

ОТЗЫВ

официального оппонента на диссертационную работу
Набиулина Руслана Нурловича на тему:
**«НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОЕ АТМОСФЕРНОЕ ОКИСЛЕНИЕ
СУЛЬФИДНЫХ ЗОЛОТОМЕДНЫХ ФЛОТОКОНЦЕНТРАТОВ»**,
представленную на соискание ученой
степени кандидата технических наук по специальности
2.6.2. – Metallургия чёрных, цветных и редких металлов

На отзыв представлен автореферат на 18 стр. и диссертация, состоящая из введения, 4 глав, заключения и 3 приложений, изложенных на 141 странице машинописного текста, содержащая 37 таблиц, 45 рисунков, библиографический список из 105 наименований.

1. Актуальность темы диссертационного исследования

Актуальность темы диссертационного исследования сомнений не вызывает, так как Россия – крупная сырьевая держава. Минерально-сырьевая доктрина России является основой инновационной политики государства, которая должна базироваться на рациональном и комплексном использовании минерального сырья, в том числе упорного полиметаллического.

2. Оценка содержания диссертации. Степень обоснованности научных положений выводов и рекомендаций

В диссертационной работе на защиту вынесены четыре научных положения, обоснованные совокупностью представленных диссертационных материалов, подтверждаемых и научно аргументированных автором.

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 проанализировано современное состояние технологий извлечения золота и меди из полиметаллического сырья. Рассмотрена минерально-сырьевая база и классификация золота по видам упорности к цианистому процессу. Представлены данные на 2021 г о запасах золота ведущих стран мира и объемах производства благородного металла за 2020-2021 гг. двадцатью крупными российскими компаниями. Рассмотрена классификация упорности руд по В.В. Лодейщикову.

Уделено внимание способам извлечения драгоценных и цветных металлов из полиметаллического минерального сырья, в том числе из золотомедных руд и концентратов гидрометаллургическим и пирометаллургическими методами, включая автоклавное, бактериальное и атмосферное окисление. Рассмотрены альтернативные передовые технологии Albion и Leachox низкотемпературного атмосферного окисления золотомедного сырья с применением механического воздействия (сверхтонкое измельчение, ультратонкое измельчение), разработанные и внедрённые следующими горноперерабатывающими компаниями: «Mount Isa Mines» («Xstrata Plc»), Австралия – технологии Albion (Albion Process); «Panterra

Gold Ltd» (Лас-Лагунас) – Albion; «Maelgwyn Mineral Services» (MMS), Уэльс, Великобритания – Leachox; «GeoProMining» (Армения, Арагатская ЗИФ)); «African Пионер Майнинг» (рудник Агнес, Южная Африка) – Leachox; «Васильковский ГОК» в Казахстане – Leachox, которые принципиально не отличаются друг от друга.

Дана краткая характеристика минерала теннантита ($Cu_{12}As_4S_{13}$) и блеклых руд ($Cu_3(Sb,As)S_3$ или $Cu_{12}(Sb,As)_4S_{12}$), как объектов исследования.

В целом с учётом представленных аналитических материалов, выявлена актуальная научно-техническая задача – разработка технологии переработки сульфидных золотомедных флотоконцентратов с использованием низкотемпературного атмосферного окисления, обеспечивающей полноту извлечения золота и меди. Сформулирована идея работы и поставлены задачи исследования.

Вторая глава посвящена изучению вещественного состава сульфидного золотомедного флотоконцентрата (химический, минеральный), полученного из руды месторождения «Березняковское» (Урал). Фазовым анализом установлена упорность золотомедного флотоконцентрата к цианистому процессу: извлечение золота составило 36 % при расходе цианида от 30 до 50 кг/т, наибольшее количество упорного золота содержится в теннантита – 3,5 г/т; в халькопирите (0,4 г/т) и пирите (0,2 г/т). Приведены карты характеристического излучения основных составляющих компонентов золотомедного флотоконцентрата в аншлафиках-брикетах; результаты фазового (рационального) анализа золотомедного флотоконцентрата на золото; распределение золота по сульфидным минералам.

Изложена методика и проведены исследования по низкотемпературному атмосферному окислению на предварительно измельченном золотомедном флотоконцентрате в бисерной мельнице (80 % класса 10 мкм). Исследования по атмосферному окислению проводили с барботажем кислородом и воздухом при температуре 85-95 °С, концентрация серной кислоты составляла 50 г/дм³, соотношение Ж:Т=20:1, продолжительность опыта – 24 ч, отбор проб осуществлялся каждые 2 ч. Изучены основные закономерности процесса сернокислотного атмосферного выщелачивания золотомедного флотоконцентрата.

Проведены термодинамические расчеты с использованием термодинамических баз данных (ИВТАНТЕРМО, FACT – Facility for the Analysis of Chemical Thermodynamics; JANAF, HSC Chemistry). Представлены следующие диаграммы: окисления сульфидов при pH 3 и ниже (система серная кислота-сульфид-кислород); фазовая системы Fe-O-S; Пурбе систем Fe-S-H₂O, Cu-Fe-S-H₂O и Cu-S-As-H₂O.

Приведены результаты исследований по низкотемпературному окислению золотомедного флотоконцентрата с барботажем кислородом и с барботажем воздухом. Автором работы разработаны положения сернокислотного окисления сульфидных золотомедных концентратов, заключающиеся в том, что при дефиците кислорода в начальный период процесса, в первую очередь происходит окисление сульфидов меди без переосаждения вторичных сульфидов, значительная часть железа окисляется до двухвалентной формы. При дальнейшем окислении

кислородом, продукты окисления представлены в виде растворенных сульфатов в своей высшей валентности Fe^{3+} , которые начинают окислять пирит без освобождения водорода в объём раствора. При увеличении продолжительности окисления, вторичный сульфид меди медленно, но окисляется до сульфата. При окислении воздухом, в твердых продуктах содержание вторичного сульфида меди становится менее 0,03 %. 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, препятствующая окислению теннантита и халькопирита, этим и объясняет факт более низкой кинетики выщелачивания меди.

По классическому методу расчета определена кажущаяся энергия активации. Установлено, что реакции окисления теннантита при барботаже кислородом протекают во внешне диффузионной области ($E_a=26,4$ кДж/моль), что подтверждается экспериментальными данными – наличие пленки вторичного сульфида меди на поверхности теннантита. При барботаже воздухом реакции окисления сульфидов протекают 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.

Процесс совместного окисления пирита и теннантита при низкотемпературном атмосферном окислении золотомедного флотоконцентрата состоит из трёх этапов: первый – подвод реагентов и окислителя к минералу; второй – окисление сульфидов с переводом в жидкую фазу ионов Fe^{2+} ; Cu^{2+} ; AsO_4^{3-} , образование слоя элементарной серы и сероводорода; третий – взаимодействие сероводорода с растворенными ионами Cu^{2+} и образование вторичного сульфида меди (пленки), выпадающего на поверхности теннантита, которая приводит к снижению динамики выщелачивания сульфидов.

На основании выше изложенного следует считать, что первое научное положение, касающиеся механизма окисления пирита и теннантита при использовании в качестве окислителя кислорода и воздуха, достаточно обосновано и доказано.

В третьей главе представлена методика экспериментальных исследований и, разработанная автором, принципиальная схема сернокислотного атмосферного окисления сульфидных золотомедных концентратов.

Представлены результаты лабораторных исследований процесса низкотемпературного атмосферного окисления сульфидов и по низкотемпературному окислению золотомедного флотоконцентрата. Проведена оценка влияния технологических параметров на процесс низкотемпературного атмосферного окисления золотомедного флотоконцентрата. Установлены экспериментальные зависимости: извлечения меди и золота в раствор и расхода цианида от крупности флотоконцентрата; извлечения меди и золота в раствор от температуры окисления; извлечения золота в раствор при цианировании кека от концентрации серной кислоты в процессе окисления; расхода цианида от концентрации серной кислоты.

Установлено, что для увеличения извлечения золота и меди из золотомедного флотоконцентрата, его необходимо измельчить до 20 мкм. Это позволяет получить следующие преимущества: увеличить извлечение золота при цианировании с 36 до 92 % при использовании кислорода и до 87 % при использовании воздуха; снизить расход цианида с 30 до 15,5 кг/т при использовании кислорода и до 9,4 кг/т при использовании воздуха. Установлены оптимальные технологические параметры низкотемпературного атмосферного окисления: температура 90-95 °С, концентрация серной кислоты 50 г/дм³, соотношение жидкого к твердому – 4:1, продолжительность 18 ч (8 ч воздухом, 2 ч кислородом и 8 ч воздухом).

Исследованиями установлено, что без очистки растворов, медные осадки содержат 20-30 % меди, 0,2-0,4 % мышьяка. Для получения более качественного медного осадка перед осаждением меди, необходимо проводить очистку растворов от мышьяка и трехвалентного железа. В результате данной операции получают медные осадки с содержанием меди 50 %, мышьяка менее 0,1 %, что соответствует по ГОСТу марке КМ0.

Показано, что в процессе взаимной нейтрализации (сернокислотный раствор, продукт цианирования, раствор известковой обработки), концентрация цианионов уменьшается в 5 раз и составляет в конечном продукте обезвреживания 40 мг/дм³.

По результатам выполненных исследований разработана рекомендуемая технологическая схема низкотемпературного атмосферного окисления золотомедного флотоконцентрата. Схема использовалась для разработки технологического регламента для проектирования золотоизвлекательной фабрики.

Приведены 67 оптимальных технологических параметров основных операций переработки золотомедного флотоконцентрата (низкотемпературное атмосферное окисление, противоточная отмывка, известковая обработка, противоточная отмывка, цианирование продукта известковой обработки, переработка растворов атмосферного окисления, осаждение мышьяка, осаждение меди), обеспечивающих эффективное извлечение благородных металлов (золото) и сопутствующих цветных металлов (медь).

Новизна нового технологического решения подтверждается патентом Российской Федерации № 2749309. Способ извлечения золота и меди из сульфидного золотомедного флотоконцентрата (заявитель и патентообладатель АО «Иргиредмет»).

Таким образом, основные этапы экспериментальных исследований, как важной составной части научных исследований, реализованы в полном объеме: выполнено обоснование постановки и объема лабораторных экспериментов, определен порядок реализации экспериментов; сделан выбор варьирующих факторов; определена последовательность изменения факторов и интервала их измерения. Результаты обработаны и проанализированы.

Анализ материалов главы и значительный объем теоретических исследований позволяет считать второе научное положение доказанным.

Четвертая глава. Третье научное положение доказывается на основе результатов проведённых лабораторных, опытно-промышленных и промышленных испытаний разработанной соискателем технологии переработки упорных золото-медных флотоконцентратов, включающей следующие основные операции: тонкое измельчение, трехстадиальное атмосферное окисление флотоконцентрата, гидрометаллургические способы извлечения золота и меди.

Проведены промышленные испытания переработки флотоконцентратов, полученных при обогащении руд Березняковского месторождений, на действующей золотоизвлекательной фабрике по угольно-сорбционной технологии с предварительным низкотемпературным атмосферным окислением. Промышленные испытания низкотемпературного атмосферного окисления проведены в 2 этапа с 1 ноября 2017 по 4 декабря 2017 г (1 этап – 17 дней, 2 этап – 17 дней). Объект исследования – лежалые хвосты цианирования флотационного концентрата, накопленных на ЗИФ с 2013 по 2016 г. Акт промышленных испытаний утверждён управляющим директором АО «ЮГК» от 27.12.2017.

Таким образом, изложенные доказательства, позволяют констатировать, что третье научное положение достаточно обосновано.

Четвёртое научное положение базируется на результатах промышленных испытаний разработанной технологической схемы переработки упорных золото-медных флотоконцентратов, включающей тонкий помол, трехстадиальное атмосферное окисление флотоконцентрата и извлечение цветных и драгоценных металлов металлургическими способами и сопоставления с результатами технико-экономического сравнения вариантов переработки руд «Березняковского» месторождения на действующем предприятии с использованием методов автоклавного окисления. Соискателем также разработана подробная аппаратная схема с изображением 49 агрегатов основного и вспомогательного оборудования.

Извлечение меди в раствор при низкотемпературном атмосферном окислении кислородом составило 74 %, воздухом-кислородом-воздухом – 78 %. В процессе цианирования окисленного концентрата кислородом, извлечение золота составило 86,8 % с расходом цианида 10,1 кг/т, а воздухом-кислородом-воздухом извлечение золота составило 89,0 % с расходом цианида 8,2 кг/т. Расход кислорода на атмосферное окисление по первому варианту составил 1491 м³/ч, по второму варианту – 199 м³/ч кислорода, 7409 м³/ч воздуха. Расход электроэнергии на генерацию кислорода по первому варианту составил 100 кВт/ч на 1 т концентрата, по второму варианту: воздух-кислород-воздух – 48,5 кВт/ч на 1 т концентрата.

По результатам сравнительного анализа технико-экономических показателей сделан вывод о преимуществе варианта низкотемпературного атмосферного окисления перед вариантом автоклавного окисления. Расчетная чистая прибыль при автоклавном окислении составила 3 728 033 тыс. руб., а при низкотемпературном атмосферном окислении – 3 844 176 тыс. руб.

Сравнительный анализ показал, что рекомендуемая автором схема, позволяет не только увеличить денежный поток за счёт повышения прибыли от реализации товарной продукции золота и меди на 1758233 тыс. руб.; но и снизить рас-

ход цианида и эксплуатационные затраты при использовании менее энергоёмкого оборудования для генерации кислородно-воздушной смеси.

Представленные результаты промышленных испытаний и объём аналитических материалов, позволяют считать четвёртое научное положение доказанным.

В целом диссертационная работа выполнена на высоком научном и профессиональном уровне, обоснованность научных положений, следует оценить положительно.

4. Практическая значимость работы:

- разработана методика для изучения основных закономерностей процесса низкотемпературного атмосферного окисления золотомедного флотоконцентрата;

- установлены оптимальные технологические параметры низкотемпературного атмосферного окисления: Ж:Т, продолжительность и температура процесса, концентрация серной кислоты;

- разработана технология низкотемпературного атмосферного окисления для переработки сульфидного золотомедного концентрата упорного к цианистому процессу.

Полученные теоретические и экспериментальные результаты позволили автору работы сформулировать рекомендации и перспективные направления дальнейшей разработки темы исследований.

4. Обоснованность и достоверность результатов исследований

Обоснованность и достоверность результатов исследований подтверждается представительностью технологических проб, применением современного комплекса аттестованных физических (инструментальных) и физико-химических методов анализа, использованием современного сертифицированного оборудования, стандартных методов испытаний и способов измерений; использованием стандартных и отраслевых методик; получением большого объёма данных, сопоставимостью итогов лабораторных исследований с результатами опытно-промышленных и промышленных испытаний; сходимостью теоретических и экспериментальных результатов; применением методов математической статистики для обработки экспериментальных данных; экономической рентабельностью новых технологических решений; успешным внедрением (использованием) разработанной технологической схемы в технологическом регламенте предприятия по переработке упорной золотомедной руды.

5. Соответствие диссертации и автореферата требованиям положения о порядке присуждения учёных степеней

Новизна научных положений, сделанные выводы и представленные рекомендации, соответствуют требованиям, предъявляемым к диссертационным работам. Полученные результаты теоретических и экспериментальных исследований, соответствуют поставленной цели, задачам и являются новыми научными знаниями по специальности 2.6.2. – Металлургия чёрных, цветных и редких металлов.

В диссертации и автореферате содержатся все необходимые материалы для квалификации научной работы, в соответствии с требованиями Положения о присуждении ученых степеней. В них содержатся новые научные результаты и положения – обоснованные технологические решения, выдвигаемые соискателем для публичной защиты. Работа прошла необходимую апробацию.

6. Личный вклад соискателя в разработку научной проблемы, репрезентативность эмпирического материала

Личный вклад автора состоит в: выявлении проблемы и обосновании идеи работы, постановке целей и задач исследований; формировании методологического подхода для решения поставленных задач; разработке комплекса перспективных технологических методов решения проблемы; проведении лабораторных исследований по низкотемпературному атмосферному окислению упорных золото-медных флотоконцентратов, извлечению драгоценных и цветных металлов из окисленных продуктов; выполнении теоретических расчетов термодинамических и кинетических закономерностей процесса низкотемпературного атмосферного окисления; разработке рекомендуемой технологической схемы низкотемпературного атмосферного окисления для переработки сульфидного золотомедного концентрата; участии в промышленных испытаниях; анализе и обобщении полученных результатов.

7. Оценка содержания диссертации, её завершенности, подтверждение публикаций автора

Диссертация имеет внутреннее единство всех глав. Автореферат отражает содержание диссертации. По материалам исследований опубликовано 9 работ, в том числе 2 статьи в рецензируемых журналах, рекомендованных ВАК Российской Федерации; 1 статья – в рецензируемом научном издании, входящем в международную базу данных Scopus; получен 1 патент РФ на изобретение.

При публикации основных научных результатов соискателем соблюдены требования ВАК РФ, изложенные в пунктах 11, 13 и 14 Положения о присуждении ученых степеней. Фактов использования в диссертации заимствованного материала без ссылки на автора или источника заимствования, а также результатов научных работ, выполненных в соавторстве, без ссылки на соавторов не установлено.

Оформление, форматирование текста автореферата и диссертации отвечают требованиям нормативных документов, в частности, ГОСТ Р 7.0.11-2011 «Диссертация и автореферат диссертации. Структура и правила оформления».

8. Замечания по работе

1. Третье защищаемое научное положение, следовало сформулировать с научной точки зрения и желательно было объединить с четвертым научным положением, по следующим причинам: во-первых, провести лабораторные исследования и промышленные испытания без разработки технологии невозможно; во-вторых,

сопоставление экономических показателей применяемой альтернативной технологии с рекомендуемой и её экономическая целесообразность внедрения, является обязательным требованием при разработке новых технологических решений.

2. Последовательность операций очистки от мышьяка и железа, осаждение меди, представленная на принципиальной схеме проведения лабораторных исследований (рис.3.1. стр.70 диссертации) и на принципиальной схеме переработки золотомедной руды, включающей низкотемпературное атмосферное окисление (рис.3.14. стр.70, табл. 3.14, стр.92 диссертации и рис.8, стр.13 автореферата) не единичны.

3. В предлагаемой схеме переработки флотоконцентрата образуются четыре типа твердых и жидких отходов, в том числе мышьяковистый осадок (кек) в операции очистки от As. В диссертационной работе предусмотрена общая стратегия утилизации отходов, которая заключается в их обезвреживании и совместном складировании в хвостохранилище наливного типа с последующим их захоронением. Не целесообразнее ли было предусмотреть захоронение мышьяковистых осадков отдельно без объединения их с хвостами флотации и обезвреженной пульпой сорбционного цианирования, так как в противном случае переработка техногенных отходов хвостохранилища, которые можно использовать в перспективе как вторичное сырьё будет невозможна? Правительством РФ (паспорт Национального проекта «Экология») определён конкретный срок (01.01.2025г), до которого 6900 промышленных предприятий, оказывающих негативное воздействие на окружающую среду, обязаны получить комплексное экологическое разрешение (КЭР) и сертификат соответствия используемых на предприятии методов и способов наилучшим доступным технологиям. Что позволяет после переработки минерального сырья утилизировать твёрдые техногенные отходы 4 и 5 классов опасности, подвергнуть обезвреживанию сбросы и выбросы до нормативно-допустимых показателей, а токсичные отходы – захоронению. Поэтому эти требования необходимо было уже учесть в технологической схеме, например, показать, что техногенные отходы направляются для использования в строительной и дорожной отраслях.

4. Готовой продукцией являются слитки (сплав) золота лигатурного, в котором содержание золота должно быть не менее 10%, также лимитируется содержание примесей, например, $\Sigma Ag+Cu$ – не ограничено, Pb не >5%, Hg не > 0,1%. В работе рассматривалось только золото, если ли серебро и какого его содержание в исходной руде, во флотационном концентрате и в слитке?

5. В списке литературы диссертации нет ссылок на авторский патент № 2749309 и на научные статьи автора, указанные в автореферате (п.п.4-9), а в автореферате, наоборот, не указана научная статья автора из списка литературы диссертации (п.80, стр.139): Набиулин, Р.Н. Атмосферное окисление золотомедного флотоконцентрата / Р.Н. Набиулин, А.В. Богородский, С.В. Баликов, Ю.Е. Емельянов // Цветные металлы и минералы 2016: сб. тез. докл. VIII Междунар. Конгресса (г. Красноярск, 13–16 сентября 2016 г.). – Красноярск. – 2016. – С. 462–463, ко-

торая в публикациях автореферата (стр.5) учтена в рецензируемом научном издании, входящем в международную базу данных Scopus.

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

9. Заключение по диссертации

Диссертация Набиулина Руслана Нурловича является законченной научно-квалификационной работой, в которой на основании выполненных автором теоретических и экспериментальных исследований, опытно-промышленных и промышленных испытаний, изложены новые научно обоснованные технологические решения по разработке технологии низкотемпературного атмосферного окисления сульфидных золотомедных концентратов, внедрение которых вносит существенное значение для развития металлургического комплекса страны.

Диссертация по своему содержанию соответствует паспорту специальности 2.6.2. – Металлургия чёрных, цветных и редких металлов; профилю диссертационного совета 24.2.307.1 при ФГБОУ ВО «Иркутский национальный исследовательский технический университет»; требованиям п. 9 «Положения о присуждении ученых степеней», утверждённого постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября.2013 г. № 842, предъявляемым к диссертационным работам на соискания учёной степени кандидата наук.

Набиулин Руслан Нурлович заслуживает присуждения учёной степени кандидата технических наук по специальности 2.6.2. – Металлургия чёрных, цветных и редких металлов (технические науки).

Доктор технических наук по специальности 25.00.13 «Обогащение полезных ископаемых», доцент по кафедре «Обогащение полезных ископаемых и вторичного сырья», профессор кафедры «Водное хозяйство, экологическая и промышленная безопасность» федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Забайкальский государственный университет».

Шумилова Лидия Владимировна

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

21 ноября 2022 г.

Я, Шумилова Лидия Владимировна, автор отзыва, даю согласие на включение своих персональных данных в документы, связанные с работой диссертационного совета и их дальнейшую обработку.

