

ВІДГУК

**офіційного опонента Іванченко Анни Володимирівни
на дисертаційну роботу Челтонова Максима Михайловича
«Одержання амоній і калій перхлоратів та октогену переробкою
енергоконденсованих систем із закінченим терміном зберігання», подану
на здобуття наукового ступеня доктора філософії за
спеціальністю 161 Хімічні технології та інженерія
(галузь знань 16 Хімічна та біоінженерія)**

Актуальність теми дисертаційної роботи.

Пошук раціональних шляхів утилізації енергоконденсованих систем, у тому числі боеприпасів, бойових частин, ракетних двигунів твердого палива із закінченим терміном зберігання є важливою задачею хімічної інженерії.

Актуальність теми дисертаційної роботи зумовлена, перш за все, обмеженістю терміну зберігання енергоконденсованих систем, за межами якого вони втрачають свої якісні характеристики і являються небезпечними у використанні, поводженні та зберіганні.

Сформована у світі ситуація в області переробки енергоконденсованих систем із закінченим терміном зберігання, призводить до небезпечного забруднення навколишнього середовища, визначає нераціональне використання природних ресурсів і приносить значні економічні та екологічні збитки. У той же час, за хіміко-технологічної оцінки енергоконденсованих систем із закінченим терміном зберігання, вони можуть бути досить цінною вторинною сировиною для одержання неорганічних речовин.

Робота спрямована на збереження сировинних і енергетичних ресурсів, підвищення безпеки зберігання озброєнь, зменшення можливостей забруднення атмосфери і водойм, отримання продуктів промислового призначення: амоній і калій перхлоратів та октогену.

Дисертаційне дослідження Челтонова М.М. є своєчасним для хімічної інженерії, адже у ньому розв'язана актуальна науково-технічна задача цільової утилізації компонентів небезпечних енергоконденсованих систем із закінченим терміном зберігання з одержанням амоній і калій перхлоратів та октогену, придатних для повторного цільового використання.

Значимість дисертаційної роботи підтверджується ще й тим, що вона виконувалась у відповідності до «Комплексної програми поетапного скорочення і ліквідації міжконтинентальних балістичних ракет РС-22», затвердженої розпорядженням Президента України від 02.12.1997 р. №423/97-РП, «Програми утилізації твердого ракетного палива міжконтинентальних балістичних ракет РС-22», затвердженої постановами

Кабінету Міністрів України від 29.10.2003 р. № 1684; 30.11.99 р. № 2185; 07.06.2006 р. № 812; 30.06.2010 р. № 526, планів науково-дослідних робіт державного підприємства «Науково-виробниче об'єднання «Павлоградський хімічний завод».

Ступінь обґрунтованості наукових положень, висновків і рекомендацій, сформульованих у дисертації. Наукові положення, висновки і технологічні рішення, що розроблені й відображені у дисертаційному дослідженні достатньо обґрунтовані та не суперечать теоретичним засадам хімічної технології.

Для вирішення поставленої науково-технічної задачі автором використано сучасні теоретичні та експериментальні методи досліджень у хімічній інженерії: ІЧ-спектроскопія, диференційно-сканувальна калориметрія, хімічний, пікнометричний, енергодисперсійний, рентгенофлуоресцентний та хроматографічний аналізи. Визначення фізико-механічних характеристик дослідних зразків композиційних складів твердого ракетного палива здійснено деформаційним методом, оцінку зміни гранулометричного складу кристалів у часі і їх форми проведено лазерно-дифракційним аналізом. Оптимальний склад емульсійних вибухових речовин із домішками металополімерного залишку після вилучення з нього амоній перхлорату та октогену визначено за допомогою теоретичних термохімічних розрахунків.

Наукова новизна дисертаційної роботи.

Автором вперше:

- розкрито закономірності вилучення амоній перхлорату з твердого ракетного палива; виявлено вплив температури, швидкості обертання механічної мішалки, часу екстракції на ступінь вилучення NH_4ClO_4 з твердого ракетного палива; визначено коефіцієнти масопереносу ($1,964 \cdot 10^{-4}$ і $2,271 \cdot 10^{-4}$), предекспоненціальні константи (1,10 і 0,82) і загальні емпіричні рівняння вилуговування амоній перхлорату при температурах 20 °С і 80 °С;

- встановлено оптимальні параметри одержання амоній перхлорату, що забезпечують вихід цільової фракції 160–315 мкм на рівні 89–90%: швидкість охолодження розчину 0,3–0,4 град/хв, швидкість обертання мішалки 1500 об/хв, концентрація підживлювального розчину 400–480 г/л, концентрація затравочних кристалів 50–110 г/л;

- виявлено особливості одержання вторинного KClO_4 методом конверсії водного розчину вилученого з твердого ракетного палива NH_4ClO_4 ; визначено, що 10% надлишок КОН від стехіометричного підвищує вихід цільового продукту до 81,59–90,43%, при цьому вміст основної речовини складає 88,5–95,5%, яке задовольняє нормативним показникам KClO_4 ;

– визначено оптимальні технологічні параметри вилучення октогену з полімерної матриці із застосуванням диметилсульфоксиду: вологість вихідної полімерної матриці в діапазоні 3,0–23,5 %, температура сушки вихідної полімерної матриці 90–100 °С, співвідношення диметилсульфоксид: полімерна матриця = 2:1–3:1, температура вилучення 60–80 °С, час екстракції 2–4 години, швидкість перемішування 800–1000 об/хв; запропоновано отриманий вторинний октоген за параметрами чутливості до удару та тертя, що відповідає нормативним вимогам і придатний до цільового використання;

– обґрунтовано оптимальні концентраційні межі утилізації металополімерного залишку після вилучення амоній перхлорату та октогену у складі промислових емульсійних вибухових речовин як енергетичної домішки; встановлено, що присутність до 10 % (мас.) металополімерного залишку призводить до збільшення теплового ефекту вибуху емульсійної вибухової речовини на 11 % без утворення додаткового обсягу токсичних газів; вміст металополімерного залишку у складі емульсійної вибухової речовини понад 10% призводить до зниження детонаційних параметрів на 17,3% та стрімкого підвищення кількості токсичних газів вибуху.

Практичне значення дисертаційної роботи. Здобувачем одержано продукти промислового значення: амоній і калій перхлорати, октоген, які відповідають нормативним характеристикам і придатні до цільового використання у нових складах твердого ракетного палива, неелектричних системах ініціювання та на підприємствах спецхімії. Виготовлено дослідні зразки нового композиційного складу твердого ракетного палива на основі одержаного амоній перхлорату, які відповідають вимогам нормативної документації. Запропоновано шляхи утилізації відходів переробки твердого ракетного палива: металополімерного залишку та водних розчинів амоній перхлорату. Визначено рецептури промислових емульсійних вибухових речовин, що дозволяють утилізувати відходи переробки твердого ракетного палива після вилучення NH_4ClO_4 і октогену: емульсійна енергоконденсована система 60,7–63,2 % (мас.), амоній нітрат гранульований 20,9–22,8 % (мас.), металополімерний залишок 6,8–9,0 % (мас.), стабілізуючий розчин на основі 20 % водного розчину амоній перхлорату 10 % (мас.). Здійснено техніко-економічне обґрунтування технології одержання вторинних амоній і калій перхлоратів, октогену на основі енергоконденсованих систем із закінченим терміном зберігання. Рентабельність промислової реалізації запропонованої технології отримання вторинних перхлоратів складає 30 %, час окупності \approx 3,34 роки; при одержанні вторинного октогену – 42,7 %, термін окупності \approx 2,34 років.

Оформлення дисертаційної роботи. Дисертація Челтонова М.М. складається із анотації, вступу, 4 розділів, загальних висновків, списку

використаних джерел і додатків. Повний обсяг дисертації становить 219 сторінок друкованого тексту, включає 46 таблиць, 61 рисунок, список використаних джерел і 4 додатки.

Перший розділ містить критичний огляд науково-технічної літератури з обраної теми у якому охарактеризовано тверді ракетні палива та їх компонентний склад, існуючі методи утилізації енергоконденсованих систем. Представлено способи вилучення компонентів, що входять до складу твердого ракетного палива, вимоги до амоній і калій перхлоратів, октогену, шляхи утилізації відходів твердого ракетного палива після вилучення цільових компонентів. У першому розділі також поставлено задачі та сформульовано мету дисертаційного дослідження, що полягає у встановленні закономірностей одержання амоній і калій перхлоратів та октогену переробкою енергоконденсованих систем із закінченим терміном зберігання.

У другому розділі описано лабораторні установки, що складені здобувачем, зокрема, одержання вторинного амоній перхлорату методом спрямованої кристалізації, калій перхлорату, деструкції полімерної матриці з використанням нітратної кислоти, вилучення октогену органічними розчинниками з полімерної матриці твердого ракетного палива. А також екстракції октогену з полімерної матриці твердого ракетного палива «великої» фракції із застосуванням диметрилсульфоксиду, отримання сфероїдизованого октогену методом гідромеханічного обкачування, представлено матеріали, реагенти та вихідні речовини.

Третій розділ присвячений оригінальним результатам власних експериментальних досліджень здобувача, а саме, виявлення умов вилучення амоній перхлорату з твердого ракетного палива, закономірностям процесу отримання NH_4ClO_4 методом спрямованої кристалізації, придатного для цільового використання, особливостям виготовлення зразків композиційних складів твердого ракетного палива на основі вторинного амоній перхлорату, залежностям вилучення NH_4ClO_4 з робочої рідини гідромеханічного розмиву твердого ракетного палива у дослідно-промислових умовах. Здобувачем представлено умови одержання калій перхлорату конверсією водних розчинів NH_4ClO_4 , дослідження процесу вилучення октогену, у тому числі і вторинного, з продуктів утилізації твердого ракетного палива. Крім того, у третьому розділі наведено результати експериментів із утилізації відходів твердого ракетного палива після вилучення амоній перхлорату й октогену.

У четвертому розділі описано технологічні схеми процесів отримання амоній і калій перхлоратів та вторинного октогену. Розраховано матеріальні баланси технологічних процесів отримання амоній і калій перхлоратів та октогену, оцінено витрати на їх одержання.

Структура рукопису дисертації є цілком логічною та послідовною, що дозволило дисертантові всебічно охопити й розкрити предмет дослідження. Загальні висновки відображають основну суть роботи.

Повнота викладення здобувачем основних результатів дисертаційної роботи в публікаціях.

За результатами дисертаційного дослідження опубліковано 24 наукові праці, у тому числі 12 у наукових фахових виданнях (з яких 3 – у виданнях України, включених до міжнародних наукометричних баз, 1 стаття опублікована одноосібно), 2 – у закордонних виданнях, 1 стаття в інших наукових виданнях.

Наукові положення дисертаційної роботи достатньо повно апробовано на 9 міжнародних науково-технічних конференціях, у тому числі V Міжнародній науково-практичній конференції «Проблеми координації воєнно-технічної та оборонно-промислової політики в Україні. Перспективи розвитку озброєння та військової техніки» (11–12 жовтня 2017 р., м. Київ); VII Міжнародній науково-практичній конференції «Інноваційні енерготехнології» (9–13 вересня 2019 р., м. Одеса); науково-практичній конференції «International scientific integration 2020» (13–14 листопада 2020 р., США).

Оцінка мови та оформлення дисертації. Дисертаційна робота написана державною мовою, технічно грамотно, у відповідності до вимог Міністерства освіти і науки України.

Зауваження до дисертаційної роботи.

1. Здобувачем запропоновано чимало нових технологічних рішень з обраної теми, проте, на жаль, відсутні патенти на підтвердження технічної новизни.

2. У тексті дисертації не знайшло відображення впровадження результатів дисертаційного дослідження у навчальний процес.

3. Для чіткого уявлення гідродинаміки реакторів, варто було б представляти результати досліджень із використанням критерію Рейнольдса замість об/хв. Температуру експерименту бажано було б на графіках перевести у Кельвіни, які використовуються у термодинаміці.

4. На ст. 2 вказано, що «...споряджені корпуси двигунів твердого ракетного палива із закінченим терміном зберігання, кількість яких в Україні сягає 1800 т». На ст. 29 вже зазначено, що «...в Україні більше 30 років наявні двигуни твердого ракетного палива у кількості до 1800 т із закінченим терміном зберігання...». Яке значення є коректним? Результати, що наведені у дисертаційній роботі, актуальні лише для ДП «НВО «ПХЗ» (м. Павлоград) чи і для інших установ, що вирішують завдання безпечної переробки ракетних двигунів твердого палива? Яку кількість амоній та калій перхлоратів,

октогену можна отримати із 1800 т вихідної сировини?

5.Рис. 1.3, ст.50 складно назвати технологічною схемою, скоріше структурною блок-схемою.

6. Ст. 65, у роботі використано стандарти радянських часів на нітратну кислоту, диметилформаїд, диметилсульфоксид, спирти етиловий та ізопропіловий, воду дистильовану. У тексті дисертації зустрічається хімічна номенклатура застарілого формату: «азотна кислота», «аміак» точніше «нітратна кислота», «амоніак».

7.Схеми лабораторних установок рис.2.1 та 2.2 надто спрощені. У розділі 2 «Методика експериментів» бажано було б надати літературні посилання на праці здобувача, зокрема це стосується посилань на розроблені автором установки для проведення досліджень. У оригінальному розділі 3, після кожного підрозділу зазначено опубліковані здобувачем роботи, для детального сприйняття взаємозв'язку результатів досліджень та публікацій варто було б вказувати посилання на праці перед таблицями і рисунками.

8.На ст. 131 представлено результати досліджень залежності часу розкладання полімерної матриці твердого ракетного палива від концентрації нітратної кислоти та температури. Якими міркуваннями обрано для досліджень концентрацію HNO_3 саме 25, 56, 70 % (мас.)? Згідно з експериментом, зі збільшенням концентрації кислоти тривалість розкладання знижується і за концентрації $\text{HNO}_3 \approx 70$ % досягає мінімального значення. Найбільший вихід (74,1%) октогену досягнутий у досліді із застосуванням 56 % HNO_3 , а тривалість розкладання найменша при 70 %.Даний експеримент потребує додаткового роз'яснення.

9.Математичні рівняння, представлені у дисертації, мають спрощений характер і здебільшого представляють залежність однієї величини від іншої (рівняння 3.3, ст.102; 3.6, ст.138; 3.7 ст. 139).

10.У підрозділі 4.3 показано зведені матеріальні баланси процесів отримання амоній і калій перхлоратів та октогену (табл. 4.1, 4.2, 4.3, 4.4, 4.5). Для розуміння кількісних характеристик технологічних потоків, відходів, що утворюються у виробництві та втрат доцільно було б представити розрахунки матеріальних балансів у додатках до дисертації.

Разом з тим, вказані недоліки, відмічені у роботі, не знижують цінності дисертаційного дослідження і не зменшують його наукового та практичного значення.

Рекомендації щодо використання результатів дисертаційного дослідження в практиці.

Вважаю, що із дисертаційною роботою Челтонова М.М. слід ознайомити заклади вищої освіти та науково-дослідні установи України, які мають відношення до технологій переробки вторинних ресурсів, та

організацій, що займаються цільовою утилізацією компонентів небезпечних енергоконденсованих систем із закінченим терміном зберігання.

Рекомендувати матеріали дисертації для використання у навчальному процесі при викладанні розділів дисциплін, пов'язаних з переробкою вторинної сировини у хімічній технології та інженерії, екології.

Загальні висновки до дисертаційної роботи. В цілому, робота є завершеною, має суттєве значення для хімічної інженерії, виконана на високому рівні, демонструє здатність автора узагальнювати і у науковому стилі опрацювати матеріал.

За своєю актуальністю, новизною і практичним значенням, достовірністю одержаних результатів та висновків представлена дисертація Челтонова Максима Михайловича «Одержання амоній і калій перхлоратів та октогену переробкою енергоконденсованих систем із закінченим терміном зберігання» відповідає вимогам МОН України до кваліфікаційних наукових праць, а саме Наказу МОН України № 40 від 12 січня 2017 року «Про затвердження Вимог до оформлення дисертації», та вимогам, передбаченим п. 9, 10, 11 «Порядку проведення експерименту з присудження ступеня доктора філософії», затвердженого постановою Кабінету Міністрів України від 6 березня 2019 р. № 167.

Вважаю, що здобувач Челтонов Максим Михайлович заслуговує присудження наукового ступеня доктора філософії за спеціальністю 161 Хімічні технології та інженерія (галузь знань 16 Хімічна та біоінженерія).

Офіційний опонент,
доктор технічних наук, доцент,
професор кафедри хімічної технології неорганічних
речовин
Дніпровського державного технічного
університету



Анна ІВАНЧЕНКО

Особистий підпис професора Іванченко А.В. засвідчую

Учений секретар Дніпровського державного
технічного університету

к. соц. наук, доцент




Л.М. Сорокіна

Відсутні карієтмов до спецради
ДПР 08.078.006 18.05.2021р.

Толова
спецради

Толує В.І.