Письменный отзыв официального рецензента на диссертационную работу Меркибаева Ерика Сериковича на тему

«Переработка бедных труднообогатимых комплексных свинцово-цинковых руд и промпродуктов обогащения» на соискание степени доктора философии (PhD) по образовательной программе 6D070900 – Металлургия

№п/п	Критерии	Соответствие критериям (необходимо отметить один из вариантов ответа)	Обоснование позиции официального рецензента
1.	Тема диссертации (на дату ее утверждения) соответствует направлениям развития науки и/или государственным программам	(указать название и номер проекта или программы)	Работа выполнена в рамках проектов грантового финансирования МОН РК: -AP08052829 «Разработка гибридной технологии комплексной переработки окисленных, труднообогатимых цинк, свинецсодержащих руд и промпродуктов обогащения сульфидирующим обжигом с последующим обогащением огарка» на 2020-2022гг. и «Жас ғалым» AP15473200 «Разработка технологии переработки окисленных руд с предварительной высокотемпературной сульфидизацией» на 2022-2024 годы.
2.	Важность для науки	Работа вносит/не вносит существенный вклад в науку, а ее важность хорошо раскрыта/не раскрыта	Работа вносит заметный вклад в теорию обжиговых процессов, в частности в область кинетики, закономерностей и особенностей сульфидирующего обжига окисленной цинк-олигонитовой руды Жайремского месторождения и свинцовоцинковых хвостов Ридерской обогатительной фабрики в присутствии пирита. Полученные результаты в области сульфидирующего обжига оксидных материалов могут быть использованы для создания технологии переработки

3.	Принцип самостоятельности	Уровень самостоятельности: 1) Высокий; 2) Средний; 3) Низкий; 4) Самостоятельности нет	окисленных отечественных (Ачисай, Шаймерден, Шалкия, Смена, Ушкатын) и зарубежных месторождений (Седмочисленцы, Олькуш, Бытам), а так же использование пирротинов для синтеза новых материалов. Уровень самостоятельности соискателя при выполнении работы может объективно оценить только научный консультант и со-руководитель. Поэтому моя оценка, как рецензента работы о степени самостоятельности соискателя в выполнении диссертационной работы имеет косвенный характер. Исходя из 15 публикаций, объявленных на стр. 187-188 диссертации, соискатель Меркибаев Е.С. в списке авторов имеет первую позицию 3 раза, и вторую 9 раз. Поэтому соискатель очевидно обладает необходимым уровнем самостоятельности. Тем не менее об истинном уровне самостоятельности можно установить только в
		4.1 Обоснование актуальности диссертации: 1) Обоснована; 2) Частично обоснована; 3) Не обоснована.	процессе защиты. По данным различных источников запасы цинка в Казахстане составляют около 40 млн.т. Преимущественно цинк в рудах присутствует в сульфидной форме. Эти руды интенсивно перерабатываются и запасы их уменьшаются. Резервом для цинковой подотрасли в Казахстане являются окисленные, оксидные и смешанные руды, запасы которых составляют несколько десятков миллионов тонн. Значительным резервом являются так же Zn-Pb хвосты. Актуальность этого технологического направления подтверждается проведением исследований переработки подобных руд и хвостов различными методами в НИИ и вузах. Рецензируемая диссертационная работа поэтому соответствует современной тенденции переработки не только цинковых руд но и хвостов их обогащения.
	единства	4.2 Содержание диссертации отражает тему диссертации: 1) Отражает; 2) Частично отражает; 3) Не отражает	Содержание диссертации, состоящей из 5 глав и 9 приложений отражает тему диссертации. Тем не менее, тема диссертации имеет характер глобальности, а следовательно, и некоторой неконкретности. В названии диссертации для уменьшения степени глобальности и увеличения степени конкретности необходимо было указать название месторождения руды и промпродуктов обогащения. Однако это замечание в большей мере относится к структурам, утверждающих темы диссертационных работ.
		 4.3. Цель и задачи соответствуют теме диссертации: 1) соответствуют; 2) частично соответствуют; 3) не соответствуют 	Цели и задачи, объявленные в диссертационной работе соответствуют теме диссертации. Они связаны с необходимостью создания эффективной технологии переработки окисленной Pb-Zn руды (0,1% Pb, 1.8-2.5% Zn) и хвостов (0,37% Zn, 0.17% Pb), позволяющей существенно повысить степень извлечения цинка и свинца в концентрат и получить пирротиновый продукт, который может быть использован для получения магнитных пленок и напылений

		4.4 Все разделы и положения диссертации логически взаимосвязаны: 1) полностью взаимосвязаны; 2) взаимосвязь частичная; 3) взаимосвязь отсутствует	Работа характеризуется необходимой логически обоснованной взаимосвязью между ее разделами: анализ литературы по теме диссертации, термодинамический анализ сульфидирующего обжига, кинетика и механизм сульфидирующего обжига, обжига руды и хвостов обогащения, магнитное и флотационное обогащение просульфидированных огарков
		4.5 Предложенные автором новые решения (принципы, методы) аргументированы и оценены по сравнению с известными решениями: 1) критический анализ есть; 2) анализ частичный; 3) анализ представляет собой не собственные мнения, а цитаты других авторов	В диссертационной работе приведен необходимый критический анализ известных методов (прямой, гидрометаллургический и комбинированный) переработки окисленных свинцово- цинковых руд, с указаниями их достоинств и недостатков, а так же способов переработки свинцово-цинковых хвостов обогащения сульфидных руд Диссертантом аргументированно показана необходимость создания более эффективной технологии переработки окисленных цинковых руд на новом принципе- принципе сульфидирующего обжига. Тем не менее, необходимо отметить, что при анализе известных методов переработки сырья не приводится уровень их комплексного использования.
רו	H INMITTED HOWITHOU	являются новыми? 1) полностью новые; 2) частично новые (новыми являются 25-75%); 3) не новые (новыми являются менее 25%)	Научные результаты, приведенные в диссертации в области среднетемпературного сульфидирующего обжига окисленных соединений цинка, свинца из оксидных руд пиритом являются новыми. Это в первую очередь относится к полученным результатам в области кинетики, механизма и особенностей сульфидирующего обжига. На основе методов дифференциальной термогравиметрии, энергодисперсионной спектроскопией, дифференциальносканирующей калориметрии установлен механизм сульфидирования окисленных соединений цинка пиритом, в соответствии с которым сульфидирование ZnO до ZnS происходит последовательно через стадии ZnFe ₂ O4 и ZnSO ₄ . В присутствии пирротина (Fe _{1-x} S) ZnS образует сложный сульфид Fe ₂ Zn ₃ S ₅ . На основании дифференциальной термографии определены значения кажущихся энергий активации сульфидизирующего обжига оксидных цинковых материалов. Найдена закономерность повышения этой энергии по мере развития процесса. Однако объяснение увеличения Екаж от 370 до 900 кДж по мере увеличения степени развития процесса с переходом из одной лимитирующей стадии в другую- отсутствует. Выявлено и дано объяснение экстремальной зависимости намагничиваемости пирротинов в температурном интервале 600-1000 °C с максимумом при 800 °C и полным отсутствием намагничиваемости при 1000 °C.

В работе по изменения свободной энергии Гиббса. приводятся результаты термодинамического анализа сульфидирования оксидных соединений различными сульфидизаторами. Выводы о возможности образования каких-либо веществ только на основании ΔG°_{T} носят приблизительный характер. Они, самое главное, не дают информацию о количественном образовании веществ и о равновесной степени распределения элементов, например Zn из ZnO в продукты. Для получения этой информации диссертанту необходимо было использовать модуль Equilibrium Compositions программного комплекса HSC.

Так же ясна позиция автора относительно увеличения кажущейся энергии активации с увеличением температуры и степени разложения пирита. Например, при разложении его в атмосфере азота при увеличении температуры от 450 до 789°С и степени разложения от 0,25 до 0,81 долей единицы Екаж возрастает от 105-115 до 420кДж. Исходя из тенденции увеличения Екаж, при развитии взаимодействия лимитирующей стадией становится собственно химическое взаимодействие.

Относительно разложения пирита. Ранее например в [Исакова Р.А., Нестеров В.Н., Челохсаев Л.С. основы вакуумной пироселекции полиметаллического сырья. Алма-Ата: Наука, 1973. -256с.] было отмечено, что разложение пирита характеризуется гораздо меньшей Екаж-127,3 кДж. Причем она уменьшается от 414,1 до 144 кДж при увеличении степени разложения от 20 до 55% с изменением лимитирующей стадии от кинетической до диффузионной [Бабаджан А.А. пирометаллургическая селекция. -М.: Металлургия, 1968. -298с.] Подобная закономерность так же описана в [Таценко П.А. Обжиг руд и концентратов. — М.: Металлургия 1985. -212с.] При защите соискателю необходимо дать объяснение такому противоречию?

5.2 Выводы диссертации являются новыми?

1) полностью новые;

- 2) частично новые (новыми являются 25-75%);
- 3) не новые (новыми являются менее 25%)

Выводы, приведенные в диссертации, являются новыми. В них нашли отражение результаты в области теории (термодинамики, кинетики, механизма сульфидирования) и технологии переработки цинк- олигонитовой окисленной руды месторождения Жайрем и хвостов обогащения сульфидных руд Ридерской обогатительной фабрики новым способам. Технологическая новизна приводимая в выводах, связана с извлечением не только цинка и свинца из руды но и железа. (В концентрат, содержащий 23,4% цинка извлекается 79,2-81,0% этого металла, а пирротинов в магнитный концентрат – до 92%). Подобные результаты и выводы при переработке оксидных цинковых руд ранее в литературе и в патентах не описаны.

			5.3 Технические, технологические, экономические или управленческие решения являются новыми и обоснованными: 1) полностью новые; 2) частично новые (новыми являются 25-75%); 3) не новые (новыми являются менее 25%)	Результатом прикладных исследований, на основе которых была решена технологическая проблема переработки окисленной цинк-олигонитовой руды Жайрем и хвостов флотации является новый способ их переработки, который предусматривает активирующий среднетемпературный сульфидирующий обжиг совместно с пирротиновым концентратом с последующим получением из магнитной фракции-магнитных пирротинов Fe _{0.855} S Fe _{0.862} S, Fe _{0.877} S, а из немагнитной части — цинкового концентрата. Новизна технологического решения подтверждена патентом РК на изобретение №36282. В приложении приведено технико- экономическое обоснование новой технологии переработки 5 тыс.т. шихты из цинк- олигонитовой окисленной руды Жайремского месторождения и пиритного концентрата. Исходя из приведенного материала следует, что срок окупаемости производства составляет 1,1 года, а рентабельность его -43%. Однако в этом разделе отсутствует источник стоимости зданий и сооружений-271823700 тенге, а так же расчета стоимости продукции, срока окупаемости и рентабельности производства. Необходимо так же отметить, что автором методом ПФЭ получено адекватное уравнение регрессии влияния температуры, времени и отношения МеО/FeS₂ на степень сульфидизации цинка. Однако оптимизация на основании
6	1	основных выводов	Все основные выводы основаны/не основаны на весомых с научной точки зрения доказательствах либо достаточно хорошо обоснованы (для qualitative research и направлений	полученного уравнения не проведена. Выводы, полученные на основании результатов теоретических и прикладных исследований достаточно полно обоснованы так, как получены они были с использованием современных физико-химических методов и в достаточной степени апробированном в металлургической практике оборудовании. Выводы, в связи с этим сделанные в диссертации имеют необходимый уровень обоснованности и объективности.
	7.	защиту	7.1 Доказано ли положение? 1) доказано; 2) скорее доказано; 3) скорее не доказано;	На зашиту выносятся пять попожении глва в области, физико-химии и три-

	-результаты неизотермической кинетики и механизма разложения FeS2 сульфидирующего обжига, цинк-олигонитовой руды с FeS2, свинцово-цинковых хвостов обогащения, сульфидирования окисленных соединений цинка пиритом в присутствии углерода. -результаты разработки способа термической активации цинколигонитовой руды в печи КС доказаны экспериментальными данными, укрупненными испытаниями, комплексом физико-химических методов исследования; полученным патентом на изобретение; -результаты высокотемпературного сульфидирования, оксидных соединений свинца и цинка цинк-олигонитовой руды в неокислительной атмосфере в неподвижном слое доказаны экспериментальными данными, укрупненными испытаниями в электрической печи в неподвижном слое; свойства, полученных пирротинов доказаны комплексом физико-химических методов анализа; -результаты разработки способа термической активации свинцовоцинковых промышленных продуктов обогащения в неподвижном слое доказаные экспериментальными данными, актированными укрупненными испытаниями, а так же современными методами физико-химического анализа.
7.2 Является ли тривиальным? 1) да; 2) нет	Какие-либо элементы тривиальности в диссертационной работе отсутствуют. Полученные результаты в области термодинамики, кинетики, механизма исследования процессов сульфидирующим обжигом анализировались и обобщались не упрощенно, а с современных позиций в области физико-химии, химии, физики, среднетемпературных обжиговых процессов.
7.3 Является ли новым? 1) да; 2) нет	Положения в области кинетики, механизма, технологии и в некоторой степени в области термодинамики сульфидирования оксидных соединений обжиговым процессами являются новыми. Ранее процессы предварительной активизирующей среднетемпературной сульфидизацией оксидных соединений цинка, руд и хвостов обогащения кем-либо не проводились и не описывались.

		<u>2) среднии;</u> 2) ууурагууй	Полученные результаты в области теории и технологии переработки Жайремских окисленных руд могут быть использованы только для окисленного и оксидного сырья и промышленных отходов. Они не могут использоваться для переработки коренных сульфидных руд и отходов.
		7.5 Доказано ли в статье? 1) да: 2) нет	Основные положения диссертационной работы выносимые на защиту, доказаны публикациями. На основании полученных результатов диссертантом опубликованы: 9 научных работ в рецензируемых научных журналах и изданиях, определенных КОКСОН МНВО РК, в том числе: в базе данных WoS − 2 статьи, в базе данных Scopus − 2 статьи; 4 статьи - в журналах, рекомендованных КОКСОН МОН РК; 1 статья- в зарубежном рецензируемом журнале. Результаты работы опубликованы в материалах 4 международных научно-практических конференций. По теме диссертации получен патент на изобретение № 36282 «Способ переработки окисленной свинцово-цинковой руды» и опубликована монография.
8.	Принцип достоверности Достоверность источников и предоставляемой информации	8.1 выоор методологии - оооснован или методология достаточно подробно описана 1) да; 2) нет	Выбор методологии теоретической, экспериментальной и прикладной работ в работе был сопряжен с решением задач и исследований объявленных на стр. 14 и 15 диссертационной работы. Для предварительных исследований был использован термодинамический метод, для определения закономерностей кинетики и механизма термический анализ. Прикладные исследования проведены методом обжига сырья в высокопроизводительном агрегате — печи КС. Все методы, используемые в работе, достаточно часто используются в металлургии цветных и черных металлов.
		8.2 Результаты диссертационной работы получены с использованием современных методов научных исследований и методик обработки и интерпретации данных с применением компьютерных технологий: 1) да; 2) нет	Результаты исследований диссертационной работы были получены на основе экспериментальных данных, и комплексом физико-химических методов: сканирующей электронной микроскопии, рентгеноструктурного анализа, термического анализа, электронного-парамагнитного резонанса, сканирующей электронной микроскопией (SEM) в сочетании с энергодисперсионной спектроскопией (EDS) JEOL-JSM-6010PLLIS / LA, результатами каппаметра КLY-2 (Чехия), ЯГР анализом – установка ЯГРС-4 в многоканальном анализаторе типа IP-4840 фирмы "Nokia" (Финляндия), сорбтометрией - СОРБТОМЕТР-М и электрокинетическим анализом - методом макроэлектрофореза. Для получения уравнения регрессии исследования были проведены методом полного факторного эксперимента. Цифровые комплексы обработки

	результатов экспериментов были использованы при расчёте ΔG комплексом HSC и $E_{\text{каж}}$ программой Thermokinetics NETZSCH. Тем не менее необходимо отметить, что в работе не проведена оптимизация процесса на основании полученного уравнения регрессии, а также то, что для термодинамического анализа не был использован высокоэффективный модуль определения равновесного состава комплекса HSC, который позволяет определить равновесную степень распределения элементов, концентрацию их в фазах с точностью до $10^{-33}\%$.
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): 1) да; 2) нет	Теоретические выводы, сделанные на основании результатов исследований в области термической активации сульфидирования окисленной цинковой руды в присутствии пиритного концентрата, позволили создать новую технологию переработки руды с достаточно надёжными технологическими показателями: Увеличение извлечения цинка в конечный продукт повысилась в 2,5-3 раза (до 81%), а пирротинов в магнитный продукт не менее 90-92%. Извлечение цинка в коллективный концентрат из хвостов обогащения повышается с 77,36 до 89,59%, свинца с 47,6 до 57,67%.
8.4 Важные утверждения подтверждены/частично подтверждены/не подтверждены ссылками на актуальную и достоверную научную литературу	В диссертации имеет место определенного подтверждения согласованности полученных научных результатов с результатами других авторов. Например результаты термосульфидирования оксисленной руды пиритом с образованием пирротинов Fe(1-x)S-(Fe 0.855 S, Fe 0.862 S, Fe 0,877 S) согласовываются с результатами в области теории и технологии, термомагнитного обогащения, впервые изученное Абишевым Д.Н. с сотрудниками, с получением пирротинов [Таценко П.А., Обжиг руд и концентратов]. Приведенные в диссертации диаграммы парциальных давлений, преимущественно не противоречат принципам их построения и анализа (см. например Пашинкин А.С., Спивак М.М., Малкова А. С. Применение диаграмм парциальных давлений в металлургии Москва: Металлургия, 1984 159 с.) а некоторые из них, в частности Fe-O-S, совмещенная диаграмма Fe-O-S и Zn-O-S (рис. 3) дополняют известные диаграммы.
8.5 Использованные источники литературы достаточны/не	Приведённый в диссертации список использованных источников состоит из 126 наименований. В них приводится в необходимой степени информация о различных методах переработки оксидных свинцово-цинковых руд (прямой

			переработкой, комбинированными методами, сульфидированием),и хвостов обогащения. В работе отмечены достоинства и недостатки большинства из них.
		•	Вместе с тем необходимо отметить, что в литературном обзоре недостаточно
			(всего 2 из 126) приведен материал о Казахстанских и зарубежных патентах по
			переработке окисленных руд.
			В тексте диссертации имеются только 8 из 15 необходимых ссылок на
			статьи, соавтором которых является соискатель.
			Целью диссертационной работы является создание технологии переработки
			бедных труднообогатимых комплексных свинцово-цинковых руд и
		9.1 Диссертация имеет теоретическое	промпродуктов обогащения за счет применения предварительной,
		значение:	активирующей, высокотемпературной сульфидизации окисленных соединений
		1) па:	свинца и цинка пиритом в печи кипящего слоя на воздушном дутье, в
		2) het	неокислительной среде в неподвижном слое и промышленных продуктов
			обогащения в неподвижном слое. Вопросы теории этой технологии имели
			подчиненное значение. В связи с этим работа преимущественно относится к
			прикладной.
			Степень практического значения работы довольно высокая. Это связано с тем,
	Принцип практической ценности	9.2 Диссертация имеет практическое	что разработанная технология может стать не только резервной в цинковой
		значение и существует высокая	подотрасли, но и стабилизировать производство цинка в Казахстане.
		вероятность применения полученных	Вероятность внедрения этой технологии во многом будет определяется её
		результатов на практике:	экономической целесообразностью и способностью комплексного
9		<u>1) да;</u>	использования сырья и в первую очередь хвостов после получения
		2) нет	флотационных концентратов (Позиция автора по переработке этих хвостов в
			работе не обозначена).
			Для практики разработанная технология является новой. Возможность её
			реализации на одном из цинковых производств во многом будет зависеть от
			успешной опытно-промышленной проверки технологии, а также лучшими в
		являются новыми?	сравнении с другими технологиями технико-экономическими показателями
			переработки цинк-олигонитовой руды Жайрем. Например с хлоридной
		2) частично новые (новыми являются	технологией, которая позволяет одновременно во вращающейся печи извлечь не
		25-75%);	только цинк, но и из нерудных компонентов получить марочный керамзит для
			изготовления конструкционно-теплоизоляционного керамзита-бетона марки до
			500. Эта технология не имеет отходов. Она проверена в опытно-промышленных
			условиях. Конкуренцию разработанной технологии может составить также и
			электротермический метод переработки руды с одновременным получением в

10.	Качество академ 1) высокое; 2) среднее; 3) ниже среднег 4) низкое.	Качество академического письма:	печи ферросилиция марок ФС45, ФС50 и оксидного цинкового концентрата, содержащего 45-51% цинка. Диссертация написана технически грамотным стилем. Выводы сформулированы однозначно и ясно. Они логически верные и не способствуют двоякому трактованию. Тем не менее к оформлению диссертации имеются некоторые значения: Так рисунок 3 необходимо было назвать совместная диаграмма парциальных давлений систем Zn-S-O и Fe-S-O. На диаграммах фазовых равновесий нет областей реальных давлений O ₂ и SO ₂ для печи КС. Диаграмма фазовых равновесий Zn-O-S построена без оксисульфата (ZnO·2ZnO·ZnSO ₄). Названия таблиц влияния температуры на ΔG и lg Kp не унифицированы в одном
		4) низкое.	сульфидирования Не обозначены позиции веществ на рисунке 11. Нет ссылки на источник по комплексу HSC. Подрисуночный текст рисунка 9 не имеет смысла. Влияние температуры на степень сульфидирования в атмосфере на N ₂ ? Подрисуночный текст рисунка 10 неудачный. ΔG от диапазона температур зависеть не может. Следует, например, писать "Влияние температуры на изменение энергии Гиббса сульфидирования ZnO пиритом в присутствии углерода и без него".

Диссертационная работа - «Переработка бедных труднообогатимых комплексных свинцово-цинковых руд и промпродуктов обогащения», выполнена в полном объёме. Она соответствует всем требованиям, предъявляемым к диссертационным работам PhD. Автор диссертационной работы Меркибаев Ерик Серикович заслуживает присуждения степени доктора философии (PhD) по образовательной программе 6D070900 – Металлургия.

Профессор кафедры «Технологии силикатов и металлургия»

Южно-Казахстанского университета им. М. Ауэзова,

доктор технических наук, профессор

Шевко В.М.

Секретарь Ученого совета

Южно-Казахстанского университета и М.

доктор философии PhD

Конарбаева З.К.