

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО НАУЧНЫХ
ОРГАНИЗАЦИЙ (ФАНО РОССИИ)
Федеральное государственное бюджетное
учреждение науки

ИНСТИТУТ МЕТАЛЛУРГИИ
И МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЯ
им. А.А. Байкова
Российской академии наук
(ИМЕТ РАН)

119334, Москва, Ленинский пр., 49
Тел. (499) 135-20-60, 135-86-11; факс: 135-86-80
E-mail: imet@imet.ac.ru <http://www.imet.ac.ru>
ОКПО 02698772, ОГРН 1027700298702
ИНН/КПП 7736045483/773601001

УТВЕРЖДА

Заместитель директора

Д.Т.Н.

А.Г. Колмаков

« 17 »

10

2016 г.

17.10.16. № 12202 -2171/5

На № _____

Г

Г

ОТЗЫВ

ведущей организации на диссертационную работу **Нафталя Михаила Нафтольевича «Научное обоснование и разработка усовершенствованной автоклавной переработки платиносодержащих никель-пирротиновых концентратов»**, представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.02 –Металлургия черных, цветных и редких металлов

Работа Нафталя М.Н. посвящена разработке и внедрению усовершенствованного варианта автоклавно-окислительной технологии переработки платиносодержащих никель-пирротиновых концентратов, обеспечивающего эффективную переработку сложного и «упорного» к автоклавному вскрытию пирротинового сырья – высокосернистых и «лежалых» никель-пирротиновых концентратов.

При обогащении руд Талнахского и Октябрьского месторождений, наряду с медным и никелевым концентратами, формируется самостоятельный продукт –никель-пирротиновый концентрат, который имеет высокое содержание никеля и аномально обогащён платиновыми металлами(5-15 г/т).

Для переработки Норильских платиносодержащих пирротинов в 1979 г. на Надеждинском металлургическом заводе (НМЗ) Норильского комбината была запущена автоклавная технология, не имеющей аналогов в мировой промышленной практике. Проектная схема, положенная в основу гидрометаллургического производства НМЗ, включала: автоклавно-окислительное выщелачивание никель-пирротинового концентрата в режиме низкотемпературного выщелачивания – при 108-112 °С. Для выделения из окисленной пульпы платиновых металлов в схеме была предусмотрена операция

«агрегации» (при 140-150 °С), проводимая в отдельной батарее автоклавов. Целевым продуктом автоклавной технологии является автоклавный сульфидный концентрат, содержащий 8-9 % Ni, который направляют на переработку в пирометаллургическое производство НМЗ с получением фэйнштейна. В качестве побочного продукта получают техническую серу сорта 9950 ($\geq 99,5 S^\circ$), которую вывозят потребителям на «материк». Отвальным продуктом технологии – железогидратные хвосты – являются основным каналом потерь ценных компонентов. После нейтрализации хвосты выводят на долговременное хранение.

При запуске автоклавно-окислительного выщелачивания в низкотемпературном режиме возникли серьёзные трудности. По этой причине данная операция была освоена в режиме высокотемпературного выщелачивания – при 130-150 °С. Это потребовало применения в данной операции специального ПАВ (лигносульфонатов) предотвращающего смачивание сульфидов образующейся расплавленной серой.

Применение ПАВ (лигносульфонатов) в операции автоклавно-окислительного выщелачивания принципиально изменило свойства формирующейся серосульфидной фазы, существенно осложнив гранулообразование. По этой причине автоклавная технология НМЗ была запущена по «короткой» схеме – без операции «агрегация». Вариант «короткой» схемы имел целый ряд существенных недостатков, что ограничило возможности развития обогатительно-металлургического цикла Норильского комбината. Прежде всего, «короткая» схема характеризовалась весьма низким уровнем целевого извлечения платиновых металлов – 45-50 %. Кроме этого, при выщелачивании высокосернистых концентратов ($> 31 \% S$) в автоклавах происходило лавинообразное образование серосульфидных пластов, что приводило к их аварийной остановке. Получаемый автоклавный сульфидный концентрат имел довольно низкое качество, а ошламование элементной серы при выщелачивании, вызванное применением лигносульфонатов, привело к нестабильному протеканию процесса её автоклавной выплавки. Переработка «лежалых» пирротиновых концентратов, накопленных в большом количестве на территории Норильского промрайона, вызывала резкое снижение всех основных показателей автоклавной технологии.

Вместе с тем, автоклавная технология НМЗ занимает ключевое положение в планах стратегического развития НГМК, что связано с намеченным решением 3-х важнейших проблем Заполярного филиала Компании:

- радикального (\sim в 4,6 раз) сокращения выбросов SO_2 с отходящими газами плавильных агрегатов – с ~ 970 до 213 тыс. т S в год;
- значительного повышения качества рудных концентратов за счёт их глубокой

очистки от пирротина с целью повышения производительности плавильных переделов, снижения операционных расходов на металлургических заводах и затрат на строительство сероутилизационных объектов;

- вовлечения в переработку всё более «бедного» и сложного по составу пирротинового сырья, включая ранее заскладированные «лежалые» пирротиновые концентраты и побочные промпродукты обогащения богатых и медистых руд.

Рассмотренные проблемы определили необходимость проведения научного поиска в целях разработки и внедрения научно-обоснованной технологии автоклавной переработки никель-пирротинового сырья на основе «короткой» схемы АОТ НМЗ, обеспечивающей высокое целевое извлечение цветных и драгоценных металлов, возможность выщелачивания высокосернистого и «лежалого» никель-пирротинового сырья.

Диссертационная работа состоит из введения, четырёх глав, выводов, заключения списка литературы из 396 наименований, 4 приложений; включает 43 рисунка и 29 таблиц, содержит 162 страницы основного текста (без учёта приложений, списка литературы, рисунков и таблиц).

В первой главе диссертантом приведён обзор сведений о проблемах автоклавной гидрометаллургии НПК, выполнен критический анализ литературных данных и обобщён опыт использования различных ПАВ при высокотемпературном выщелачивании сульфидных материалов. Представлены данные о формах потерь и закономерностях распределения цветных и платиновых металлов при автоклавно-окислительном выщелачивании пирротинового сырья.

Показано, что ключевым фактором, определяющим основные показатели автоклавной технологии, является поведение элементной серы. Необходимое условие устойчивого протекания выщелачивания в высокотемпературном режиме заключается в добавлении в этот процесс ПАВ, предотвращающего окклюдование сульфидов расплавленной серой и одновременно препятствующего агрегации серы с образованием грубодисперсных серосульфидных частиц (> 150 мкм) – «песков» и гранул.

Значительным потенциалом роста извлечения цветных и платиновых металлов в автоклавной технологии является применение в операции выщелачивания специальных ПАВ, способствующих избирательному экстрагированию ценных компонентов расплавленной элементной серой и формированию серосульфидной фазы в виде частиц флотационного класса крупности ($-150+10$ мкм).

Известные ПАВ при индивидуальном использовании не обладают всем спектром необходимых свойств, предъявляемых к ним процессом высокотемпературного

выщелачивания. В частности, не удаётся эффективно управлять дисперсностью образующейся серосульфидной фазы и обеспечивать экстрагирование каплями жидкой серы минералов ценных компонентов на заключительной стадии процесса.

На основании выполненного анализа и обобщения литературных данных, а также результатов собственных научных изысканий, диссертантом была высказана оригинальная идея о целесообразности применения в операции выщелачивания комбинированного ПАВ. Суть идеи состоит в том, что ингредиенты комбинированного ПАВ должны обладать контрастным действием – проявлять технологический «антагонизм» в отношении воздействия на устойчивость водно-серных эмульсий.

Наиболее полная информация об использовании различных ПАВ в процессах автоклавной гидрометаллургии и обоснованность применения комбинированного ПАВ представлены диссертантом в своей монографии: *ПАВ в автоклавной гидрометаллургии цветных металлов* / М.Н. Нафталъ, С.С. Набойченко, Т.Н. Луговицкая, К.Н. Болатбаев. – Екатеринбург: ООО «УИПЦ», 2014. – 597 с.

В качестве ПАВ-деэмульгатора серы автором диссертации априори рекомендованы для проверки:

- высококипящие продукты нефтеперегонки, содержащие нефтяные адсорбционные смолы с числом атомов углерода в молекуле > 25 ;
- нефтяные сульфосоединения: маслорастворимые сульфокислоты или их соли – нефтяные маслорастворимые сульфонаты щелочноземельных металлов, в т.ч., в виде детергентно-диспергирующих присадок к базовым смазывающим маслам.

В качестве ПАВ-эмульгатора серы определены: крахмал, лигносульфонаты, декстрины, карбоксиметилцеллюлоза.

Идея диссертанта состояла в том, что применение в операции высокотемпературного выщелачивания двух (или более) ПАВ, обладающих контрастным действием, в сочетании с минеральной стабилизирующей добавкой позволит варьированием их соотношения добиться одновременно максимальной степени разложения пирротина и предельно высокого извлечения серосульфидной фазы в оптимальные для флотации классы крупности ($-150+10$ мкм).

Во второй главе автором приведены результаты исследований и теоретическое обоснование механизмов воздействия комбинированного ПАВ и его ингредиентов на процесс выщелачивания и показатели автоклавной технологии.

Получены уравнения регрессии, отражающие вероятностную связь важнейших показателей автоклавной технологии НМЗ от удельного расхода лигносульфонатов в процессе выщелачивания.

Приведены результаты лабораторных исследований по определению степени воздействия различных факторов (расхода лигносульфонатов, количества минеральной стабилизирующей добавки и интенсивности перемешивания) на распределение элементной серы по классам крупности при выщелачивании никель-пирротинового концентрата различных составов. Эксперименты проведены с применением статистических методов планирования эксперимента. На основе результатов исследований, внедрена усовершенствованная автоклавная технология переработки сложной пирротинсодержащей шихты, содержащей: высокосернистый никель-пирротиновый концентрат, «лежалое» пирротинсодержащее сырьё и промпродукты обогатительно-автоклавного производства. Данный вариант автоклавной технологии, представляющий I-й этап совершенствования «короткой» схемы НМЗ, основан на использовании в операции автоклавно-окислительного выщелачивания сочетания лигносульфонатов с минеральной стабилизирующей добавкой (породными продуктами обогащения Cu-Ni-руды). Обеспечена возможность эффективной совместной переработки высокосернистого никель-пирротинового концентрата и «лежалого» пирротинового сырья. Фактический экономический эффект от использования этой научной разработки составляет 20 млн. долларов США в год.

Следующим (II-м) этапом совершенствования автоклавной технологии явилась разработка эффективного режима операции выщелачивания на основе использования комбинированного ПАВ, обеспечивающего повышение целевого извлечения цветных и драгоценных металлов. При этом особое внимание диссертант уделил поиску ингредиента-деэмульгатора серы, создающего синергетический эффект.

Выполнены измерения равновесного краевого угла смачивания в системе «пирротин-элементная сера-вода» присутствии различных ПАВ. Исследования проведены методом «лежащей капли» при температуре 130 °С. Определена группа перспективных нефтеорганических ПАВ-деэмульгаторов серы, в т.ч.: маслорастворимая сульфонатная присадка СБ-3 и моторное топливо марки ДТ, что подтвердило высказанное ранее предположение диссертанта относительно эффективности этих веществ.

В укрупнённо-лабораторном масштабе исследованы различные варианты комбинированных ПАВ. Лучшие показатели получены в опытах с использованием сочетания лигносульфонатов и нефтяных сульфонатов (присадок ДП-4 и ДП-4СМ). В этих опытах сквозное извлечение суммы платиновых металлов в автоклавный сульфидный концентрат составило ~ **92-93** %.

Приведены результаты исследований «песково»-гранульных серосульфидных продуктов, формирующихся при выщелачивании с применением комбинированного ПАВ.

Исследования проведены с применением методов растровой электронной микроскопии (РЭМ) и рентгеноспектрального микроанализа (РСМА). Отмечено, что частицы серосульфидной фазы интенсивно насыщены сульфидами равномерно по всему объёму серы. Сульфидные минералы, в основном представлены, первичными сульфидами цветных металлов (пентландитом, халькопиритом, кубанитом), являющимися природными коллекторами платиновых металлов, Au и Ag. В пробах, наряду с сульфидами цветных металлов, диагностированы собственные минералы металлов платиновой группы (Pt-As; Pd-Bi-Te). Полученные данные явились убедительным свидетельством положительного воздействия исследованных нефтеорганических добавок на избирательную экстракционную способность расплавленной элементной серы по отношению к минералам цветных и драгоценных металлов, присутствующим в окисленной пульпе выщелачивания.

В третьей главе представлены результаты промышленных испытаний «короткой» схемы автоклавной технологии НМЗ с использованием при выщелачивании комбинированного ПАВ на основе сочетания лигносульфонатов и присадки ДП-4 СМ. Отмечен значительный прирост целевого извлечения цветных и драгоценных металлов по сравнению с базовым режимом, % абс.: ~ 3 Ni; 2,6 Cu; 2,5 Co; 6,0Pt ; 11,4 Pd; 10,1 суммы платиновых металлов; 17,5Au; 2,0Ag. Извлечение никеля составило 90 %. За 30 лет работы НМЗ такие показатели были достигнуты впервые.

При существующем объёме переработки пирротинсодержащей шихты (~ 1 млн. тонн в год) дополнительный ежегодный выпуск металлов в автоклавном сульфидном концентрате за счёт снижения их потерь с отвальными хвостами автоклавной технологии составляет: 300-400 т никеля; 100-120 т меди; 12-15 т кобальта и 450-600 кг металлов платиновой группы. Ожидаемый экономический эффект от использования комбинированного ПАВ при выщелачивании на НМЗ оценивается ~ в 15 млн. долл. США в год.

В четвёртой главе автором изложены принципы создания совмещённого процесса «автоклавно-окислительное выщелачивание - автоклавная микроагрегация» в одном автоклавном агрегате для переработки никель-пирротинового сырья. Данный процесс промышленно реализован в производстве НМЗ на основе совместного использования комбинированного ПАВ и минеральной стабилизирующей добавки. Основной акцент в нём сделан на создании условий, обеспечивающих максимальное извлечение серосульфидной фазы в сростки класса крупности $-150+10\mu\text{м}$, эффективно выделяемые флотацией в концентрат. Приведены основные стадии процесса, показаны его отличия и преимущества по сравнению с проектной («полной») схемой автоклавной технологии,

основанной на низкотемпературном выщелачивании и операции макроагрегации.

С 15 октября 2015 г. усовершенствованный вариант автоклавной технологии на основе совмещённого процесса «автоклавно-окислительное выщелачивание - автоклавная микроагрегация» в одном автоклавном агрегате внедрён на НМЗ и находится в стадии промышленного освоения.

Научная новизна и теоретическая значимость полученных результатов, выводов и рекомендаций, сформулированных в диссертации, не вызывают сомнений.

Приведённые данные, размер полученных экономических эффектов и отмеченные перспективы дальнейшего использования результатов исследований свидетельствуют о высокой практической значимости выполненной работы и её прикладном характере.

Работа имеет для ПАО «ГМК «Норильский никель» важное стратегическое и экологическое значение. В частности, обеспечиваемая ей возможность переработки высокосернистого никель-пирротинового концентрата позволила выйти Талнахской обогатительной фабрике на качественно новый технологический уровень обогащения шихты богатых и медистых руд (реализовать т.н. «экстра»-технологию обогащения). По этой технологии достигается принципиально новое качество рудного никелевого концентрата (15-16 % Ni) и глубокий вывод малоникелистого пирротина в хвосты. Оба этих фактора обеспечат значительное сокращение выбросов диоксида серы в металлургическом цикле, повысят производительность головных плавильных агрегатов и существенно сократят эксплуатационные расходы. При этом в автоклавную технологию поступит богатый никель-пирротинный концентрат, выщелачивание которого с использованием комбинированного ПАВ в сочетании с минеральной стабилизирующей добавкой обеспечит высокое извлечение ценных компонентов в автоклавный сульфидный концентрат: 94-95 % никеля и не менее 90 % металлов платиновой группы.

При соответствующей конъюнктуре мировых цен на рынках никеля и платиновых металлов, вполне вероятно, что по усовершенствованной автоклавной технологии НМЗ сделается рентабельной и переработка более бедного сырья, в частности – малоникелистого пирротинового продукта (0,8-0,9 % Ni; 2-2,5 г/т платиновых металлов), выводимого в настоящее время в отвал в количестве до ~ 3 млн. тонн в год.

Диссертация оформлена грамотно, выводы и заключение, выполненные автором по результатам работы, являются обоснованными и достоверными.

В целом, работа выглядит целостной, логически обоснованной и является законченным научным трудом, теоретические положения которого можно рассматривать как новое достижение в развитии перспективного направления не только относительно

автоклавной гидрометаллургии пирротина, но и молодой науки о применении ПАВ в автоклавных процессах: системном поиске новых ПАВ с заданными технологическими свойствами, подходами к синтезу соединений с активными комплексообразующими группами.

Автореферат диссертации соответствует диссертационной работе.

По теме диссертации её автором опубликовано 55 научных работ, в том числе: 29 статей в рецензируемых научных изданиях, рекомендованных ВАК; выпущены 2 монографии; создано 16 изобретений (в т.ч.: получено 4 авторских свидетельства СССР и 7 Патентов РФ на изобретения; 5 служебных изобретений приняты к сохранению в тайне в качестве «ноу-хау»), 8 других публикаций.

Хотелось бы отметить, что в диссертации обобщён уникальный 30-летний опыт исследований, внедрения и распространения инноваций, основанных на использовании ПАВ в автоклавной гидрометаллургии пирротинового сырья. Ранее, специалисты уже имели возможность познакомиться с отдельными результатами этой работы по многочисленным статьям, научным докладам, изобретениям, отчётам о НИР и недавно изданной монографии автора диссертации.

Благоприятное впечатление оставляет широкое использование автором диссертации компьютерно-автоматизированных методов инструментального анализа, математического планирования эксперимента, математического моделирования и обработки результатов, глубокий анализ результатов, логичная последовательность и квалифицированный стиль изложения материала.

По диссертации имеются следующие вопросы и замечание:

1. В материалах диссертации рассматривается только один из возможных вариантов автоклавной гидрометаллургии пирротинового сырья, основанный на автоклавно-окислительном «кислородном» выщелачивании. Вместе с тем, если говорить об усовершенствованной технологии автоклавной переработки никель-пирротиновых концентратов Норильска, обогащённых платиновыми металлами, следовало бы сравнить эффективность этого варианта (по крайней мере в части извлечения платиновых металлов) с альтернативными направлениями, в частности, с вариантами «ангидридной» и «сернокислотной» схем переработки НПК. Из публикаций автора диссертации известно, что он в течение нескольких лет активно занимался обоими этими направлениями. Необходимо пояснить, почему из всех возможных вариантов технологий автор отдал предпочтение именно автоклавно-окислительному «кислородному» выщелачиванию.

2. В диссертации отсутствуют сведения о том, насколько технически возможно и перспективно применение усовершенствованной технологии переработки платиносодержащих никель-пирротиновых концентратов, разработанной соискателем, в комбинации с другими автоклавными технологиями: переработкой латеритовых (окисленных) никель-кобальтовых руд и сульфатными схемами переработки медно-никелевых файнштейнов. С исходной схемой автоклавно-окислительной технологии пирротинового сырья эти схемы достаточно хорошо сочетались.

3. Какие конкретно породы и породосодержащие продукты Норильского промышленного района могут быть использованы в качестве минеральной стабилизирующей добавки при высокотемпературном выщелачивании высокосернистых никель-пирротиновых концентратов, а какие противопоказаны (если таковые имеются)?

4. Можно ли технически на базе предложенного комбинированного ПАВ и минеральной стабилизирующей добавки реанимировать проектную («полную») схему переработки никель-пирротинового концентрата, включающую операцию макроагрегации с получением серосульфидных гранул размером более 200 мкм? Насколько это целесообразно?

5. Фактический экономический эффект от внедрения разработанной технологии переработки высокосернистого никель-пирротинового концентрата с использованием минеральной стабилизирующей добавки определен в размере 20 млн. долларов США. Не указано, на какой объем переработки концентрата он рассчитан.

Высказанные замечания не снижают высокой научной и практической ценности выполненной работы.

По содержанию, качеству и уровню проработки научных и практических вопросов диссертационная работа соответствует требованиям п. 9 Положения о присуждении учёных степеней к кандидатским диссертациям, предъявляемым к диссертациям на соискание учёной степени кандидата наук.

Автор диссертации, Михаил Нафтольевич Нафталь, вполне заслуживает присуждения ему ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.02 – Metallургия черных, цветных и редких металлов.

Следует также отметить, что диссертация Нафталья Михаила Нафтольевича является научно-квалификационной работой, в которой содержится решение сложной технической задачи, имеющей исключительно важное государственное значение – переработка по автоклавно-окислительной технологии платиносодержащего пирротинового сырья (высокосернистых и «лежалых» пирротиновых концентратов). Решение данной задачи является особенно актуальным в связи с тем, что внедрение

разработанной технологии открыло широкую перспективу для решения в Норильском промышленном районе целого комплекса крупных экологических проблем, включая проблему национального масштаба – радикального сокращения выбросов диоксида серы с отходящими газами плавильных агрегатов.

Также уместно подчеркнуть, что авторские разработки, изложенные в диссертации, достаточно универсальны, поскольку основаны на анализе действия широкой группы ПАВ различного состава и классов. Эти разработки также предполагают возможность интеграционных процессов во многих областях автоклавной гидрометаллургии. Поэтому их применение после соответствующей адаптации процессов может легко войти в производственную практику любого автоклавного предприятия мира, перерабатывающего сходное металлургическое сырьё.

Принимая во внимание высокий научный уровень диссертанта и его значительный вклад в разработку целого ряда автоклавных процессов и технологий (пирротинов, латеритов, высокомедистого фанштейна и др.), а также высокий научный уровень представленной диссертационной работы, её масштабность и практическую ценность, считаем необходимым рекомендовать Михаилу Нафтольевичу Нафтало следующее: ответить на поставленные выше вопросы, дополнить диссертацию теоретическими исследованиями, расширить материал и откорректированную диссертацию представить на рассмотрение для присвоения ученой степени доктора технических наук по специальности 05.16.02 – Металлургия черных, цветных и редких металлов.

Материалы диссертации обсуждены на расширенном заседании объединённого коллоквиума лаборатории физико-химических основ металлургии цветных и редких металлов.

Председатель коллоквиума
Заведующий Лабораторией
член Учёного Совета
института, д.т.н., профессор

Брюквин Владимир Александрович

(подпись) 17.10.2016

Подпись Брюквина Владимира Александровича заверяю.
Учёный секретарь Совета института


(подпись, печать о


Фомина Ольга Николаевна