

ОТЗЫВ

официального оппонента на диссертационную работу
Сидорова Ивана Александровича
**«РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИИ ИЗВЛЕЧЕНИЯ ЗОЛОТА ИЗ УПОРНЫХ
СУЛЬФИДНЫХ КОНЦЕНТРАТОВ НА ОСНОВЕ ПРОЦЕССА
СВЕРХТОНКОГО ПОМОЛА»**,

представленную на соискание ученой
степени кандидата технических наук по специальности
05.16.02 - Металлургия чёрных, цветных и редких металлов

На отзыв представлен автореферат на 19 стр. и диссертация, состоящая из введения, 7 глав и заключения, изложенных на 152 страницах машинописного текста, содержащая 40 рисунков, 39 таблиц, списка использованной литературы из 129 наименований.

1. Актуальность выбранной темы исследования

Актуальность темы диссертационного исследования сомнений не вызывает и определена тремя направлениями:

- во-первых, объекты исследования – это золотосульфидные флотоконцентраты, полученные при переработке руд месторождений Российской Федерации: «Боголюбовское», «Березняки», «Маломыр», «Кекура», «Петропавловское» (доля извлекаемого цианированием золота: 37,4; 21,44; 16,3; 55,3 и 73,9 % соответственно), такое минеральное сырьё является упорным и составляет 50 % прогнозных ресурсов России и 30 % – мировых запасов;

- во-вторых, существующие способы подготовки упорных концентратов к извлечению золота цианированием имеют ряд недостатков: термохимическая обработка – высокие расходы реагентов и электроэнергии; бактериальное окисление – ограниченность применения, обусловленная сложностью вещественного состава сырья, экстенсивность процесса, неполнота вскрытия золотосодержащей матрицы; автоклавное выщелачивание – высокие расходы электроэнергии; сверхтонкое измельчение по технологиям Albion (разработчик компания MIM Holdings – Xstrata Plc) и LeachOx (разработчик компания Maelgwyn Mineral Services, Великобритания) – не прошли достаточную апробацию;

- в-третьих, предлагаемая автором технология гидрометаллургической переработки флотоконцентрата на основе сверхтонкого измельчения и последующей кислородно-известковой обработки, обеспечивает инвестиционную привлекательность минерально-сырьевых объектов, в том числе не востребованных в настоящее время.

2. Общая методология и методика исследования

В главе 1 дана характеристика упорных золотосульфидных руд и концентратов, по литературным и патентным источникам сделан критический анализ современного состояния способов переработки упорного минерального сырья, основанных на применении сверхтонкого измельчения, технологиях Albion и LeachOx с последующим гидрометаллургическим переделом.

Аналитический обзор научно-технических публикаций по теме диссертационной работы позволил выявить перспективные направления переработки упорного минерального сырья с тонковкрапленным золотом, отличающиеся простотой технологической и технической реализации проекта, имеющие низкие капитальные и эксплуатационные затраты, позволяющие повысить эффективность извлечения благородного ме-

талла и определить цель, задачи, разработать программу диссертационных исследований.

Во 2 главе приведены результаты исследований по изучению закономерностей окисления тонкоизмельченных золотосодержащих мономинеральных фракций пирита и полисульфидного продукта в процессе кислородно-известковой обработки.

В ходе аналитических исследований детально изучен вещественный состав проб материала, в том числе с использованием современного инструментария: автоматизированного дифрактометра SHIMADZU XRD-6000; прибора MasterseizerHydro 2000MU (A) фирмы Malvern; анализатора СОРБТОМЕТР-М; рентгеноспектрального микроанализатора САМЕВАХ SX50; волнового рентгеновского спектрометра и энергодисперсионного спектрометра KEVEX; анализатора «Эксперт-009» с потенциометрическим датчиком. Термодинамическое моделирование процесса кислородно-известковой обработки выполнено с использованием метода «минимизации свободной энергии Гиббса» при помощи программного комплекса «СЕЛЕКТОР» (WinSel).

Изучена динамика окисления мономинеральной фракции пирита в процессе кислородно-известковой обработки (ПКИО). Установлено, что максимальная степень окисления пирита на 98-99 % получена при крупности бисерного помола 10 и 7 мкм и продолжительности ПКИО 98 ч.

Экспериментально установлено, что: 1) получена максимальная степень окисления FeS_2 при температуре обработки 80°C с продувкой кислородом; 2) не происходит фазовых превращений и структура минерала остается прежней при измельчении мономинеральной фракции пирита в мельнице с использованием в качестве измельчающей среды керамических шаров; 3) происходят структурные изменения тонкоизмельченного пирита в ПКИО при поддержании рН пульпы на уровне не менее 4 путём добавления CaCO_3 или CaO (основными твердыми продуктами окисления сульфидных минералов являются гипс ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), оксиды железа, в т.ч. гетит (FeOOH) и сера элементная); 4) прирост в извлечении золота цианированием с 21,6 % до 96,8 % отмечен при увеличении степени окисления мономинеральной золотосодержащей фракции пирита с 0 до 97,4 %; 5) с уменьшением тонины помола при бисерном измельчении пирита в значительной степени возрастает его удельная поверхность с $2,1 \text{ м}^2/\text{г}$ при исходной крупности 95 % - 0,071 мм до $14,89 \text{ м}^2/\text{г}$ при крупности 95 % - 7 мкм; 6) при достижении крупности пирита 10 мкм в разных измельчительных аппаратах, качественные показатели отличаются: при цианировании измельченного до 10 мкм пирита в шаровой мельнице извлечение золота составило 14,3 % и при бисерном измельчении – 21,6 %; 7) при степени окисления 13,45 % удельная поверхность пирита составляет $16,3 \text{ м}^2/\text{г}$, а при окислении этого же материала на 99,28 % - $76,3 \text{ м}^2/\text{г}$ соответственно.

По экспериментальным данным выполнен расчет удельной скорости окисления пирита при проведении кислородно-известковой обработки. На основании полученных данных графическим способом, используя уравнение Аррениуса, рассчитана величина кажущейся энергии активации.

Изучены фазовые превращения пирита, входящего в состав полисульфидного продукта в процессе проведения кислородно-известковой обработки. При окислении полисульфидного продукта на 90-92 % отмечено значительное уменьшение массовой доли пирита и образование гидроксидных и ярозитных соединений железа.

При цианировании окисленного полисульфидного продукта отмечено повышение извлечения золота с 18,6 % до 94,6 %, с уменьшением расхода цианистого натрия с 48 кг/т до 4 кг/т в зависимости от его степени окисления.

В 3 главе изучено влияние сверхтонкого бисерного помола и процесса кисло-

родно-известковой обработки на вскрытие золота упорных сульфидных концентратов различного вещественного состава и представлены результаты исследований по переработке упорных золотосульфидных флотоконцентратов, полученных при обогащении руд месторождений «Боголюбовское», «Березняковское», «Кекура», «Петропавловское», «Маломыр». Показано, что включение в схему ПКИО тонкоизмельченных концентратов позволяет существенно повысить извлечение золота при цианировании икратно сократить расход NaCN. Для ряда флотоконцентратов испытана схема с включением двухстадиальной кислородно-известковой обработки, основанной на продувке тонкоизмельченной пульпы кислородом, и отмечены преимущества этой технологии.

В 4 главе перспективным объектом исследований для разработки технологии гидрометаллургической переработки выбран золотосульфидный флотоконцентрат, полученный при обогащении руд месторождения «Кекура», расположенного в районе Крайнего Севера.

Проведены исследования по оптимизации условий двухстадиального ПКИО и сорбционного цианирования флотоконцентрата. Установлены следующие оптимальные параметры: 1) для двухстадиального ПКИО: крупность бисерного помола – 90-95 % минус 10 мкм, температура обработки - 70-80 °С, загрузка $Pb(NO_3)_2$ - 5 кг/т, продолжительность - 24 ч, расход CaO - 215 кг/т, расход O_2 - 100-110 кг/т; 2) для сорбционного цианирования: концентрация NaCN 1-2 г/дм³, расход NaCN ~13 кг/т, продолжительность - 8-16 ч. Изучены реологические свойства тонкоизмельченного флотоконцентрата «Кекура», определена оптимальная вязкость пульпы для проведения гидрометаллургических процессов.

В целом лабораторные исследования показали, что предварительный бисерный помол флотоконцентрата «Кекура», позволяет повысить извлечение золота при его цианировании с 51,4 до 69,2 %. Дальнейшее повышение извлечения до 77-83,4 % возможно путём проведения известково-кислородной обработки измельчённого флотоконцентрата, позволяющей окислить до 36-57 % сульфидов.

В 5 главе представлены результаты полупромышленных испытаний технологии гидрометаллургической переработки флотоконцентрата месторождения «Кекура».

Измельчение флотоконцентрата проводили в вертикальной бисерной мельнице МБП-1 производства ООО «БФК Инжиниринг», которая работает по принципу агитационных шаровых мельниц с ускорением измельчающей среды при помощи вала агитатора. Определен удельный расход электроэнергии для достижения конечной крупности флотоконцентрата, который составил 35,6 кВт-ч/т. Отмечено увеличение удельной поверхности измельченного флотоконцентрата с 4,74 м²/г (исходная крупность 92,6 % - 71 мкм) до 16,4 м²/г (92,4 % - 10 мкм).

Непрерывные укрупненные испытания угольно-сорбционной технологии переработки продуктов известково-кислородной обработки проведены в режиме СІІ-процесса (без стадии предварительного цианирования, в связи с умеренной сорбционной активностью флотоконцентрата – 18 %).

В оптимальных условиях получена твёрдая фаза хвостов цианирования со средним содержанием золота 5,48 г/т и жидкая фаза с концентрацией золота 0,03 мг/дм³, суммарные потери - 5,51 г на 1 т флотоконцентрата. Операционное извлечение золота на уголь составило в среднем 84,07 %.

В 6 главе по итогам комплекса проведенных технологических исследований рекомендована гидрометаллургическая схема извлечения золота из упорного сульфидного флотационного концентрата, полученного при переработке руды ме-

сторождения «Кекура» на основе сверхтонкого измельчения и последующей кислородно-известковой обработки.

Материал, представленный в главах 5-6, целесообразнее было не разбивать из-за ограниченности объёма главы 6: две страницы.

В 7 главе приведён укрупненный технико-экономический расчет технологий переработки упорного золотосульфидного флотоконцентрата «Кекура» по трем вариантам. Вариант 1: сверхтонкий помол, ПКИО, сорбционное цианирование (операционное извлечение золота на уголь 84,07 %); вариант 2: автоклавное окисление, сгущение, фильтрация, известковая обработка, сорбционное цианирование (операционное извлечение золота на уголь 94,9 %); вариант 3: бактериальное выщелачивание, фильтрация, известковая обработка, сорбционное цианирование (операционное извлечение золота на уголь 94,5 %).

Укрупненные технико-экономические расчеты, предложенной автором технологии, при годовой производительности предприятия 1200 тыс. т. руды в год показали, что экономический эффект может составить около 1,16 млрд. руб и 187,8 млн.руб. в сравнении с автоклавно-цианистой и биогидрометаллургической технологией соответственно, благодаря сокращению капитальных затрат, годовых эксплуатационных расходов и затрат на аффинаж.

На основании вышеизложенного, можно констатировать, что основные этапы научных экспериментальных исследований: мономинеральная фракция - лабораторные исследования - полупромышленные испытания, реализованы в полном объёме.

Следует отметить логическую чёткость изложения результатов исследований и высокий методический уровень выполненной работы.

3. Степень обоснованности, достоверности, новизны научных положений, выводов и рекомендаций, сформулированных в автореферате и диссертации подтверждаются: представительностью проб; использованием комплекса современных физико-химических методов исследований в аттестованных лабораториях с применением апробированных методик; проведением достаточного количества экспериментов и получением большого объёма данных; сопоставимостью результатов физико-химического моделирования и экспериментального факторного анализа; удовлетворительной сходимостью результатов теоретических гипотез автора с данными экспериментальных исследований; применением методов математической статистики для обработки экспериментальных данных; экономической рентабельностью новых технологических решений.

Основные положения и результаты исследований, представленные в диссертационной работе, докладывались на различных конференциях, симпозиумах, конгрессах и получили одобрение ведущих специалистов: «Перспективы развития технологии переработки углеводородных, растительных и минеральных ресурсов» (Иркутск, 2014), «Инновационное развитие горно-металлургической отрасли» (Иркутск, 2016), «Прогрессивные методы обогащения и комплексной переработки природного и техногенного минерального сырья» (Плаксинские чтения, Астана, 2014), International Mineral Processing Congress (IMPC 2014, г. Сантьяго, Чили), «Комбинированные процессы переработки минерального сырья: теория и практика», (г. Санкт-Петербург, 2015 г.), Плаксинские чтения (Санкт-Петербург, 2016 г.).

4. Научная новизна полученных результатов

Соискателем выдвинуты три научных положения. Наиболее существенными научными результатами, полученными лично соискателем, считаю следующими:

- впервые разработана методика исследований эффективного способа подготовки упорного золотосодержащего концентрата к цианированию сверхтонким помолом и кислородно-известковой обработкой вскрытых сульфидных минералов на основе интерпретации химических превращений твердых веществ и растворённых компонентов по диаграммам Пурбе функций Eh-pH полей устойчивости пирита, пирротина, арсенопирита;

- предложена оригинальная научная гипотеза, сущность которой заключается в том, что эффективный способ подготовки упорного золотосульфидного концентрата к цианированию в сорбционном режиме, может быть достигнут сверхтонким измельчением в бисерной мельнице до крупности 10 мкм с последующей кислородно-известковой обработкой в две стадии: на первой стадии окислением пульпы кислородом до pH – 2-3, на второй – известковой обработкой до pH – 10.5-11.0, таким образом, чтобы степень окисления сульфидов составляла 35-55 %;

- установлены закономерности изменения фазового состава мономинеральной фракции пирита на основе термодинамической модели процесса кислородно-известковой обработки, имитирующей окисление тонкоизмельчённого материала крупностью 10 мкм;

- экспериментально подтверждено, что конечными продуктами окисления мономинеральной фракции пирита, подвергнутого сверхтонкому измельчению и кислородно-известковой обработке, являются элементарная сера и гипс, аморфные (ярозитные и гидроксидные) соединения железа, массовая доля которых повышается при увеличении продолжительности обработки и степени окисления сульфидов;

- экспериментально установлено, что фазовые и структурные изменения мономинеральной фракции пирита, входящего в состав полисульфидного продукта, происходят в процессе деструкции поверхности минералов при сверхтонком измельчении и кислородно-известковой обработке вскрытых сульфидов;

- впервые установлено, что при достижении одинаковой конечной крупности измельчения пирита, удельная поверхность продукта существенно выше при использовании бисерной мельницы (керамическая бисерная загрузка типа ZS – силикат циркония), чем шаровой, вследствие различных условий контакта частиц материала и мелющих тел (большее количество и узкий разброс скорости), что позволяет увеличить количество эффективных соударений и приводит к передаче большого количества деформирующей энергии, положительно сказывается на динамике окисления сульфидов и извлечении золота при последующем цианировании;

- установлены закономерности изменения доли окислившейся сульфидной серы от продолжительности процесса кислородно-известковой обработки при различной крупности и от условий кислородно-известковой обработки с варьированием температуры и замены кислорода на воздух при продувке пульпы;

- впервые получены для исследуемого упорного минерального сырья зависимости удельной поверхности измельчённого пирита в бисерной мельнице от следующих показателей: доли окислившейся сульфидной серы, массовой доли окислившейся серы, продолжительности процесса известково-кислородной обработки;

- установлено, что при кислородно-известковой обработке упорного сульфидного материала, процесс окисления пирита протекает в диффузионной области, где величина кажущейся энергии активации составляет 15,56 кДж/моль, а скорость процесса окисления лимитируется скоростью транспорта кислорода к реакционной поверхности;

- впервые установлены следующие экспериментальные зависимости показателей и параметров, выявленные в процессе кислородно-известковой обработки и последу-

ющего сорбционного цианирования, позволяющие управлять степенью окисления сульфидных минералов и осуществлять прогноз извлечения золота из упорных концентратов с целью существенного повышения эффективности гидрометаллургического перелома: 1) извлечения золота при цианировании из полисульфидного продукта от степени окисления минералов; 2) тонины помола концентрата от: продолжительности измельчения в бисерной мельнице, от энергетических затрат при различной плотности пульпы, от загрузки мельницы бисером, от скорости вращения вала агитатора мельницы; 3) вязкости пульпы от отношения Ж:Т для флотоконцентрата, измельченного до 10 мкм; 4) содержания золота в насыщенном угле от равновесной концентрации золота при цианировании продукта известково-кислородного окисления;

- впервые научно обоснована и разработана технология эффективной рентабельной переработки сульфидных концентратов на основе создания условий предварительной подготовки упорного материала к цианированию после сверхтонкого измельчения и последующей известково-кислородной обработки, позволяющая значительно сократить концентрацию тиоцианидов в хвостах сорбции, что положительно сказывается на последующем сокращении расхода гипохлорита при обезвреживании.

Следует отметить логическую чёткость изложения результатов исследований, что свидетельствует о практическом опыте работы соискателя в научно-исследовательской области. В целом, результаты, полученные автором, являются новыми научными знаниями по специальности 05.16.02 - Metallургия чёрных, цветных и редких металлов.

5. Практическая значимость работы

1. Оценена возможность применения нового способа подготовки упорного золотосодержащего сырья к цианированию с полным оптимизационным пакетом режимных параметров, осуществляемого сверхтонким измельчением с последующей кислородно-известковой обработкой вскрытых сульфидов, для извлечения благородного металла из флотоконцентратов различного вещественного состава и отличающихся степенью упорности, полученных при обогащении руд месторождений Российской Федерации («Боголюбовское», «Петропавловское», «Березняки», «Маломыр», «Кекура»).

2. Достигнуто на основе сверхтонкого помола и кислородно-известковой обработки упорных золотосульфидных флотоконцентратов месторождений «Боголюбовское», «Петропавловское», «Березняки» повышение извлечения золота при цианировании на 30-70 %.

3. Совместно со специалистами ООО «БФК Инжиниринг» разработана аппаратурная схема сверхтонкого измельчения флотоконцентрата в вертикальной бисерной мельнице МБП-1. Достигнута конечная крупность измельчения 92,4 % класса минус 10 мкм при суммарных затратах электроэнергии на измельчение - 35,6 кВт-ч на 1 т флотоконцентрата.

4. Разработана рентабельная технология извлечения золота из упорного сырья, относящаяся к области гидрометаллургии благородных металлов, которая может быть использована для перспективных объектов аналогичного вещественного состава. Практическая значимость и приоритет новых технологических решений подтверждены патентом Российской Федерации (№ 2598742).

5. Разработан технологический регламент для проектирования цеха по переработке флотационного концентрата месторождения «Кекура» (Чукотский АО), мельница МБП-1 производства ООО «БФК Инжиниринг» рекомендована к использованию.

6. Оценка содержания диссертации

Диссертация имеет внутреннее единство всех глав. Автореферат отражает содер-

жание диссертации. Содержание диссертации соответствует содержанию 11 опубликованных работ, в том числе – трём в ведущих рецензируемых научных журналах и изданиях, внесённых в перечень журналов и изданий, утверждённых Высшей аттестационной комиссией Минобрнауки РФ.

Полученные результаты теоретических и экспериментальных исследований соответствуют поставленной цели и задачам. Автор умело показал результативность проведённого исследования.

Диссертационная работа и автореферат написаны стилистически и терминологически грамотным инженерно-техническим языком. Оформление, форматирование текста автореферата и диссертации отвечают требованиям нормативных документов («Диссертация и автореферат диссертации. Структура и правила оформления»).

Следует отметить большой объём экспериментальных исследований и высокий научный потенциал соискателя, детально проведённый технико-экономический расчёт новых технологических решений.

7. Личный вклад автора

Личное участие автора заключается в обосновании задач исследования, разработке методик, планировании и проведении лабораторных и полупромышленных испытаний, анализе и обработке полученных результатов, выполнении расчётов.

8. Замечания и рекомендации по автореферату диссертации:

1. При проведении экспериментальных исследований доказано, что при фазовых изменениях в процессе кислородно-известковой обработки в ходе окисления пирита кроме других химических соединений образуется гипс ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), не приведёт ли это к интенсивному образованию труднорастворимых осадков в пульпопроводах, в контактных чанах и другом оборудовании, что может осложнить технологический процесс?

2. Для ряда флотоконцентратов, в том числе для месторождения «Кекура», испытана гидрометаллургическая технология с включением двухстадийной кислородно-известковой обработки, поэтому в рекомендуемой схеме переработки флотоконцентрата, необходимо это было учесть (рис.6, стр.15 автореферата; рис. 6.1. стр.121 диссертации). Также не указана масса укрупнённой пробы флотоконцентрата, наработанного в промышленных условиях из руды месторождения «Кекура» при испытаниях, проводимых в АО «Иргиредмет». Требуется пояснения пределов граничных условий применения данной технологии.

3. Окажет ли существенное влияние на рекомендуемые оптимальные технологические параметры кислородно-известкового вскрытия сульфидов упорных флотоконцентратов такой геолого-технологический фактор как наличие двух и более генераций пирита и постоянно меняющееся соотношение пирита и арсенопирита (при условии значительного преобладания первого)? На первой стадии ПКИО окисление пульпы осуществляется кислородом до pH – 2-3, не потребуется ли кислотостойкое оборудование при реализации процесса I стадии?

Указанные замечания, рекомендации и уточнения не снижают высокого качества, представленной диссертационной работы.

9. Заключение

Диссертация Сидорова Ивана Александровича является законченной научно-квалификационной работой, выполненной автором самостоятельно, в которой изложены новые научно-обоснованные технологические решения актуальной задачи – повышение извлечения золота из упорных сульфидных концентратов с использованием гидрометал-

лургической технологии на основе сверхтонкого измельчения, что позволяет вовлечь в эксплуатацию аналогичные месторождения упорных руд России и имеет существенное значение для развития металлургической отрасли страны.

Диссертация по своему содержанию соответствует паспорту специальности 05.16.02 - Металлургия чёрных, цветных и редких металлов (п.2, п.4, п.5, п. 9, п.13); профилю диссертационного совета Д 212.073.02; требованиям п. 9 «Положение о порядке присуждения учёных степеней», предъявляемым к диссертационным работам на соискания учёной степени кандидата технических наук.

Сидоров Иван Александрович заслуживает присуждения учёной степени кандидата технических наук по специальности 05.16.02 - Металлургия чёрных, цветных и редких металлов.

Доктор технических наук, доцент,
профессор кафедры «Безопасность жизнедеятельности»
Федерального государственного бюджетного
образовательного учреждения высшего образования
«Забайкальский государственный университет».

Лидия Владимировна Шумилова

Тел: 89243756651, 89144798280, e-mail: shumilovalv@mail.ru.
ЗабГУ: 672039, г. Чита, ул. Александро-Заводская, дом 30.

Подпись заверяю
Начальник Управления кадров
О. В. Евтушок



«03» 12 2018 г.