

Письменный отзыв официального рецензента на диссертационную работу

Меркибаева Ерика Сериковича

на тему

«Переработка бедных труднообогатимых свинцово-цинковых руд и промпродуктов обогащения»

на соискание степени доктора философии (PhD)

по образовательной программе 6D070900 – Металлургия

№ п/п	Критерии	Соответствие критерии (необходимо отметить один из вариантов ответов)	Обоснование позиции официального рецензента
1.	Тема диссертации (на дату ее утверждения) Соответствует направлениям развития науки или государственным программам	1.1 Соответствие приоритетным направлениям развития науки или государственным программам: 1) <u>Диссертация выполнена в рамках проекта или целевой программы, финансируемой(ой) из государственного бюджета</u> 2) Диссертация выполнена в рамках другой государственной программы (указать название программы) 3) Диссертация соответствует приоритетному направлению развития науки, утвержденному Высшей научно-технической комиссией при Правительстве Республики Казахстан (указать направление)	Диссертационная работа соответствует приоритетному направлению развития науки: «Экология, окружающая среда и рациональное природопользование». Исследования, приведенные в настоящей диссертации, были выполнены в рамках следующих программ и проектов: - ГФ АР08052829 «Разработка гибридной технологии комплексной переработки окисленных, труднообогатимых цинк, свинецсодержащих руд и промпродуктов обогащения сульфидирующим обжигом с последующим обогащением огарка», 2020-2022 гг.; - ГФ АР15473200 «Разработка технологии переработки окисленных руд с предварительной высокотемпературной сульфидизацией», 2022-2024 гг.; - ШЦФ ИРН ВК21881939 «Разработка ресурсосберегающих энергогенерирующих технологий для горно-металлургического комплекса и создание инновационного инжинирингового центра»
2.	Важность для науки	Работа <u>вносит</u> /не вносит существенный вклад в науку, а ее важность <u>хорошо раскрыта</u> /не раскрыта	Результаты, полученные в ходе диссертационной работы, оказывают значительное влияние на развитие фундаментальной и прикладной металлургии в области переработки свинцово-цинкового сырья. Результаты работы раскрывают новые принципы процесса сульфидирования в печи кипящего слоя и в неподвижном слое, изученные механизмы и стадийность сульфидирования пополняют справочные данные и могут быть использованы в задачах прогнозирования технологических процессов переработки окисленного свинцово-цинкового сырья. Раскрыты новые структурные и магнитные свойства пирротинов позволяют расширить их применение в качестве магнитных пленок и носителей.

		<p>окисленного свинцово-цинкового сырья. Раскрыты новые структурные и магнитные свойства пирротинов позволят расширить их применение в качестве магнитных пленок и носителей.</p>
<p>3. Принцип самостоятельности</p>	<p>Уровень самостоятельности:</p> <ol style="list-style-type: none"> 1) Высокий 2) Средний 3) Низкий 4) Самостоятельности нет 	<p>Автор данной диссертационной работы внес свой весомый вклад в постановку задач и разработку методов проведения экспериментов, самостоятельно занимался обработкой и анализом полученных данных. Опубликованные работы и наличие патента свидетельствует о самостоятельности Доктораанта.</p>
<p>4. Принцип внутреннего единства</p>	<p>4.1 Обоснование актуальности диссертации:</p> <ol style="list-style-type: none"> 1) Обоснована; 2) Частично обоснована; 3) Не обоснована. 	<p>Актуальность диссертации имеет высокую степень обоснованности и востребованности. Актуальным является развитие сырьевой базы свинцово-цинковой промышленности в современных условиях снижения концентрации металлов. Вовлечение в эксплуатацию труднообогатимых руд, в частности окисленных и смешанных, а также хвостов обогащения является одним из способов увеличения сырьевой базы свинцово-цинковой промышленности. Значительная часть полиметаллических, свинцово-цинковых руд на сегодняшний момент содержит менее 3 % цинка и менее 1 % свинца, руды характеризуются труднообогатимостью вследствие тонкой вкрапленности и тесного взаимного прорастания рудных и нерудных минералов, а также значительной окисленностью рудных тел. Диссертационная работа посвящена разработке технологий предварительной активации руды посредством сульфидирующего обжига бедной труднообогатимой цинк-олиготитовой руды и промпродуктов обогащения с целью повышения качества концентрата до кондиционных продуктов, а также повышения извлечения свинца и цинка во флотационный концентрат и улучшение качества свинцового и цинкового концентратов. Установлены механизмы сульфидирования окисленных соединений свинца и цинка, получены новые данные о структуре пирротинов. Работа</p>

		<p>направлена на улучшение качества свинцового и цинкового концентратов, с применением предварительной активации посредством сульфидирующего обжига сырья, а также на исследование неустановленных свойств пирротинов.</p>
<p>4.2 Содержание диссертации отражает тему диссертации: 1) Отражает: 2) частично отражает; 3) не отражает.</p>	<p>Диссертационная работа состоит из 5 глав, все главы между собой логический связаны и отражают тему диссертации. Работа представляет собой завершённый научный труд, обладает целостностью по изучению стадильности и механизма сульфидирования окисленных соединений свинца и цинка в руде и представляет результаты апробации полученных данных по сульфидированию цинк-, свинецсодержащих промпродуктов обогащения, обжиг-магнитной технологии переработки сырья на основе полученных данных по изучению структуры пирротинов.</p>	
<p>4.3 Цель и задачи соответствует теме диссертации 1) Соответствуют; 2) Частично соответствуют; 3) Не соответствуют.</p>	<p>Поставленные в диссертационной работе цели и задачи соответствуют теме диссертации и решены в полном объеме. Полнота решения поставленных задач достигнута путем разработки технологии переработки бедных труднообогащаемых комплексных свинцово-цинковых руд за счет применения предварительной, активизирующей, высокотемпературной сульфидизации окисленных соединений свинца и цинка пиритом в печи кипящего слоя на воздушном дутье, а также разработки способа сульфидирования промышленных продуктов обогащения в неподвижном слое.</p> <p>При достижении цели и задачи были получены следующие результаты:</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. Выполнено термодинамическое и кинетическое обоснование процесса сульфидирования окисленных соединений свинца и цинка. 2. Разработан способ термической активации цинк-олиготитовой руды в печи кипящего слоя. 3. Разработан способ термической активации промышленных продуктов обогащения в неподвижном слое. 	

5.	<p>Принцип научной новизны</p>	<p>5.1 Научные результаты и положения являются новыми?</p> <p>1) полностью новые;</p> <p>2) частично новые (новыми являются 25-75%);</p> <p>3) не новые (новыми являются менее 25%)</p>		<p>4.4. Все разделы и положения диссертации логически взаимосвязаны:</p> <p>1) полностью взаимосвязаны;</p> <p>2) взаимосвязь частичная;</p> <p>3) взаимосвязь отсутствует.</p> <p>4.5. Предложенные автором новые решения (принципы, методы) аргументированы и оценены по сравнению с известными решениями:</p> <p>1) критический анализ есть;</p> <p>2) анализ частичный;</p> <p>3) анализ представляет собой не собственные мнения, а цитаты других авторов.</p>	<p>4. Получены результаты изучения структурных свойств пирротинов состава $Fe_{0.855}S$, $Fe_{0.862}S$, $Fe_{0.877}S$, $Fe_{0.901}S$, $Fe_{0.911}S$, получены новые данные по магнетизму и намагнитченности данных пирротинов.</p> <p>Разделы и научные положения между собой логически взаимосвязаны и обладают единством прослеживается единая линия экспериментальных и аналитических данных, направленных на достижение цели работы.</p> <p>Автором проведен обширный критический анализ литературы, патентных данных, проанализирована сырьевая база свинцово-цинковой промышленности; изучены существующие технологии переработки сырья, комбинированные схемы, включающие гидро- и пирометаллургические приемы, сделаны выводы. Обзор литературы проводился с глубиной до 50 лет, отражены последние инновационные подходы. Методы решения поставленных целей и задач обоснованы, приведены отличия разрабатываемой технологии от приведенных ранее.</p> <p>Научные результаты обладают новизной:</p> <p>1. Впервые разработан способ термической активации цинк-олиготитовой руды, включающей высокотемпературный, сульфидирующий обжиг в присутствии высокосернистого сульфидизатора в виде пиритного концентрата при соотношении к руде 2:1, в печи кипящего слоя на воздушном дутье.</p> <p>2. Впервые результатами термического анализа TG/DSC и (SEM) и (EDS) спектроскопией установлен стадийный механизм сульфидирования окисленных соединений цинка пиритом с установлением механизма агрегации ZnS с $Fe_{1-x}S$ с получением соединения $(Zn, Fe)S$ в форме $Fe_2Zn_3S_5$.</p> <p>3. Впервые методами ЯМР и ЭПР установлена зависимость намагнитченности пирротинов $Fe_{0.855}S$, $Fe_{0.862}S$, $Fe_{0.877}S$, $Fe_{0.901}S$, $Fe_{0.911}S$ от температуры обжига, установлено,</p>
----	--------------------------------	--	--	---	---

		<p>что намагнитченность увеличивается с $4,5 \text{ Гс}\cdot\text{см}^3/\text{г}$ при $600 \text{ }^\circ\text{C}$ обжига до $12,5 \text{ Гс}\cdot\text{см}^3/\text{г}$ при $800 \text{ }^\circ\text{C}$ с дальнейшим уменьшением до $3,0$ при температурах выше $1000 \text{ }^\circ\text{C}$ и достижением практически 0 за счет уменьшения числа вакансий в четных базисных плоскостях структуры пирротинов.</p>
	<p>5.2 Выводы диссертации являются новыми? 1) <u>полностью новые</u>; 2) частично новые (новыми являются 25-75%); 3) не новые (новыми являются менее 25%)</p>	<p>Выводы диссертационной работы являются новыми. Приведенные в диссертационной работе выводы относительно механизма и условий сульфидирования имеют большой практический вклад в интенсификацию процессов переработки окисленных свинцово-цинковых руд. Разработаны рекомендации по сульфидированию окисленных-карбонатных и силикатных цинковых руд. Показана принципиальная возможность и эффективность термической активации цинк-олигонитовой руды, включающей высокотемпературный, сульфидирующий обжиг в печи КС. Разработанная технология может быть интегрирована в структуру производства ТОО «Казцинк» без капитальных затрат, промышленное оборудование имеется в условиях завода. Внедрение технологии позволит существенно повысить технико-экономические показатели и получить дополнительно извлеченный цинк и свинец, а также пирротиновый железистый концентрат. Показана принципиальная возможность и эффективность термической активации цинксодержащих и свинецсодержащих промышленных продуктов обогащения в неподвижном слое содержащих пирит в собственном составе не менее $50\text{-}54 \text{ } \%$, используемого в качестве сульфидизатора.</p>
	<p>5.3 Технические, технологические, экономические или управленческие решения являются новыми и обоснованными: 1) <u>полностью новые</u>;</p>	<p>На основании полученных технологических данных автором диссертации впервые разработан способ термической активации цинк-олигонитовой руды, включающий высокотемпературный, сульфидирующий обжиг в присутствии высокосернистого сульфидизатора в виде</p>

	<p>2) частично новые (новыми являются 25-75%); 3) не новые (новыми являются менее 25%)</p>	<p>пиритного концентрата при соотношении к руде 2:1, в печи кипящего слоя. Также разработана схема переработки окисленных, смешанных свинцово-цинковых промпродуктов обогащения, отличающаяся тем, что в качестве сульфидизатора используется пирит, в собственном составе при исходном содержании не менее 50-54 %.</p>
<p>6. Обоснованность основных выводов:</p>	<p>Все основные выводы основаны/не основаны на весомых с научной точки зрения доказательствах либо достаточно хорошо обоснованы</p>	<p>Выводы, приведенные в диссертационной работе, сделаны на основе результатов проведенного комплекса экспериментальных физико-химических исследований и не противоречат теоретическим и практическим закономерностям в металлургии.</p>
<p>7. Основные положения, выносимые на защиту</p>	<p>Необходимо ответить на следующие вопросы по каждому положению в отдельности: Положение 1: <u>Результаты термодинамического анализа процесса сульфидирования.</u> 7.1 Доказано ли положение? 1) доказано 2) скорее доказано 3) скорее не доказано 4) не доказано 7.2 Является ли тривиальным? 1) да; 2) нет 7.3 Является ли новым? 1) да; 2) нет 7.4 Уровень для применения: 1) узкий; 2) средний; 3) широкий 7.3 Доказано ли в статье? 1) да;</p>	<p>Все 5 положений выносимых на защиту, доказаны экспериментально с применением передовых методов исследования: - положение 1: механизм сульфидирования доказан с помощью термодинамических расчетов программой HSC, методом электронной микроскопии (SEM) в сочетании с энергодисперсионной спектроскопией (EDS); - положение 2: механизм сульфидирования окисленных соединений цинка пиритом доказаны результатами термического анализа TG/DSC и (SEM) и (EDS) спектроскопией, выполнены расчеты по кинетике процесса; - положение 3: результаты разработки способа термической активации цинк-олиготитовой руды в печи КС доказаны экспериментальными данными, укрупненными испытаниями в печи КС, анализом продуктов обжига различными физико-химическими методами исследования; получен патент на изобретение; - положение 4: результаты способа высокотемпературного сульфидирования, окисленных соединений свинца и цинка цинк-олиготитовой руды в неокислительной атмосфере в неподвижном слое доказаны экспериментальными данными, укрупненными испытаниями в электрической печи в</p>

	<p>2) нет</p> <p>Положение 2: <u>Результаты кинетического анализа процесса сульфидирования</u></p> <p>7.1 Доказано ли положение?</p> <p>1) <u>доказано</u></p> <p>2) скорее доказано</p> <p>3) скорее не доказано</p> <p>4) не доказано</p> <p>7.2 Является ли тривиальным?</p> <p>1) да;</p> <p>2) <u>нет</u></p> <p>7.3 Является ли новыми?</p> <p>1) <u>да;</u></p>	<p>неподвижном слое; свойства, полученных пирротинов доказаны комплексом физико-химических методов анализа;</p> <p>- Положение 5: результаты разработки способа термической активации свинцово-цинковых промышленных продуктов обогащения в неподвижном слое доказаны экспериментальными данными, укрупненными испытаниями, актом укрупненных испытаний магнитной сепарации; свойства, полученных пирротинов доказаны рентгенофазовым анализом, сканирующей электронной микроскопией (SEM) в сочетании с энергодисперсионной спектроскопией (EDS), ЯГР и ЭПР анализами, результатами сорбометрии, методом макроэлектрофореза.</p> <p>Использованные методы исследования позволили в полном объеме решить все поставленные задачи и достичь цели. Элементы тривиальности в диссертационной работе отсутствуют. Все найденные результаты получены с помощью современных методов исследования, на поверенных установках, анализы выполнены в аккредитованных лабораториях.</p> <p>Основные положения, выносимые на защиту, являются новыми. Ранее подобные положения и результаты исследований по теме диссертации не были кем-либо описаны в литературе.</p> <p>Все положения, выносимые на защиту, доказаны публикациями. На основании полученных экспериментальных данных диссертантом опубликованы: 9 научных работ в рецензируемых научных журналах и изданиях, определенных КОКССОН МНВО РК, в том числе: в базе данных WoS – 2 статьи, в базе данных Scopus – 2 статьи, в журналах, рекомендованных КОКССОН МОН РК – 4 статьи; в других научных журналах и изданиях – 1 статья.</p> <p>Результаты работы апробированы на 4 международных научно-практических конференциях.</p>
--	--	--

	<p>2) нет 7.4 Уровень для применения: 1) узкий; 2) средний; 3) широкий</p> <p>7.3 Доказано ли в статье? 1) да; 2) нет</p> <p>Положение 4: <u>Результаты способа высокотемпературного сульфидирования, оксидных соединений свинца и цинка цинк-олиготитовой руды в неокислительной атмосфере в неподвижном слое.</u></p> <p>7.1 Доказано ли положение? 1) доказано 2) скорее доказано 3) скорее не доказано 4) не доказано</p> <p>7.2 Является ли тривиальным? 1) да; 2) нет</p> <p>7.3 Является ли новыми? 1) да; 2) нет</p> <p>7.4 Уровень для применения: 1) узкий; 2) средний; 3) широкий</p> <p>7.3 Доказано ли в статье? 1) да; 2) нет</p> <p>Положение 5: <u>Результаты разработки способа термической активации</u></p>	<p>Имеется патент на изобретение по теме PhD диссертации: Патент на изобретение № 36282 от 30.06.2023, 2022/0331.1 от 30.05.2022. Опубликована монография.</p>
--	---	--

	<p>свинцово-цинковых <u>промышленных</u> <u>продуктов обогащения</u> в неподвижном слое.</p> <p>7.1 Доказано ли положение? 1) <u>Доказано</u> 2) скорее доказано 3) скорее не доказано 4) не доказано</p> <p>7.2 Является ли тривиальным? 1) да; 2) <u>нет</u></p> <p>7.3 Является ли новыми? 1) <u>да</u>; 2) нет</p> <p>7.4 Уровень для применения: 1) узкий; 2) средний; 3) <u>широкий</u></p> <p>7.3 Доказано ли в статье? 1) <u>да</u>; 2) нет</p>	
8.	<p>Достоверность источников и предоставляемой информации</p> <p>8.1 Выбор методологии - обоснован или методология достаточна подробно описана: 1) <u>да</u> 2) нет</p>	<p>Выбор методологии проводился с учетом свойств объектов исследования.</p> <p>На основании выбранной методологии получены следующие технологические результаты:</p> <ul style="list-style-type: none"> - разработаны рекомендации по сульфидированию окисленных-карбонатных и силикатных цинковых руд; - показана принципиальная возможность и эффективность термической активации цинк-олигонитовой руды, включающей высокотемпературный, сульфидирующий обжиг в печи КС. Внедрение технологии позволит существенно повысить технико-экономические показатели и получить дополнительно извлеченный цинк и свинец, а также пироотливной железистый концентрат, в условиях ТОО Казпик.

		<p>- показана принципиальная возможность и эффективность термической активации цинксодержащих и свинецсодержащих промышленных продуктов обогащения в неподвижном слое содержащих пирит в собственном составе не менее 50-54 %, использующегося в качестве сульфидизатора.</p>
	<p>8.2 Результаты диссертационной работы получены с использованием современных методов научных исследований и методик обработки и интерпретации данных с применением компьютерных технологий</p> <p>1) Да 2) нет</p>	<p>В работе использован комплексный подход, объединивший применение современных методов исследования и методов обработки и демонстрации научных данных.</p>
	<p>8.3 Теоретические выводы, модели, выявленные взаимосвязи и закономерности доказаны и подтверждены экспериментальным исследованием (для направлений подготовки по педагогическим наукам результаты доказаны на основе педагогического эксперимента):</p> <p>1) Да 2) нет</p>	<p>Теоретические выводы, модели, установленные взаимосвязи и закономерности были сделаны на основе экспериментальных данных, полученных на технологическом оборудовании и аналитическом оборудовании, были использованы: сканирующая электронная микроскопия, рентгеноструктурный анализ, атомно-силовой микроскоп и спектроскопия электронно-парамагнитный резонанс, сканирующая электронная микроскопия (SEM) в сочетании с энергодисперсионной спектроскопией (EDS), ЭПР и ЯГР анализы, сорбтометрия, методом макро-электрофореза.</p>
	<p>8.4 Важные утверждения подтверждены/частично подтверждены/не подтверждены ссылками на актуальную и достоверную научную литературу.</p>	<p>Полученные в ходе исследования результаты и выводы отражают содержание всех разделов и представлены в публикациях в рецензируемых международных и отечественных научных изданиях. Достоверность научных выводов не вызывает сомнений и согласуются с выводами, полученными другими авторами.</p>
	<p>8.5 Исползованные источники литературы достаточно/не достаточно для литературного обзора.</p>	<p>В работе приведен список литературы из 126 наименований. Приведенные источники более чем достаточно для</p>

		<p>формирования литературного обзора диссертационной работы.</p>
<p>9. Принципы практической ценности</p>	<p>9.1 Диссертация имеет теоретическое значение 1) <u>да</u> 2) <u>нет</u></p> <p>9.2 Диссертация имеет практическое значение и существует высокая вероятность применения полученных результатов на практике 1) <u>да</u> 2) <u>нет</u></p> <p>9.3 Предложения для практики являются новыми? 1) <u>полностью новые;</u> 2) частично новые (новыми являются 25-75%); 3) не новые (новыми являются менее 25%)</p>	<p>Целью диссертационной работы является разработка технологии переработки бедных труднообогатимых комплексных свинцово-цинковых руд и промежуточных обогащения за счет применения предварительной, активизирующей, высокотемпературной сульфидизации окисленных соединений свинца и цинка пиритом в печи кипящего слоя на воздушном дутье, в неокислительной среде в неподвижном слое и промысленных продуктов обогащения в неподвижном слое.</p> <p>Работа направлена на улучшение качества свинцового и цинкового концентратов, с применением предварительной активизации посредством сульфидирующего обжига сырья, а также на исследование неустановленных свойств пирротинов. Теоретические исследования по изучению магнитных свойств пирротинов, являются расширением фундаментальных знаний о магнетизме этих соединений, однако, в целом, работа не имеет основного теоретического назначения.</p> <p><i>Вопрос: в чем заключается новизна по изучению магнитных свойств пирротинов?</i></p> <p>Совокупность результатов, проведенных теоретических и экспериментальных исследований, доказывает, что диссертационная работа имеет практическое значение и решает прикладные производственные задачи в области переработки окисленного, свинцово-цинкового сырья.</p> <p>Практические рекомендации являются новыми и имеют большую практическую ценность. Экспериментальные исследования подтверждаются укрупненными испытаниями и рекомендуются к опытно-промышленным испытаниям.</p>

		<p>Вопрос: в чем заключаются разработанные рекомендации по сульфидированию окисленных-карбонатных и силикатных цинковых руд?</p>
<p>10. Качество написания и оформления</p>	<p>Качество академического письма: 1) высокое; 2) среднее; 3) ниже среднего; 4) низкое.</p>	<p>Качество академического письма высокое. Диссертационная работа соответствует всем требованиям, предъявляемым к таким работам, и отличается внутренним единством. Разделы диссертационной работы логически объединены и направлены на решение поставленных задач. Незначительное количество опечаток не снижает качество диссертационной работы.</p>

Диссертационная работа Меркибаева Е.С., на тему «Переработка бедных труднообогатимых комплексных свинцово-цинковых руд и промпродуктов обогащения», выполнена в полном объеме и соответствует всем требованиям, предъявляемым к диссертационным работам PhD, имеет новизну, актуальность и заслуживает присуждения степени доктора философии (PhD) по образовательной программе 6D070900 – Металлургия.

**Заведующий лабораторией пирометаллургии,
доктор технических наук,
АО «Институт металлургии и обогащения»**

С.А. Квятковский

