

## **ОТЗЫВ ОФИЦИАЛЬНОГО ОППОНЕНТА**

на автореферат и диссертационную работу Булова Владимира Евгеньевича на тему «Влияние ультразвуковой обработки на характеристики флотационных реагентов и эффективность сильвиновой флотации», представленную на соискание учёной степени кандидата технических наук по специальности 2.8.9. «Обогащение полезных ископаемых» (технические науки).

### **Актуальность темы диссертационной работы**

Россия обладает сырьевой базой для производства калийных удобрений. На многих действующих калийных предприятиях РФ обогащение сильвинитовых руд осуществляется флотационным способом. К основным преимуществам используемой флотационной технологии относятся небольшие энергетические затраты, ведение процесса при низкой температуре, простая аппаратная схема. Однако не всегда результаты флотации соответствуют промышленным требованиям из-за таких факторов, как чрезмерная измельченность минералов, большой расход дорогостоящих флотационных реагентов, малоустойчивая или, наоборот, слишком устойчивая пена флотационного концентрата, зашламливание частиц руды, поверхностное окисление минералов и др. Перспективным направлением улучшения эффективности флотации и снижения влияния перечисленных факторов является применение ультразвуковых (сонохимических) технологий, которые широко используются в различных отраслях промышленности.

Процесс флотации невозможен без применения реагентов разных типов (собиратели, вспениватели, депрессоры). Поэтому их эффективной работе уделяется особое внимание. В рассматриваемой сильвиновой флотации использование реагентов сопряжено с интенсивным мицеллообразованием и коагуляцией собирателя; низкой устойчивостью пены, ее невысокой кратностью, низкой дисперсностью пузырьков воздуха в объёме пульпы вследствие ограниченной эффективности реагентов-вспенивателей; формированием в растворах ассоциатов и надмолекулярных структур органических депрессоров, вследствие чего могут ухудшаться их депрессирующие свойства, что оказывает отрицательное влияние на технологические показатели флотации. В связи с этим разработка ультразвуковой технологии повышения эффективности флотационных реагентов сильвиновой флотации весьма актуальна для всех калийных предприятий РФ.

**Целью работы** является установление влияния УЗ-обработки на характеристики флотационных реагентов и эффективность сильвиновой флотации.

Для решения поставленной цели автором были сформулированы следующие **задачи исследования**:

1. Изучение влияния УЗ-обработки наиболее распространённых в калийной промышленности флотационных реагентов сильвиновой флотации (собиратель – амин первичный солянокислый; вспениватель – гликолевый эфир; депрессоры – карбоксиметилцеллюлоза и амилодекстрин) на изменение их характеристик (размер и форму мицелл и агломератов, величину электрокинетического потенциала частиц реагентов и рН растворов реагентов; вязкость; вспенивающую способность, устойчивость пен и поверхностное натяжение; коагуляцию мицелл собирателя в насыщенном солевом растворе).
2. Установление принципиальной возможности повышения эффективности сильвиновой флотации за счёт использования УЗ-обработки флотационных реагентов.
3. Проведение опытно-промышленных испытаний УЗ-обработки флотационных реагентов, применяемых на стадии основной сильвиновой флотации.

**Идея работы** заключается в использовании ультразвукового диспергирования растворов реагентов до стадии основной сильвиновой флотации для повышения их адсорбционной и флотационной активности.

### **Общая характеристика диссертационной работы**

Представленная на отзыв диссертационная работа Булова Владимира Евгеньевича состоит из введения, четырёх глав, заключения, списка литературы (218 наименований). Текст изложен на 170 страницах машинописного текста, содержит 14 рисунков и 13 таблиц.

**Во введении** дано обоснование актуальности темы исследования, сформулированы цель, идея и задачи работы, основные защищаемые положения, научная новизна и практическое значение диссертации, приведены сведения об объектах, методах исследования, апробации работы и публикациях автора.

**Глава 1** посвящена обзору современных представлений о процессе флотации водорастворимых солей с акцентом на гипотезы, связанные с адсорбцией

реагентов-собираателей при их использовании в насыщенных солевых водных растворах; рассмотрены проблемы и способы повышения эффективности реагентов, применяемых на стадии основной сильвиновой флотации, включающие традиционные способы и нетрадиционные энергетические методы. В отдельном разделе представлен теоретический обзор возможностей применения ультразвуковой обработки при флотации минеральных руд, содержащий теоретические основы сонохимии, влияние сонохимии на флотацию минеральных руд, а также примеры использования ультразвуковой обработки при флотации минеральных руд.

**В главе 2** приведены характеристика физико-химических свойств изучаемых веществ и реагентов, описание методик и установок для проведения экспериментов, приборов, использованных в ходе анализа реагентов и полученных продуктов флотации, а также описание статистической обработки результатов исследования.

**В главе 3** обсуждаются результаты исследований по влиянию ультразвуковой обработки флотационных реагентов – собиратель амин первичный солянокислый, собирательная смесь реагентов состава «собиратель – вспениватель», а также депрессоры карбоксиметилцеллюлоза (КМЦ) и крахмал растворимый (амилодекстрин) – на изменение их физико-химических свойств.

**Глава 4** посвящена результатам исследования по влиянию ультразвуковой обработки флотационных реагентов на технологические показатели основной сильвиновой флотации в лабораторных условиях, а также результатам проведения опытно-промышленных испытаний.

**В заключении** сформулированы основные выводы по диссертационной работе.

#### **Обоснованность и достоверность защищаемых научных положений и выводов диссертации**

Все защищаемые научные положения и выводы диссертации В.Е. Букова имеют под собой теоретическую и экспериментальную основу.

Обоснованность и достоверность результатов исследований обеспечивается применением современного научного оборудования, разработанных и протестированных методик исследований, применяемых для системных исследований в лаборатории ЦКП «Центр наукоёмких химических технологий и

физико-химических исследований» ФГАОУ ВО «ПНИПУ», проведением дублирующих экспериментов и математической статистической обработкой экспериментальных данных с использованием современного программного обеспечения, воспроизводимостью полученных результатов и апробацией их на практике при проведении опытно-промышленных испытаний в условиях действующего производства.

В качестве объектов исследования выбраны:

- раствор собирателя: 0,8 масс. % водный раствор солянокислого амина (амины первичные, фракции C<sub>16</sub>-C<sub>18</sub>);
- композиция реагентов «собиратель – вспениватель»: собиратель – 0,8 масс. % водный раствор солянокислого первичного амина; вспениватель – гликолевый эфир химической формулы C<sub>12</sub>H<sub>24</sub>O<sub>3</sub>;
- растворы депрессоров: 4 масс. % водный раствор карбоксиметилцеллюлозы (степень полимеризации 750-850) и 4 масс. % водный раствор амилодекстрина (крахмал модифицированный растворимый).

Результаты работы в достаточной мере апробированы: доведены до сведения широкой научной общественности и обсуждены на всероссийских и международных научно-практических конференциях. Работа получила грантовую поддержку Фонда содействия инновациям по программе «СТАРТ» конкурса «СТАРТ-1» и конкурса-акселератора инновационных проектов «Большая разведка». Работа признана победителем различных конкурсов.

### **Новизна результатов диссертационного исследования**

Выявленные В.Е. Буровым закономерности позволили получить следующие наиболее существенные результаты, определяющие научную новизну диссертационной работы:

1. Выявлено, что ультразвуковая обработка раствора собирателя удельной акустической мощностью от 0,34 до 0,85 Вт/см<sup>3</sup> сопровождается снижением кажущейся энергии активации вязкого течения (энергия активации Гиббса), что указывает на переход сложноструктурированной мицеллярной формы аминов к менее структурированной, при этом диспергированные мицеллы амина, вводимые в насыщенный солевой раствор NaCl-KCl-H<sub>2</sub>O, находятся в более устойчивом к коагуляции состоянии.

2. Показано, что ультразвуковая обработка раствора собирателя удельной акустической мощностью от 0,34 до 0,85 Вт/см<sup>3</sup> уменьшает размер мицелл реагента, благодаря чему мицеллы амина способны лучше распределяться на поверхности кристалла сильвина и гидрофобизировать поверхность, что подтверждено ростом краевого угла смачивания частиц КС1, покрытых солянокислым амином, и повышением величины адсорбции (по данным измерения площади характеристического пика ИК-спектра в диапазоне 3000-2820 см<sup>-1</sup>) амина на кристалле хлорида калия.

3. Установлено, что за счёт ультразвукового диспергирования мицелл амина удельной акустической мощностью от 0,34 до 0,85 Вт/см<sup>3</sup> понижается поверхностное натяжение и содержание влаги в пене раствора собирателя, а также увеличивается кратность пен и пенообразование раствора собирателя, в связи с чем пены становятся более устойчивыми. При этом УЗ-обработка композиции «собиратель – вспениватель» удельной акустической мощностью от 0,34 до 0,85 Вт/см<sup>3</sup> увеличивает пенообразование и содержание влаги в пене, а также снижает кратность пен, вследствие чего пены становятся менее устойчивыми.

4. Выявлено, что ультразвуковая обработка реагентов-депрессоров удельной акустической мощностью 0,34–0,85 Вт/см<sup>3</sup> смещает дифференциальные кривые объёмного распределения по размерам агломератов в область малых размеров. Установлено, что ультразвуковая обработка с увеличением удельной акустической мощности понижает отрицательный электрокинетический потенциал раствора карбоксиметилцеллюлозы.

Полученные В.Е. Бурым результаты открывают возможности совершенствования ультразвуковой обработки реагентов как для флотации сильвинитовых руд, так и при использовании флотации других полезных ископаемых с целью повышения эффективности флотационного обогащения.

**Вклад автора** состоит в постановке целей и задач исследований, выборе методик, постановке лабораторных экспериментов и их проведении с последующим произведением необходимых расчётов и обоснованием выводов. Кроме того, автор принимал непосредственное участие в составлении программы и проведении опытно-промышленных испытаний. Таким образом, основные положения, выносимые на защиту, являются результатом исследования автора работы.

## **Практическое значение диссертационной работы**

На стадиях лабораторных испытаний определены режимы ультразвуковой обработки флотационных реагентов, повышающие эффективность флотации (увеличение выхода пенного продукта, повышение содержания сильвина в пенном продукте, повышение извлечения КС1 и снижение содержания нерастворимого остатка в пенном продукте флотации). Разработаны способ улучшения характеристик пенообразующих композиций флотореагентов (патент РФ № 2772587) и способ флотационного обогащения сильвинитовых руд (патент РФ № 2777020).

В результате опытно-промышленных испытаний на флотофабрике БКПРУ-3 ПАО «Уралкалий» установлен оптимальный режим УЗ-обработки собирательной смеси реагентов, при котором наблюдается снижение содержания хлорида калия в камерном продукте флотации и увеличение извлечения хлорида калия.

## **Замечания и рекомендации по работе**

По диссертационной работе В.Е. Бурова имеются следующие вопросы и замечания:

1. Не проведено обоснование выбранного диапазона значений удельной акустической мощности для УЗ - обработки различных растворов флотационных реагентов от  $0,34 \text{ Вт/см}^3$  до  $0,85 \text{ Вт/см}^3$ .
2. Название раздела 3.1 в диссертации: «Влияние ультразвуковой обработки реагента-собирателя солянокислого амина на изменение физико-химических свойств реагента» не совсем корректно, поскольку в разделе речь идет о свойствах раствора реагента.
3. Приведенная на рисунке 3.2 зависимость изменения рН раствора солянокислого амина при его УЗ-обработки не объяснена. Связано ли это с протеканием реакций гидролиза или другими процессами?
4. В таблице 3.3 приводятся площади характеристического пика ИК- спектра в области волновых чисел  $3000-2840 \text{ см}^{-1}$ , рассчитанные с применением методики измерения величины адсорбции солянокислого амина на порошках хлорида калия, разработанная на кафедре «Химические технологии» ФГАОУ ВО ПНИПУ с использованием ИК-Фурье спектрометра «TENSOR 27» Bruker, но сами спектры не представлены. В связи с чем, сложно оценить полученные результаты.

5. Не обоснован вывод, что вводимые в насыщенный солевой раствор мицеллы амина, прошедшие УЗ обработку, находятся в более устойчивом к коагуляции состоянии, чем не прошедшие УЗ обработку.
6. Отсутствуют расчеты кажущейся энергии активации вязкого течения раствора от УЗ-обработки. Обозначение кажущейся энергии активации несистемное.
7. В работе следовало бы провести исследования флотации галита с использованием предложенных режимов обработки реагентов. Тогда были бы понятными причины роста селективности флотации и обоснованы достигаемые конечные технологические показатели.

Имеющиеся замечания не затрагивают сути и новизну научных положений, основных выводов и общую положительную оценку работы.

#### **Общая оценка диссертационной работы**

Диссертация представляет собой завершённую научно-квалификационную работу, обладающую внутренним единством содержания, научной новизной и практической значимостью и оценивается положительно. Диссертационная работа соответствует пунктам 1 и 3 Паспорта специальности 2.8.9. – «Обогащение полезных ископаемых».

Диссертация В.Е. Булова является научно-квалификационной работой, в которой на основании выполненных автором исследований дано одно из возможных решений весьма актуальной научно-практической проблеме – повышение эффективности существующих реагентов, применяемых, в частности, при флотации сильвинитовых руд.

Работа соответствует требованиям пунктов 9-14 «Положения о порядке присуждения учёных степеней» (в редакции Постановления Правительства РФ от 24.09.2013 №842), предъявляемых ВАК при Минобрнауки России к диссертациям на соискание учёной степени кандидата наук.

Автореферат соответствует структуре и содержанию диссертационной работы.

Основные положения диссертационной работы раскрыты в 11 научных работах, в том числе в 5 статьях в изданиях, рекомендованных ВАК РФ и МБЦ (Scopus и Web of Science). Получены 2 Патента РФ на изобретение (№ 2772587 и 2777020). Работа получила грантовую поддержку от Фонда содействия инновациям по

программе «СТАРТ» конкурса «СТАРТ-1» и конкурса-акселератора инновационных проектов «Большая разведка». Работа признана победителем президентской платформы «Россия – страна возможностей» по конкурсу «Моя страна – моя Россия» в номинации «Большая технологическая разведка моей страны» (3 место), программы от инновационного центра «Сколково» «Химия инноваций» (3 место) и конкурса проектов «Изобретатели ПНИПУ» (3 место). Работа принимала участие в конкурсе-выставке Open Innovations Startup Tour (г. Пермь), в конкурсе бизнес-проектов среди участников акселерационной образовательной программы «Ты – предприниматель» (г. Пермь), а также на Форуме (Nobel Vision) Open Innovations 2.0 от Министерства науки и высшего образования РФ (технопарк «Сколково», г. Москва). Результаты работы В.Е. Бурова доложены и обсуждены на 6 международных и всероссийских конференциях.

Автор диссертации, Буров Владимир Евгеньевич, заслуживает присуждения учёной степени кандидата технических наук по специальности 2.8.9. – «Обогащение полезных ископаемых».

Доктор технических наук по специальности

25.00.13. «Обогащение полезных ископаемых»,

заведующий кафедрой общей и неорганической химии

НИТУ МИСИС

119049 г. Москва, ул. Крымский Вал, 3,

Корпус К, аудитория К-329а, кафедра ОиНХ

НИТУ МИСИС +74992372109; +79032823363

[pestryak.iv@misis.ru](mailto:pestryak.iv@misis.ru)

Подпись руки Пестряк И.В. подтверждаю:

Проректор НИТУ МИСИС по безопасности

и общим вопросам

05.12.2024г.

И.В. Пестряк



И.М. Исаев



### Список опубликованных научных трудов д.т.н. Пестряк Ирины Васильевны

1. Пестряк И.В., Морозов В.В. Флотация медно-молибденовых руд при вовлечении в водооборот хозяйственно-бытовых стоков // Обогащение руд. – 2020. – №4. – С. 12-17.
2. Морозов В.В., Эрдэнэзуул Жаргалсайхан, Пестряк И.В. повышение эффективности флотации медно-молибденовых руд с использованием измерения поглотительной способности пульпы // Горные науки и технологии, 2020, 5(3), С. 188-200.
3. Морозов В.В., Пестряк И.В., Коваленко Е.Г., Лезова С.П., Поливанская В.В. Повышение эффективности пенной сепарации алмазов на основе оптимизации состава собирателя и температурного режима // Горный информационно-аналитический бюллетень. – 2022. – 8. – С. 135- 147.
4. Морозов Ю.П., Вальцева А. И., Пестряк И. В., Шевченко А. С. Исследование кинетики окисления пирита в процессе электрохлоринации // Горный информационно аналитический бюллетень. – 2022. – № 11-1. – С. 169 – 189. DOI: 10.25018/0236 1493 2022 111 0 169.
5. Пестряк И.В., Морозов В.В., Эрдэнэтуяа Очир, Жаргалсайхан Эрдэнэзуул Экспериментальное обоснование требований к составу оборотных вод, применяемых в процессах измельчения и флотации медно-молибденовых руд // Обогащение руд. –2024. – №1. – С.26-32.
6. Коваленко Е.Г., Двойченкова Г.П., Морозов В.В., Пестряк И.В. Чуть-Ды В.А. Современные направления повышения эффективности пенной сепарации алмазосодержащих кимберлитов // Горные науки и технологии. 2024. – 9(2), С. 134-175.
7. Коваленко Е.Г., Двойченкова Г.П., Морозов В.В., Пестряк И.В., Чуть-Ды В.А. Выбор технологии повышения гидрофобности и извлекаемости алмазов трубки Ботубинская // Маркшейдерия и недропользование. – 2024. – №3. – С. 112-121.