

ОТЗЫВ ОФИЦИАЛЬНОГО ОППОНЕНТА

на диссертацию и автореферат

Каркешкиной Анны Юрьевны

на тему: «Научное обоснование и апробация реагента дитиопирилметана для извлечения золота и рения при флотации комплексных руд»
на соискание ученой степени кандидата технических наук
по научной специальности 2.8.9 – Обогащение полезных ископаемых

Актуальность. Диссертационная работа посвящена решению актуальной научно-практической проблемы – повышению комплексности переработки минеральных ресурсов, что в свою очередь способствует рациональному недропользованию и устойчивому развитию горно-добывающей отрасли. Актуальность диссертационного исследования заключается в научном обосновании использования в реагентных режимах флотации дополнительных собирателей, повышающих технологические показатели флотационного обогащения труднообогатимых руд.

Цель работы – повышение эффективности действия реагентного режима флотации золото–и рений–содержащий комплексных сульфидных руд на основе использования дополнительного сульфгидрильного собирателя.

Новизна диссертационного исследования заключается в установлении закономерностей взаимодействия нового неионогенного собирателя ДТМ с поверхностью исследованных сульфидов, влияющих на флотоактивность природных сульфидов и облагороженных золотом, на основе которых сформулирован механизм действия 1–фенил–2,3–диметил–пиразолон–5–тиона (ДТМ) при флотации сульфидов железа, золота, молибдена, содержащего изоморфную примесь рения из комплексных сульфидных руд.

Достоверность и обоснованность результатов исследований подтверждается значительным объемом экспериментальных данных; разнообразием методов исследований с применением сертифицированного

инструментального оборудования, совпадением установленных закономерностей и результатов флотации, полученных на пробах руды ряда месторождений.

Практическое значение заключается в разработке реагентного режима с использованием дополнительного неиногенного собирателя, который способствует повышению технологических показателей флотационного обогащения малосульфидных руд. Использование дополнительного неиногенного собирателя позволило «повысить извлечение золота в концентрат на 19,3 % при флотации золотосодержащей руды Олимпиадинского месторождения, на 0,48 % при флотации руды Уконинского месторождения; извлечение золота и рения при флотации медно-молибден-порфировой руды повысилось на 9,97 % и 16,99 % соответственно.».

По теме диссертации опубликовано 10 научных трудов, в которых достаточно полно отражены научные положения, выносимые на защиту. Три научные статьи опубликованы в изданиях, входящих в Перечень ВАК; получен 1 патент. В 2019-2022 г.г. основные результаты диссертации апробированы на региональных и международных совещаниях, конференциях и других публичных мероприятиях по проблемам переработки минерального сырья.

Личный вклад соискателя в диссертационное исследование сформулирован, соискатель лично докладывала результаты исследований на публичных профильных научных мероприятиях.

Содержание автореферата полностью соответствует содержанию диссертации.

Краткая характеристика диссертационной работы. Диссертация изложена на 127 страницах, включая 36 рисунков, 21 таблицу и 1 приложение. Состоит из введения, 5 глав, заключения, списка использованных источников из 151 наименования.

Во введении обосновывается актуальность работы, сформулированы цель и идея работы, кратко представлены материалы и методы исследований, научная новизна, научное и практическое значение, достоверность и

обоснованность научных результатов, отражен личный вклад, приведены положения, выносимые на защиту, апробация результатов исследований и др..

В первой главе выполнен анализ научно-технических материалов по проблеме повышения комплексности использования труднообогатимых сульфидных руд при флотационном процессе обогащения и направлений ее решений. Обосновано направление научного исследования – повышение контрастности технологических свойств разделяемых минералов за счет действия нового сульфгидрильного собирателя на основе пиразолов и его использование в качестве дополнительного собирателя при флотации сульфидных руд. Обоснована область практического применения результатов исследований – технология флотация труднообогатимых тонковкрапленных золотосодержащих сульфидных руд и комплексных труднообогатимых медно-порфировых руд, а также обоснован выбор основных объектов исследований: природных концентратов золота – пирита, арсенопирита и основного промышленного источника рения – молибденита; искусственно обогащенных золотом пирита, арсенопирита.

Вторая глава содержит описание объектов и методов исследований. Наряду с сульфидными минералами, в исследованиях комплексообразования применен раствор перрената аммония (NH_4ReO_4) и хлорида золота (HAuCl_4), а также пробы труднообогатимых руд – малосульфидной золотомышьяковистой руды Олимпиадинского месторождения (Красноярский край), золотосодержащей руды Уконинского месторождения (Забайкальский край) и медно-молибден-порфировой золото- ренийсодержащей руды Находкинского рудного поля (Чукотский АО).

Приведена методика синтеза нового собирателя. Реагент 1–фенил–2,3–диметил–пиразолон–5–тион (ДТМ) имеет низкую растворимость; наличие атомов азота, серы и сопряженных связей в молекуле способствует комплексообразованию.

Дополнительно к главе 1 обосновывается выбор объектов исследований.

Методы исследований диссертации включают известные, а также оригинальные методики; изложены примененные современные инструментальные методы исследований и контроля.

Третья глава представляет результаты изучения взаимодействия реагентов в растворах и на поверхности минеральных порошков, а также шлифов минералов с применением физических, физико-химических методов исследований. Изложены результаты адсорбционных, потенциометрических исследований, исследования изменения гидрофобности поверхности пирита и арсенопирита методом прилипания. В результате исследования комплексообразования, установлено образование комплексного соединения ДТМ с перрнатом рения и хлоридным комплексом золота. Комплексом исследований установлены поверхностные соединения ДТМ на исследованных сульфидах.

На основе комплекса выполненных исследований, изложенных в главе 3, сформулирован механизм взаимодействия неионогенного сульфгидрильного собирателя дитиопирилметана, что является научной новизной данного диссертационного исследования.

Четвертая глава отражает результаты лабораторных флотационных исследований. Приведены результаты пенной флотации мономинеральных фракций сульфидов железа, обогащенных золотом сульфидов железа и молибденита в щелочной среде индивидуально бутиловым ксантогенатом, ДТМ и совместно в соотношении 1:1. Представлены результаты тестовых опытов в открытом режиме на пробах руды; показан прирост технологических показателей при расходе дополнительного сульфгидрильного собирателя 10 г/т.

Пятая глава содержит оценку экономической эффективности использования дополнительного сульфгидрильного собирателя.

Кроме того, в диссертацию входят титульный лист, содержание, заключение, список использованных источников и приложение. 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) В названии диссертации «Научное обоснование и апробация реагента дитиопирилметана для извлечения золота и рения при флотации комплексных руд» указано извлечение рения наряду с извлечением золота, что является не вполне корректным, поскольку рений в отличие от золота не имеет самостоятельных промышленно значимых природных минеральных форм. Далее по тексту диссертации идет уточнение ренийсодержащих....

2) Требуется пояснить отсутствие в представленном химическом составе объекта исследований молибденита – рения (табл.4, с.149, табл.7, с.51).

3) Поясните, в какой минеральной форме присутствует рений, поскольку в положении «Практическая значимость» на основе результатов главы 4 указан разный прирост извлечений для рения (16, 99%) и молибдена (20,61%). Объясните разницу в данном технологическом показателе.

4) Судя по приведенным УФ-ВИ спектрам (рис.3, с.62) интенсивность поглощения реагента в исследованной системе изменяется значительно – от менее 1D до 4D. С чем связан данный эффект?

5) При изучении поверхностных соединений ДТМ на пирите и арсенопирите методом ИК спектроскопии использовано сочетание NH_4SCN и ДТМ в разных соотношениях. Поясните назначение NH_4SCN при обработке сульфидов. В реагентных режимах флотации с ДТМ реагент роданид аммония (NH_4SCN) не использован.

6) В диссертационном исследовании установлена возможность образования в водных растворах дисульфида дитиопирилметана (ДСДТМ). Из практики известно, что при адсорбции дисульфидов на поверхности пирита повышается флотоактивность пирита. Наличие пирита в черновом коллективном медно-молибденовом концентрате крайне неблагоприятный фактор для последующей селекции коллективного медно-молибденового концентрата из-за повышенной флотоактивности пирита при медно-пиритной

селективной флотации при доводке камерного продукта медно-молибденовой селекции. Сталкивалась ли соискатель с высокой флотоактивностью пирита при селекции медно-молибденового концентрата, применяя новый собиратель?

7) Если величина «силы прилипания», а следовательно и гидрофобность поверхности (рис.25, с.84) на пирите с ДТМ больше, чем на арсенопирите, то почему извлечение при флотации пирита меньше, чем арсенопирита (рис.26 и 28 с.88-89)?

8) Табл. 12, поясните, какие минералы перестали флотироваться при добавке нового собирателя ДТМ, если расход бутКх в опытах неизменный.

9) Каким образом, по мнению соискателя, предлагаемый новый дополнительный собиратель для золота при флотации золото-арсенопиритной руды Олимпиадинского месторождения будет влиять на цикл бактериального окисления, который является необходимой операцией вскрытия арсенопирита перед цианированием?

10) При экономической оценке отсутствует информация о производителе реагента ДТМ, годовой производительности предприятия по реагенту.

11) К сожалению, в диссертации представлены результаты исследований совместного применения нового неионогенного сульфгидрильного собирателя ДТМ только с бутиловым ксантогенатом, в то время как на большинстве действующих флотационных обогатительных фабриках, перерабатывающих комплексные медно-порфировые руды, содержащие золото и рений; золото-арсенопиритные руды, бутиловый ксантогенат частично, либо полностью заменен на другие классы сульфгидрильных собирателей – дитиофосфинаты, сочетания дитиофосфатов, тионокарбаматов, дисульфидов.

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 Каркешкиной Анны Юрьевны является научно-квалификационной работой, в которой изложены новые научно обоснованные технологические разработки реагентных режимов флотации комплексных малосульфидных руд на основе нового дополнительного неионогенного сульфгидрильного собирателя химического класса пиразолов (дитиопирилметан или ДТМ), имеющие существенное значение для развития рационального недропользования в стране, что 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 – Каркешкина Анна Юрьевна заслуживает присуждения искомой ученой степени.

Официальный оппонент,
доктор технических наук,
профессор,
профессор кафедры ОПИ
НИТУ «МИСиС»,
119049, г. Москва, Ленинский
пр.4, стр.1
+7(903)6876829, woda@mail.ru

В. А. Игнаткина

«29» августа 2022 г.

Подпись руки Игнаткиной В.А. подтверждают:
Проректор по безопасности и общим вопросам
НИТУ «МИСиС»



И. М. Исаев

СВЕДЕНИЯ

об официальном оппоненте диссертационной работы Каркешкиной Анны Юрьевны на тему: «Научное обоснование и апробация реагента дитиопирилметана для извлечения золота и рения при флотации комплексных руд» на соискание ученой степени кандидата технических наук по научной специальности 2.8.9 – Обогащение полезных ископаемых

ФИО	Место основной работы (полное наименование, адрес, контакты, должность)	Ученая степень (документ о присвоении)	Ученое звание (документ о присвоении)
Игнаткина Владислава Анатольевна	Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС» (ФГАОУ ВО НИТУ «МИСиС»), Ленинский пр. 4 стр.1, г. Москва, Россия, 119049 моб.тел.+7(903)6876829, эл.адрес woda@mail.ru профессор кафедры обогащения полезных ископаемых и техногенного сырья	Доктор технических наук диплом ДДН № 021643, приказ Минобрнауки РФ № 659/нк-2 от 30.08.2012 г., присуждена советом по защите диссертаций на соискание ученой степени кандидата наук, на соискание ученой степени доктора наук на базе НИТУ «МИСиС» 14 декабря 2011 г. Научная специальность 25.00.13 – Обогащение полезных ископаемых	Профессор, научная специальность «Обогащение полезных ископаемых», приказ Минобрнауки России №778/нк от 29.06.2022 Доцент по кафедре «Обогащение руд цветных и редких металлов» присвоено Федеральной службой по надзору в сфере образования и науки Министерства образования и науки Российской Федерации, приказ № 2151/1161-д от 17 марта 2007 г. (аттестат ДЦ №011583)

Список основных публикаций официального оппонента

Игнаткиной Владиславы Анатольевны в рецензируемых научных изданиях за последние 5 лет по теме диссертации Каркешкиной Анны Юрьевны «Научное обоснование и апробация реагента дитиопирилметана для извлечения золота и рения при флотации комплексных руд», представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.8.9 - Обогащение полезных ископаемых (технические науки).

- 1) Бочаров В.А., Игнаткина В.А., Каюмов А.А. Методы извлечения золота при обогащении упорных золотосодержащих колчеданных медно-цинковых руд. Часть 1. Анализ практики и выбор направлений селективного выделения минеральных фаз золота из колчеданных медно-цинковых руд. Цветные металлы. 2017. 4. 11-14. (индексируется в Scopus, в Перечне ВАК по научной специальности 2.8.9 – Обогащение полезных ископаемых)

- 2) Бочаров В.А, Игнаткина В.А, Каюмов А.А. Методы извлечения золота при обогащении упорных золотосодержащих колчеданных медно-цинковых руд. Часть 2. Технологические особенности выделения ассоциаций золота из колчеданных медно-цинковых руд. Цветные металлы. 2017. №5. с.13-20. DOI: 10.17580/tsm.2017.05.02 (индексируется в Scopus, в Перечне ВАК по научной специальности 2.8.9 – Обогащение полезных ископаемых)
- 3) Ignatkina, V.A., Bocharov, V.A., Makavetskias, A.R., Khachatryan, L.S., Fishchenko, Y.Y. Rational Processing of Refractory Copper-Bearing Ores. Russian Journal of Non-Ferrous Metals. 2018. 59(4), p. 364-373 DOI: 10.3103/S1067821218040065 (индексируется в WoS, Scopus, в Перечне ВАК по научной специальности 2.8.9 – Обогащение полезных ископаемых)
- 4) Игнатов Д.О., Каюмов А.А., Игнаткина В.А. Селективное разделение мышьяксодержащих сульфидных минералов. Цветные металлы. 2018.7.32-38. DOI: 10/17580/tsm.2018.07.05 (индексируется в Scopus, в Перечне ВАК по научной специальности 2.8.9 – Обогащение полезных ископаемых)
- 5) Бочаров В.А., Игнаткина В.А., Лапшина Г.А., Хачатрян Л.С. Развитие технологии комплексной переработки упорных пиритных полиметаллических руд цветных металлов. Цветные металлы. 2018. №4. С. 27-34. DOI: 10/17580/tsm.2018.04.03 (индексируется в Scopus, в Перечне ВАК по научной специальности 2.8.9 – Обогащение полезных ископаемых)
- 6) Бочаров В.А., Игнаткина В.А., Макавецкас А.Р., Каюмов А.А. Качественно-количественное распределение структур агрегатов сульфидов при флотационном обогащении полиметаллических руд. Цветные металлы. 2019. 12. с. 14-21. DOI: 10.17580/tsm.2019.12.02 (индексируется в Scopus, в Перечне ВАК по научной специальности 2.8.9 – Обогащение полезных ископаемых)
- 7) Zharolla, N.D., Yergeshev, A.R., Ignatkina, V.A. Estimation of selectivity of sulphhydryl collectors on a dithiophosphate basis. Mining Informational and Analytical Bulletin Volume 2020, Issue 11, 2020, Pages 14-26. DOI: 10.25018/0236-1493-2020-11-0-14-26 (индексируется в Scopus, в Перечне ВАК по научной специальности 2.8.9 – Обогащение полезных ископаемых)
- 8) Игнаткина В.А., Макавецкас А.Р., Каюмов А.А., Аксенова Д.Д.. Анализ причин ухудшения технологических показателей флотации медьсодержащей сульфидной руды при камерной отработке медно-колчеданных месторождений Горный информационно-аналитический бюллетень (Mining Informational and Analytical Bulletin), 2021, 9, 14-26. <https://doi.org/DOI: 10.25018/0236-1493-2021-9-0-5> (индексируется в Scopus, в Перечне ВАК по научной специальности 2.8.9 – Обогащение полезных ископаемых).
- 9) Игнаткина В.А., Аксенов Д.Д., Каюмов А.А., Ергешева Н.Д. Пероксид водорода в регентных режимах флотации колчеданных медных руд. Физико-технические проблемы разработки полезных ископаемых. 2022. 1. 139-152. (индексируется в Перечне ВАК по научной специальности 2.8.9 – Обогащение полезных ископаемых)
- 10) Игнаткина В.А., Каюмов А.А., Ергешева Н.Д. Флотоактивность и расчетная реакционная способность сульфидных минералов и золота. Известия вузов. Цветная металлургия. 2022. 68. 4. 4-14. (индексируется в Перечне ВАК по научной специальности 2.8.9 – Обогащение полезных ископаемых)

Д.т.н., проф.,
профессор кафедры ОПИ
НИТУ «МИСиС»



В.А. Игнаткина