



Акционерное общество
«Научно-исследовательский институт по удобрениям и
инсектофунгицидам имени профессора Я.В. Самойлова»
(АО «НИУИФ»)



162622, Российская Федерация, Вологодская область, город Череповец, Северное шоссе, д. 75
Тел.: +7 (8202) 59 37 96, факс: +7 (8202) 59 30 59, E-mail: info@niuif.ru, www.niuif.ru
ОКПО 00209438, ОГРН 1027700150257, ИНН/КПП 7736032036/352801001

№ _____
на № _____ от _____



«Утверждаю»
Генеральный директор
АО «НИУИФ»
С.В. Иванычев

«07» сентября 2021 г.

ВЫПИСКА

из протокола № 3 от 06.09.2021 г. заседания ученого совета АО «НИУИФ»

СЛУШАЛИ:

Обсуждение диссертации на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.17.01 – технология неорганических веществ Колпакова Вячеслава Михайловича на тему: «Получение NPK-удобрений путем совместной аммонизации смеси азотной и фосфорной кислот», выполненной под руководством проф. каф. ТНВиЭП РХТУ им. Д.И. Менделеева, д.т.н. Петропавловского И.А.

С положительной оценкой данной работы выступили:

Норов А.М., к.т.н., Соколов В.В., к.т.н.

Тема диссертации утверждена факультетом Технологии неорганических веществ и высокотемпературных материалов РХТУ им. Д.И. Менделеева, Протокол № 3 от 12.11.2012 г.

ПОСТАНОВИЛИ:

Рекомендовать диссертацию Колпакова Вячеслава Михайловича на тему: «Получение NPK-удобрений путем совместной аммонизации смеси азотной и фосфорной кислот» к защите на соискание ученой степени кандидата технических наук и утвердить следующее заключение.

Актуальность темы и направленность исследования.

Разработка новых и модернизация существующих технологий минеральных удобрений является неотъемлемой частью устойчивого развития экономики страны. Особенно важно решение данного вопроса в связи с постановкой задачи о внедрении наилучших доступных технологий на территории Российской Федерации. Таким образом, современные технологии должны обеспечивать максимальную эффективность и безопасность при достижении целей охраны окружающей среды. С целью разработки современной технологии требуется выполнение комплекса исследований, направленного на изучение физико-химических свойств промежуточных и конечных продуктов, потребительских свойств гранулированных

минеральных удобрений. Новые продукты должны иметь ряд преимуществ относительно существующих на рынке. В связи с изложенным, тема диссертационной работы Колпакова В.М. несомненно связана с тематикой института и является актуальной.

Личное участие автора в получении научных результатов.

В основу диссертации положены результаты научных исследований, выполненных автором в АО «НИУИФ». В процессе подготовки диссертации Колпаков В.М. проходил обучение в аспирантуре РХТУ им. Д.И. Менделеева по специальности 05.17.01 Технология неорганических веществ с 2012 по 2016 г. В настоящий момент Колпаков В.М. является старшим научным сотрудником отдела технологии удобрений и абсорбции АО «НИУИФ». Личный вклад автора состоит в непосредственном проведении экспериментов, обработке, анализе и обобщении полученных результатов.

Степень обоснованности научных положений, рекомендаций и выводов, полученных соискателем.

Для решения поставленных задач проводились лабораторные, опытно-промышленные испытания с привлечением современных химических и физико-химических методов, в том числе: сканирующая электронная микроскопия, рентгенодифрактометрический анализ, микрокалориметрия, термогравиметрия, дифференциальный термический анализ и дифференциальная сканирующая калориметрия. Все полученные экспериментальные данные и проведенные расчеты корректны и достоверны.

Наиболее существенные результаты, полученные лично автором и их новизна.

К наиболее существенным результатам, полученным лично автором, можно отнести следующие:

- Определены химический и фазовый составы нитратсодержащих NPK- и NP-удобрений, полученных при различной степени нейтрализации. Основными кристаллическими фазами являются: NH_4Cl , содержание которого практически не изменяется с ростом степени нейтрализации, $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$, доля которого непрерывно увеличивается, и различных двойных солей и твердых растворов: $(\text{K}_{0,952}(\text{NH}_4)_{0,048})\text{NO}_3$, $(\text{K}_{0,37}(\text{NH}_4)_{0,63})\text{H}_2\text{PO}_4$, $2\text{KNO}_3 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$, $(\text{K}_{0,70}(\text{NH}_4)_{0,30})_2\text{SO}_4$, общее содержание которых снижается при увеличении степени нейтрализации, что обусловлено снижением содержания NH_4NO_3 и $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$, вступающих в конверсионные взаимодействия с KCl и $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$.
- С применением ротационной вискозиметрии установлены реологические характеристики (вязкость, плотность) реакционных пульп для стадий: нейтрализации аммиаком смеси кислот; введения сульфата аммония и хлорида калия. Для зависимостей вязкости систем $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ - $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ - NH_4NO_3 - $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$, $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ - $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ - NH_4NO_3 - KCl и $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ - $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ - NH_4NO_3 - $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ - KCl от содержания влаги, температуры и составов получаемых NPK-удобрений предложены описывающие их эмпирические уравнения в виде $\eta = f(T, W)$, где η – вязкость, мПа·с; T – температура °С; W – влажность, % масс. При этом расхождения между расчётными и экспериментальными данными не превышают 10%.
- Установлено, что с ростом степени нейтрализации смеси кислот значительно увеличивается термическая устойчивость нитратсодержащих NPK-удобрений (при росте степени нейтрализации фосфорной кислоты, выраженной мольным отношением $[\text{NH}_3]:[\text{H}_3\text{PO}_4]$ (МО) от 1,0 до 1,9 количество выделяемого тепла и потеря массы уменьшаются приблизительно в 1,7 раза), что объясняется увеличением содержания диаммонийфосфата и сульфата аммония, являющихся ингибиторами термического

разложения. При этом обнаружено, что продукты с высоким содержанием суммарного азота и низкой степенью нейтрализации (марка 22:11:11) менее термически устойчивы, чем индивидуальная аммиачная селитра, что связано с высоким содержанием в них нитратного азота и каталитическим влиянием хлоридов на термическое разложение.

- Впервые установлены количественные показатели по влиянию степени нейтрализации на составы и основные физико-механические свойства гранулированных NPK-удобрений: увеличение степени нейтрализации (росте МО от 1,0 до 1,6÷1,7) для различных марок способствовало снижению слеживаемости на 10÷60 % и коэффициента гигроскопичности на 3÷40%.

Публикации автора.

- 1) Горбовский К.Г., Казаков А.И., Пагалешкин Д.А., Норов А.М., Малявин А.С., Плишкин Н.А., Курочкина Л.С., Колпаков В.М., Михайличенко А.И. Исследование термического разложения комплексных нитратсодержащих удобрений, полученных с различной степенью аммонизации фосфорной кислоты // Химическая промышленность, т. 91, № 3, 2014, С.155-162.
- 2) Горбовский К.Г., Колпаков В.М., Малявин А.С., Михайличенко А.И., Норов А.М. Исследование свойств и фазового состава нитратсодержащих удобрений, полученных с различной степенью аммонизации фосфорной кислоты // Известия вузов. Серия «Химия и химическая технология». 2015. Т. 58, №2, С.31-35.
- 3) Колпаков В.М. Новая энергосберегающая технология производства нитродиамофоски / В.М. Колпаков, А.И. Михайличенко, А.М. Норов // Актуальные направления научных исследований: от теории к практике: материалы IV Междунар. науч.-практ. конф. (Чебоксары, 2 апр. 2015 г.) / редкол.: О.Н. Широков [и др.] – Чебоксары: ЦНС «Интерактив плюс», 2015. – С. 125-128.
- 4) Колпаков В.М., Норов А.М., Малявин А.С., Пагалешкин Д.А., Горбовский К.Г., Михайличенко А.И. Разработка взрыво- и пожаробезопасного способа получения комплексных нитратсодержащих удобрений // Материалы международной научно-практической конференции «Современные тенденции в производстве и применении фосфорсодержащих удобрений и неорганических кислот». Сост. В.И. Суходолова; НИУИФ. М., 2015. С. 61-66.
- 5) Норов А.М., Пагалешкин Д.А., Федотов П.С., Колпаков В.М., Евграшенко В.В. Создание и внедрение наилучших гибких технологий комплексных фосфорсодержащих удобрений. Химическая техника. 2017. №5. С. 6-10.
- 6) Норов А.М., Колпаков В.М. Опыт АО «НИУИФ» по созданию и внедрению наилучших доступных технологий комплексных фосфорсодержащих удобрений. Материалы международной научно-практической конференции «Наилучшие доступные технологии в отрасли минеральных удобрений: проблемы, реализация и перспективы». Сост. Цикин М.Н.; НИУИФ, Череповец, 2017. С. 92-105.
- 7) Колпаков В.М., Норов А.М., Пагалешкин Д.А., Федотов П.С., Горбовский К.Г., Михайличенко А.И. Исследование влияния степени аммонизации фосфорной кислоты на термическую устойчивость комплексных нитратсодержащих удобрений // Химическая технология. 2018. Т.19, №10, С. 434-440.
- 8) Колпаков В.М., Норов А.М., Кочетова И.М., Соколов В.В. Исследование свойств гранулированных NPK-удобрений с помощью сканирующей электронной микроскопии // Химическая технология. 2019. Т.20, №5, С. 200-206.
- 9) Andrey M. Norov, Denis A. Pagaleshkin, Pavel S. Fedotov, Viacheslav M. Kolpakov, Konstantin G. Gorbovskiy. Flexible Technologies of Granulated Complex Fertilizers. World Academy of

Science, Engineering and Technology International Journal of Chemical and Molecular Engineering, Vol:13, No:4, 2019.

- 10) Колпаков В.М., Норов А.М., Пагалешкин Д.А., Федотов П.С., Кочетова И.М., Петропавловский И.А. Влияние степени нейтрализации фосфорной кислоты на свойства нитратсодержащих азотно-фосфорно-калийных удобрений // Известия высших учебных заведений. Серия «Химия и химическая технология», 2021. Т. 64, №3, С. 52-58.
- 11) 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. Патент РФ №RU2541641C1 «Способ получения комплексного удобрения». Опубликовано: 20.02.2015 Бюл. № 5.

Участие в конференциях:

- 1) Перспективная энергосберегающая технология гранулированных нитратсодержащих NPK-удобрений. Международная научно-практическая конференция «Гранулированные и жидкие минеральные удобрения на основе аммиачной селитры (технология, оборудование, хранение, техника безопасности)» (г. Великий Новгород 7-9 июня 2016 г.);
- 2) Опыт АО «НИУИФ» по созданию и внедрению наилучших доступных технологий комплексных фосфорсодержащих удобрений. Международная научно-практическая конференция «Наилучшие доступные технологии в отрасли минеральных удобрений: проблемы, реализация и перспективы» (г. Череповец, АО «НИУИФ», 14-16 февраля 2017 г.)
- 3) Caking processes in complex NPK-fertilizers. Международная конференция «Phosphates 2018», March 2018, Marrakesh, Morocco.
- 4) Flexible Technologies of Granulated Complex Fertilizers. 21-я международная конференция по агрохимии и инновационным технологиям удобрений «ICACIFT 2019», Apr. 25-26, 2019, Istanbul, Turkey.
- 5) Advanced energy-saving technology of granular nitrate-containing NPK-fertilizers. V Международная конференция по инновациям и технологиям в фосфатной промышленности «SYMPHOS», October 7-9, 2019, Benguéirir, Morocco.

Основные положения диссертационной работы Колпакова В.М. полностью опубликованы в открытой печати.

Практическая значимость диссертации.

- По результатам выполненного комплекса исследований предложена 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 НА.
- Предложен и апробирован в промышленных условиях пожаро-взрывобезопасный, энергосберегающий и экологичный способ получения нитратсодержащих NPK-удобрений с повышенной термической устойчивостью.
- Определены оптимальные условия проведения стадий нейтрализации смеси кислот, введения в пульпы сыпучих сырьевых компонентов, гранулирования и сушки гранул. Например для 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.

- Разработаны и выданы исходные данные для проектирования нового производства гранулированных нитратсодержащих NPK-удобрений мощностью 900 тыс. тонн физической массы в год. В 2019 году на технологической системе № 3 участка №2 ПМУ АО «Апатит» внедрены: аппарат преднейтрализатор и новая схема двухстадийной нейтрализации.
- 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.

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

Представленная Колпаковым В.М. диссертация посвящена изучению процесса получения нитратсодержащих NPK-удобрений и разработке современной технологии NPK-удобрений. Разработана оригинальная технология уравновешенных нитратсодержащих удобрений, которая имеет ряд преимуществ по сравнению с распространенными технологиями с точки зрения безопасности проведения процесса, снижения удельных операционных издержек, снижения капитальных затрат на строительство, а также обеспечивает получение продукта с улучшенными потребительскими свойствами.

По тематике, методам исследования, предложенным новым научным положениям диссертация соответствует паспорту специальности научных работников 05.17.01 Технология неорганических веществ в части позиций формулы специальности:

1. Производственные процессы получения неорганических продуктов: соли, кислоты и щелочи, минеральные удобрения, изотопы и высокочистые неорганические продукты, катализаторы, сорбенты, неорганические препараты.
2. Технологические процессы (химические, физические и механические) изменения состава, состояния, свойств, формы сырья, материала в производстве неорганических продуктов.
3. Способы и процессы защиты окружающей среды от выбросов производств неорганических продуктов, утилизация и обезвреживание неорганических производственных отходов.

И пунктов области исследований:

1. Химические и физико-химические основы технологических процессов: химический состав и свойства веществ, термодинамика и кинетика химических и межфазных превращений.
2. Механические процессы изменения состояния, свойств и формы сырья материалов и компонентов в неорганических технологических процессах.
3. Способы и последовательность технологических операций и процессов переработки сырья, промежуточных и побочных продуктов, вторичных материальных ресурсов (отходов производства и потребления) в неорганические продукты.
4. Способы и последовательность технологических операций и процессов защиты окружающей среды от выбросов неорганических веществ.
5. Свойства сырья и материалов, закономерности технологических процессов для разработки, технологических расчетов, проектирования и управления химико-технологическими процессами и производствами.

Диссертационная работа выполнена в АО «Научно-исследовательский институт по удобрениям и инсектофунгицидам им. проф. Я.В. Самойлова» (АО «НИУИФ»).
АО «НИУИФ» считает, что диссертация Колпакова Вячеслава Михайловича полностью соответствует требованиям, предъявляемым к кандидатским диссертациям, и рекомендуется к защите по специальности 05.17.01 – технология неорганических веществ.

Ученый секретарь ученого совета АО «НИУИФ»

А.В. Артамонов

Подпись Артамонова А.В. заверяю.

Е.В. Козлова,

*Начальник
Администр. управления
АО «НИУИФ»*

