

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА Д 212.285.05 НА БАЗЕ
ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО АВТОНОМНОГО
ОБРАЗОВАТЕЛЬНОГО УЧРЕЖДЕНИЯ ВЫСШЕГО
ПРОФЕССИОНАЛЬНОГО ОБРАЗОВАНИЯ «УРАЛЬСКИЙ ФЕДЕРАЛЬНЫЙ
УНИВЕРСИТЕТ ИМЕНИ ПЕРВОГО ПРЕЗИДЕНТА РОССИИ Б.Н.
ЕЛЬЦИНА», МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ, ПО ДИССЕРТАЦИИ НА СОИСКАНИЕ УЧЕНОЙ СТЕПЕНИ
ДОКТОРА НАУК

аттестационное дело № _____

решение диссертационного совета от 12 декабря 2014 г. № 13

О присуждении Мاستюгину Сергею Аркадьевичу, гражданство Российской Федерации, ученой степени доктора технических наук.

Диссертация «Научное обоснование и разработка технологии комплексной переработки медеэлектролитных шламов» по специальности 05.16.02 – Metallургия черных, цветных и редких металлов принята к защите 08 сентября 2014 г., протокол № 6 диссертационным советом Д 212.285.05 на базе ФГАОУ ВПО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина», Минобрнауки России, 620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, 19, созданным приказом Минобрнауки России № 105/нк от 11.04.2012 г.

Соискатель, Мастюгин Сергей Аркадьевич, 1956 года рождения.

Диссертацию на соискание ученой степени кандидата технических наук «Интенсификация окислительных процессов в технологии огневого рафинирования черновой меди с повышенным содержанием никеля» защитил в 1985 году в диссертационном совете, созданном на базе Уральского политехнического института им С.М. Кирова; работает в должности главного технолога технического отдела ОАО «Уралэлектромедь» (г. Верхняя Пышма Свердловской области); в должности доцента кафедры металлургии тяжелых

цветных металлов ФГАОУ ВПО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина» по совместительству.

Диссертация выполнена в техническом отделе ОАО «Уралэлектромедь» и на кафедре металлургии тяжелых цветных металлов ФГАОУ ВПО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина», Минобрнауки России.

Официальные оппоненты:

Борбат Владимир Федорович, доктор технических наук, профессор, ФГБОУ ВПО «Омский государственный университет им. Ф.М. Достоевского» (г. Омск), кафедра неорганической химии, заведующий кафедрой;

Петров Георгий Валентинович, доктор технических наук, ФГБОУ ВПО «Национальный минерально-сырьевой университет «Горный» (г. Санкт-Петербург), кафедра металлургии, профессор;

Стрижко Леонид Семенович, доктор технических наук, профессор, ФГАОУ ВПО «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС» (г. Москва), кафедра цветных металлов и золота, профессор,

дали положительные отзывы на диссертацию.

Ведущая организация – ФГУП «Государственный научно-исследовательский институт цветных металлов «ГИНЦВЕТМЕТ», г. Москва – в своем положительном заключении, подписанном Мальковой Марианной Юрьевной, доктором технических наук, зав. отделом металлургии и обогащения, указала, что диссертация Мастюгина С.А. является логически завершенной научно-квалификационной работой, посвященной решению важной хозяйственной проблемы – рационального и комплексного использования многокомпонентного техногенного сырья на примере медьэлектролитных шламов на основе научно обоснованных технологических решений по их переработке с глубоким извлечением благородных и цветных металлов, соответствует требованиям п. 9 Положения о присуждении ученых степеней, утвержденного постановлением Правительства РФ № 842 от

24.09.2013 г., предъявляемым к диссертациям на соискание ученой степени доктора наук, а сам автор достоин присуждения ему ученой степени доктора технических наук по специальности 05.16.02 – Metallургия черных, цветных и редких металлов.

Соискатель имеет 59 опубликованных работ, в том числе по теме диссертации 50 работ, опубликованных в рецензируемых научных изданиях, 11. Другие публикации по теме исследования отражены в 15 патентах на изобретения, 1 монографии (в соавторстве), 2 статьях в научных журналах, 2 статьях в сборниках научных трудов, 9 тезисах докладов и 6 статьях в сборниках материалов международных научных конференций, 1 тезисах докладов и 2 статьях в сборниках материалов всероссийских научных конференций, 1 учебном пособии (в соавторстве). Общий объем опубликованных работ – 36,42 п.л., авторский вклад – 25,78 п.л.

Наиболее значительные научные работы по теме диссертации:

1. Мастюгин С.А. Переработка медеелектролитных шламов: эволюция технологии / С.С. Набойченко, С.А. Мастюгин // Известия высших учебных заведений. Цветная металлургия. 2012. № 5. С. 15-21.

2. Мастюгин С.А. Разработка схемы гидрометаллургической переработки обогащенного медеелектролитного шлама (флотоконцентрата) / С.А. Мастюгин, Т.В. Вергизова, М.А. Ласточкина, Т.Н. Грейвер, Н.А. Волкова // Цветные металлы. 2012. № 12. С. 59-63.

3. Мастюгин С.А. Технология переработки концентрата селенида серебра / С.А. Мастюгин, О.В. Нечвоглов, В.М. Чумарев, Е.Н. Селиванов // Химическая технология. 2013. № 11. С. 688-692.

4. Мастюгин С.А. Получение металлического серебра из его халькогенидов / С.А. Мастюгин, О.Г. Громов, Ю.А. Савельев, Г.Б. Куншина, Э.П. Локшин, В.Т. Калинин // Журнал прикладной химии. 2013. Т. 86. № 6. С. 864-868.

5. Пат. 2111272 Российская Федерация. Способ выделения платиновых металлов / В. И. Скороходов, С. А. Мастюгин, Н. А. Волкова [и др.]. Зарегистрировано в Госреестре изобр. 20.05.98.

6. Пат. 2451759 Российская Федерация. Способ переработки свинцовистых шламов электрорафинирования меди (варианты) / М. А. Ласточкина, Т. Н. Грейвер, Т. В. Вергизова, **С. А. Мастюгин**, В. В. Ашихин, С. А. Краюхин, А. Т. Крестьянинов. Опубл. 27.05.12. Бюл. № 15.

7. Мастюгин С. А. Шламы электролитического рафинирования меди и никеля: монография / С. А. Мастюгин, Н. А. Волкова, С. С. Набойченко, М. А. Ласточкина; под ред. С. С. Набойченко. Екатеринбург : Изд-во Уральского федерального университета, 2013. 268 с.

На автореферат поступили положительные отзывы:

1. Малышева Виталия Павловича, д-ра техн. наук, профессора, заведующего лабораторией энтропийно-информационного анализа сложных физико-химических систем Химико-металлургического института (Республика Казахстан, г. Караганда). Замечание: противопоставление пирометаллургических и гидрометаллургических приемов переработки медьсодержащего сырья бесперспективно, будущее металлургических технологий должно состоять в рациональном сочетании данных процессов. Вопрос: как решается экологически важная проблема вывода мышьяка в нетоксичной форме при переработке шламов.

2. Алкацева Михаила Иосифовича, д-ра техн. наук, заслуженного деятеля науки РФ, профессора кафедры металлургии цветных металлов Северо-Кавказского горно-металлургического института (г. Владикавказ), Без замечаний.

3. Газалеевой Галины Ивановны, д-ра техн. наук, заместителя генерального директора по научной работе ОАО «Уралмеханобр» (г. Екатеринбург). Замечания: нет четкого обоснования возможности применения флотации для разделения фазовых составляющих шлама, так как не изучены поверхностные свойства данных фаз; приведены регрессивные уравнения, описывающие влияние продолжительности процесса и скорости абсорбции кислорода, но не произведена математическая оптимизация данных уравнений;

не приведены результаты сверхтонкого измельчения в бисерной мельнице шлама перед автоклавным выщелачиванием.

4. Воробьева-Десятовского Николая Владимировича, д-ра хим. наук, профессора, начальника управления гидрометаллургии АО «Полиметалл Инжиниринг» (г. Санкт-Петербург). Замечания: предложение о выделении металлов платиновой группы (МПГ) адсорбцией на активированных углях не до конца изучено: снять МПГ с угля будет трудно; не ясен вопрос с выделением МПГ из сильнощелочного раствора с помощью ионообменных смол; при замене пирометаллургических процессов на гидрометаллургические придется решать проблему очистки сточных вод, реальное решение этой проблемы стоит очень дорого; словосочетание «создание экологичной технологии» имеет весьма туманный смысл и выходит за рамки рассмотренного исследования.

5. Чантурия Валентина Алексеевича, д-ра техн. наук, академика РАН, главного научного сотрудника и Шадруновой Ирины Владимировны, д-ра техн. наук, профессора, зав. отделом горной экологии Федерального государственного учреждения Российской академии наук «Институт комплексного освоения недр РАН» (г. Москва). Вопрос: как повлияет разработанная технология переработки медеэлектролитных шламов на технологию аффинажа и уровень извлечения золота и серебра?

6. Шлемова Юрия Павловича, главного металлурга ОАО «Казцинк» (Республика Казахстан, г. Усть-Каменогорск). Без замечаний.

7. Седельниковой Галины Васильевны, д-ра техн. наук, действительного члена Академии горных наук, зам. директора ФГУП ЦНИГРИ (г. Москва), Замечание: целесообразно указать в составе исходного шлама содержание платины и палладия и проследить их поведение в операциях автоклавного выщелачивания и флотации кека выщелачивания.

8. Войлошников Григория Ивановича, д-ра техн. наук, профессора, зам. директора по научной работе ОАО «Иргиредмет», (г. Иркутск). Вопросы: проводились ли коррозионные испытания материалов для аппаратуры, предназначенной для автоклавного выщелачивания? Каковы их результаты? В

чем новизна и преимущества операции спекания флотоконцентрата с натрий - содержащими нитрит-нитратными солевыми смесями?

9. Зайкова Юрия Павловича, д-ра хим. наук, профессора, директора Института высокотемпературной электрохимии УрО РАН (г. Екатеринбург). Замечания: включение материалов исследований плавки флотоконцентрата в диссертацию представляется не совсем уместным, поскольку автор поставил целью работы создание гидрометаллургической схемы переработки шламов; не уточнена экологическая составляющая экономического эффекта от внедрения разработанной технологии.

10. Федотова Константина Вадимовича, д-ра техн. наук, профессора, генерального директора Научно-исследовательского проектного института «Технология обогащения минерального сырья» (г. Иркутск). Вопросы: насколько реализованы в промышленном масштабе представленные в списке публикаций патенты и авторские свидетельства? В составе каких фаз присутствуют золото и серебро в хвостах флотации при доводке флотоконцентрата? Как предполагается доизвлекать драгоценные металлы?

11. Мамонова Сергея Николаевича, канд. техн. наук, главного технолога ОАО «Красноярский завод цветных металлов», (г. Красноярск). Вопросы: возможно ли практическое использование электрокапиллярных движений для обеднения шлаков, полученных при плавке флотоконцентрата, из какого материала изготавливали электроды для изучения процесса обеднения шлаков? Какие отходы производства будут получены при реализации предлагаемой схемы переработки шламов?

12. Белоусовой Натальи Викторовны, д-ра хим. наук, профессора, зав. кафедрой металлургии цветных металлов ФГАОУ ВПО «Сибирский федеральный университет» (г. Красноярск). Замечания: низкое извлечение МПГ в раствор объяснимо, вероятно, либо неполным вскрытием упорных индивидуальных фаз, либо сорбцией растворенных форм МПГ на хлориде серебра. Автором преувеличены недостатки им же разработанной хлоридной технологии переработки флотоконцентрата. По данным зарубежных авторов,

подобные технологии успешно работают в Китае, США. Вопрос: какой из вариантов переработки флотоконцентрата автор считает наиболее перспективным для реализации технологии в целом.

13. Халезова Бориса Дмитриевича, д-ра техн. наук, главного научного сотрудника ФГБУН Институт металлургии УрО РАН (г. Екатеринбург). Замечания: непонятно, почему в работе по переработке шламов говорится о необходимости вовлечения в производство бедных и некондиционных руд; представленная автором диссертация по проработке шламов не имеет отношения к проблеме «бедных» руд (стр.3).

14. Немчиновой Нины Владимировны, д-ра техн. наук, профессора, зав. кафедрой «Металлургия цветных металлов» ФГБОУ ВПО «Иркутский государственный технический университет» и Карпухина Анатолия Ивановича, д-ра техн. наук, старшего научного сотрудника, профессора кафедры «Металлургия цветных металлов». Замечания: для переработки получаемого концентрата драгоценных металлов предложено три варианта технологии, однако какой способ рекомендуется к внедрению на ОАО «Уралэлектромедь» не указан, т.е. не проведен сопоставительный анализ вариантов переработки концентрата. Основная практическая значимость работы представлена укрупненными испытаниями и расчетным ожидаемым эколого-экономическим эффектом, который может существенно откорректирован при реализации в производство. Требуется редакция в названии рисунков 15,19, 20.

15. Лыгиной Талии Зинуировны, д-ра геол.-мин. наук, профессора, зам. директора и Корнилова Анатолия Васильевича, д-ра техн. наук, главного технолога ФГУП «ЦНИИГеолнеруд» (г. Казань). Замечания: положение 2 (стр. 7) является констатацией факта и вряд ли требует защиты. Не обосновано решение об использовании ультратонкого измельчения продуктов до крупности менее 4-5 мкм для повышения качества флотационного концентрата и селективности разделения (стр. 24).

16. Агаповой Людмилы Яковлевны, д-ра техн. наук, доцента, зав. лабораторией редких, рассеянных элементов АО «Центра наук о Земле, металлургии и обогащения» (Республика Казахстан, г. Алматы). Без замечаний.

17. Богданова Владимира Ивановича, канд. техн. наук, директора по производству ОАО «Екатеринбургский завод по обработке цветных металлов». Вопросы: учитывал ли автор затраты на покупку и монтаж необходимого количества, например, бисерных мельниц, обеспечивающих необходимую степень измельчения, при осуществлении экономической оценки предлагаемой технологии? Может ли автор предложить альтернативный способ переработки хвостов флотации кека металлизации, содержащих более 1% серебра?

18. Сибагатуллина Салавата Камиловича, д-ра техн. наук, профессора кафедры металлургии черных металлов и Ореховой Натальи Николаевны, канд. техн. наук, доцента кафедры обогащения полезных ископаемых ФГБОУ ВПО «Магнитогорский государственный технический университет им. Г.И. Носова». Замечания: следовало бы пояснить, какова причина образования элементов распада на основе серебра в шлаке, полученном при плавке концентрата (стр.27, рис.13)? В автореферате не указан способ получения диспергированной газовой фазы и тип флотомашин, используемых для эффективного разделения ультратонких частиц. Из представленной разработанной автором технологической схемы комплексной переработки медеэлектролитных шламов (рис. 21) непонятно, если осуществляется ультратонкое измельчение для обработки флотоконцентрата, то данную операцию, как предлагаемую новую и, вероятно, энергоемкую, следовало бы указать в схеме.

19. Шнеерсона Якова Михайловича, д-ра техн. наук, профессора, генерального директора ООО «НИЦ «Гидрометаллургия» (г. Санкт-Петербург). Замечания: не разъяснена природа влияния скорости абсорбции кислорода в автоклаве на показатели процесса, в частности, на извлечение теллура в растворе. Следовало бы указать в автореферате область применения уравнений регрессии, привести основные химические реакции по рассматриваемым операциям. Требуется пояснения экспериментально рассчитанная энергия

активации восстановления селена гидразин-гидратом, так как при повышении температуры обычно наблюдается уменьшение энергии активации, т.е. процесс смещается из кинетической области в диффузионную, а не наоборот. Для объективного сравнения желательно было бы привести результаты измельчения в планетарной мельнице в различных режимах ее работы, в т.ч. с мелкими шарами и при различном числе оборотов. Следовало бы также указать, каким требованиям по составу примесей должен удовлетворять концентрат, передаваемый на аффинаж, и в какой степени этим требованиям удовлетворяют концентраты, получаемые разными методами.

Выбор официальных оппонентов обосновывается их компетентностью в области металлургических процессов, химии и технологии цветных и драгоценных металлов, что подтверждается публикациями в высокорейтинговых научных журналах.

Выбор ведущей организации обосновывается широкой известностью научных достижений ученых в области разработки и совершенствования действующих технологических переделов металлургических и химических производств.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

- **разработаны** научные основы и технология гидрометаллургической переработки медеэлектролитных шламов, позволяющие на принципиально новом уровне эффективно решать актуальные задачи повышения комплексности использования многокомпонентного сырья в цветной металлургии и охраны окружающей среды;

- **предложены** теоретически обоснованные и практически апробированные методы по увеличению извлечения драгоценных металлов, сопутствующих им халькогенидов, попутного выделения свинца и сурьмы в богатые кондиционные продукты;

- **доказаны** перспективность и целесообразность применения автоклавного окислительного выщелачивания шлама с последующим разделением халькогенидных и оксидных фаз флотацией.

Теоретическая значимость исследований обоснована тем, что:

- **доказаны** научные концепции, положенные в основу обнаруженных физико-химических закономерностей изменения фазового состава медьэлектролитных шламов, что позволило выбрать кардинальное направление их гидрометаллургической переработки с использованием автоклавного выщелачивания и флотации;

- **применительно к проблематике диссертации результативно**, т.е. с получением обладающих новизной результатов, **использован** комплекс базовых методов исследования, включая численные и экспериментальные, позволившие выполнить сопоставимый анализ параметров автоклавного выщелачивания шламов с разделением халькогенидной и оксидной фаз флотацией; рассчитать состав вторично образуемых в процессе автоклавного выщелачивания шламов сложных соединений теллура с сурьмой и мышьяком; рассчитать вероятность и определить последовательность химических превращений компонентов флотоконцентрата при восстановлении;

- **изложены и обобщены** причинно-следственные связи кинетических закономерностей процесса автоклавного выщелачивания основных компонентов шламов и показано, что причиной неполного извлечения теллура в раствор при автоклавном выщелачивании шламов с высоким содержанием сурьмы является не упорность первичных халькогенидов меди -серебра, а вторичное осаждение теллура в кек;

- **раскрыты** маршрут и полнота прохождения последовательно-параллельных процессов, зависящих от режимов автоклавного выщелачивания медьэлектролитных шламов, что в конечном результате приводит к индивидуализации и выделению фаз драгоценных металлов, элементов-примесей;

- изучены:

- фазовый состав медеэлектролитных шламов, при этом обнаружен ряд ранее неизвестных фаз в форме частиц золото-серебряного сплава, а на поверхности сфероидальных соединений халькогенидов меди-серебра установлено наличие наночастиц оксидов сурьмы и свинца, размер которых не превышает 0,1 - 0,5 мкм;

- поведение основных фаз медеэлектролитного шлама в процессе автоклавного выщелачивания с идентификацией их конечных форм с целью эффективного разделения флотационными способами;

- распределение теллура, позволившее установить, что причиной неполного его извлечения в раствор является вторичное осаждение в кек с образованием сложных оксидных соединений с сурьмой и мышьяком;

- влияние постоянного электрического тока в процессе обеднения шлака, образующегося при плавке обогащенного драгоценными металлами концентрата на скорость электрокапиллярного движения, приводящего к интенсификации процессов восстановления и повышению извлечения благородных металлов из расплавленного шлака, что имеет самостоятельное научное и прикладное значение;

- физико-химические закономерности процессов дезинтеграции с участием оксидных и халькогенидных соединений шлама, влияющие на полноту разделения фаз флотацией и показатели выщелачивания флотоконцентрата;

- кинетика и последовательность химических превращений при восстановительном щелочном выщелачивании селенида серебра, сопровождающихся металлизацией серебра.

- проведена модернизация экспериментального оборудования и обновлены методики для исследования гидromеталлургических процессов с участием медеэлектролитных шламов.

Значение полученных соискателем результатов исследования для практики подтверждается тем, что:

- разработаны и внедрены:

- технология переработки серебряно - золотого сплава, позволившая за счет вовлечения в переработку дополнительных продуктов получить фактический экономический эффект более 23 млн. руб. в год;

- операции переработки медеэлектролитных шламов, обеспечивающие экологические требования, комплексное и селективное извлечение ценных компонентов в товарные продукты, получение свинцово - сурьмяного концентрата, снижение количества отходов и оборотных промпродуктов;

- процесс гидрохлорирования обогащенного драгоценными металлами концентрата с получением серебра и золота, кондиционных для аффинирования, а также селена для последующего дистилляционного рафинирования;

- восстановительное выщелачивание с металлизацией благородных металлов и получением богатых селенсодержащих растворов;

- определены рациональные параметры автоклавного окислительного выщелачивания для эффективного разделения фаз и максимального извлечения теллура в раствор: температура 104-106°C, давление кислорода 0,1 МПа, продолжительность - 4 ч;

- создана система управления и регулирования процессом вывода элементов-примесей при аффинировании золота и серебра для стабильного получения товарной продукции высокого качества независимо от состава поступающего сырья;

- представлены технологический регламент на проектирование реконструкции шламового производства на ОАО «Уралэлектромедь».

Оценка достоверности результатов исследования выявила:

- для экспериментальных работ достоверность обеспечена использованием комплекса современных, взаимодополняющих методов исследования; данные получены на сертифицированном оборудовании, хорошо воспроизводимы и статистически достоверны;

- теория согласуется с экспериментальными данными, полученными соискателем и соответствием основным положениям фундаментальной теории гетерофазных систем;

- идея базируется на анализе многолетней работы медеаффинировочных предприятий, литературных данных, обобщении передового опыта по комплексной переработке многокомпонентного сырья;

- использованы данные, полученные автором в лабораторных, укрупнено-лабораторных и промышленных условиях;

- установлено соответствие результатов исследований, проведенных с использованием различных видов оборудования и масштаба эксперимента с общей научной концепцией работы.

Личный вклад соискателя состоит в развитии научного обоснования и разработке методических подходов к созданию гидрметаллургической технологии переработки медеэлектролитных шламов, непосредственном участии соискателя на всех этапах научного исследования: получении и обработке данных, поиске основополагающих физико-химических и технологических закономерностей, формулировке выводов, проведении лабораторных и промышленных экспериментов, внедрении в производство, подготовке публикаций по выполненной работе.

На заседании 12 декабря 2014 г. диссертационный совет принял решение присудить Мاستюгину С.А. ученую степень доктора технических наук.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 17 человек, из них 10 докторов наук по специальности рассматриваемой диссертации, участвовавших в заседании, из 21 человека, входящих в состав совета, проголосовали: за – 17, против – нет, недействительных бюллетеней – нет.

Председатель

диссертационного совета


Набойченко Станислав Степанович

Ученый секретарь

диссертационного совета


Сулицин Андрей Владимирович

12 декабря 2014 года