

ОТЗЫВ ОФИЦИАЛЬНОГО ОППОНЕНТА

доктора технических наук Игнаткиной Владиславы Анатольевны
на диссертацию Глаголевой Ирины Викторовны
на тему: «Совершенствование технологии комплексной переработки клинкера
вельцевания цинковых кеков», представленную
на соискание ученой степени кандидата технических наук
по научной специальности 2.8.9. Обогащение полезных ископаемых

Диссертационная работа соответствует паспорту научной специальности
2.8.9. Обогащение полезных ископаемых, направления исследований 3 и 9.

Актуальность. Диссертационная работа посвящена решению актуальной научно-практической проблемы – вовлечению в переработку техногенных медьсодержащих отходов для обеспечения устойчивого развития горно-добывающих и горно-металлургических отрасли предприятий за счет расширения минерально-сырьевой базы меди. Актуальность диссертационного исследования заключается в научном обосновании комбинированной *магнитно-гравитационно-флотационной технологии* переработки клинкера вельцевания цинковых кеков, повышающей технологические показатели переработки техногенного сырья и комплексность использования минеральных ресурсов.

Цель работы – совершенствование комбинированной технологии переработки клинкера вельцевания цинковых кеков на основе углубленного изучения техногенного минерального вещества, регулирования контрастности поверхностных свойств минеральных фаз при флотации.

Новизна диссертационного исследования заключается:

- в раскрытии механизма повышения контрастности флотации сульфидов меди от сульфидов железа при использовании неорганического модификатора – кремнефтористого натрия;
- в установлении взаимосвязи между сростковым составом клинкера и физическим свойством, который выступает в качестве критерия процесса обогащения;

ЗАРЕГИСТРИРОВАНО В ОТДЕЛЕ ДЕЛОПРОИЗВОДСТВА ФГБОУ ВО «МГТУ им. Г.И.Носова»
за № _____
Дата регистрации <u>08.12.2023</u>
Фамилия регистратора _____

- в установлении закономерности извлечения меди в концентрат от расходов реагентов-модификаторов и рН на основе математической модели.

Достоверность и обоснованность результатов исследований подтверждается статистически достоверным количеством экспериментальных данных; разнообразием методов исследований, в том числе с применением сертифицированного инструментального оборудования, совпадением теоретических расчетов, установленных закономерностей и результатов укрупненно-лабораторных испытаний.

Практическое значение заключается:

- в разработанном новом методическом приеме для прогноза обогатимости твердого минерального сырья на основе взаимосвязи сросткового состава и физического свойства как критерия разделения: плотность (гравитационное обогащение); наведенное излучение (радиометрическая предконцентрация);

- в разработке математической модели для оптимизации реагентного режима основной медной флотации, что позволило повысить технологические показатели, снизить удельный расход собирателя в 2,3 раза;

- в разработке технологии разделения клинкера на три продукта, пригодных для использования в смежных отраслях черной и цветной металлургии: медьсодержащий $\beta_{Cu}=14,52\%$, железосодержащий $\beta_{Fe}=50,17\%$, углеродсодержащий $\beta_C=40\%$.

По теме диссертации опубликовано 16 научных трудов, в которых достаточно полно отражены научные положения, выносимые на защиту. Три научные статьи опубликованы в изданиях, входящих в Перечень ВАК; 2 – в изданиях, индексируемых в базе глобального цитирования Scopus; зарегистрирована 1 программа для ЭВМ. В 2017-2021 г.г. основные результаты диссертации апробированы на региональных и международных совещаниях, конференциях и других профессиональных мероприятиях по проблемам переработки минерального сырья.

Личный вклад соискателя в диссертационное исследование сформулирован, сомнений не вызывает.

Содержание автореферата соответствует содержанию диссертации.

Краткая характеристика диссертационной работы. Диссертация изложена на 174 страницах, включая 54 рисунка, 52 таблицы и 8 приложений. Состоит из введения, 5 глав, заключения, списка использованных источников из 131 наименования.

Во введении обосновывается выбор объекта исследований – клинкер вельцевания цинковых кеков Челябинского цинкового завода (ЧЦЗ), который является техногенным комплексным сырьем, содержит медь, кокс, оксиды железа; выбор предмета исследований – текстурно-структурные особенности клинкера инструментально-аналитическими методами минералогии и закономерности разделения клинкерообразующих фаз с применением физических и физико-химическим методов обогащения. Сформулированы цели, научные задачи исследований, представлены – научная новизна, практическая значимость, защищаемые положения, достоверность и апробация полученных результатов.

В первой главе «Анализ практики и технологических перспектив совершенствования обогащения вельц-клинкера» выполнен анализ научно-технических материалов с нескольких позиций:

- клинкер вельцевания цинковых кеков рассмотрен как дополнительный источник получения цветных тяжелых металлов, черных металлов и кокса;
- вовлечение в переработку техногенного отхода (вельц-клинкера), что способствует сдерживанию роста техногенного месторождения – накопителя отходов при переработке цинковых концентратов, что позволяет снизить нагрузку на окружающую среду.

Приведен анализ и оценка источников получения цинковых концентратов и пропродуктов, поступающих на переработку на Челябинский ЦЗ;

представлены металлургические технологии переработки, приводящие к образованию вельц-клинкера.

Изложена информация о минеральном составе клинкера разных металлургических цинковых заводов. Рассмотрены технологии переработки клинкера – пирометаллургия, гидрометаллургия, комбинированные обогатительные по магнитно-флотационным, магнитно-гравитационным, магнитно-гравитационно-флотационным схемам. Выводы по главе подтверждают актуальность проблемы и содержат направления исследований в диссертации.

Вторая глава «Изучение вещественного состава и технологических свойств клинкера» отражает результаты изучения вещественного состава и технологических свойств клинкера ЧЦЗ.

В диссертационном исследовании при изучении вещественного состава установлено присутствие меди в клинкере в виде вторичных сульфидов (69,8%) при значительной исходной массовой доле меди 3,34%. Основная доля цинка – сульфидная – 91,8% при исходной массовой доле цинка 2,02%. Текстура клинкера может быть охарактеризована как массивная, а структура – как порфировая неполнокристаллическая и неравномернoзернистая. При исходной крупности материала в аншлифах -3 мм, медьсодержащие фазы (размер 15 мкм) не раскрыты и находятся в сростках с другими как металлическими, так и неметаллическими, фазами. Размерность цинковых фаз подчиненная. Установлено наличие разных минеральных форм сульфидов железа – троилита FeS , пирротина Fe_7S_8 и пирита FeS_2 . Кокс представляет собой скопления графитоподобного частиц, доля которого достигает 14%. Частицы кокса имеют изометрично-округлую, иногда слегка удлиненную форму, их размеры варьируются от 1 до 5-6 мм. На основе морфометрических данных оценена возможность применения механических и физико-химических методов разделения для разных фаз клинкера. Несмотря на тонкодисперсность, тесное взаимопрораствание и неполную кристаллизацию, минеральные фазы меди, цинка и железа имеют четкие границы срастания.

Выполнен сростковый анализ материала при разной тонине помола, который с одной стороны отнес объект исследований к труднообогатимому, но с другой стороны позволил сформулировать направления для комплексной переработки.

Теоретический анализ возможности разделения на концентрационном столе бинарных сростков медных минералов халькозина и халькопирита с коксом, троилитом, мелилитом (окерманитом), магнетитом и фаялитом по соотношению показал, что для рядовых и богатых сростков халькозина и халькопирита с основными фазами клинкера и сростками кокса составляет более 1,75, что позволяет сделать вывод об эффективности гравитационного разделения при крупности материала менее 0,15 мм.

Таким образом, результаты выполненных теоретических исследований выявила корреляционную связь между сростковым составом и изменением основного критерия разделения, что позволило внести новый методический прием в исследование руд на обогатимость.

Третья глава «Исследование закономерностей разделения фаз клинкера магнитным, гравитационным и флотационным методами» содержит результаты лабораторных исследований клинкера на обогатимость.

Показано, что стандартный реагентный режим флотации с бутиловым ксантогенатом в качестве собирателя при флотации магнитной фракции лежалого клинкера вельцевания цинковых кеков, в которую концентрируется большая доля металлов из исходного клинкера, является недостаточно эффективным процессом.

Соискатель предложил следующую комбинированную схему:

- магнитная сепарация клинкера крупностью -3 мм, напряженность 102 кА/м – измельчение магнитного и немагнитного продукта до крупности -0,5 мм;
- концентрация на столе немагнитной фракции;
- вторая магнитная сепарация магнитной фракции и концентрация на столе немагнитной фракции, полученной после второй магнитной сепарации.

Четвертая глава «Изучение закономерностей флотационного обогащения клинкера» посвящена изучению стандартного реагентного режима с бутиловым ксантогенатом, установлению причин значительных расходах бутилового ксантогената 700 г/т, а также совершенствованию стандартного реагентного режима. Для изучения влияния флотореагентов на флотоактивность клинкера применен потенциометрический метод исследований с химическим контролем состояния жидкой фазы

Установлено, что выщелачивание из клинкера ионов двухвалентного железа с последующим их переводом в комплексы железа $[\text{Fe}(\text{OH})]^+$ и развитие процессов электрохимической коррозии с образованием гидроокисных пленок железа на поверхности минералов является главным отрицательным фактором исследуемой системы при изучении обогатимости клинкера вельцевания методом флотации.

Для снижения концентрации железа в растворе предложена комбинация неорганических модификаторов – кремнефтористого натрия и метабисульфита натрия, сернистого натрия.

К достоинствам работы относится применение статистически достоверных методов исследований - полный факторный эксперимент типа 2^3 с целью оптимизации реагентного режима основной медной флотации, разработана математическая модель. В результате определены рациональные параметры медной флотации: pH 10, Na_2SiF_6 800 г/т, CuSO_4 62 г/т при сниженном расходе бутилового ксантогената до 300 г/т.

Предложен механизм действия фторсиликата натрия по отношению к соединениям железа, что повышает контрастность технологических свойств сульфидов меди и обеспечивает повышение технологических показателей флотации.

Пятая глава «Испытания разработанной технологии обогащения клинкера вельцевания цинковых кеков» содержит результаты укрупненных лабораторных исследований разработанной комбинированной технологии. В разработанной схеме хвосты основной медной флотации представлены как

железосодержащий продукт. Приведенный в диссертации технико-экономический расчет показывает окупаемость технологии.

Кроме того, в диссертацию входят титульный лист, содержание, заключение, список использованных источников и приложения. Структура диссертации и оформление соответствуют ГОСТ Р 7.0.11 – 2011 «Диссертация и автореферат диссертации. Структура и правила оформления».

По диссертационной работе имеются следующие замечания и вопросы:

- 1) «Химический анализ пробы клинкера выполнен на рентгенофлуоресцентном анализаторе (РФА) 8000-DX компании Shimadzu.» с.39.. Какова сходимость результатов данного метода по меди, цинку и др. компонентам с результатами химического аналитического анализа?
- 2) Согласно приведенным в таблице 2.1 данным, суммарное содержание элементов составляет 70,2%. Чем представлены оставшиеся 29,2%?
- 3) Более корректно назвать лабораторную мельницу в исследованиях – рольганг (роликовая мельница), чтобы не было путаницы с барабанной лабораторной мельницей с поворотной осью. Будут ли результаты обогащения иными, если применить барабанную лабораторную мельницу с поворотной осью при сохранении указанных условий измельчения (Т:Ж:Ш)?
- 4) Учтен ли фактор равнопадаемости зерен при исследовании комбинированной гравитационно-магнитной схемы обогащения с доизмельчением?
- 5) Керосин какой марки использован? Чрезвычайно большие расходы во флотацию коксика.
- 6) Увеличение расхода бутилового ксантогена до 700 г/т приводит к росту извлечения за счет значительного прироста извлечения железа и углерода. Растет извлечение бедных сростков. Изучались ли селективные сульфгидрильные собиратели на минералы меди?

7) Перечислить какие ионоселективные электроды применены в потенциометрических исследованиях.

8) Отмечалось ли замедление кинетики флотации сульфидов меди при расходе сернистого натрия в измельчении 400 г/т?

Сделанные замечания не снижают общей положительной оценки диссертации, которая является законченной научно-квалификационной работой, решает важную научно-практическую задачу, имеет новизну и практическую значимость, соответствует паспорту научной специальности.

Таким образом, диссертация соискателя *Глаголевой Ирины Викторовны* является научно-квалификационной работой, в которой изложены новые научно обоснованные технологические решения, по вовлечению в переработку комплексного медьсодержащего техногенного минерального сырья, имеющие существенное значение для устойчивой работы горно-перерабатывающей и горно-металлургической медной промышленности в стране. Диссертация соответствует требованиям п. 9 «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденного постановлением Правительства Российской Федерации от 24.09.2013 г. № 842, предъявляемым к диссертациям на соискание ученой степени кандидата наук, а ее Автор – *Глаголева Ирина Викторовна* заслуживает присуждения искомой ученой степени.

Официальный оппонент,
доктор технических наук,
профессор,
профессор кафедры ОПИ
НИТУ МИСИС,
специальность 25.00.13.

Обогащение полезных
ископаемых
119049, г. Москва, Ленинский
пр.4, стр.1
+7(903)6876829, woda@mail.ru
«04» декабря 2023 г.

Владислава Анатольевна Игнаткина

Подпись руки Игнаткиной В.А. подтверждаю
Проректор по безопасности и общим вопросам
НИТУ МИСИС



И.М. Исаев