

УТВЕРЖДАЮ

Проректор по науке и инновациям
ФГБОУ ВО «Пермский национальный
исследовательский политехнический
университет» Д.Т.Н., профессор

В.Н. Коротаев



апрель 2019 г.

ОТЗЫВ

ведущей организации - ФГБОУ ВО «Пермский национальный исследовательский политехнический университет» на диссертационную работу Кочетовой И.М. «Влияние структуры гранул сложных NP, NP(S) и NPK-удобрений на их физико-химические свойства», представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.17.01 – «Технология неорганических веществ».

Общая характеристика работы

Диссертационная работа Кочетовой И.М. состоит из введения, пяти глав, заключения и списка литературы, содержащего 103 наименования. Работа изложена на 116 страницах, содержит 20 таблиц и иллюстрирована 57 рисунками.

Актуальность темы

Производство минеральных удобрений является одной из ключевых отраслей российского химического комплекса. На сегодняшний день, учитывая возрастающие в последние десятилетия объемы производства и высокую долю экспорта, улучшение качества экспортируемых удобрений является обязательным условием сохранения конкурентоспособности российских производителей на мировом рынке. Потребительские свойства гранулированных минеральных удобрений – статическая прочность гранул, слеживаемость, пылимость – взаимосвязаны и зависят от химического состава и структуры гранул, которая во

многим определяется способом гранулирования и технологическими параметрами процесса производства. В связи с этим, актуальность выполненного диссертантом исследования структуры гранул сложных фосфорсодержащих удобрений, а также разработка путей улучшения физико-механических свойств готового продукта, не вызывает сомнений.

Научная новизна работы заключается в том, что автором были впервые получены и обобщены экспериментальные данные о внутренней структуре гранул сложных минеральных удобрений, оценена пористость, характер распределения пор и компонентов гранул по объему; с помощью неразрушающих методов контроля (рентгеновская микротомография, сканирующая электронная микроскопия - СЭМ) показано, что структура гранул, полученных по схемам с БГС и АГ-СБ, и характер распределения пор в них имеют принципиальные отличия, что объясняется разными механизмами гранулообразования.

Установлено, что для сложных NPK-удобрений на основе фосфатов аммония, полученных с вводом сырьевых компонентов (KCl, $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$) в кристаллическом виде с потоком внешнего ретурра, обменные реакции между компонентами гранул практически не протекают (в реакции, протекающие на границах кристаллов, вступает не более 2-3% масс. от общего количества компонентов).

Выявлено, что подготовка проб для проведения рентгенофазового анализа сложных солевых систем **путем измельчения и растирания образца** способствует протеканию конверсионных взаимодействий и искажает результаты количественного определения, в связи с чем содержание отдельных компонентов исследуемых образцов может быть завышено до 2,5-3 раз.

Показано, что в сложных NPS и NPK-удобрениях, полученных с вводом сырьевых компонентов (KCl, $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$) в кристаллическом виде с потоком внешнего ретурра, практически вся влага (не менее 80-90 %) приходится на фосфатную связующую часть гранулы и является определяющим фактором её прочности.

Практическая значимость работы заключается в том, что для

исследования структуры гранул и уточнения фазового состава минеральных удобрений предложено применять неразрушающие методы контроля – рентгеновскую микротомографию и сканирующую электронную микроскопию.

Разработан ряд рекомендаций по улучшению потребительских свойств гранулированных минеральных удобрений за счет совершенствования структуры гранул. При производстве серосодержащих удобрений за счет увеличения смачиваемости элементарной серы путем введения в технологический процесс высокоактивных ПАВ удалось снизить пористость гранул с 7,5% до 2,4-2,7% и обеспечить равномерное распределение серы по объему гранул.

Показано, что при производстве NP-и NPS-удобрений по схеме с обратной нейтрализацией имеющиеся в гранулах трещины и поры не ухудшают физико-механические характеристики продукта, что позволяет рекомендовать данную схему к применению и тем самым в ряде случаев увеличить производительность на 20-25%.

При производстве NPK-удобрений с добавкой карбамида во избежание термического разложения карбамида и разрушения вследствие этого структуры гранул предложено вести сушку продукта в мягком режиме, температура продукта не должна превышать 90°C.

Достоверность и обоснованность результатов

Достоверность научных положений, выводов и рекомендаций, приведенных в диссертационной работе Кочетовой И.М., подтверждается применением современных методов и исследовательского оборудования (сканирующий электронный микроскоп TM3030 Hitachi, рентгеновский микротомограф SkyScan 1272, анализатор текстуры TAхТ Plus и др.), хорошей воспроизводимостью экспериментальных результатов и их проверкой в промышленных условиях, а также публикациями в изданиях, рекомендуемых ВАК.

Работа прошла апробацию на всероссийских и международных конференциях. Материалы диссертации докладывались и обсуждались на международном семинаре «Micro-CT User meeting» (Bruker) (Люксембург, 2016 г.); на Международной конференции Phosphates-2018 (Марокко, г. Марракеш,

2018 г.); Международном Техническом Симпозиуме IFA (Мадрид, 2018 г.), на научно-практических семинарах «Роль аналитических служб в обеспечении качества минеральных удобрений и серной кислоты» (Москва, 2014 г., 2015 г., 2018 г.) и др.). По материалам диссертационной работы опубликованы 8 научных статей, в том числе 2 статьи в журналах, рекомендованных ВАК. Научные публикации достаточно полно отражают основное содержание работы. Выводы по результатам исследований обоснованы и соответствуют цели и положениям, выносимым на защиту. Автореферат диссертации в полной мере отражает ее основное содержание, научную новизну, практическую значимость и выводы.

Замечания и вопросы по диссертации

1. В практической значимости работы указано, что «для исследования структуры гранул и уточнения фазового состава минеральных удобрений предложено применять неразрушающие методы контроля – рентгеновскую микротомографию и сканирующую электронную микроскопию (СЭМ)». Но метод СЭМ уже давно и широко используется, в чем же заключается новизна?
2. Насколько статистически обоснован размер выборки гранул для исследования структуры гранул сложных удобрений методами рентгеновской микротомографии и СЭМ, а также физико-химических свойств – статической прочности гранул, слеживаемости, фазового состава и др.?
3. Какие статистические методы были использованы для оценки влияния структурных характеристик гранул на физико-химические свойства сложных удобрений?
4. На каких этапах разработки и использования предложенных технологических приемов рекомендуется применять неразрушающие методы контроля?
5. За счет чего увеличивается производительность при производстве NP-и NPS-удобрений по схеме с обратной нейтрализацией?
6. В пункте 5 выводов по работе сделано заключение о том, что «пробоподготовка при проведении рентгенофазового анализа (РФА) сложных солевых систем способствует протеканию конверсионных взаимодействий и искажает результаты количественного определения, в связи с чем содержание

отдельных компонентов исследуемых образцов может быть завышено до 2,5-3 раз», из чего следует, что метод РФА не пригоден. Целесообразно было бы указать другие методы подготовки проб, исключая указанный недостаток и расширяющие возможности РФА.

7. В пункте 8 выводов указано, что «разработаны рекомендации по улучшению физико-химических свойств гранулированных удобрений: ... для снижения влияния перераспределения влаги между гранулами разных фракций на слеживаемость продукта рекомендовано производить продукт с максимально однородным (не менее 2 мм и не более 5 мм) гранулометрическим составом». Но такие требования известны из стандартов на гранулированные удобрения.

Отмеченные замечания не влияют на общую положительную оценку диссертационной работы Кочетовой И.М.

Общая характеристика работы и соответствие паспорту специальности

Диссертационная работа диссертационная работа Кочетовой Инны Маратовны «Влияние структуры гранул сложных NP, NP(S) и NPK-удобрений на их физико-химические свойства» соответствует паспорту специальности 05.17.01 - «Технология неорганических веществ» - в частях формулы специальности:

1. технологические процессы (химические, физические и механические) изменения состава, состояния, свойств, формы сырья, материала в производстве неорганических продуктов;

и в частях области исследований:

1. химические и физико-химические основы технологических процессов: химический состав и свойства веществ, термодинамика и кинетика химических и межфазных превращений;
2. свойства сырья и материалов, закономерности технологических процессов для разработки, технологических расчетов, проектирования и управления химико-технологическими процессами и производствами.

Считаем, что представленная диссертация Кочетовой И.М. «Влияние структуры гранул сложных NP, NP(S) и NPK-удобрений на их физико-химические свойства» представляет собой законченную научно-квалификационную работу, в которой изложены научно обоснованные технологические решения, имеющие существенное значение для отрасли производства минеральных удобрений. По своей актуальности, научной новизне, достоверности и практическому значению диссертационная работа Кочетовой И.М. соответствует критериям п. 9 «Положения о порядке присуждения ученых степеней», утвержденного Постановлением Правительства РФ от 24 сентября 2013 г. № 842, а ее автор – Кочетова Инна Маратовна - заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.17.01 - «Технология неорганических веществ».

Отзыв ведущей организации на диссертационную работу Кочетовой И.М. рассмотрен и утвержден на заседании кафедры «Химических технологий» ПНИПУ (протокол № 11 от 10 апреля 2019 г.).

Отзыв составил:

Заведующий кафедрой «Химических технологий»
ФГБОУ ВО «Пермский национальный
исследовательский университет»,
доктор технических наук, профессор
Пойлов Владимир Зотович
Диссертация защищена по специальности
05.17.01 «Технология неорганических веществ»

Подпись



дата

10 апреля 2019 г.

614990, Пермский край, г. Пермь, Комсомольский проспект, д. 29
Тел. +7 (902)-80-693-04
E-mail: vladimirpoilov@mail.ru

Подпись Пойлова В.З. заверяю:

Ученый секретарь ПНИПУ



В.И. Макаревич