

УТВЕРЖДАЮ



Первый проректор
Горного университета,
д.э.н., профессор

Пашкевич Н.В.

ноября 2022 г.

ОТЗЫВ

ведущей организации – федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Санкт-Петербургский горный университет» на диссертацию Набиулина Руслана Нурловича «Низкотемпературное атмосферное окисление сульфидных золотомедных флотоконцентратов», представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.2. Metallургия черных, цветных и редких металлов

1. Актуальность темы диссертации

Запасы легко цианируемого золота с каждым годом сокращаются, и все больше золотодобывающих предприятий проводят изыскания технологий переработки руд разного вида упорности.

Основными золотоносными сульфидными минералами являются: пирит, арсенопирит и минералы меди.

Переработка сульфидных золотомедных руд и концентратов по классической цианистой технологии приводит к высоким расходам реагентов и низкому извлечению золота. Для повышения эффективности процесса извлечения драгоценных металлов необходимо разрушить сульфидные минералы и извлечь медь из продукта переработки перед цианидным выщелачиванием, что позволит снизить расходы основных реагентов.

Использование атмосферного окисления является перспективным способом переработки упорного золотомедного флотоконцентрата при температуре 90-95 °С в кислой или щелочной среде после предварительного сверхтонкого измельчения в связи с меньшими капитальными и эксплуатационными затратами в сравнении с обжигом, бактериальным и автоклавным окислением.

Процессы, основанные на сверхтонком помоле и атмосферном окислении, хорошо изучены для сульфидных золотосодержащих концентратов.

Однако применительно к полиметаллическому минеральному сырью разработанные технологические схемы позволяют эффективно извлекать драгоценные металлы, а извлечение сопутствующих цветных металлов находится на неудовлетворительном уровне.

В связи с этим научный и практический интерес представляет разработка технологической схемы низкотемпературного атмосферного окисления для переработки сульфидного полиметаллического сырья с достижением максимальных показателей по извлечению цветных и драгоценных металлов.

2. Структура и содержание работы

Диссертация изложена на 141 странице машинописного текста, содержит 45 рисунков и 37 таблиц. Диссертация состоит из 4 глав и содержит: введение, обзор литературных источников по теме диссертации, теоретическую и экспериментальную части, заключение, список литературы, включающий 105 наименований, и 3 приложения.

Во введении рассмотрена актуальность темы диссертационной работы, сформулированы основная цель и направления исследования. Изложены научные положения, выносимые на защиту. Раскрыты научная и практическая значимость работы.

В первой главе представлен аналитический обзор научно-технических публикаций по теме диссертационной работы, проведен анализ современного состояния золотодобывающей промышленности, дана краткая характеристика упорного золотосодержащего сырья и оценка существующих способов его переработки.

Сформированы научные и практические задачи диссертационной работы.

Во второй главе представлены результаты изучения вещественного золотомедного флотоконцентрата. Фазовым анализом установлена упорность золотомедного флотоконцентрата к цианистому процессу.

Приведены результаты исследований по атмосферному окислению по специально разработанной методике с барботажем кислородом и воздухом при температуре 85-95 °С; концентрация серной кислоты составляла 50 г/дм³, Ж:Т = 20:1. Продолжительность опыта составляла 24 ч, отбор проб осуществлялся каждые 2 ч. Для исследований использовался флотоконцентрат, из которого были удалены порообразующие минералы.

Показано, что в процессе окисления сульфидов с использованием в качестве окислителя воздуха сульфиды меди окисляются активнее, чем при

использовании кислорода. Причем при использовании кислорода в твердой фазе продукта окисления переосаждается вторичный сульфид меди. Однако с увеличением продолжительности окисления вторичный сульфид меди медленно, но окисляется до сульфата. При окислении воздухом в твердых продуктах содержание вторичного сульфида меди менее 0,03 %. Наличие переосажденного сульфида меди объясняет факт более низкой динамики выщелачивания меди из золотомедного флотоконцентрата ввиду образования пленки, препятствующей окислению теннантита и халькопирита.

Приведены расчеты энергии активации по методу кинетической функции при окислении теннантита кислородом и воздухом.

В третьей главе приведены результаты разработки технологической схемы переработки золотомедного флотоконцентрата, представлена методика проведения исследований, оценены основные технологические параметры, влияющие на процесс атмосферного окисления.

Также приведена принципиальная схема переработки золотомедной руды, включающей низкотемпературное атмосферное окисление

В четвертой главе представлены результаты промышленных испытаний по переработке золотомедного флотоконцентрата. Проведено сопоставление технологий низкотемпературного атмосферного окисления с использованием в качестве окислителя кислорода и предлагаемого трехстадиального (воздух-кислород-воздух).

Приведено экономическое сравнение технологии автоклавного и низкотемпературного атмосферного окисления.

Заключение содержит краткие результаты проведенных исследований.

Приложения содержат сопутствующие расчетные данные и акт промышленных испытаний на золотоизвлекательной фабрике горно-обогатительного комбината «Березняковский» АО «Южуралзолото Группа Компаний» (Челябинская область).

3. Научная новизна диссертации

Установлено, что при низкотемпературном атмосферном окислении в сернокислотной среде золотомедных концентратов с использованием в качестве окислителя кислорода на поверхности сульфидов образуется пленка в виде переосажденных вторичных сульфидов меди, снижающая скорость окисления сульфидов.

Определена кажущаяся энергия активации; реакции окисления

теннантита при использовании кислорода протекают во внешнедиффузионной области ($E_a = 26,4$ кДж/моль), а при барботаже воздухом – в переходной области ($E_a = 36,0$ кДж/моль).

Установлено, что в процессе сернокислотного окисления сульфидных золотомедных концентратов при дефиците кислорода в начальный период процесса в первую очередь происходит окисление сульфидов меди, без переосаждения вторичных сульфидов.

Практическая значимость работы: разработана методика для изучения основных закономерностей низкотемпературного атмосферного окисления золотомедного флотоконцентрата, позволяющая удалить порообразующие минералы плавиковой кислотой с последующим атмосферным окислением с барботажом кислородом и воздухом при различной температуре с добавлением серной кислоты.

Установлены оптимальные параметры атмосферного окисления: Ж:Т составляет 4:1, продолжительность 18 ч (8 ч воздухом, 2 ч кислородом и 8 ч воздухом), температура процесса 90-95 °С, концентрация H_2SO_4 50 г/дм³. При этом извлечение меди составило 80 %, золота при последующем цианировании 90-95% (на основании проведенных исследований получен патент РФ № 2749309).

Разработана технология низкотемпературного атмосферного окисления для переработки сульфидного золотомедного концентрата, упорного к цианистому процессу. Технология испытана в промышленном масштабе на действующем производстве и использована в технологическом регламенте проектирования промышленного предприятия по переработке упорной золотомедной руды одного из месторождений Урала.

Использование разработанной трехстадиальной технологии окисления позволит увеличить прибыль на 175 млн. руб. в сравнении с аналогичной технологией, где в качестве окислителя применяется кислород.

4. Достоверность и апробация результатов исследований подтверждается использованием аттестованных физических (инструментальных) и физико-химических методов анализа, применением современных средств измерений, математической обработкой результатов исследований и промышленными испытаниями.

Основные результаты работы докладывались на конференциях с международным участием и международном конгрессе, совещании.

6. Общая оценка диссертации, вопросы и замечания

Оформление диссертации производит благоприятное впечатление, а графические и табличные материалы достаточно полно отражают полученные автором результаты.

Материал в диссертации изложен научным, технически грамотным языком. Все главы работы логически связаны между собой, содержат выводы, по которым можно судить о завершенности раздела и решении задач на конкретном этапе исследования. Рисунки, цветные иллюстрации и графики, приведенные в работе, выполнены качественно и полноценно дополняют текстовую информацию. Автореферат отвечает основному содержанию работы, а поставленные в диссертации задачи решены в полном объеме.

По содержанию диссертации и автореферата имеются следующие вопросы и замечания:

1. На странице 12 автореферата и на странице 53 диссертации говорится, что выделение пленки ковеллина на поверхности медных минералов идет за счет взаимодействия раствора сульфата меди с сероводородом. Однако в работах, посвященных данной тематике приводится другой механизм образования сульфидных пленок, который описывается уравнением: $\text{MeS} + \text{CuSO}_4 \rightarrow \text{MeSO}_4 + \text{CuS}$. Возможно, что при продувке воздухом идет более интенсивное растворение медных минералов, в результате чего возникает дефицит поверхности первичных медных минералов для осаждения пленки в виде вторичных минералов и тогда ее образование идет за счет взаимодействия с сероводородом.
2. Принципиальная схема (стр. 13 автореферата и стр. 100 диссертации): после низкотемпературного окисления и сгущения более логично было бы добавить операцию фильтрации, которая позволила бы максимально забрать медьсодержащий кек, осуществить его отмывку перед нейтрализацией и снизить обводнение схемы в целом.
3. Осаждение меди из раствора осуществляется при ее концентрации $3,81 \text{ г/дм}^3$, что приведет к образованию небольшого количества осадка сульфида меди, поэтому перед его фильтрацией целесообразно добавить операцию сгущения.

4. В таблице 3.11 стр. 89 представлена массовая доля в продукте осаждения, % Cu-22, As-0,4, Fe-1,9 и Zn-0,6. На стр. 90 диссертации говорится, что основную долю медных осадков составляет медь (от 22,0 до 29,0 %), сера (от 27,59 % до 28,90 %) и железо до 50 %. Каким образом содержание железа может достигать такой величины?
5. На стр. автореферата 14 процесс атмосферного выщелачивания идет при подкислении серной кислотой до 50 г/дм³, а в тексте диссертации на стр. 112 эта операции идет с концентрацией серной кислоты 100 г/дм³; чем обусловлена такая разница?
6. Процесс низкотемпературного атмосферного окисления реализуется в реакторе, похожем на автоклав (рис. 4.1.); чем обусловлен выбор именно такого оборудования?
7. Не совсем понятно назначение операции отмывки после известковой обработки.

Указанные замечания не снижают ценность и общую положительную оценку диссертации.

7. Заключение

Результаты исследований Набиулина Р.Н. содержатся в 2-х статьях, опубликованных в журналах из перечня изданий, рекомендованных ВАК РФ, а также 1 статье в рецензируемом научном издании, входящем в международную реферативную базу данных Scopus. Имеется 1 патент.

Автореферат отвечает основному содержанию работы, а поставленные в диссертации задачи решены в полном объеме.

Диссертация Набиулина Р.Н. является законченной научно-квалификационной работой, выполненной автором самостоятельно, на современном научном уровне, содержит результаты, обладающие научной новизной и практической значимостью для предприятий цветной металлургии, занимающихся вопросами переработки сульфидных руд и концентратов, содержащих золото и цветные металлы. Это позволяет считать, что диссертация Набиулина Р.Н. соответствует п. 9 «Положения о порядке присуждения ученых степеней», утвержденного постановлением Правительства РФ от 24.09.2013 г., №842, а ее автор – Набиулин Руслан Нурлович – достоин

присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.2. Metallургия черных, цветных и редких металлов.

Отзыв обсужден и одобрен на заседании кафедры металлургии федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Санкт-Петербургский горный университет». Присутствовало на заседании 9 чел., результаты голосования: «за» – 9, «против» – нет, «воздержались» – нет, протокол заседания № 5 от «15» ноября 2022 г.

Председатель заседания -
заведующий кафедрой металлургии,
доктор технических наук,
профессор

Бажин Владимир Юрьевич

Секретарь заседания –
инженер кафедры металлургии

Брылевская Елена Анатольевна

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Санкт-Петербургский горный университет»
Почтовый адрес: Россия, 199106, Санкт-Петербург, Васильевский остров, 21 линия д.2
Официальный сайт: <https://spmi.ru/>
Тел. +7-812-382-01-28, e-mail: rectorat@spmi.ru



Сделано по: В.Ю. Башина, Е.А. Брылевская
Инженер управления делопроизводства
и контроля документооборота

Е.Р. Яновицкая

15.11.2022