

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА

РХТУ.05.01 РХТУ им. Д.И. Менделеева
по диссертации на соискание ученой степени кандидата наук

аттестационное дело № 12/21
решение диссертационного совета
от 18 ноября 2021 г. № 10

О присуждении ученой степени кандидата технических наук Колпакову Вячеславу Михайловичу, представившего диссертационную работу на тему «Получение NPK-удобрений путем совместной аммонизации смеси азотной и фосфорной кислот» по научной специальности 05.17.01 Технология неорганических веществ (технические науки).

Принята к защите 14 октября 2021 г., протокол № 8 диссертационным советом РХТУ.05.01 РХТУ им. Д.И. Менделеева.

Состав диссертационного совета утвержден в количестве 22 человек приказами ректора РХТУ им. Д.И. Менделеева № 94 ОД от «23» декабря 2019 г., № 776 А от «22» декабря 2020 г., № 1497ст от «16» сентября 2021 г.

Соискатель Колпаков Вячеслав Михайлович 1990 года рождения. В 2012 году окончил специалитет федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Российский химико-технологический университет им. Д.И. Менделеева», диплом серия КА номер 12498, регистрационный номер 472, выдан 03 июля 2012 г.

В период с 2012 по 2016 гг. обучался в аспирантуре РХТУ им. Д.И. Менделеева по направлению подготовки 18.06.01 Химическая технология, образовательная программа 05.17.01 Технология неорганических веществ.

Соискатель работает старшим научным сотрудником в акционерном обществе «Научно-исследовательский институт по удобрениям и инсектофунгицидам им. профессора Я.В. Самойлова».

Диссертация выполнена в отделе технологии удобрений и абсорбции акционерного общества «Научно-исследовательский институт по удобрениям и инсектофунгицидам имени профессора Я.В. Самойлова».

Научный руководитель профессор, доктор технических наук, Петропавловский Игорь Александрович.

Официальные оппоненты:

д.т.н., доцент Макаренков Дмитрий Анатольевич, НИЦ «Курчатовский институт» – ИРЕА, заместитель директора по науке.

к.т.н., доцент Таран Юлия Александровна, Институт тонких химических технологий им. М.В. Ломоносова РТУ МИРЭА, доцент кафедры процессов и аппаратов химических технологий имени Гельперина Н.И.

Ведущая организация федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Пермский национальный исследовательский политехнический университет».

Основные положения и выводы диссертационного исследования в полной мере изложены в 10 научных работах, опубликованных соискателем, в том числе 2 статьи в рецензируемом издании и 2 статьи в издании, включенном в международные базы данных Web of Science и Scopus. Получен патент на изобретение.

Основное содержание диссертации изложено в следующих работах:

1) Исследование свойств и фазового состава нитратсодержащих удобрений, полученных с различной степенью аммонизации фосфорной кислоты / К.Г. Горбовский, В.М. Колпаков, А.С. Малявин, А.И. Михайличенко, А.М. Норов // Известия высших учебных заведений. Серия «Химия и химическая технология». – 2015. – Т. 58. – № 2. – С. 31–34. (WoS, Scopus).

Статья посвящена изучению свойств комплексных нитратсодержащих NP- и NPK-удобрений, полученных при различной степени нейтрализации фосфорной кислоты. Показано, что при увеличении степени аммонизации наблюдается снижение гигроскопичности, слеживаемости и статической прочности гранул. Изучение фазового состава комплексных NP-удобрений на основе нитрата аммония на примере марки 26:13:0 позволило установить присутствие соединений $2\text{NH}_4\text{NO}_3 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ и $3\text{NH}_4\text{NO}_3 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$. В продукте с низким значением степени нейтрализации также установлено присутствие NH_4NO_3 и $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$, в продукте с высоким значением степени нейтрализации – $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$, $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$, $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$.

2) Влияние степени нейтрализации фосфорной кислоты на свойства нитратсодержащих азотно-фосфорно-калийных удобрений / В.М. Колпаков, А.М. Норов, Д.А. Пагалешкин, П.С. Федотов, И.М. Кочетова, И.А. Петропавловский // Известия высших учебных заведений. Серия «Химия и химическая технология». – 2021. – Т. 64. – № 3. – С. 52–58. (WoS, Scopus).

В статье на примере азотно-фосфорно-калийного удобрения марки 17:17:17 представлены результаты исследования зависимости химического и фазового состава, а также структуры и физико-механических характеристик гранулированных образцов от степени нейтрализации промышленной экстракционной фосфорной кислоты аммиаком, выраженной значением мольного отношения $[\text{NH}_3]:[\text{H}_3\text{PO}_4]$. Показано влияние примесей, вносимых с экстракционной фосфорной кислотой, на коэффициент гигроскопичности удобрений, измельченных до состояния порошка. Предложены оптимальные значения мольного отношения $[\text{NH}_3]:[\text{H}_3\text{PO}_4]$ при получении наиболее востребованных удобрений марки 17:17:17.

3) Исследование влияния степени аммонизации фосфорной кислоты на термическую устойчивость комплексных нитратсодержащих удобрений / В.М. Колпаков, А.М. Норов, Д.А. Пагалешкин, П.С. Федотов, К.Г. Горбовский, А.И. Михайличенко // Химическая технология. – 2018. – № 10. – С. 434–440. (ВАК)

В статье на примере азотно-фосфорно-калийного удобрения марки 17:17:17 представлены результаты исследования зависимости термической устойчивости комплексных нитратсодержащих удобрений от степени аммонизации фосфорной кислоты с использованием методов термогравиметрии, дифференциального термического анализа и дифференциальной сканирующей калориметрии. Показано влияние степени аммонизации фосфорной кислоты на тепловой эффект и потерю массы удобрения в результате экзотермического разложения.

4) Исследование свойств гранулированных NPK-удобрений с помощью сканирующей электронной микроскопии / В.М. Колпаков, А.М. Норов, И.М. Кочетова, В.В. Соколов // Химическая технология. – 2019. – № 5. – С. 200–206. (ВАК)

В статье на примере нитратсодержащих NPK-удобрений уравновешенных марок с соотношением питательных веществ $\text{N}:\text{P}_2\text{O}_5:\text{K}_2\text{O} = 1:1:1$ проведена оценка полноты протекания конверсионных реакций при получении комплексных удобрений с применением сканирующей электронной микроскопии. Приведены данные по физико-механическим свойствам гранул удобрений и их дисперсной структуре, формирующейся в процессе гранулирования. Определено влияние способа производства на свойства и структуру гранул нитратсодержащих NPK-удобрений.

Результаты работы также апробированы на 5 международных научных конференциях.

Патент: № 2541641 Российская Федерация, МПК C05G 1/00 (2006.01). Способ получения комплексного удобрения: № 2013145468/13: заявл. 11.10.2013; опубл. 20.02.2015/ Левин Б.В., Норов А.М., Пагалешкин Д.А., Малявин А.С., Горбовский К.Г., Колпаков В.М., Михайличенко А.И., Калеев И.А., Глаголев О.Л., Шибнев А.В.; заявитель ОАО "НИУИФ". – 9 с.: ил.

Личный вклад автора составляет 70%, заключается в непосредственном участии в планировании работ, проведении экспериментов, анализе, обсуждении и обобщении полученных результатов, подготовке работ к публикации.

На диссертацию и автореферат поступили отзывы:

1. **Ведущей организации, ФГАОУ ВО «Пермский национальный исследовательский политехнический университет» (ПНИПУ).** Отзыв ведущей организации на диссертационную работу Колпакова В.М. рассмотрен и утвержден на заседании кафедры «Химические технологии» ФГАОУ ВО «ПНИПУ» (протокол № 3 от 26 октября 2021 г.). В отзыве отражены актуальность темы, сформулированные и решенные задачи, научная новизна, практическая значимость, конкретные рекомендации по использованию результатов и выводов работы.

Замечания по работе:

1. В лабораторных исследованиях по получению комплексных удобрений использован чистый галургический хлорид калия, а в производстве – возможно использование флотационного хлористого калия, обработанного аминами и содержащего примеси. Как будут влиять амины и примеси во флотационном продукте KCl на показатели технологии и качество комплексных удобрений?
2. В технологической части диссертации не приведены данные по составам и количеству образующихся газов. Как влияет на коррозионные характеристики оборудования и выбор технологии состав и количество образующихся газов?
3. На стр.60 указано, что внесение KCl при производстве NPK-удобрений в пульпу не рекомендуется. А каким образом и в каком виде в этом случае вносится калий в удобрения?
4. На стр. 60 приведены уравнения, описывающие зависимости вязкости от температуры и влажности, но не указаны ограничительные условия и оценка их адекватности. Какова воспроизводимость полученных данных по вязкости?
5. В выводах по разделу 2.3 не приведены сведения об установленных величинах температур кипения.
6. На стр.68 данные таблицы 2.4 целесообразно было бы обработать с использованием метода регрессионного анализа, а полученное уравнение использовать для оптимизации.

Отмеченные замечания не влияют на общую положительную оценку диссертационной работы Колпакова В.М.

По своей актуальности, научной новизне, достоверности и практическому значению диссертационная работа Колпакова В.М. соответствует критериям п.9 «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденного Правительством РФ от 24 сентября 2013 г. № 842 (ред. от 11.09.2021 г.), а ее автор – Колпаков Вячеслав Михайлович заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по научной специальности 05.17.01 Технология неорганических веществ.

Отзыв положительный.

2. **Официального оппонента,** доктора технических наук, доцента, заместителя директора по науке НИЦ «Курчатовский институт» – ИРЕА **Макаренкова Дмитрия Анатольевича.** В отзыве отражены актуальность темы, научная новизна, достоверность и надежность полученных данных, результаты критического анализа работы.

Замечания по работе:

1. Из диссертации не ясно, каким образом водорастворимые, применяемые в новой технологии P_2O_5 влияют на агрохимические свойства удобрения. В работе не указано, проводились ли агрохимические испытания разработанных марок удобрений.
2. Из работы не ясно, в каких случаях и в каких условиях происходит локальный перегрев массы удобрений, и когда возникает процесс дефлаграции (сигарообразное горение) а также воспламенение со взрывом?
3. Какова разница в фазовом составе представленных удобрений равновесных и неравновесных марок по их нитратной составляющей и как на это влияет молярное отношение?

4. На наш взгляд более предпочтительным было бы провести обработку полученных экспериментальных зависимостей с использованием метода статистического планирования эксперимента. Это позволило бы создать номограммы, которые можно было использовать в производственном процессе.
5. Из приведенных материалов диссертации не ясно, есть ли акты о внедрении разрабатываемой технологии на производстве?

Вышеприведенные замечания не изменяют положительной оценки работы оппонентом. Диссертационная работа представляет собой законченное научное исследование с использованием современных инструментальных методов анализа. Сделанные в диссертации выводы являются обоснованными, работа обладает теоретической и практической значимостью и научной новизной. Автор работы Колпаков Вячеслав Михайлович заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.17.01 Технология неорганических веществ.

Отзыв положительный.

3. **Официального оппонента**, кандидата технических наук, доцента кафедры процессов и аппаратов химических технологий имени Гельперина Н.И. Института тонких химических технологий им. М.В. Ломоносова РТУ МИРЭА **Таран Юлии Александровны**. В отзыве отражены актуальность темы, достоверность, научная новизна, практическая значимость, рекомендации по использованию результатов и выводов работы.

Замечания и вопросы по диссертации:

1. Расположение точек В и С, характеризующих соответственно 100 % NH_3 и 100 % H_3PO_4 , за пределами рисунка 1.1. (стр. 25.) затрудняет восприятие. Вероятно, имело смысл изменить масштаб и привести данный рисунок как увеличенный фрагмент.
2. На стр.37 температуры гранулирования на тарелке и сушки в лабораторном сушильном шкафу практически совпадают. Почему не досушить гранулы прямо на тарельчатом грануляторе совместив 2 стадии? Так же не приведены данные по гранулометрическому составу полученного продукта.
3. Для рисунков 2.39-2.40 и 2.42-2.43, на мой взгляд, стоило бы добавить для сравнения данные для тех же марок удобрения без магнийсодержащей добавки.
4. Известно, что управляемое структурирование НРК-возможно путём введения ряда добавок. Интересно было бы с помощью современных методов анализа, используемых автором, исследовать влияние на структуру гранул введения и других добавок, помимо магниезальной (сульфата аммония, борной кислоты и т.д.).

Отмеченные недостатки не могут повлиять на общую положительную оценку диссертационной работы, представляющую собой законченное научное исследование, характеризующееся научной новизной и имеющее практическую ценность.

Диссертационная работа Колпакова В.М. по актуальности, научной новизне практической значимости и объему исследований является законченной квалификационной работой, а ее автор, Колпаков В.М., заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по научной специальности 05.17.01 Технология неорганических веществ.

Отзыв положительный.

4. Доктора химических наук, доцента, профессора кафедры физической химии химического факультета МГУ имени М.В. Ломоносова **Успенской Ирины Александровны** на автореферат диссертации.

В отзыве на автореферат отмечены актуальность темы, научная новизна и практическая значимость. Дана положительная оценка по строению работы, ее изложению научным языком, апробации результатов.

В качестве замечаний отмечено следующее: из текста автореферата не очень понятно, как проводился количественный фазовый анализ образцов удобрений; наблюдалось ли в образцах образование смешанных солей нитрата-сульфата аммония? Каким образом идентифицировали твердые растворы и как определяли их состав?

Отзыв положительный.

5. Кандидата технических наук, заместителя начальника отдела химической и нефтехимической промышленности ФГАУ НИИ ЦЭПП **Малявина Андрея Станиславовича** на автореферат диссертации.

В отзыве на автореферат отмечена актуальность темы, научная новизна и практическая значимость. Отмечено, что на основе данных исследований выданы рекомендации по оптимизации технологических процессов, определены способы улучшения свойств продукта, разработаны исходные данные на проектирование.

Отзыв положительный, без замечаний.

6. Кандидата технических наук, доцента, заведующего кафедрой химических технологий ФГБОУ ВО «Череповецкий государственный университет» **Аксенчика Константина Васильевича** на автореферат диссертации.

В отзыве на автореферат отмечены актуальность темы, научная новизна и практическая значимость, достоверность результатов и соответствие выводов, цели и задач представленной работы. Дана положительная оценка по строению работы и апробации результатов.

По автореферату диссертации имеются следующие вопросы и замечания:

1. Требуется пояснение первого пункта практической значимости в части новизны гибкой технологии получения различных марок нитратсодержащих НРК-удобрений: в чем проявляется новизна технологии?
2. Требуется пояснения второго пункта практической значимости: в чем проявляется энергосбережение и экологичность способа получения нитратсодержащих НРК-удобрений с повышенной термической устойчивостью?
3. Третье положение, выносимое на защиту, не связано с поставленными задачами, научной новизной и практической значимостью.
4. В общей характеристике работы в автореферате указано, что достоверность результатов исследования обеспечивается использованием прецизионного лабораторного оборудование, но далее по тексту автореферата это оборудование не указывается.

Отмеченные замечания не снижают значимости работы и ценности полученных результатов.

Отзыв положительный.

7. Доктора технических наук, доцента, профессора кафедры технологии неорганических веществ ФГБОУ ВО «Ивановский государственный химико-технологический университет» **Смирнова Николая Николаевича** на автореферат диссертации.

В отзыве приведены актуальность проведенных исследований, наиболее существенные результаты, оценка достоверности и апробации материалов представленной работы.

Замечания и рекомендации по работе:

1. На основании данных рентгенофазового анализа изучен фазовый состав нитратсодержащих НРК-удобрений в зависимости от мольного соотношения аммиак:фосфорная кислота (рис. 1). С учетом того, в системе присутствуют и другие кислоты, разумнее было бы анализировать фазовый состав от степени нейтрализации пульпы (или рН)
2. По утверждению автора основными фазами кристаллической составляющей являются соли, двойные соли и твердые растворы. Твердые растворы (фазы переменного состава) на рентгенограммах не регистрируются. На чем основано утверждение об образовании фазы твердого раствора? Не ясно каков состав твердого раствора?
3. В автореферате присутствуют стилистические и грамматические ошибки.

Отзыв положительный.

8. Кандидата технических наук, начальника технического отдела АО «Воскресенские минеральные удобрения» **Миронова Владимира Евгеньевича** на автореферат диссертации.

В отзыве на автореферат отмечены актуальность темы, научная новизна и практическая значимость. Отмечено оформление автореферата на современном уровне с достаточным количеством иллюстраций, удачно дополняющих текстовую часть.

В качестве замечания к автореферату указано, что данный вид NPK-удобрений обладает повышенной адгезионной способностью, вызывает укрупнение продукта, зарастание (залипание) рабочих поверхностей оборудования (насадок и рабочих поверхностей аппаратов гранулирования, течек, сит грохотов и т.п.) при его производстве, что приводит к необходимости частых остановок на чистку оборудования. В работе не отражены термолабильные свойства продукта (температуры плавления эвтектических смесей), подтвержденные дифференциально-термическим анализом. Полученные данные были бы важными для разработки устойчивого режима гранулирования и сушки удобрений.

Отзыв положительный.

9. Первого заместителя директора – главного инженера ОАО «Гомельский химический завод» **Осипенко Виталия Викторовича** на автореферат диссертации.

В отзыве на автореферат отмечена актуальность темы диссертационной работы, научная новизна, практическая значимость полученных результатов.

Отзыв положительный, без замечаний.

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации основывается на компетентности оппонентов в соответствующей отрасли науки, наличия у них публикаций по научной специальности и тематике защищаемой диссертационной работы. В качестве ведущей организации выбрана организация, широко известная своими достижениями в соответствующей отрасли науки и способная определить научную и практическую ценность диссертации.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

разработана новая гибкая технология получения различных марок нитратсодержащих NPK-удобрений с использованием действующего в промышленности оборудования высокой единичной мощности. Гибкость технологии заключается в возможности производить в случае необходимости различные марки NP-, NPS-, NPK-удобрений, в том числе без использования нитрата аммония;

предложены способы улучшения физико-механических свойств и повышения термической устойчивости широкого ряда нитратсодержащих NP- и NPK-удобрений;

доказана перспективность использования разработанных технических решений для усовершенствования существующих и создания новых производств минеральных удобрений.

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:

доказано, что с ростом степени нейтрализации, выраженной мольным отношением $\text{NH}_3:\text{H}_3\text{PO}_4$ от 1,0 до 1,9 моль/моль количество выделяемого тепла и потеря массы образцов нитратсодержащих NPK-удобрений уменьшаются приблизительно в 1,7 раза, что объясняется ростом содержания диаммонийфосфата и сульфата аммония, являющихся ингибиторами термического разложения нитратных компонентов.

доказано, что продукты с высоким содержанием суммарного азота и низкой степенью нейтрализации (марка 22:11:11) термически менее устойчивы, чем индивидуальная аммиачная селитра;

изложены и подтверждены гипотезы о степени протекания конверсионных взаимодействий между исходными компонентами в продуктах;

определены химический и фазовый составы нитратсодержащих NPK- и NP-удобрений, полученных при различной степени нейтрализации. По результатам рентгенофазового анализа был выполнен расчет солевого состава кристаллической фазы исследуемых образцов удобрений и построена его графическая зависимость от степени нейтрализации.

изучены зависимости вязкости модельных пульп различного состава, характерного для реакционных пульп, образующихся в процессе получения NPK-удобрений, от влажности и

температуры, а также предложены описывающие их эмпирические уравнения;

установлены количественные показатели по влиянию степени нейтрализации на составы и основные физико-механические свойства гранулированных NPK-удобрений: увеличение степени нейтрализации для различных марок способствовало снижению слеживаемости на и коэффициента гигроскопичности.

представлены материальные и тепловые балансы разрабатываемого процесса, позволяющие определить его основные технологические показатели и установить расходные коэффициенты потребляемых сырья и энергоносителей.

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

предложены исходные данные для проектирования технологических мероприятий по производству гранулированных нитратсодержащих NP-, NPK-удобрений мощностью 900 тыс. т ф.м./год на Фосфорном комплексе АО «Апатит». В 2019 году на технологической системе № 3 участка №2 ПМУ АО «Апатит» внедрены аппарат ПН (преднейтрализатор) и новая схема двухстадийной нейтрализации.

определены оптимальные условия проведения стадий нейтрализации смеси кислот, введения в пульпы сыпучих сырьевых компонентов, гранулирования и сушки гранул: для удобрения марки 16:16:16 влажность пульпы на стадии нейтрализации смеси кислот – не менее 10 % масс., температура 125÷130 °С, МО = 1,4; подачу хлорида калия необходимо осуществлять в аммонизатор-гранулятор; температура топочных газов в сушильном барабане на входе – 150 °С, на выходе – 115°С.

предложена принципиальная технологическая схема производства гранулированных нитратсодержащих NP-, NPK-удобрений и выполнен расчет экономического эффекта от реализации разработок, свидетельствующий о целесообразности её практической реализации. Разработанные и реализованные технологические решения дали основание для внесения данной технологии в раздел перспективных технологий информационно-технического справочника по наилучшим доступным технологиям ИТС 2-2019 «Производство аммиака, минеральных удобрений и неорганических кислот», а также в перечень видов технологий, признаваемых современными технологиями в целях заключения специальных инвестиционных контрактов № 3143-р, утвержденный распоряжением Правительства Российской Федерации 28.11.2020.

Оценка достоверности результатов исследования выявила, что:

экспериментальные данные получены с использованием современного сертифицированного оборудования, стандартизированных аналитических методов;

использованы современные методики сбора и обработки исходной информации и литературные данные, свидетельствующие об преимуществах предлагаемых типов продуктов, выраженных лучшими потребительскими свойствами, меньшей себестоимостью и повышенной термической устойчивостью по сравнению с аналогами.

Личный вклад соискателя состоит в непосредственном выполнении диссертационного исследования, включая планирование его этапов, проведение опытов, обработку и интерпретацию полученных данных, анализ, обсуждение и обобщение итоговых результатов, подготовку наиболее значимых из последних к публикации.

На заседании диссертационного совета РХТУ.05.01 18 ноября 2021 г. принято решение о присуждении ученой степени кандидата технических наук Колпакову Вячеславу Михайловичу.

Присутствовало на заседании 18 членов диссертационного совета, в том числе в режиме видеоконференции 7. Докторов наук по научной специальности, отрасли науки рассматриваемой диссертации 6.

При проведении голосования члены диссертационного совета по вопросу присуждения ученой степени проголосовали:

Результаты тайного голосования:

«за» - 11,

«против» - 0,

недействительные бюллетени - 0.

Проголосовало 7 членов диссертационного совета, присутствовавшие на заседании в режиме видеоконференции:

«за» - 7,

«против» - 0,

не проголосовало - 0.

Итоги голосования:

«за» - 18,

«против» - 0,

не проголосовало - 0.

Председатель диссертационного совета



д.т.н., проф. Ваграмян Т.А.

Ученый секретарь
диссертационного совета



к.т.н. Стоянова А.Д.

Дата «18» ноября 2021 г.

