Научные результаты диссертации полученные в ходе проведения экспериментальных и укрупненно-лабораторных испытаний, позволили установить соответствие марочным продукциям, подтвержденных методами физико-химических исследований.
7	Основные положения, выносимые на защиту	Соискатель выносит на защиту основные положения приведенные в диссертации. -Доказано, возможность одновременного получения карбида кальция, силицидов железа с извлечением фосфора в системе $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2\text{-C-Fe-SiO}_2$ характерны для рабочей смеси. - Доказано, что температура оказывает влияние на равновесную степень распределения кальция, кремния, фосфора и железа, а также на условия существования и количественные соотношения 21 вещества из фосфоритов месторождений

Чулактау и Чилисай.

- Доказано, что реакционная способность продуктов при взаимодействии с $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ сопровождается образованием газообразного фосфора. При 1600°C реакционная способность углерода по отношению к $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ убывает в следующем порядке: $(\text{SiO}_2, \text{Si}) > \text{SiC} > \text{FeSi}_2 > \text{FeSi} > \text{Fe}_3\text{Si}$.

- доказано экспериментально, что при электроплавке фосфоритов Чулактау в присутствии 52-58% кокса и 24,4-38% стальной стружки образуется карбид кальция второй сортности с литражом от 245 до $248 \text{ дм}^3/\text{кг}$ и ферросилиций марки FeSi25 с содержанием 20-30% кремния. Степень извлечения фосфора в газовую фазу составляет от 94-97%, кальция в карбид кальция - 60-70%, а кремния в ферросплав - 70 - 80%.

- доказано, что при электроплавке смеси фосфоритов Чулактау и Чилисай, частичная замена фосфорита Чулактау на фосфорит Чилисай способствует увеличению содержания кремния в ферросплаве до 41,4-42,6%, что позволяет получить ферросилиций марки FeSi45. Такая замена также позволяет использовать фосфориты Чилисай, которые, благодаря низкому содержанию P_2O_5 , не поддаются переработке традиционным методом электроплавки.

	7.2 Является ли тривиальным? 1) да; 2) нет;	Не является тривиальным. Все данные получены в ходе теоретических исследований и экспериментальных данных
	7.3 Является ли новым? 1) да; 2) нет;	Да, является новым
	7.4 Уровень для применения: 1) узкий; 2) средний; 3) широкий;	Уровень применения широкий
	7.5 Доказано ли в статье? 1) да; 2) нет; 3) в текущей формулировке проверить доказанность положения в статье невозможно	Основные положения, выносимые на защиту доказаны и отражены в 20 научных публикациях, включая 2 патента РК (1 патент на изобретения и 1 патент на полезную модель), 1 монографию, 1 - в изданиях, рекомендованных КОКНВО МНВО РК; 5 - в журнале, входящем в международную базу данных Scopus; 2 - в международных журналах, а также 11 - в трудах международных научно-практических конференциях РК и за рубежом.
8	Принцип достоверности Достоверность источников и предоставляемой информации	Да, выбор методологии обоснован. Методология исследования подробно приведена в разделе 2 в диссертации.
	8.1 Выбор методологии - обоснован или методология достаточно подробно описана 1) да; 2) нет	
	8.2 Результаты диссертационной работы получены с использованием современных методов	В диссертации для выполнения задач исследования использовались программные комплексы HSC-10.0. При обработке

	научных исследований и методик обработки и интерпретации данных с применением компьютерных технологий: 1) да; 2) нет	экспериментальных данных применялись методы математического моделирования с использованием ротатбельного плана второго порядка (план Бокса-Хантера). Для анализа исходных и конечных продуктов работы применялись современные физико-химические методы: атомно-абсорбционная спектроскопия на приборе AAS-1 (Германия); исследование с помощью растрового электронного микроскопа JSM-6490LV с системой энергодисперсионного микроанализа INSA Energy (Япония); дифференциально-термический и термогравиметрический анализ с использованием дериватографа Q-1500D с компьютерным контролем.	экспериментальных данных применялись методы математического моделирования с использованием ротатбельного плана второго порядка (план Бокса-Хантера). Для анализа исходных и конечных продуктов работы применялись современные физико-химические методы: атомно-абсорбционная спектроскопия на приборе AAS-1 (Германия); исследование с помощью растрового электронного микроскопа JSM-6490LV с системой энергодисперсионного микроанализа INSA Energy (Япония); дифференциально-термический и термогравиметрический анализ с использованием дериватографа Q-1500D с компьютерным контролем.
	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): 1) да; 2) нет	Все полученные теоретические особенности термодинамических и кинетических закономерностей, электроплавки фосфоритов с получением марочных продуктов подтверждены экспериментальными и укрупненно-лабораторными испытаниями.	Все полученные теоретические особенности термодинамических и кинетических закономерностей, электроплавки фосфоритов с получением марочных продуктов подтверждены экспериментальными и укрупненно-лабораторными испытаниями.
	8.4 Важные утверждения подтверждены /	Важные положения подтверждены ссылками на	Важные положения подтверждены ссылками на

	частично подтверждены/не подтверждены ссылками на актуальную и достоверную научную литературу.	современную и достоверную научную литературу и актами испытаний №2 и №3 от 24.06.2024г. и полученными патентами №29153 и № 2654.
	8.5 Исползованные источники литературы достаточны /не достаточны для литературного обзора.	Список литературы содержит 93 наименования, что обеспечивает полноту обзора источников для диссертационной работы.
9	Принцип практической ценности	9.1 Диссертация имеет теоретическое значение: 1) да; 2) нет.
		9.2 Диссертация имеет практическое значение и существует высокая вероятность применения полученных результатов на практике: 1) да; 2) нет.
		9.3 Предложения для практики являются новыми: 1) полностью новые ; 2) частично новые (новыми являются 25-75%); 3) не новые (новыми являются менее 25%).
10	Качество написания и оформления	Предложения для практики являются полностью новыми. Качество академического письма: 1) высокое ; 2) среднее;

		3) ниже среднего; 4) низкое.
--	--	---------------------------------

Вопросы и замечания:

1. Соответствуют ли разработанные вами способы экологическим требованиям?
2. На рисунках 27 и 28, кривая 1 (с.53) при содержании железа 8% концентрация кремния в сплаве в целом увеличивается с повышением температуры, однако в интервале температур 1700–2000⁰ наблюдается снижение, а в дальнейшем данный показатель снова возрастает. Чем можно объяснить такое зигзагообразное изменение?
3. Как проводили отделение ферросилиция от карбида кальция?
4. Известно, что фосфориты кроме фосфата кальция содержат незначительное количество оксида магния, алюминия, кремния, железа и другие соединения. Как ведут себя эти примесные компоненты при электроплавке?
5. Как влияет использование высококремнистых фосфоритов Чилисайского месторождения на получаемые марочные продукты, на содержание фосфора и его извлечение?

Заключение: Диссертационная работа Утеевой Райсы Акылбеккызы выполнена в соответствии с требованиями Комитета по контролю в сфере образования и науки Министерства науки и высшего образования Республики Казахстан.

Считаю Утееву Райсу Акылбеккызы достойной присуждения степени доктора философии (PhD) по образовательной программе 8D07160- «Химическая технология неорганических веществ».

Официальный рецензент:

АО "Институт топлива, катализа и электрохимии им. Д. В. Сокольского",
доктор химических наук, профессор,
академик НАН РК, Лауреат государственной
премии РК в области науки, техники и образования



Башов А.Б.

