

Общество с ограниченной ответственностью
ИНСТИТУТ ПО ПРОЕКТИРОВАНИЮ ЗАВОДОВ ОСНОВНОЙ ХИМИЧЕСКОЙ
ПРОМЫШЛЕННОСТИ

«Гипрохим»

ООО «Гипрохим»

ИНН 7719585496 КПП 771901001 ОГРН 1067746415736

г. Москва, ул. Щербаковская, д. 3, стр. 1

Почтовый адрес: 105318, Москва, ул. Вельяминовская, д. 9, кор.2, ООО «Гипрохим».

тел/факс: (495) 626-46-05; (499) 785-01-42; (499) 785-01-73 E-mail: ghm@giprohim.com

О Т З Ы В

ведущей организации – «Института по проектированию заводов основной химической промышленности» (ООО «Гипрохим») на диссертацию и автореферат диссертации Норова Андрея Михайловича на тему «Разработка технологии диаммонийфосфата из неконцентрированной экстракционной фосфорной кислоты с использованием барабанного гранулятора-сушилки», представленной на соискание учёной степени кандидата технических наук по специальности 05.17.01 - «Технология неорганических веществ».

Развитие производств минеральных удобрений на постсоветском пространстве в последние двадцать лет по их видам и маркам имеет неравномерный характер. Наряду с пуском и освоением новых мощностей калийных и азотных удобрений, не создано ни одного цеха по производству сложных фосфорсодержащих удобрений. Основной упор в наращивании мощностей сложных фосфорсодержащих удобрений делается на модернизацию и увеличение мощности существующих технологических систем, зачастую приспособленных под выпуск одного вида удобрения. Так, большинство производств России, Украины, Казахстана, Узбекистана оборудованных барабанными грануляторами сушилками (БГС) были ориентированы на выпуск моноаммонийфосфата (МАФ) из неконцентрированной экстракционной фосфорной кислоты (ЭФК), в то время, как условия рынка требуют максимальной гибкости и возможности выпуска широкого ассортиментного ряда продукции. Одним из наиболее востребованных как в России, так и за рубежом видов удобрений является диаммонийфосфат (ДАФ) марки 18:46, имеющий более оптимальное, в отличие от МАФ, соотношение питательных веществ. Это обеспечивает его широкое использование как в виде индивидуального удобрения, так и для установок тукосмешения. В отличие от МАФ диаммонийфосфат преимущественно выпускается из упаренной фосфорной кислоты на производствах, оборудованных аммонизатором-гранулятором – сушильным барабаном. Актуальность рецензируемой работы обусловлена тем фактом, что предпринятые ранее попытки реализовать производство ДАФ из

неконцентрированной ЭФК на схеме с БГС не достигли желаемых результатов, но выявили ряд проблем связанных с аппаратурным оформлением, низкой производительностью систем и низким качеством продукции. По этой причине в ОАО «НИУИФ» начались работы, в рамках которых и выполнена диссертационная работа Норова А.М., по созданию эффективного производства ДАФ из неконцентрированной ЭФК на ООО «БМУ».

Сформулированная в работе цель заключается в создании технологии ДАФ, обеспечивающей высокое качество продукта, высокую производительность и экологичность производства с использованием БГС из неконцентрированной ЭФК.

Автором изучено влияние химического состава ЭФК на технологию и свойства ДАФ, исследовано оптимальное соотношения количества упаренной и неупаренной кислот в смеси и влияние технологических параметров на качество готового продукта, определены нормы оптимального технологического режима производства ДАФ из смеси кислот. На основании полученных результатов разработаны технические решения по аппаратурному оформлению основных стадий процесса.

Применительно к технологии диаммонийфосфата научную новизну диссертационной работы выражают следующие положения:

- исследован механизм влияния примесей и добавок соединений фтора и магния на физико-химические и физико-механические свойства ДАФ (стр. 38-76).

- впервые разработан и реализован способ производства ДАФ из неконцентрированной (смеси упаренной и неупаренной) ЭФК на технологических схемах с БГС методом двухстадийной аммонизации в скоростных аммонизаторах-испарителях (САИ) и трубчатых реакторах (ТР) газообразным аммиаком (стр. 77-116).

- определены оптимальные значения удельных расходов добавок MgO (на уровне 0,5%) и норм технологического режима производства ДАФ при данных условиях (стр. 53-91).

Практическая ценность работы подтверждается тем, что разработанная технология производства ДАФ из неконцентрированной ЭФК с использованием БГС внедрена на ООО «Балаковские минеральные удобрения». Экономический эффект составил порядка 656,5 руб./т ф.м. ДАФ (стр. 113-116).

При этом, в промышленных условиях отработаны и реализованы режимы основных стадий технологического процесса (стр. 89-91).

Автором предложен способ улучшения физико-химических и физико-механических свойств ДАФ с помощью модифицирующих добавок (стр. 75-76), разработаны и внедрены в промышленность конструкции аппаратов для аммонизации – трубчатого реактора (ТР), сушки и гранулирования – БГС с изменяемой по длине барабана плотностью «завесы» (стр. 95-107).

Диссертация Норова А.М. изложена на 130 страницах печатного текста, содержит 27 таблиц и 55 рисунков, состоит из введения, 4 глав, выводов, библиографического списка использованной литературы (158 работ отечественных и зарубежных авторов).

В работе обоснована актуальность разработки технологии ДАФ с использованием барабанного гранулятора-сушилки (БГС) с максимальным использованием в качестве сырья неупаренной фосфорной кислоты и отмечена недостаточная изученность влияния концентрации фосфорной кислоты, содержащихся в ней примесей, влияния технологических параметров и аппаратного оформления процесса на свойства готового продукта.

В главе 1 (литературном обзоре) подробно и последовательно изложена современная информация по физико-химическим основам производства ДАФ, проанализированы основные способы получения, их технологические параметры и свойства готовой продукции (стр. 7-33).

В результате анализа литературных данных отмечена необходимость дополнительных исследований в некоторых направлениях. Так, например, отсутствует технология ДАФ из неупаренной фосфорной кислоты с использованием аппаратов БГС, недостаточно информации по слеживаемости ДАФ в зависимости от химического состава сырья и параметров процесса и научных данных по некоторым другим вопросам.

Обзор завершен конкретными формулировками цели и задач исследования.

Глава 2 (стр. 34-76) диссертации посвящена исследованию влияния концентрации исходной фосфорной кислоты, содержание в ней примесей и добавок на физико-химические и физико-механические свойства образцов ДАФ полученных в лабораторных и промышленных условиях.

Исследовано влияние доли упаренной кислоты на физико-химические и физико-механические свойства ДАФ. Установлено, что для обеспечения низкой слеживаемости и высокой статической прочности гранул ДАФ доля упаренной ЭФК в исходной смеси кислот должна составлять не менее 30 %.

Выявлено отрицательное воздействие повышенного содержания фтора в исходной смеси кислот на свойства продукта. Методами электронной

микроскопии установлено отрицательное воздействие фтора на изменение структуры гранул, приводящее к повышенной слеживаемости и уменьшению прочности гранул.

С помощью физико-химических методов анализа (рентгено-флюорисцентного, масс-спектрального, атомно-эмиссионного, рентгенофазового и др.) установлен химический и фазовый состав образцов ДАФ с различным содержанием фтора, представлены уравнения протекающих реакций, обосновывающих отрицательное влияние повышенного содержания фтора на свойства продукта.

Автором предложен способ улучшения физико-механических свойств (слеживаемости и прочности) ДАФ с помощью введения магнийсодержащей добавки. Установлено, что добавка соединений магния до уровня $\sim 0,5\%$ MgO, увеличивает статическую прочность гранул и резко снижает слеживаемость ДАФ, как бы нейтрализуя действие фтора. На основании химических, физико-химических и электронно микроскопических исследований поверхности и среза гранул дано обоснование эффекту улучшения свойств ДАФ с введением магния: установлено влияние магния на улучшение структуры гранул, представлены уравнения реакций и предложен механизм, объясняющий данное явление.

Предложен механизм, объясняющий влияние содержания фтора и магния в ДАФ на физико-химические и физико-механические свойства удобрения через их воздействие на структуру образующихся гранул.

Глава 3 (стр. 77-91) посвящена определению норм оптимального технологического режима производства ДАФ из неконцентрированной ЭФК.

В этой главе представлены результаты промышленных экспериментов по установлению влияния технологических параметров производства на свойства ДАФ и характеристики процесса.

Соискателем установлены зависимости: прочности и слеживаемости ДАФ от параметров технологического процесса гранулирования и сушки, слеживаемости от мольного отношения $\text{NH}_3:\text{H}_3\text{PO}_4$ при различных значениях влажности удобрения, слеживаемости от температуры газов на выходе из БГС, слеживаемости ДАФ от массовой доли воды, слеживаемости ДАФ от нормы кондиционирующей смеси и др.

На основании проведенных исследований определены оптимальные значения параметров технологического режима производства ДАФ.

Разработана методика расчета производительности технологической системы, исходя из расхода кислоты, необходимой для поглощения выделяющегося в газовую фазу аммиака.

В условиях продолжительного промышленного эксперимента подтверждена эффективность разработанных оптимальных параметров технологического процесса для увеличения производительности и снижения удельных расходных норм в технологических системах ЦФУ ООО «Балаковские минеральные удобрения».

В главе 4 (стр. 92-116) уделяется особое внимание разработке технологической схемы, аппаратурному оформлению основных стадий процесса (узлов гранулирования и сушки, рассева – дробления, охлаждения, абсорбции и т.д.) и конструкции ключевых аппаратов – трубчатого реактора.

Заканчивается раздел оценкой экономического эффекта, который составляет 756,3 млн. руб. при мощности производства 1152 тыс. т /год.

Выводы из диссертационной работы включают 6 пунктов, которые достаточно полно отражают ее теоретическое и прикладное значение.

Библиографический список работы представлен 158 отечественными и зарубежными источниками, что свидетельствует о широком информационном охвате и глубине проработки предмета исследования.

В качестве достоинств диссертации следует отметить значительную прикладную направленность работы, в которой цель разработки технологии ДАФ из неконцентрированной фосфорной кислоты на схемах с БГС решена с использованием комплекса лабораторных, полупромышленных и промышленных исследований и затрагивает все аспекты технологии: химические превращения, технические решения и разработку технологической схемы. Особое внимание уделено качеству конечного продукта.

Вопросы и замечания, которые возникли при анализе диссертации и автореферата:

1. В работе следовало бы обосновать выбор исходного сырья (стр. 34) – упаренной и неупаренной фосфорных кислот на основе хибинского апатитового концентрата. Почему рассматривается только это фосфатное сырье? Как изменится технология при переходе на использование ЭФК из другого вида фосфатного сырья, например, на ковдорский апатитовый концентрат?
2. В работе, для улучшения свойств ДАФ предложено вводить магнийсодержащую добавку (стр. 54) – порошок магнезитовый каустический ПМК-87. Какое еще магнийсодержащее сырье можно использовать и как изменяются свойства пульпы при добавке иного магнийсодержащего сырья?
3. Для иллюстрации преимуществ разработанной технологии интересно было бы привести ее сравнение с другими

существующими технологиями ДАФ по технологическому режиму, расходным коэффициентам, качеству продукта.

4. В диссертационной работе утверждается, что данная технология успешно внедрена на действующем производстве (стр. 116). В приложении следовало бы привести акты испытаний и заключение предприятия о результатах внедрения разработанной технологии.

Отмеченные замечания не влияют на общую ценность изложенного в диссертации Норова А.М. объемного и результативного исследования, выполненного на высоком научно-техническом уровне.

Достоверность научных положений, выводов, прогнозов и рекомендаций, приведенных в диссертации Норова Андрея Михайловича подтверждается применением современных методов исследования, хорошей воспроизводимостью экспериментальных результатов, их статистической обработкой и проверкой в промышленных условиях.

Работа прошла апробацию на международных и отечественных конференциях. Основные результаты работы докладывались на XIX Менделеевском съезде по общей и прикладной химии (Волгоград, 2011 г.), на Международном научно-практическом семинаре «Переработка и утилизация попутных фтористых соединений и извлечение редкоземельных металлов в производстве минеральных удобрений» (Москва, ОАО «НИУИФ», 2011 г.), на 4-ой Международной конференции «Минеральные удобрения 2011» (Москва, 2011 г.). Неоднократно о ходе работ делались доклады на ученых советах ОАО «Научно-исследовательский институт по удобрениям и инсектофунгицидам им. проф. Я.В. Самойлова» (Москва, 2010-2014 гг.).

Всего по результатам работы опубликовано 15 печатных работ. В том числе в изданиях, рекомендуемых ВАК, опубликовано 8 работ, получено 5 патентов на изобретения. Научные публикации достаточно полно отражают основное содержание диссертации. Общие выводы по результатам работы обоснованы, полностью соответствуют ее целям и положениям, выносимым на защиту. Диссертационная работа хорошо структурирована и иллюстрирована, ее оформление соответствует требованиям ВАК Минобрнауки России.

Автореферат работы адекватно отражает ее основное содержание, научную новизну, практическую значимость, выводы и другие ключевые моменты. Тематика диссертации, формулировка ее целей, научная новизна, области приложения результатов, используемые методы исследований и общая направленность на разработку технологии диаммонийфосфата из неконцентрированной экстракционной фосфорной кислоты с использованием барабанного гранулятора-сушилки подтверждают соответствие диссертации формуле и области исследования паспорта

специальности, по которой работа представлена к защите – 05.17.01 – Технология неорганических веществ.

Результаты работы могут быть применены при реконструкции технологических систем с обеспечением выпуска ДАФ и улучшения его потребительских свойств на предприятиях по производству минеральных удобрений ООО «Балаковские минеральные удобрения», ОАО «ФосАгро-Череповец», ОАО «Воскресенские минеральные удобрения», ООО «ЕвроХим – Белореченские Минудобрения», ЧАО «Крымский Титан», ОАО «Гомельский химический завод» республики Беларусь, АО «Лифоса» в Литве, ОАО «Аммофос-Максам» в Узбекистане и на других заводах отрасли.

Считаем, что представленная диссертация А.М. Норова «Разработка технологии диаммонийфосфата из неконцентрированной экстракционной фосфорной кислоты с использованием барабанного гранулятора-сушилки», представляет собой законченную научно-квалификационную работу. По своей актуальности, научной новизне, достоверности и практическому значению соответствует требованиям п. 9 «Положения о порядке присуждения ученых степеней» (утверждено Постановлением Правительства РФ от 24.09.2013 № 842), а ее автор – Андрей Михайлович Норов – заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.17.01 – Технология неорганических веществ.

Отзыв ведущей организации подготовлен кандидатом технических наук Муравьевым Е.В., рассмотрен и утвержден на заседании Научно-технического совета ООО «Гипрохим» (протокол № 18 от 27 мая 2014 г.).

Генеральный директор
ООО «Гипрохим»

М.П. Муравьев Е.В.
03.06.2014г.



