

## ОТЗЫВ

официального оппонента на диссертацию и автореферат Нафталя Михаила Нафтольевича по теме: «Научное обоснование и разработка усовершенствованной технологии 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

Диссертационная работа М.Н. Нафталя посвящена решению важной технической задаче: разработке и внедрению усовершенствованной технологии автоклавной переработки платиносодержащего никель-пирротинового сырья. Целью работы являлось достижение высокого извлечения цветных и драгоценных металлов в автоклавный сульфидный концентрат, возможность автоклавного выщелачивания сложных высокосернистых никель-пирротиновых концентратов и упорного к вскрытию «лежалого» пирротинового сырья при одновременном снижении вредного воздействия на природную среду.

Диссертационная работа состоит из введения, четырёх глав, выводов, заключения списка литературы из 396 наименований, 4 приложений; включает 43 рисунка и 29 таблиц; содержит 268 страниц, в том числе, 162 страницы основного текста (без учёта приложений, списка литературы, рисунков и таблиц).

Необходимость решения задачи убедительно доказана диссертантом при анализе фактического состояния переработки пирротинового сырья в действующей «короткой» схеме автоклавной технологии, реализованной на Надеждинском металлургическом заводе (НМЗ), а также сведений из отечественной и зарубежной литературы, изложенных во **Введении** и **Главе 1**. Исходя из материала этих разделов тема диссертационной работы, безусловно, является актуальной, представляет высокий научный и практический интерес.

При анализе состояния действующей автоклавной технологии (во **Введении**) диссертантом показано, что операция автоклавно-окислительного выщелачивания, являющаяся «головной» операцией технологии переработки никель-пирротинового концентрата, была запущена в непроектом режиме высокотемпературного выщелачивания – при 130-150 °С. Переход к высокотемпературному выщелачиванию потребовал применения в этой операции поверхностно-активного вещества (ПАВ), которое предотвратило смачивание сульфидов расплавленной элементной серой. В качестве ПАВ использовали лигносульфонаты. Переход к температурам выщелачивания, превышающим точку плавления элементной серы, и применение лигносульфонатов значительно изменило свойства серосульфидной фазы, образующейся при окислении пирротина. По этой причине автоклавная технология на НМЗ была освоена в варианте «короткой» схемы, исключившей операцию автоклавной агрегации. В проектной схеме эта операция, предусматривающая формирование и отдельную переработку серосульфидных гранул ( $d > 200$  мкм), следовала сразу за автоклавным выщелачиванием и предназначалась, в основном, для повышения извлечения драгоценных металлов. Вариант «короткой» схемы автоклавной технологии имел целый ряд недостатков, основным из которых явился низкий уровень извлечения платиновых металлов в автоклавный сульфидный концентрат – 45-50 %. К числу других недостатков, связанных с переходом к режиму высокотемпературного выщелачивания, следует также отнести проблему выщелачивания высокосернистых концентратов, содержащих более 31 % S.

В **Главе 1** диссертантом показано, что важнейшим фактором, определяющим показатели «короткой» схемы автоклавной технологии (кинетику разложения пирротина, уровень потерь цветных и драгоценных металлов, качество автоклавного сульфидного концентрата, стабильность процесса автоклавной выплавки серы и др.), являются характеристики формирующейся при выщелачивании серосульфидной фазы (распределение по крупности, структура, минеральный состав). Идея работы заключалась в оптимизации условий формирования серосульфидной фазы за счёт использования при выщелачивании комбинации ПАВ, обладающей заданными технологическими свойствами, и сочетания ПАВ

с минеральной стабилизирующей добавкой. В этом направлении диссертантом выполнен анализ литературных данных и обобщён обширный материал по использованию различных ПАВ при выщелачивании различных сульфидных материалов. Проанализированы основные закономерности окисления пирротина в условиях высокотемпературного выщелачивания, характер поведения элементной серы в автоклавной технологии, проблемы выбора ПАВ при выщелачивании различного сульфидного сырья. Представлены данные о формах потерь и закономерностях распределения цветных и платиновых металлов в автоклавной технологии.

Исходя из характера задач, решаемых выщелачиванием в условиях действующей («короткой») схемы автоклавной технологии, автором диссертации сформулированы принципиальные требования к ПАВ в этой операции, отвечающие условию оптимизации технологии в целом. Отмечено, что любой известный ПАВ при его индивидуальном использовании не обладают всем спектром необходимых качеств, предъявляемых процессом выщелачивания. На основании этого заключения была высказана идея о целесообразности применения в этой операции комбинированного ПАВ, состоящего из ингредиентов контрастного действия – обладающих в условиях выщелачивания активным технологическим «антагонизмом» в отношении воздействия на устойчивость водно-серных эмульсий.

По-существу, диссертанту требовалось решить сложную многофакторную задачу подбора ингредиентов комбинированного ПАВ, которые в сочетании с минеральной стабилизирующей добавкой должны были обеспечить при выщелачивании никель-пирротинных концентратов синергетический эффект: позволить добиться необходимой структуры и крупности образующейся серосульфидной фазы.

Априори в качестве ПАВ-эмульгатора серы для комбинированного ПАВ были определены: лигносульфонаты, крахмал, декстрин, карбоксиметилцеллюлоза (КМЦ). В качестве ПАВ-деэмульгатора серы были приняты к последующему изучению 2 группы нефтеорганических продуктов, проявившие высокую эффективность в операции автоклавной выплавки серы в качестве ПАВ, способствующего коалесценции серы. Это:

- высококипящие продукты нефтеперегонки, содержащие нефтяные адсорбционные смолы с числом атомов углерода в молекуле более 25;
- нефтяные сульфосоединения: маслорастворимые сульфокислоты и их соли – нефтяные маслорастворимые сульфонаты щелочноземельных металлов.

В **Главе 2** автором диссертации выполнены исследования и предложены уточнённые механизмы воздействия комбинированного ПАВ и его ингредиентов на процесс выщелачивания и показатели автоклавной технологии.

Определены частные соотношения и получены уравнения регрессии, отражающие вероятностную связь важнейших показателей автоклавной технологии НМЗ от удельного расхода лигносульфонатов в процессе выщелачивания. Установлено, что продукты разложения лигносульфонатов играют роль не только эмульгатора серы, но и стабилизатора серной эмульсии.

В лабораторных условиях исследованы закономерности воздействия лигносульфонатов на формирование серосульфидной и серной фаз в операциях выщелачивания и серной плавки, а также на величину потерь ценных компонентов с хвостами серосульфидной флотации.

С использованием математических методов планирования эксперимента изучены характер и степень воздействия основных факторов на распределение элементной серы по классам крупности при выщелачивании. Получено математическое описание процесса выщелачивания в виде полных полиномов, позволяющее оценить роль каждого фактора (расход лигносульфонатов, количество минеральной стабилизирующей добавки, интенсивность перемешивания пульпы) на извлечение элементной серы в классы крупности +150 и –10 мкм. Показано, что:

- при выщелачивании никель-пирротинных концентратов основным фактором, определяющим характер распределения элементной серы по классам крупности, является расход лигносульфонатов;

- при выщелачивании с использованием лигносульфонатов характерен значительный переход элементной серы в шламы ( $-10$  мкм):  $\sim$  до 50 % для концентрата текущего состава ( $< 31$  % S) и  $\sim$  до 25 % для высокосернистых концентратов ( $> 31$  % S); это подтвердило целесообразность использования комбинированного ПАВ;

- при выщелачивании высокосернистых концентратов имеет место отчётливо выраженный синергетический эффект совместного положительного воздействия лигносульфонатов и компонентов пустой породы, играющей роль минеральной стабилизирующей добавки, причём основная роль в подавлении гранулообразования принадлежит лигносульфонатам, а влияние минеральной стабилизирующей добавки имеет подчинённый характер.

На основании результатов исследований для выщелачивания высокосернистых концентратов в качестве минеральной стабилизирующей добавки рекомендовано использовать алюмосиликаты щелочных и/или щелочноземельных металлов, в том числе в составе отвальных продуктов флотационного обогащения медно-никелевых руд. Предложенный диссертантом способ выщелачивания высокосернистых никель-пирротиновых концентратов в варианте «короткой» схемы автоклавной технологии, в основе которого лежит использование лигносульфонатов в сочетании с минеральной стабилизирующей добавкой, успешно прошёл промышленные испытания, внедрён и освоен на НМЗ. Фактический экономический эффект от использования этой инновационной разработки составляет 20 млн. USD в год.

Особое значение при реализации идеи комбинированного ПАВ имеет выбор ингредиента-деэмульгатора серы, обеспечивающего появление синергетического эффекта и способствующего росту извлечения драгоценных металлов.

Методом «лежащей капли» при температуре  $130$  °C проведены измерения равновесного краевого угла смачивания в системе «пирротин - жидкая сера - вода» в присутствии различных групп нефтеорганических ПАВ. Полученные результаты и последующее предварительное тестирование подтвердили перспективность использования в качестве ПАВ-деэмульгатора серы 2-х продуктов: моторного топлива марки ДТ (содержащего нефтяные адсорбционные смолы с числом атомов углерода в молекуле  $\sim 47$ ) и маслорастворимых сульфонов.

В укрупнённо-лабораторном масштабе исследованы различные ингредиентные сочетания комбинированных ПАВ. Одним из первых удачных результатов поиска комбинированного ПАВ, имеющего промышленное значение, явилась система реагентов, состоящая из лигносульфонатов и моторного топлива. На основе анализа взаимосвязи группового состава нефтепродуктов и гранулометрических характеристик образующейся при выщелачивании серосульфидной фазы установлено, что основным активным компонентом данного типа ПАВ, способствующим коалесценции серы при выщелачивании и автоклавной выплавке серы, являются высокомолекулярные нефтяные адсорбционные смолы. Такие смолы накапливаются в остаточных продуктах нефтеперегонки.

Лучшие показатели получены в экспериментах с использованием комбинации лигносульфонатов и нефтяных маслорастворимых сульфонов (присадок ДП-4 и ДП-4СМ). В этих опытах сквозное извлечение суммы платиновых металлов в автоклавный сульфидный концентрат составило  $\sim 92-93$  %. При этом извлечение серы в целевой продукт в операции автоклавной выплавки серы составляет  $93,0-97,0$  %. Выплавленная сера по содержанию органических примесей ( $0,16-0,22$  %) отвечает требованиям ГОСТ к сорту 9950.

Методами РЭМ и РСМА выполнены исследования серосульфидной фазы, формирующейся при выщелачивании никель-пирротиновых концентратов с применением комбинированного ПАВ. Отмечено, что частицы серосульфидной фазы интенсивно насыщены сульфидами равномерно по всему объёму серы. При этом, наряду с сульфидами цветных металлов, в пробах диагностированы собственные минералы металлов платиновой группы (Pt-As; Pd-Bi-Te). Топографическое расположение сульфидных минералов в частицах серосульфидной фазы показал, что в отличие от известных ПАВ (лигносульфонатов,



ЭСОМФ), комбинированные ПАВ, содержащие высокомолекулярные нефтяные адсорбционные смолы и нефтяные маслорастворимые сульфонаты, способствуют избирательному иммерсионному смачиванию сульфидов расплавленной серой и объёмному насыщению серосульфидных глобул минералами цветных и драгоценных металлов.

Автоклавная технология с использованием комбинированного ПАВ (лигносульфонаты + присадка ДП-4СМ) была предложена к полномасштабным промышленным испытаниям на НМЗ.

В **Главе 3** приведены результаты 2-х кампаний полномасштабных промышленных испытаний усовершенствованной схемы АОТ НМЗ с использованием в операции АОВ комбинированного ПАВ, состоящего из ЛСТ и присадки ДП-4 СМ. В обеих кампаниях испытаний удалось добиться значительного прироста извлечения цветных и драгоценных металлов по сравнению со стандартным режимом, что подтвердило эффективность использования комбинированного ПАВ.

Наиболее высокие результаты технологии достигнуты при расходе присадки ДП-4СМ – 80,0 г/т исходной пирротинсодержащей шихты. Реализация использования комбинированного ПАВ совместно с другими разработками обеспечит рост извлечения платиновых металлов с 45-50 до 70%. При существующем объёме переработки шихты экономический эффект составляет около 15 млн USD в год.

Применение комбинированного ПАВ в операции АОВ позволило реализовать усовершенствованный вариант АОТ НМЗ, основанный на использовании совмещённого процесса «автоклавно-окислительное выщелачивание - автоклавная микроагрегация» в одном автоклавном агрегате.

**Глава 4** посвящена принципам создания совмещённого процесса «автоклавно-окислительное выщелачивание - автоклавная микроагрегация» в качестве «головной» операции в варианте «короткой» схемы автоклавной технологии. Рассматриваемый процесс промышленно реализован в гидрометаллургическом производстве НМЗ на основе совместного использования комбинированного ПАВ и минеральной стабилизирующей добавки. Совмещение двух операций (выщелачивания и микроагрегации) обеспечивает возможность формирования серосульфидной фазы в виде частиц флотационного класса крупности (-150+10 мкм), что значительно повышает извлечение ценных компонентов окисленной пульпы в концентрат. Показаны основные стадии процесса и его основные преимущества. По своей технической сущности, механизму и достигаемому результату предложенный в диссертационной работе совмещённый процесс принципиально отличается как от проектной схемы «низкотемпературное выщелачивание - автоклавная (макро-)агрегация».

Достоверность полученных в работе научных результатов подтверждается использованием известных положений фундаментальных наук, корректностью поставленных задач и использованием современных методов исследований, а также непротиворечивостью полученных результатов и выводов. Кроме этого, она доказана сходимостью теоретических и экспериментальных результатов, подтверждённых испытаниями в укрупнено-лабораторном и промышленном масштабах, применением методов математической статистики для обработки полученных экспериментальных данных.

Научная новизна и теоретическая значимость работы заключаются в получении оригинальных научных данных о свойствах серосульфидной фазы, формирующейся в ходе высокотемпературного выщелачивания никель-пирротиновых концентратов, в том числе высокосернистых концентратов, и механизме воздействия различных факторов на характеристики серосульфидной фазы (структуру, распределение по классам крупности, способность к экстрагированию платиновых металлов), в основном определяющих показатели эффективности химического обогащения сложного пирротинового сырья в автоклавно-окислительной технологии. В частности, автором диссертации впервые:

- установлен синергетический эффект совместного положительного воздействия лигносульфонатов и минеральной стабилизирующей добавки, при этом определено, что

доминирующая роль в подавлении процесса гранулообразования принадлежит лигносульфонатам;

- изучены закономерности процесса и предложен механизм перехода элементной серы в шламы (-10 мкм) при выщелачивании никель-пирротинового сырья с использованием лигносульфонатов;

- получены данные о значениях равновесного краевого угла избирательного смачивания в системе «пирротин - расплавленная сера - вода» при 130 °С в присутствии различных ПАВ;

- для высокотемпературного выщелачивания разработаны основы применения комбинированного ПАВ, содержащего активные ингредиенты антагонистического действия по отношению к коалесцентной устойчивости серных эмульсий, определены условия использования комбинированного ПАВ, обеспечивающие эффективное распределения серосульфидной фазы по классам крупности и снижения потерь металлов платиновой группы с отвальными хвостами автоклавной технологии;

- на основе выявленных взаимосвязей сформулированы требования к ПАВ, используемому при выщелачивании, наиболее полно отвечающему характеру задач, решаемых этой «головной» операцией в условиях «короткой» схемы автоклавной технологии переработки никель-пирротинового сырья;

- выявлена взаимосвязь между групповым составом нефтепродуктов и степенью их положительного воздействия на показатели высокотемпературного выщелачивания;

- для автоклавной технологии определены эффективные ПАВ-деэмульгаторы серы, способствующие экстрагированию жидкой серой реликтовых сульфидов и минералов платиновых металлов, это: высокомолекулярные нефтяные адсорбционные смолы и нефтяные маслорастворимые сульфосоединения;

- разработаны основы совмещённого процесса «автоклавно-окислительное выщелачивания - автоклавная микроагрегация» в одном автоклавном агрегате при температурах 130-150 °С для переработки пирротинсодержащей шихты различного состава, обеспечивающего оптимальную крупность формирующейся серосульфидной фазы (-150+10 мкм) за счёт связанного регулирования расходов комбинированного ПАВ и минеральной стабилизирующей добавки.

Практическая значимость работы заключается в разработке, проверке и внедрении на НМЗ научно-обоснованной усовершенствованной «короткой» схемы автоклавной технологии, обеспечившей повышение комплексности переработки уникальных медно-никелевых руд-руд Талнахского рудного поля. Разработанные диссертантом технические решения позволили вовлечь в переработку сложное платиносодержащее пирротинное сырьё: высокосернистые и «лежалые» никель-пирротинные концентраты с одновременным повышением целевого извлечения цветных и драгоценных металлов. В свою очередь это открыло перспективу для реализации стратегических решений в цикле обогащения медно-никелевых руд и кардинального снижения экологической нагрузки на окружающую среду Норильского промрайона.

Новизна технических решений подтверждена получением автором документов о создании 16 изобретений (4 авторских свидетельства СССР, 7 Патентов РФ на изобретения; свидетельств о 5 служебных изобретениях, принятых к сохранению в тайне в качестве «ноу-хау»).

Высокая практическая значимость результатов работы подтверждена значительным суммарным экономическим эффектом от их использования в производстве (35 млн. USD в год) и теми перспективами, которые эти результаты открыли для осуществления стратегических преобразований на смежных переделах (в обогащении, металлургии, экологических проектах Норильска).

Благоприятное впечатление оставляет тактичное отношение соискателя к тому, что было сделано до создания диссертации другими исследователями. Свою позицию в спорных

вопросах автор в каждом случае отстаивает чёткими аргументами и проверенными фактическими результатами, а не голословными утверждениями.

В работе имеются дискуссионные положения и идеи, но это не умаляет её научного и практического достоинства.

Диссертация хорошо оформлена, несмотря на значительный объём материала, легко читаема, выводы по разделам и заключение в целом по работе достаточно обоснованы.

Работа представляет собой законченный научный труд, теоретические положения которого можно рассматривать как новое достижение в развитии автоклавной гидрометаллургии пирротина. Полученные результаты свидетельствуют о решении важной научной проблемы, имеющей, в первую очередь, прикладную направленность.

По теме диссертации опубликовано 55 научных работ, включая: 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.

Автореферат объективно и в полной мере отражает содержание диссертационной работы.

К числу несомненных достоинств работы следует отнести широкое использование соискателем методов математического моделирования и обработки результатов, математического планирования эксперимента, всесторонний анализ результатов и достаточно высокая научная культура изложения материала.

Несмотря на отмеченные положительные качества, по содержанию диссертационной работы имеются следующие замечания и вопросы.

1. В диссертации говорится о том, что предложенные технические решения позволили вовлечь в переработку упорное к автоклавному вскрытию «лежалое» пирротиновое сырьё, поверхность частиц которого пассивирована продуктами кислородной коррозии сульфидов. Однако в материалах диссертации отсутствуют сведения о том, какими именно конкретными приёмами удалось активировать процесс выщелачивания этого сырья, и как его переработка связана с возможностью выщелачивания высокосернистых никель-пирротиновых концентратов.

2. Показано, что в качестве минеральной стабилизирующей добавки могут быть использованы алюмосиликаты, содержащие их породы и породные технологические продукты. Какие именно алюмосиликаты и породы Норильского промрайона могут быть эффективно использованы для высокотемпературного выщелачивания никель-пирротинового сырья?

3. В работе говорится о том, что в качестве минеральной стабилизирующей добавки при выщелачивании пирротинсодержащей шихты может быть эффективно использован кальциевый продукт серного передела автоклавной технологии НМЗ. Вместе с тем, экспериментальные данные для подтверждения этого тезиса в материалах диссертации не приведены. Что это за продукт, какой его состав и что за механизм лежит в основе его стабилизирующего действия?

4. Насколько обоснованным является заявление о том, что в автоклавной технологии технически возможна и экономически состоятельна переработка малоникелистого пирротинового продукта, формирующегося в технологии обогащения богатых и медистых руд Талнахского и Октябрьского месторождений? Почему же до сих пор этот продукт не вовлекали в технологию, например в период аномально высоких цен на никель и платиновые металлы?

Вместе с тем, высказанные замечания не снижают высокой научной и практической значимости выполненной работы.

Диссертационная работа соответствует требованиям п. 9 Положения о присуждении учёных степеней к кандидатским диссертациям, утверждённого постановлением Правительства РФ от 24.09.2013 № 842, предъявляемым к диссертациям на соискание учёной

степени кандидата наук.

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

Официальный оппонент,

доктор технических наук,

старший научный сотрудник,

заместитель начальника научно-исследовательской части

Технического университета Уральской горно-металлургической  
Компании.



\_\_\_\_\_

Лебедь Андрей Борисович

15.10.2016

Россия, 624091, Свердловская обл., г. Верхняя Пышма, пр. Успенский, 3, офис 604.

E-mail: [university@tu-ugmk.com](mailto:university@tu-ugmk.com)

Тел.: 8 (34368) 78-324

Факс: 8 (34368) 78-328

Подпись Лебеда Андрея Борисовича заверяю.

Директор Технического университета

Уральской горно-металлургической компании

Евгений Вадимович Караман

