

ОТЗЫВ

официального оппонента Миронова Владимира Евгеньевича

на диссертационную работу Норова Андрея Михайловича «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» и автореферат диссертации

1. Актуальность работы

В связи с расширением географии поставок минеральных удобрений в различные климатические зоны земного шара, необходимость перегрузки и перетарки в отечественных и зарубежных портах, различные подходы к оценке их свойств, все больше внимания требуется уделять обеспечению качества конечной продукции. Наряду с соблюдением химического и гранулометрического состава, не меньшее внимание потребителей и транспортников занимают вопросы слеживаемости, прочности и пылимости продуктов. Одним из наиболее востребованных видов NP удобрений является диаммонийфосфат (ДАФ) марки 18:46, однако, не все предприятия России и стран ближнего зарубежья (Беларусь, Украина, Узбекистан, Казахстан) имеют возможность его производить. Это связано с рядом причин: недостаточная обеспеченность упаренной фосфорной кислотой, наличие аппаратного оформления изначально рассчитанного на выпуск двойного суперфосфата или моноаммонийфосфата, отсутствие технологий, позволяющих выпускать продукт соответствующего качества.

Поэтому выполнение работы, направленной на разработку технологии ДАФ из неконцентрированной фосфорной кислоты с использованием барабанного гранулятора-сушилки, является перспективным и актуальным.

2. Цель работы определяется необходимостью разработки технологии высококачественного диаммонийфосфата на технологических схемах с барабанным гранулятором-сушилкой (БГС) из неконцентрированной фосфорной кислоты.

При достижении поставленной цели автором решались следующие задачи: исследовалось влияние химического состава фосфорной кислоты на технологию и свойства ДАФ; исследовалось влияние параметров технологического процесса на качество готового продукта; определялись оптимальные нормы технологического режима; разрабатывалось аппаратное оформление основных стадий процесса получения ДАФ.

3. Научная новизна работы и полученных результатов

Получен значительный объем данных лабораторных и промышленных исследований, направленных на исследование механизма влияния соединений фтора и магния на физико-химические и физико-механические свойства ДАФ. Определены оптимальные количества магнийсодержащей добавки (концентрация MgO на уровне 0,5 % масс.) и нормы технологического режима производства ДАФ. Разработан и реализован способ производства ДАФ из неконцентрированной экстракционной фосфорной кислоты (ЭФК) на технологических схемах с БГС методом двухстадийной аммонизации в скоростных аммонизаторах-испарителях (САИ) и трубчатых реакторах (ТР) газообразным аммиаком.

4. Практическая значимость работы

Разработана и внедрена на ООО «Балаковские минеральные удобрения» технологическая схема производства ДАФ из неконцентрированной ЭФК с использованием БГС.

Экономический эффект от реализации данной технологии оценен на уровне 656,5 руб./тонну ДАФ.

В условиях продолжительных промышленных исследований отработаны и реализованы режимы основных стадий процесса, предложен и успешно опробован в промышленности способ улучшения потребительских свойств ДАФ с помощью магнийсодержащих добавок.

Разработаны и внедрены оригинальные конструкции трубчатого реактора (ТР) и БГС с изменяемой по длине барабана плотностью «завесы».

5. 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 литературный обзор, в котором дана общая характеристика диаммонийфосфата, рассмотрены физико-химические основы производства, химизм, существующие способы получения и технологические параметры существующих производств.

В главе 2 представлены результаты экспериментальных данных по изучению влияния концентрации исходной ЭФК, примесей и добавок на физико-химические и физико-механические свойства ДАФ.

Показано, что для обеспечения необходимых потребительских свойств – низкой слеживаемости и высокой прочности продукта, доля упаренной фосфорной кислоты в смеси кислот должна быть не менее 30 %.

Установлено отрицательное влияние соединений фтора на слеживаемость и прочность гранул. Предложен способ снижения этого влияния путем ввода модифицирующих магнийсодержащих добавок. Методами электронной микроскопии, а также с помощью системы электронного зондового энергодисперсионного рентгенофлуоресцентного анализа изучено распределение элементов по поверхности гранул ДАФ с

добавками магния и без них. Результаты проведенных исследований показали, что добавка магния уплотняет структуру гранул, в несколько раз уменьшает присутствие фтора (с 7 - 11,6 % до 2 - 4,9 %) и кремния (с 0,9 - 1,5 % до 0,19 %) на их поверхности. Сделан вывод, что уменьшение содержания фтора и кремния на поверхности гранул удобрения в присутствии магния можно объяснить упрочнением и уплотнением структуры гранул и их поверхности за счет ускорения процессов кристаллизации при гранулировании. На основании лабораторных и промышленных исследований определены оптимальные количества магнийсодержащей добавки (0,5 % MgO), предложен и обоснован механизм данных явлений.

В главе 3 приводятся результаты исследований по определению норм оптимального технологического режима производства ДАФ из неконцентрированной ЭФК.

На основании анализа имеющегося опыта эксплуатации цехов удобрений, оборудованных БГС, существующего аппаратного оформления и характеристик исходной смеси фосфорных кислот предложена двухстадийная схема аммонизации: при атмосферном давлении в САИ и повышенном давлении в трубчатом реакторе.

Это привело к более мягким условиям аммонизации: тепло нейтрализации и пар выделяются равномерно в две стадии, что позволяет снизить выбросы аммиака из-за проскока и перегрева, а также избежать гидроударов. Часть воды испаряется до поступления в БГС, что упрощает сушку продукта. Другая часть воды под давлением удерживается в пульпе в ТР, что позволяет за счет тепла нейтрализации упаривать ее до более низкой влажности без ухудшения текучести.

Большое внимание в данной главе уделено влиянию 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.

Результаты проведенной работы позволили разработать режимную карту процесса и внедрить его на производстве. Эффективность внедрения и адекватность предложенных параметров технологического режима подтверждается положительной динамикой увеличения производительности и снижения удельных расходных норм, выявленных в результате промышленных обследований действующего производства на ООО «Балаковские минеральные удобрения».

Глава 4 посвящена разработке аппаратурно-технологической схемы производства.

Установленные зависимости и особенности процессов, протекающих при производстве ДАФ из неконцентрированных кислот, потребовали разработки оригинального аппаратурного оформления процесса. Так, существовавшая схема САИ-БГС потребовала модернизации с установкой после САИ трубчатого реактора; работа на более влажных пульпах (влажность выше 25 % масс.) привела к созданию конфузорно-диффузорного трубчатого реактора, обеспечивающего лучшее перемешивание реагентов, минимальный проскок аммиака и предотвращение обрастания реактора; изменение режимов сушки потребовало модернизации БГС с внедрением специальной насадки, позволяющей вести гранулирование с переменной плотностью «завесы» на стадиях напыления и окатывания гранул. Полученные на промышленном БГС экспериментальные данные подтверждают, что благодаря предложенным техническим решениям, как в способе, так и в конструкции аппарата, полностью решена поставленная задача обеспечения требуемой производительности и качества гранулирования.

Также были разработаны технические решения по модернизации узлов отсева-дробления, охлаждения, кондиционирования, абсорбции.

Выполненный комплекс работ позволил разработать принципиальную аппаратурно-технологическую схему производства ДАФ из

неконцентрированной ЭФК и внедрить данную технологию 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.

6. 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 аппаратного оформления, обследовании действующих производств с целью отработки технологических режимов.

7. Обоснованность и достоверность результатов работы

Оценка достоверности результатов работы показала, что большинство исследований выполнено на современном оборудовании с применением комплекса физико-химических методов исследования. 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.

8. Рекомендации по использованию результатов исследований

Результаты диссертационной работы Норова А.М. имеют как теоретическое, так и прикладное значение как для производства диаммонийфосфата, так и для производства сложных фосфорсодержащих удобрений в целом. Разработанные технические решения могут быть использованы на предприятиях минеральных удобрений: ОАО «Воскресенские минеральные удобрения», ОАО «ФосАгро-Череповец», ООО «Балаковские минеральные удобрения», ОАО «Мелеузовские минеральные удобрения», АО «Лифоса», ОАО «Гомельский химический завод» 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.

9. Вопросы и замечания по диссертационной работе

1. При разработке норм оптимального режима необходимо обосновать выбор критериев оптимизации.

2. В работе указывается на протекание взаимодействия магнийсодержащей добавки с различными фторидами и кремнефторидами, чем в итоге объясняется негативное действие фтора на свойства ДАФ. Непонятно, каким образом данное взаимодействие отражается на распределении фтора между газовой фазой и продуктом в сравнении с ДАФ без добавки магния?

3. Почему при изучении влияния примесей экстракционной фосфорной кислоты на свойства ДАФ особое внимание уделяется только содержанию магния и фтора? Какова роль других примесей?

4. Значительная часть работы посвящена разработке аппаратурно-технологической схемы и конструкции отдельных ее узлов. Как можно оценить эффективность принятых технических решений в сравнении с существующими отечественными и зарубежными аналогами?

5. Насколько универсальна разработанная технология с точки зрения использования сырьевых компонентов (фосфорная кислота из различных видов фосфатного сырья, сжиженный и газообразный аммиак и т.д.), а также возможности производить другие виды продукции?

6. В основном тексте целесообразно было бы оставить только результаты рентгено-фазовых исследований (обнаруженные фазы), а расшифровку рентгенограмм (стр. 44-46; 49-50; 64-69; 96-99) лучше поместить в приложение.

В целом, несмотря на сделанные замечания, диссертационная работа Норова А.М. является цельным научным исследованием, обладающим актуальностью, научной новизной и практической значимостью.

Отмеченные недостатки не существенны и не ставят под сомнение выводы и результаты, полученные автором, а некоторые из них являются предметом дискуссии.

Автореферат и публикации соответствуют содержанию диссертации.

10. Квалификационная оценка диссертации

Диссертация Норова Андрея Михайловича «Разработка технологии диаммонийфосфата из неконцентрированной экстракционной фосфорной кислоты с использованием барабанного гранулятора-сушилки», является завершенной научно-квалификационной работой, полностью соответствующей требованиям п. 9 «Положения о порядке присуждения ученых степеней» (утверждено Постановлением Правительства Российской

Федерации от 24.09.2013 №842). В ней на основании выполненных автором исследований изложены научно-технические обоснования и технические решения производства ДАФ из неконцентрированной ЭФК, совокупность которых 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,

к.т.н., начальник технического отдела

ОАО «Воскресенские минеральные удобрения»

В.Е. Миронов

*Подпись Миронова В.Е. заверено
Т.И. Сергеева*



05.06.2014