

## Отзыв

официального оппонента на диссертационную работу Кочетовой Инны Маратовны "Влияние структуры гранул сложных NP, NP (S) и NPK удобрений на их физико-химические свойства", представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.17.01 – технология неорганических веществ

Повышение качества гранулированных азотсодержащих минеральных удобрений является актуальной задачей современности в свете необходимости сохранения конкурентного преимущества российских производителей на мировом рынке. Улучшение показателей качества удобрений позволяет сократить потери при транспортировке и хранении, получить лучший эффект у потребителей, что приводит к экономии ресурсов (сырья) и энергии. Такие показатели качества, как слеживаемость, статическая прочность гранул, пылимость – во многом зависят от химического состава и структуры гранул. Диссертационная работа Кочетовой И.М., посвященная исследованию структуры гранул сложных фосфорсодержащих удобрений, а также поиску и разработке путей её совершенствования на стадии производства, несомненно, представляется актуальной. В работе приведены полученные с применением современных методов (таких как рентгеновская микротомография и сканирующая электронная микроскопия) результаты исследования структуры гранул удобрений и их взаимосвязи с физико-химическими и физико-механическими свойствами готового продукта.

**Научная новизна** рассматриваемой диссертационной работы выражается следующими основными положениями:

- С применением метода рентгеновской микротомографии 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 и характер распределения пор удобрений, полученных по схемам с барабанным гранулятором-сушилкой (БГС) и аммонизатором-гранулятором и сушильным барабаном (АГ-СБ), имеют принципиальные различия, что объясняется различием механизмов гранулообразования;
- Выявлено, что в гранулах NPK- и NP(S)-удобрений, производимых по схеме АГ-СБ с вводом сырьевых компонентов с потоком внешнего ретурна, кристаллы сульфата аммония и хлористого калия равномерно распределены в объеме фосфатной связующей, а имеющиеся в гранулах поры не связаны с их низкой смачиваемостью;
- 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 ретурна, обменные реакции между компонентами гранул практически не протекают (в реакции, протекающие на границах кристаллов, вступает не более 2-3% масс. от общего количества компонентов);
- Установлено, что пробоподготовка при проведении рентгенофазового анализа 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;
- Выявлено, что на слеживаемость влияет не только среднее влагосодержание, но и процесс перераспределения влаги между гранулами.

**Практическая значимость** диссертационной работы заключается в следующем:

- Для исследования структуры гранул и уточнения фазового состава минеральных удобрений предложено применять неразрушающие

методы контроля – рентгеновскую микротомографию и сканирующую электронную микроскопию;

- Для снижения влияния перераспределения влаги между гранулами разных фракций на слеживаемость продукта рекомендовано производить продукт с максимально однородным гранулометрическим составом (не менее 2 и не более 5 мм);
- Разработаны рекомендации 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 следует вести сушку продукта в мягком режиме, температура продукта не должна превышать 90°C.

#### **Структура и содержание диссертации:**

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

**Во введении и в литературном обзоре** обоснована актуальность темы диссертации, определены цели и задачи работы, сформулированы научная новизна и практическая значимость, приведен обзор отечественной и зарубежной литературы, даны основные современные технологические схемы

производства сложных фосфорсодержащих удобрений, рассмотрены технологические параметры, характеризующие качество производимых удобрений (статическая прочность гранул, слеживаемость, пылимость). Рассмотрены современные методы анализа, позволяющие исследовать структуру гранул удобрений – рентгеновская микротомография и сканирующая электронная микроскопия.

**Во второй главе** выбраны марки фосфорсодержащих удобрений, описаны методы анализа, применяемые в работе. Для NP-удобрения марки 12-52 (МАФ) и NPK-удобрения марки 15-15-15 – проведено сопоставление известных методов определения пористости твердых тел (гелиевой пикнометрии и ртутной порометрии), с методом микротомографии, применённым для этих исследований впервые. Достоинство нового метода – возможность исследования внутренней структуры гранул образцов без их разрушения, а также распределение пор по размерам, размеры отдельных крупных пор и трещин.

**В третьей главе** исследована структура гранул NP-, NP(S)- и NPK-удобрений с применением методов рентгеновской микротомографии и сканирующей электронной микроскопии (СЭМ). Показано, что сложные фосфорсодержащие минеральные удобрения, полученные по схемам с барабанным гранулятором-сушилкой (БГС) и аммонизатором-гранулятором и сушильным барабаном (АГ-СБ), имеют отличающуюся структуру гранул и характер распределения в них пор в следствии различных механизмов гранулообразования.

Интересно исследование структуры гранул NP(S)+S-удобрения с элементной серой (марка 12-40-(5)+5), которое позволило автору предложить конкретный метод снижения пористости продукта. Также был проведен сравнительный анализ структуры гранул и физико-механических свойств образцов моноаммонийфосфата (МАФ 12-52), полученного по схеме с одностадийной нейтрализацией ЭФК аммиаком в САИ и по схеме с обратной нейтрализацией.

С применением неразрушающих методов анализа исследована структура гранул NPK-удобрения марки 15-15-15 с добавкой карбамида (1,4% масс.). У данной марки по сравнению со стандартной маркой NPK 15-15-15 наблюдается значительное снижение статической прочности гранул (с 6,3 до 3,8 МПа).

**В четвертой главе** с помощью неразрушающих методов анализа исследованы обменные реакции между компонентами сложных NPK-удобрений, и их влияние на потребительские свойства продукта.

Подробно рассмотрен способ подготовки смесей KCl и  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ , KCl с  $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$  и смеси KCl с  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  для проведения рентгенофазового анализа. Показано, пробоподготовка при проведении рентгенофазового анализа сложных солевых систем искажает результаты количественного определения содержания отдельных компонентов, исследуемых образцов вследствие протекания конверсионных взаимодействий.

Проведены исследования физико-механических свойств образцов NPK-удобрений с различным содержанием нитратного азота.

**В пятой главе** исследовано влияние распределения влаги между компонентами гранул сложных NP и NPK-удобрений на статическую прочность гранул. Установлено, что процесс перераспределения влаги между гранулами в значительной степени влияет на слеживаемость.

#### **Замечания и вопросы по диссертации:**

1. Интересно было бы предложенными автором методами в перспективе провести исследование структуры и пористости продукта, получаемого диспергированием расплавов (растворов) в грануляционных башнях, как одного из трёх методов производства комплексных удобрений, указанного автором.
2. На стр. 43 дана ссылка на таблицу 2.3.1, которая в тексте отсутствует.

3. Не ясно, почему получаемый по схеме с обратной нейтрализацией продукт со структурой, содержащей крупные поры и трещины, обладает более высокой статической прочностью (табл. 3.2).
4. Известно, что управляемое структурирование нитроаммофоски возможно путём введения добавок [12]. Интересно было бы с помощью современных методов анализа, предложенными автором, исследовать структуру модифицированных добавками (сульфата аммония, борной кислоты и сульфата магния) гранул.

Отмеченные недостатки не могут повлиять на общую положительную оценку диссертационной работы, представляющую собой законченное научное исследование, характеризующееся научной новизной и имеющее практическую ценность.

Личный вклад автора заключается в постановке совместно с научным руководителем цели и задачи исследования, проведения экспериментальных исследований, обработке и анализе полученных экспериментальных данных, написании научных статей.

Оценка достоверности результатов работы выявила, что они получены на сертифицированном оборудовании с применением современных методов исследования. Достоверность результатов и научная обоснованность выводов обеспечена также апробацией работы на научных конференциях и проверкой в промышленных условиях.

Автореферат диссертации и публикации, правильно и в достаточной степени полно отражают содержание диссертации. По материалам диссертационной работы опубликовано 8 научных работ, в том числе 2 статьи в изданиях, рекомендуемых ВАК.

Диссертационная работа Кочетовой Инны Маратовны соответствует паспорту специальности 05.17.01 - «Технология неорганических веществ» - в частях формулы специальности:

1. производственные процессы получения неорганических продуктов:

высокоочищенные неорганические продукты, катализаторы, сорбенты, неорганические препараты;

2. 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.

Диссертация выполнена по актуальной теме, обладает научной новизной и практической значимостью и в целом представляет собой законченную научно-квалификационную работу. Таким образом, на основании вышеизложенного, считаю, что рассматриваемая диссертационная работа соответствует критериям п. 9 «Положения о порядке присуждения ученых степеней», утвержденного Постановлением Правительства РФ от 24 сентября 2013 г. № 842, а её автор, Кочетова Инна Маратовна, несомненно заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.17.01 - «Технология неорганических веществ».

Кандидат технических наук,  
доцент Кафедры процессов и аппаратов  
химических технологий имени Гельперина Н.И.  
МИРЭА – Российского технологического университета

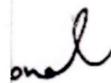


Ю.А. Таран

Подпись Ю.А. Таран удостоверяю

07.05.2019

Первый проректор РТУ МИРЭА



Н.И. Прокопов

Юлия Александровна, кандидат технических наук по специальности  
05.17.09 – Процессы и аппараты химических технологий

Тел: 8(916)580-43-52, e-mail: [taran\\_yu@mirea.ru](mailto:taran_yu@mirea.ru)

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение  
высшего образования «МИРЭА – Российский технологический университет»  
РТУ МИРЭА

119571, ЦФО, г. Москва, Проспект Вернадского, д. 86, телефон:  
+7(499)215-65-65