

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА

РХТУ.05.01 РХТУ им. Д.И. Менделеева
по диссертации на соискание ученой степени кандидата наук

аттестационное дело № _____
решение диссертационного совета
от 25 июня 2020 г., протокол № 3

О присуждении ученой степени кандидата технических наук Филенко Игорю Анатольевичу, представившего диссертационную работу на тему «Кислотное разложение природных фосфоритов с получением различных форм комплексных удобрений» по научной специальности 05.17.01 Технология неорганических веществ (технические науки).

Принята к защите 20 февраля 2020 г., протокол № 1 диссертационным советом РХТУ.05.01 РХТУ им. Д.И. Менделеева.

Состав диссертационного совета утвержден в количестве 24 человек приказом ректора РХТУ им. Д.И. Менделеева № 94 ОД от «23» декабря 2019 г.

Соискатель Филенко Игорь Анатольевич 1973 года рождения, в 2014 году окончил ФГБОУ ВО «Российский химико-технологический университет им. Д.И. Менделеева», диплом серия 107718 номер 0170861, регистрационный номер 138, выдан 01 июля 2014 г.

В 2018 году окончил аспирантуру ФГБОУ ВО «Российский химико-технологический университет им. Д.И. Менделеева», диплом серия 107731 номер 0177705.

Соискатель работает в должности и.о. заведующего отделом научно-производственных аналитических работ в ФГБУ «Институт минералогии, геохимии и кристаллохимии редких элементов».

Диссертация выполнена в ФГБОУ ВО «Российский химико-технологический университет им. Д.И. Менделеева».

Научный руководитель к.т.н, доцент Почиталкина Ирина Александровна.

Официальные оппоненты:

д.т.н, доцент Смирнов Николай Николаевич, ФГБОУ ВО «Ивановский государственный химико-технологический университет», профессор кафедры технологии неорганических веществ.

к.т.н. Норов Андрей Михайлович, директор по промышленной технологии АО «Научно-исследовательский институт по удобрениям и инсектофунгицидам имени профессора Я.В. Самойлова»

Основные положения и выводы диссертационного исследования в полной мере изложены в 11 научных работах, опубликованных соискателем, в том числе в 1 публикациях в изданиях, индексируемых в международных базах данных, и в 4 публикациях в рецензируемых изданиях. Так же получен патент на изобретение.

В статье «Разложение высокорективного фосфатного сырья в условиях дискретной подачи кислоты» предложен новый способ разложения высокорективного карбонатизированного полпинского фосфорита в условиях порционного введения кислоты. Статья опубликована в рецензируемом издании, объем статьи 4 страницы. Химическая технология. – 2015. – Т.16, №3. – с. 136-138.

В статье «Применение хлористого кальция для интенсификации процесса разложения природных фосфатов» обоснована возможность использования хлорида кальция вместо соляной кислоты в процессе солянофосфорнокислотного разложения фосфорсодержащего сырья с рециклом маточного раствора. Статья опубликована в рецензируемом издании, объем статьи 4 страницы. Химическая технология. – 2015. – Т.16, №8. – с. 456-459.

В статье «Реологические характеристики суспензий в процессах кислотной переработки фосфорита Полпинского месторождения» исследованы реологические характеристики реакционных масс на стадиях разложения, аммонизации и смешения с

калийсодержащим компонентом. Статья опубликована в рецензируемом издании, индексируемом в базах Scopus, Web of Science, объем статьи 5 страниц. Известия высших учебных заведений. Серия: Химия и химическая технология. 2016. Т. 59. № 10. С. 41-46.

В статье «Влияние температуры на кинетику азотнокислотного разложения высокореактивного фосфатного сырья» В температурном диапазоне (20-50°C) исследована кинетика азотнокислотного разложения полпинского фосфорита полидисперсного состава. Статья опубликована в рецензируемом издании, объем статьи 5 страниц. Химическая промышленность сегодня. 2016. № 9. С. 15-19.

Помимо рецензируемых изданий, на Российских и международных конференциях опубликовано 6 научных работ.

Получен патент «Способ кислотной переработки бедного фосфатного сырья»: пат. RU 2 634 948 С1; заявл. 06.12.2016; опубл. 08.11.2017, Бюл. № 31. 7 с.

Все работы опубликованы в соавторстве. Личный вклад автора составляет не менее 70%, заключается в непосредственном участии в планировании работ, проведении экспериментов, анализе и обсуждении полученных результатов, написании работ.

На диссертацию и автореферат поступили отзывы:

1. Ведущей организации, ФГБОУ ВО «Череповецкий государственный университет»

Диссертационная работа рассмотрена на заседании кафедры химических технологий ФГБОУ ВО «Череповецкий государственный университет», протокол №7 от 25 февраля 2020 г. В отзыве отражены актуальность темы, сформулированные и решенные задачи, научная новизна, практическая значимость, конкретные рекомендации по использованию результатов и выводов работы.

Замечания по работе:

1. По нашему мнению, в формулировку цели диссертации следовало бы включить глагол, определяющий действие, которое автор работы собирается выполнить применительно к «технологическим основам», например, разработать, расширить, уточнить, дополнить и т.д.
2. Необходимо пояснение, почему в теме работы автор использует термин «комплексные удобрения», а в четвертой задаче – «сложные удобрения», хотя данные термины не являются синонимами?
3. В таблице 2.1 диссертации значения коэффициента b для 293 К и 303 К одинаковы, но, если судить по рис. 2.1, коэффициент b для 293 К имеет другое значение.
4. На схемах, изображенных на рис. 2.12, 2.13, выходящие материальные потоки со стадий разложения, аммонизации названы «абсорбцией», т.е. не по названию материального потока.
5. В п. 2.1 на стр. 41 диссертации при перечислении реактивов среди прочего указано, что применялся аммиак газообразный марки В по ГОСТ 6221-62, однако у данного стандарта есть обновленная редакция и в нем не предусмотрена марка В.
6. В п. 3.4.3 диссертации результаты анализа удобрений объединены с технологической схемой и ее описанием.
7. В описании технологической схемы, представленной на рис. 3.35, номером 4 обозначена позиция «карусельный вакуум-фильтр», а в подрисуночной подписи рис. 3.35 под номером 4 дается позиция «центробежный насос».
8. В п.4 практической значимости заявлено, что «Получены НРК удобрения с суммарным содержанием питательных компонентов 27-45%, сопоставимых по качеству с промышленно выпускаемой нитроаммофоской с суммарным содержанием питательных компонентов 33-42%», однако в тексте диссертации этого сопоставления не представлено, что требует дополнительного пояснения.

Заключение по работе положительное. Диссертация Филенко И.А. представляет собой завершённую научно-квалификационную работу на актуальную тему, ее автор заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук.

2. Официального оппонента, доктора технических наук (05.17.01 Технология неорганических веществ), доцента, профессора кафедры технологии неорганических веществ

ФГБОУ ВО «Ивановский государственный химико-технологический университет» Смирнова Николая Николаевича. В отзыве отражены актуальность темы, научная новизна, достоверность и надежность полученных данных, общий обзор работы.

Замечания по работе:

1. Одной из существенных проблем азотнокислотной переработки фосфатного сырья является задача коррекции соотношения $\text{CaO}/\text{P}_2\text{O}_5$ в растворе разложения. Величина соотношения $\text{CaO}/\text{P}_2\text{O}_5$ определяет степень ретроградации фосфора после нейтрализации кислот в готовом удобрении. К сожалению, проблема удаления избыточного кальция из азотнокислотной вытяжки практически не рассмотрена.
2. Критерием для разработки различных марок удобрений на основе азотнокислотного разложения фосфорита в работе предложено использовать соотношение N:P:K. Однако для получения квалифицированных продуктов, соответствующих мировым стандартам на минеральные удобрения с высоким содержанием водорастворимых форм P_2O_5 , необходимо регулировать концентрацию кальция в азотнокислотной вытяжке.
3. Кинетика разложения фосфатного сырья в растворах азотной кислоты исследована в большом количестве работ в зависимости от температуры, концентрации кислоты, гидродинамических условий перемешивания, размера частиц, состава фоссырья и др. параметров. Недостатком предложенной в работе кинетической модели является отсутствие данных по влиянию размера частиц апатита на скорость разложения фоссырья.
4. Не указана производственная мощность предложенной технологической схемы. На какую производительность она рассчитана?

Заключение по работе положительное. Диссертационная работа Филенко И.А. «Кислотное разложение природных фосфоритов с получением различных форм комплексных удобрений» представляет собой законченную научно-квалификационную работу, которая по своей актуальности, научной новизне и практической значимости соответствует требованиям, предъявляемым к диссертациям на соискание ученой степени кандидата наук, ее автор заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук.

3. Официального оппонента, кандидата технических наук (05.17.01 Технология неорганических веществ), директора по промышленной технологии АО «Научно-исследовательский институт по удобрениям и инсектофунгицидам имени профессора Я.В. Самойлова» Норова Андрея Михайловича.

1. Приведенный на стр. 67 в табл. 3.2 усредненный химический анализ не является характерным для полпинского фосфорита, кроме того, он не полный – отсутствуют данные по фтору;
2. Вызывает сомнение низкое выделение окислов азота в газовую фазу при азотнокислотном разложении полпинского фосфорита (раздел 3.2.4), тем более при таком отношении содержания железа (металла с переменной валентностью) к фосфору. Соответственно не предложено никаких мер по недопущению этого выделения;
3. Не вполне понятен выбор критерия пригодности пульпы к переработке, на стр. 94 отмечено, что «оценивать вязкость потока в промышленных условиях целесообразно по тем значениям, которые отвечают максимально разрушенной структуре», но в дальнейшем в качестве критерия используется значение вязкости при скорости сдвига 10 с^{-1} ; АО «НИУИФ» в своих разработках ориентируется только на вязкость при максимально разрушенной структуре;
4. Кислотная переработка фосфоритов со столь значительным (более 40%) содержанием нерастворимого остатка (кварц, кремнезем) связана с применением специальных устойчивых к абразивному износу материалов и оборудования, однако в работе по данному поводу ничего не сказано;
5. Не указана какая фосфорная кислота использовалась в качестве добавки для приготовления образцов комплексных удобрений: реактивная или полученная в производственных условиях?

6. Для получения удобрения марки 15-15-15 предложено включить стадию фильтрации нерастворимого остатка. Вместе с тем не приведено никаких данных по составу этого остатка после отделения путем фильтрации, а также не предложено способов его утилизации;

7. В работе сделан вывод о том, что удобрения не требуют поверхностной обработки только на основании их гигроскопических свойств (стр.113) без определения важного показателя – слеживаемости;

8. В принципиальной схеме получения комплексных удобрений не отражена важная стадия технологического процесса – очистка газов. Предложенный автором охлаждающий барабан для охлаждения продукта – на наш взгляд не лучшее решение. Предпочтительнее был бы аппарат кипящего слоя, кондуктивный водяной холодильник или их сочетание;

9. Чем обусловлен обнаруженный автором диссертационной работы характер зависимости вязкости аммонизированных суспензий от величины мольного отношения $[\text{NH}_3]:[\text{H}_3\text{PO}_4]$ и наличие максимума в области мольных отношений 0,5-0,7?

Заключение по работе положительное. Диссертация Филенко Игоря Анатольевича по своей актуальности, научной новизне, практической значимости, достоверности результатов и сделанных выводов, представляет собой законченную научно-квалификационную работу и удовлетворяет требованиям, предъявляемым к научно-квалификационной работе на соискание ученой степени кандидата наук. Автор диссертации – Филенко Игорь Анатольевич достоин присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.17.01 Технология неорганических веществ.

4. Доктора геолого-минералогических наук, заместителя генерального директора ФГБУ “ИМГРЭ”, директора Центра научно-методического обеспечения геолого-разведочных работ на РМ объекты Левченко Елены Николаевны на автореферат диссертации.

В отзыве на автореферат отмечается актуальность темы и наличие ряда новых задач химико-технологического профиля с учетом особенностей химической природы сырья, а так же всесторонний подход к их решению. Дана положительная оценка апробации результатов. Замечания по автореферату:

1. В автореферате недостаточно иллюстрационного материала.

- характеризуя объект исследования, необходимо было показать его состав.

- нет требований ГОСТа (ОСТА) к конечной продукции и, соответственно, нет возможности сравнить качество полученного удобрения.

2. В работе исследуются способы подавления пенообразования, обусловленного карбонатной составляющей сырья. Обжиг позволил бы удалить последнюю и тем самым ликвидировать проблему пенообразования. Рассматривалась ли такая возможность?

3. Ввиду сложной химической природы сырья вероятно мешающее влияние матрицы при химическом анализе реакционных масс, например, при исследовании выщелачивания полуторных оксидов. Учтено ли это влияние?

4. Не рассмотрена экологическая составляющая технологического процесса производства.

5. Отсутствует укрупненная экономическая оценка и экономический эффект, который может быть получен при производстве нового удобрения.

Заключение по работе положительное. Диссертационная работа Филенко И.А. по своей актуальности, научной новизне и практической значимости соответствует требованиям, предъявляемым к кандидатским диссертациям, ее автор заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук.

5. Доктора химических наук, ведущего научного сотрудника Химического факультета Московского государственного университета имени М.В. Ломоносова Беклемишева Михаила Константиновича на автореферат диссертации.

В отзыве на автореферат отмечается актуальность темы, научная новизна и практическая значимость. Дана положительная оценка построению работы, ее изложению научным языком, апробации результатов. Замечаний по автореферату нет.

Заключение по работе положительное. На основании положений автореферата и опубликованных научных работ можно утверждать, что диссертация Игоря Анатольевича Филенко на тему «Кислотное разложение природных фосфоритов с получением различных форм комплексных удобрений» написана на высоком научном уровне и соответствует паспорту специальности 05.17.01 Технология неорганических веществ, а соискатель И.А. Филенко заслуживает присуждения ему ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.17.01 Технология неорганических веществ.

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается компетентностью оппонентов в соответствующей отрасли науки, наличия у них публикаций по научной специальности и тематике защищаемой диссертационной работы. В качестве ведущей организации выбрана организация, широко известная своими достижениями в соответствующей отрасли науки и способная определить научную и практическую ценность диссертации.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

разработаны технологические основы переработки фосфоритной муки Полпинского месторождения на комплексные удобрения азотнокислотным методом, включающие новые данные по кинетике и оптимальные параметры разложения, реологии кислых и аммонизированных пульп, физико-механические характеристики и составы конечных продуктов.

предложено математическое описание кинетики процесса кислотного разложения, *доказана* возможность прямой переработки бедного фосфорита на кондиционный продукт – NPK-удобрение.

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:

доказана применимость существующих методов аналитического контроля и способов технологической переработки для альтернативного фосфатного сырья;

применительно к проблематике диссертации результативно (эффективно, то есть с получением обладающих новизной результатов) использован комплекс существующих базовых методов анализа и переработки сырья, в т.ч. вычислительных методов и экспериментальных методик.

изучены особенности процесса кислотного вскрытия и последующих стадий переработки некондиционного сырья

проведена модернизация существующих аналитических методов контроля сырья и способов ведения процесса переработки.

Значение полученных соискателем результатов исследования для практики подтверждается тем, что:

разработаны технологические режимы переработки фосфоритной муки Полпинского месторождения на сложные удобрения кислотными методами;

доказана возможность применения существующего азотнокислотного способа для технологической переработки в разработанных условиях фосфоритной муки Полпинского месторождения на NPK-удобрения.

Оценка достоверности результатов исследования выявила:

– экспериментальные данные получены на современном сертифицированном оборудовании;
– построенные калибровки и полученные экспериментальные данные выполнены с анализом погрешностей, показана воспроизводимость результатов исследования в различных условиях;

– теоретические представления об исследуемых процессах построены на известных проверяемых данных;

– достоверность полученных результатов обеспечена использованием методик эксперимента,

соответствующих современному научному уровню, и подтверждена их согласованностью; – выводы диссертации обоснованы, не вызывают сомнения и согласуются с современными представлениями о процессах переработки фосфатного сырья.

Идея базируется на анализе и обобщении отечественного и зарубежного опыта по переработке фосфатного сырья.

Использованы современные методики сбора и обработки исходной информации.

Личный вклад соискателя состоит в планировании, разработке методики и постановке экспериментов, участии на всех этапах процесса, непосредственном участии соискателя в получении исходных данных и научных экспериментах, личном участии в апробации результатов исследования, разработке экспериментальных установок, обработке и интерпретации экспериментальных данных, подготовке основных публикаций по выполненной работе.

Диссертационная работа Филенко Игоря Анатольевича соответствует критериям согласно п. 1.5 Положения о порядке присуждения ученых степеней в федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего образования «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева», и паспорту специальности 05.17.01 – Технология неорганических веществ по пунктам формулы специальности:

1. Производственные процессы получения неорганических продуктов: соли, кислоты и щелочи, минеральные удобрения, изотопы и высокочистые 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 пунктам области исследования:

1. Химические и физико-химические основы технологических процессов: химический состав и свойства веществ, термодинамика и кинетика химических и межфазных превращений.

4. Способы и последовательность технологических операций и процессов переработки сырья, промежуточных и побочных продуктов, вторичных материальных ресурсов (отходов производства и потребления) в неорганические продукты.

На заседании диссертационного совета РХТУ.05.01 25 июня 2020 г. принято решение о присуждении ученой степени кандидата технических наук Филенко Игорю Анатольевичу.

Присутствовало на заседании 18 членов диссертационного совета, в том числе в режиме видеоконференции 6. Докторов наук по научной специальности, отрасли науки рассматриваемой диссертации 6.

При проведении голосования члены диссертационного совета по вопросу присуждения ученой степени проголосовали:

Результаты тайного голосования:

«за»- 12,

«против» - нет.

недействительные бюллетени - нет.

Проголосовало 6 членов диссертационного совета, присутствовавшие на заседании в режиме видеоконференции:

«за» 5,

«против»- нет,

«воздержались» - 1.

Итоги голосования:

«за» - 17,

«против»- нет,

«воздержались» - 1.

Председатель диссертационного совета

Ученый секретарь
диссертационного совета

Дата «25» июня 2020г.



д.т.н, проф. Ваграмян Т.А.

к.т.н. Стоянова А.Д.