

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

диссертационного совета 24.2.312.04, созданного на базе федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Казанский национальный исследовательский технологический университет», Министерство науки и высшего образования Российской Федерации, по диссертации на соискание ученой степени кандидата наук

аттестационное дело № \_\_\_\_\_  
решение диссертационного совета от 21.12.2021, протокол № 8

О присуждении Фазуллину Ринату Хабибулловичу, гражданину Российской Федерации, ученой степени кандидата технических наук.

Диссертационная работа «Утилизация отработанных кислотных смесей с получением минеральных удобрений» по специальности 2.6.7. «Технология неорганических веществ» принята к защите 12.10.2021 г., протокол заседания № 6, диссертационным советом 24.2.312.04, созданным на базе федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования (ФГБОУ ВО) «Казанский национальный исследовательский технологический университет», Министерство науки и высшего образования Российской Федерации (Минобрнауки России), 420015, г. Казань, ул. Карла Маркса, д. 68, приказ о создании диссертационного совета от 18.01.2008 № 1-51 (приказом Минобрнауки России от 02.11.2012 г. № 714/нк признан отвечающим действующим требованиям «Положения о совете...»; приказом Минобрнауки от 03.06.2021 г. № 561/нк приложение №1, совету предоставлено право приема диссертаций для защиты на срок действия номенклатуры научных специальностей).

Соискатель Фазуллин Ринат Хабибуллович, 22.06.1976 года рождения, в 1998 г. окончил «Казанский государственный университет имени В. И. Ульянова-Ленина». В 2020 году окончил очную аспирантуру при ФГБОУ ВО «Казанский национальный исследовательский технологический университет».

Соискатель работает инженером-электроником в ПАО «Казаньоргсинтез».

Диссертация выполнена на кафедре «Оборудование химических заводов» в федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего образования «Казанский национальный исследовательский технологический университет», Минобрнауки России.

**Научный руководитель** – доктор технических наук, профессор, заведующий кафедрой «Оборудование химических заводов» ФГБОУ ВО «Казанский национальный исследовательский технологический университет» Халитов Рифкат Абдрахманович.

**Официальные оппоненты:**

– Лановецкий Сергей Викторович, доктор технических наук, доцент, Березниковский филиал федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Пермский национальный исследовательский политехнический университет», профессор кафедры «Химическая технология и экология»;

– Габдуллин Альфред Нафитович, кандидат технических наук, федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина», доцент кафедры «Общая химия»;

дали положительные отзывы на диссертацию.

**Ведущая организация** – федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Южно-Российский государственный политехнический университет (НПИ) имени М.И. Платова» – в своем положительном отзыве, подписанном д.т.н., доцентом, заведующим кафедрой «Химические технологии» Липкиным Михаилом Семеновичем, профессором той же кафедры, д.т.н., профессором Таранушичем Виталием Андреевичем, старшим научным сотрудником той же кафедры, к.х.н., доцентом Вязеновой Ириной Андреевной, указала, что диссертация Фазуллина Рината Хабибулловича является завершённой научно-квалификационной работой, в которой изложены новые научно обоснованные технологические решения и разработки по получению широкого ассортимента азотно-серных и азотно-калийно-серных удобрений, обладающих высокой агрохимической эффективностью, с использованием вторичных материальных ресурсов – отработанных кислотных смесей производства нитратов целлюлозы, имеющие существенное значение для развития химической отрасли страны и защиты окружающей среды от выбросов предприятий химической промышленности.

Диссертация соответствует специальности 2.6.7. Технология неорганических веществ.

По актуальности изложенной проблемы, научной новизне, практической и теоретической значимости полученных результатов, их достоверности и обоснованности выводов, уровню публикаций представленная работа соответствует требованиям п. 9 «Положения о присуждении учёных степеней». Соискатель Фазуллин Ринат Хабибуллович

заслуживает присуждения учёной степени кандидата технических наук.

Соискатель имеет 15 научных трудов, все по теме диссертации, из них 2 статьи в ведущих рецензируемых журналах, включенных в Перечень рецензируемых научных изданий, в которых должны быть опубликованы основные научные результаты диссертаций, 2 статьи, индексируемые в международной базе данных Scopus, 10 тезисов докладов в сборниках международных и всероссийских научных конференций и 1 патент Российской Федерации на изобретение (авторский вклад 25 %). В диссертационной работе отсутствуют недостоверные сведения об опубликованных соискателем работах, заимствованный материал без ссылки на автора/соавтора и/или источник заимствования.

#### **Наиболее значимые научные работы по теме диссертации:**

1. Фазуллин, Р.Х. Упрочнение гранулированных азотных и азотно-калийных удобрений, содержащих серу с помощью добавок модификаторов / Р.Х. Фазуллин, Р.А. Халитов, Р.Х. Хузиахметов [и др.] // Вестник технологического университета. – 2021. – Т. 24. – № 4. – С. 89–91.

2. Fazullin, R.Kh. Granular nitrogen and nitrogen-potassium fertilizers containing sulfur from the spent acid mixture of nitrocellulose production / R.Kh. Fazullin, R.A. Khalitov, R.Kh. Khuziahmetov [et al.] // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. – 2020. – V. 862 – № paper 062034. – DOI 10.1088/1757-899X/862/6/062034.

3. Фазуллин, Р.Х. Анализ способов утилизации отработанных кислот производства нитратов целлюлозы / Р.Х. Фазуллин, Р.А. Халитов, Р.Х. Хузиахметов [и др.] // Известия высших учебных заведений. Технология текстильной промышленности. – 2021. – № 3(393). – С. 147–153. – DOI 10.47367/0021-3497\_2021\_3\_147.

#### **На автореферат диссертации поступили отзывы от:**

д.т.н., профессора, заведующего кафедрой «Материаловедение, сварка и производственная безопасность» ФГБОУ ВО «Казанский национальный исследовательский технический университет им. А.Н.Туполева-КАИ» Галимова Э.Р.; д.т.н., профессора, заведующего кафедрой «Промышленная экология» ФГБОУ ВО «Белгородский государственный технологический университет им. В.Г. Шухова» Свергузовой С.В.; д.х.н., профессора, заведующего кафедрой «Неорганическая химия и химическая технология» ФГБОУ ВО «Воронежский государственный университет инженерных технологий» Нифталиева С.И.; д.т.н., профессора кафедры «Технологии в энергетике и нефтегазопереработке» ФГБОУ ВО «Казанский государственный энергетический университет» Николаевой Л.А.; к.т.н., ведущего научного сотрудника отдела сырьевых компонентов для

пороходелия ФКП «Государственный научно-исследовательский институт химических продуктов» Ледневой Н.Ю.; к.т.н., заместителя главного инженера ФГУП «ФЦДТ «Союз» Ибрагимов М.Н.; главного инженера ФКП «Авангард» Воронова И.Л.

Все отзывы положительные. В качестве замечаний указано:

– в списке задач автором отдельно выделена цель по апробации готовой продукции с использованием отработанных кислотных смесей на зерновых культурах в вегетационных опытах, к сожалению, в заключении не приведены результаты этих опытов; в заключении автор говорит о нескольких технологических схемах получения минеральных удобрений с различными модифицирующими добавками, в автореферате приведена только одна. Сравнить преимущества и недостатки при ознакомлении с авторефератом не предоставляется возможным (**Свергузова С.В.**);

– непонятно, как будет влиять исходный состав отработанных кислотных смесей (он же не всегда постоянный) на выбор оптимальных параметров нейтрализации; установлена ли экономическая эффективность синтезированных азотных, азотно-калийных удобрений обычных и с пролонгированным действием; в приведенной технологической схеме получения минеральных пролонгированных удобрений указано, что оптимальная температура стадии нейтрализации составляет 103-150 °С. Чем обусловлен такой широкий разброс значений (**Нифталиев И.Л.**);

– не произведен расчет себестоимости изготовления удобрений с учетом всех параметров; каким образом в работе рассмотрено повышение энергоэффективности и экологической безопасности производства нитратов целлюлозы, если не представлены конкретные расчеты? (**Николаева Л.А.**);

– из автореферата не ясно, чем был обоснован выбор температур выпаривания удобрений (20, 55, 90 °С) (**Леднева Н.Ю.**);

– для внедрения разработанной технологии в производство необходима разработка исходных данных для проектирования, а также технических условий на получаемые удобрения (**Ибрагимов М.Н.**);

– отсутствует технико-экономический расчет получения минеральных удобрений из отработанных кислотных смесей производства нитроцеллюлозы (**Воронов И.Л.**).

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается их широкой известностью своими достижениями в области технологии неорганических веществ, наличием публикаций в соответствующей сфере исследования и способностью определить научную и практическую значимость диссертации.

Ведущая организация известна исследованиями получения азотных и комплексных водорастворимых удобрений, методов модифицирования удобрений, созданием активных и селективных катализаторов и технологий их использования; разработками функциональных композиционных материалов; проведением научно-исследовательских, опытно-конструкторских и технологических работ по проблемам нанотехнологий и новых материалов для различных отраслей экономики. Результаты исследований широко отражены в ведущих российских и международных изданиях («Russian Journal of Applied Chemistry», «Inorganic Materials», «Catalysis in Industry», «Chemical and Petroleum Engineering» и др.).

Официальные оппоненты и ведущая организация не имеют совместных проектов и публикаций с соискателем.

**Диссертационный совет отмечает, что наиболее существенные научные результаты, полученные соискателем, и их научная новизна заключаются в следующем:**

— впервые установлено, что в азотно-калийном удобрении с соотношением компонентов  $N:K_2O:S = 20,2:20,1:9,9$  %, полученном нейтрализацией отработанной кислотной смеси ( $HNO_3:H_2SO_4 = 1:0,77$ ) аммиаком и KOH, при увеличении температуры выпаривания раствора с 20 до 90 °С массовая доля соли сложного состава  $K(NH_4)_3(NO_3)_2SO_4$  повышается (с 33 до 58 %) за счет уменьшения массовой доли  $(NH_4)_2SO_4 \cdot 2NH_4NO_3$  (с 24 до 13 %),  $KNO_3$  (с 20 до 10 %) и всех остальных компонентов (с 23 до 19 %);

— экспериментально доказано, что удобрение, полученное при нейтрализации отработанной кислотной смеси ( $HNO_3:H_2SO_4 = 1:1,8$ ) аммиаком, в зависимости от условий выпаривания раствора значительно меняет фазовый состав: при 20 °С оно представляет собой смесь  $(NH_4)_2SO_4 \cdot 2NH_4NO_3$ ,  $(NH_4)_2SO_4 \cdot 3NH_4NO_3$  и значительного количества  $(NH_4)_2SO_4$ , при повышении температуры до 90 °С содержание  $(NH_4)_2SO_4 \cdot 2NH_4NO_3$  увеличивается в 2 раза (с 18 до 36 %) с одновременным уменьшением в 2 раза  $(NH_4)_2SO_4 \cdot 3NH_4NO_3$  (с 34 до 17 %), при этом содержание  $(NH_4)_2SO_4$  остается практически неизменным;

— экспериментально доказано, что удобрение, полученное при нейтрализации отработанной кислотной смеси ( $HNO_3:H_2SO_4 = 1:0,77$ ), рассчитанной на получение 100 %  $(NH_4)_2SO_4 \cdot 2NH_4NO_3$ , в зависимости от условий выпаривания раствора представляет собой смесь  $(NH_4)_2SO_4 \cdot 2NH_4NO_3$ ,  $(NH_4)_2SO_4 \cdot 3NH_4NO_3$ ,  $(NH_4)_2SO_4$  и  $NH_4NO_3$ , при повышении температуры выпаривания в интервале 20–90 °С содержание  $(NH_4)_2SO_4 \cdot 2NH_4NO_3$  остается неизменным (30–31 %), а содержание

$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 3\text{NH}_4\text{NO}_3$  возрастает (с 47 до 56 %) за счет уменьшения содержания  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  (с 15 до 11 %) и  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  (с 8 до 2 %);

— предложен способ пролонгирования действия полученных азотных и азотно-калийных удобрений путем их смешения с карбамидоформальдегидным концентратом при оптимальных технологических параметрах процесса поликонденсации (45–55 °С, 20–30 мин).

**Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что** выявлены зависимости изменения фазового состава азотных и азотно-калийных удобрений, полученных из отработанной кислотной смеси производства нитратов целлюлозы с различным соотношением азотной и серной кислот, в зависимости от температуры выпаривания в пределах 20–90 °С.

**Практическая значимость, полученных соискателем результатов исследования, подтверждается тем, что:**

— разработаны способ, рациональные условия получения и составы азотно-калийных удобрений из отработанных кислотных смесей производства нитратов целлюлозы или производства нитроароматических соединений (патент РФ № 2747779);

— разработаны технологические схемы производства предлагаемых азотных и азотно-калийных удобрений, пролонгированных и модифицированных минеральных удобрений на их основе;

— получены азотные и азотно-калийные удобрения из отработанных кислотных смесей производства нитратов целлюлозы с физическими параметрами, превышающими либо не уступающими промышленным образцам удобрений;

— показано, что удобрения, модифицированные различными неорганическими и органическими связующими, сапропелем и карбамидоформальдегидной смесью по статической прочности гранул, кислотности и времени растворения гранул значительно превосходят исходные удобрения.

**Оценка достоверности результатов исследования.** Достоверность полученных результатов обеспечивается значительным объемом обработанного материала лабораторных исследований, а также подтверждается публикациями в рецензируемых научных журналах, входящих в перечень ВАК и в международную базу данных Scopus. Экспериментальные исследования выполнены с использованием современного поверенного оборудования и средств измерений, стандартных методик качественного и количественного анализа. Данные

экспериментальных исследований получены в результате многократных измерений с последующей обработкой методами математической статистики. Воспроизводимость результатов не выходит за пределы допустимых погрешностей.

**Личный вклад соискателя состоит** в постановке и проведении экспериментальных и теоретических исследований, обработке и анализе экспериментальных данных, обсуждении результатов и формулировке итоговых выводов и заключений, разработке технологических схем, написании публикаций по теме диссертации и участии в конференциях различного уровня.

По своему содержанию диссертация Фазуллина Р.Х. отвечает паспорту специальности 2.6.7. Технология неорганических веществ.

По формуле специальности:

– п.2. Технологические процессы (химические, физические и механические) изменения состава, состояния, свойств, формы сырья, материала в производстве неорганических продуктов.

По области исследований:

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

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

**Результаты, полученные в ходе исследования, могут быть использованы для выполнения научных исследований и организации учебного процесса в следующих научных организациях и вузах:** ФГБОУ ВО «Казанский национальный исследовательский технологический университет», ФГБОУ ВО «Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова», ФГБОУ ВО «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева»; в научных организациях, занимающихся фундаментальными проблемами в области изучения способов утилизации кислотных смесей и создания коммерчески востребованных продуктов на их основе, в том числе в ФКП «Авангард», ФКП «Тамбовский пороховой завод», ФКП «Казанский государственный казенный пороховой завод».

В ходе защиты диссертации не было высказано критических замечаний; соискатель исчерпывающе ответил на вопросы, задаваемые ему в ходе заседания.

Диссертационным советом сделан вывод, что рассматриваемая диссертация является законченной научно-квалификационной работой, которая соответствует п. 9 «Положения о присуждении ученых степеней» (Постановление Правительства РФ №842 от 24.09.2013 г., в редакции от 11.09.2021 г.).

На заседании 21.12.2021 года диссертационный совет 24.2.312.04 принял решение присудить Фазуллину Ринату Хабибулловичу ученую степень кандидата технических наук по специальности 2.6.7. Технология неорганических веществ за решение задачи по разработке технологии утилизации отработанных кислотных смесей производства нитратов целлюлозы с получением азотных и азотно-калийных удобрений, обеспечивающей повышение экологичности и энергоэффективности производства.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 17 человек, из них 8 докторов наук по специальности 2.6.7. Технология неорганических веществ (технические науки), участвовавших в заседании, из 23 человек, входящих в состав совета, проголосовал: за – 17, против – нет, недействительных бюллетеней – нет.

Председатель  
диссертационного совета,  
д.х.н., профессор

 Дресвянников Александр Федорович

Ученый секретарь  
диссертационного совета,  
к.х.н., доцент

 Межевич Жанна Витальевна

«21» декабря 2021 г.