

Отзыв

официального оппонента на диссертацию Норова Андрея Михайловича «Разработка технологии диаммонийфосфата из неконцентрированной экстракционной фосфорной кислоты с использованием барабанного гранулятора-сушилки», представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.17.01 – «Технология неорганических веществ» и автореферат диссертации.

Актуальность работы

Диаммонийфосфат (ДАФ) является одним из наиболее широко применяемых видов удобрений – до 95% всего объема выпускаемых тукосмесей производится на его основе. Это обусловлено его экономичностью, более сбалансированным соотношением питательных веществ по сравнению с аммофосом и хорошими агрохимическими свойствами. Эти факторы определяют значительные объемы производства ДАФ и его востребованность на мировом рынке.

Российские предприятия могли бы производить ДАФ в значительных объемах, однако сдерживающим фактором здесь служит то, что многие из них имеют в своем составе технологические нитки по производству минеральных удобрений, оснащенные барабанными грануляторами-сушилками (БГС), в то время как весь мировой опыт производства ДАФ построен на схемах с аммонизаторами-грануляторами (АГ) и сушильными барабанами (СБ). Вторым сдерживающим фактором является отсутствие концентрированной (упаренной) экстракционной фосфорной кислоты (ЭФК) в необходимых количествах, так как традиционно считается, что ДАФ следует производить только из упаренной ЭФК (или из смеси с преобладающей долей последней). Производство упаренной ЭФК должно обеспечиваться не только наличием выпарных установок соответствующей мощности, но и производственными мощностями по переработке выделяющейся при упарке кремнефтористоводородной кислоты в востребованные химические продукты, либо по ее нейтрализации. Этих мощностей многие из российских (и не только российских) предприятий попросту не имеют, а создание их связано со значительными затратами.

С учетом этого создание технологии ДАФ с использованием неупаренной ЭФК на технологических нитках с БГС вполне актуально и целесообразно.

Целью работы является создание высокоэффективной технологии ДАФ на схемах с БГС с использованием максимально возможной доли неупаренной ЭФК. При достижении этой цели автором были проведены следующие исследования:

- 1) влияние химического состава ЭФК на технологию и свойства ДАФ;
- 2) определение оптимальной доли неупаренной ЭФК на производство ДАФ;
- 3) влияние технологических параметров на качественные показатели удобрения;
- 4) определение оптимальных норм технологического режима производства ДАФ.

Также были выполнены разработки по аппаратурному оформлению основных стадий производства.

Научная новизна

Впервые показана принципиальная возможность получения ДАФ из неупаренной ЭФК в практических условиях.

В лабораторных и промышленных условиях исследовано влияние примесей фтора и добавок магния на структурно-механические свойства ДАФ. Для добавки

соединений магния определены оптимальные значения на уровне 0,5% содержания MgO в удобрении. Разработан и реализован приоритетный способ производства ДАФ из смеси упаренной и неупаренной ЭФК с преобладающей долей последней на технологических нитках с аппаратами БГС методом двухстадийной нейтрализации газообразным аммиаком. Определены оптимальные значения норм технологического режима для данного процесса.

Практическая значимость работы

Разработаны и внедрены способ и технология производства ДАФ из смеси упаренной и неупаренной ЭФК с преобладающей долей последней на технологических нитках с аппаратами БГС методом двухстадийной нейтрализации в скоростных аммонизаторах-испарителях (САИ) и трубчатых реакторах (ТР) газообразным аммиаком. Экономический эффект составил 656,5 руб/т ДАФ. В промышленных условиях отработаны режимы всех стадий производства. Разработаны и внедрены конструкции новых ТР и внутренняя насадка БГС с регулируемой по длине барабана плотностью завесы. Предложен способ улучшения свойств удобрений на основе фосфатов аммония (в том числе и ДАФ) с помощью модифицирующих добавок.

Общая характеристика диссертационной работы

Диссертация Норова А.М. состоит из введения, 4 глав, выводов и списка литературы. Работа изложена на 130 страницах печатного текста, содержит 27 таблиц и 55 рисунков.

Во введении обоснованы актуальность темы, сформулированы цели и задачи исследований.

В главе 1 представлен обзор литературных источников, в котором рассмотрены вопросы химизма процесса производства ДАФ и основные технические решения, разработанные на настоящее время. Определен ряд проблем связанный с необходимостью разработки технологии ДАФ из неконцентрированной ЭФК и обоснована актуальность представленной работы.

Глава 2 посвящена изучению влияния концентрации исходной ЭФК, примесей и добавок на физико-химические и физико-механические свойства ДАФ.

Установлено, что для достижения удовлетворительных потребительских свойств ДАФ (слеживаемости и прочности гранул) доля упаренной фосфорной кислоты в смеси кислот должна быть не менее 30%.

Показано негативное влияние фтора на слеживаемость и прочность гранул. Снижение негативного влияния фтора достигнуто с помощью ввода модифицирующих магнийсодержащих добавок. Результаты проведенных физико-химических исследований показали положительное влияние магния на уплотнение структуры гранул. Уменьшение содержания фтора и кремния на поверхности гранул удобрения в присутствии магния установленное методами электронного зондового энергодисперсионного рентгенофлуоресцентного анализа объяснено упрочнением и уплотнением структуры гранул и их поверхности за счет ускорения процессов кристаллизации при гранулировании. Определены оптимальные количества магнийсодержащей добавки (0,5% MgO), обоснован механизм данных явлений и этим самым декларировано увеличение

экологической безопасности получаемого продукта за счет снижения содержания соединений фтора.

Глава 3 посвящена определению норм оптимального технологического режима производства ДАФ из неконцентрированной ЭФК.

Для реализации процесса получения ДАФ на основе неконцентрированной ЭФК предложена двухстадийная схема аммонизации в САИ и в трубчатом реакторе. Реализация данной схемы позволяет более мягко осуществлять аммонизацию, часть воды испаряется в САИ, что снижает нагрузку на БГС и упрощает сушку продукта. Другая часть воды испаряется при потере давления на выходе из ТР.

Особое внимание уделено изучению влияния на качество продукта таких параметров, как мольное отношение $\text{NH}_3:\text{H}_3\text{PO}_4$ (МО) в пульпах и в готовом продукте, тепловой режим сушки, влажность продукта, норма кондиционирующей смеси.

Проведенные исследования позволили определить оптимальные значения параметров технологического режима производства ДАФ из неконцентрированной ЭФК, с обеспечением максимальной производительности, хорошими потребительскими свойствами продукта и низкими расходными коэффициентами.

В главе 4 основное внимание уделяется разработке аппаратурно-технологической схемы производства ДАФ и результаты ее внедрения в промышленность.

В результате комплекса проведенных исследований разработана аппаратурно-технологическая схема и предложены конструкции основных аппаратов. В результате существовавшая схема САИ-БГС была модернизирована с установкой на второй стадии аммонизации трубчатого реактора конфузorno-диффузорного типа, обеспечивающий максимальное перемешивание компонентов и минимальный проскок аммиака, предотвращение забивок реактора. С целью интенсификации режимов сушки был модернизирован БГС с внедрением специальной насадки, позволяющей вести гранулирование с переменной плотностью завесы на стадиях напыления и окатывания гранул.

В ходе выполнения работы были разработаны и внедрены разработаны технические решения по модернизации узлов рассева-дробления, охлаждения, кондиционирования, абсорбции.

Разработанная технологическая схема и основные технические решения по модернизации основных узлов были успешно реализованы на ООО «Балаковские минеральные удобрения».

Основные результаты и выводы сформулированы в 6 пунктах, которые всецело отражают теоретическое и прикладное значение работы.

Библиографический список работы состоит из 158 отечественных и зарубежных источников.

Личный вклад автора

Личный вклад Норова А.М. в представленной диссертации состоит в постановке совместно с руководителем цели и задачи исследований, постановке и проведении лабораторных и промышленных испытаний, обработке полученных результатов, участии в разработке аппаратурного оформления, обследовании действующих производств с целью отработки технологических режимов.

Обоснованность и достоверность результатов работы

Оценка достоверности результатов работы показала, что большинство исследований выполнено на современном оборудовании с применением различных физико-химических методов исследования (рентгенофазовый анализ, атомно-абсорбционный анализ, сканирующая электронная микроскопия, термогравиметрический анализ и др.) Достоверность результатов и обоснованность выводов подтверждается согласованностью результатов с представленными ранее исследованиями.

Результаты работы доложены 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.); на ученых советах ОАО «Научно-исследовательский институт по удобрениям и инсектофунгицидам им. проф. Я.В. Самойлова» (Москва, 2010-2014 гг.).

По материалам диссертации опубликовано 8 статей в изданиях, рекомендуемых ВАК, получено 5 патентов на изобретения.

Рекомендации по использованию результатов исследований

Результаты диссертационной работы Норова А.М. имеют конкретную практическую направленность и могут быть использованы при организации новых и модернизации существующих производств фосфатов аммония на предприятиях отрасли: ОАО «ФосАгро-Череповец», ООО «Балаковские минеральные удобрения», ОАО «Мелеузовские минеральные удобрения», ОАО «Воскресенские минеральные удобрения», АО «Лифоса», ОАО «Гомельский химический завод», ЧАО «Крымский титан» и др.

Установленные теоретические закономерности и данные исследований представленные в диссертации, могут быть использованы научными работниками, сотрудниками и аспирантами высших учебных заведений, научно-исследовательских институтов и промышленных предприятий, занятых в области исследований технологии минеральных удобрений и разработки соответствующего аппаратного оформления.

Вопросы и замечания по диссертационной работе

1. Отмечая позитивную роль добавок магния на технологический процесс получения и свойств ДАФ, тем не менее автор не распространяет свои рекомендации на использование магний содержащего фоссырья, например ковдорского и каратаусского месторождений, хотя ковдорский апатит как образец сравнения использовался в исследованиях.
2. Учитывая дефицит хибинских апатитовых концентратов следовало бы дать прогноз на возможность получения ДАФ из другого сырья разработанным способом.
3. Учитывая негативное действие фтора на качество конечного продукта и экологическую безопасность процесса получения ДАФ, желательно было бы представить количественное распределение фтора по фазам (твердой, жидкой и газовой) в виде баланса процесса по фтору.

4. Ничего не сказано о наличии сточных вод в разработанном способе получения ДАФ.
5. Поскольку разработанный способ и технология получения ДАФ реализованы на ООО «Балаковские минеральные удобрения» желательно было бы представить в виде приложений акты испытаний или внедрения.
6. Следовало бы дать более подробный расчет реального или ожидаемого экономического эффекта также возможно в виде приложений.

Отмеченные недостатки в виде пожеланий не снижают ценности диссертационной работы и не ставят под сомнение выводы и результаты, полученные автором, а некоторые из них являются предметом дискуссии.

Работа написана литературно грамотным и технически верным языком.

Автореферат и публикации соответствуют содержанию диссертации.

Квалификационная оценка диссертации

Диссертация Норова Андрея Михайловича «Разработка технологии диаммонийфосфата из неконцентрированной экстракционной фосфорной кислоты с использованием барабанного гранулятора-сушилki», является завершенной научно-квалификационной работой, полностью соответствующей требованиям п. 9 «Положение о порядке присуждения ученых степеней» (утверждено Постановлением Правительства Российской Федерации от 24.09.2013 №842). В ней на основании комплекса лабораторных и технологических исследований разработана технология ДАФ из неконцентрированной фосфорной кислоты, установлены основные закономерности и зависимости, разработаны нормы технологического режима и аппаратурное оформление основных стадий. Совокупность представленных результатов можно квалифицировать как достижение в области технологии неорганических веществ (п. 1 «Производственные процессы получения неорганических продуктов: соли, кислоты и щелочи, минеральные удобрения, изотопы и высокочистые неорганические продукты, катализаторы, сорбенты, неорганические препараты» паспорта специальностей 05.17.01 – Технология неорганических веществ).

Автор работы – Норов Андрей Михайлович достоин присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.17.01 – Технология неорганических веществ.

Официальный оппонент,
профессор кафедры прикладной математики
филиала Университета машиностроения г. Воскресенск
доктор технических наук

С.П. Кочетков

подпись профессора С.П.Кочеткова
заверяю:

зам.директора по научной работе
филиала, д.ф-м.н.

М.Д.Коваленко



02.06.2014г.