

УТВЕРЖДАЮ
И. о. директора ФГБУН
Тувинского института комплексного
освоения природных ресурсов СО РАН
к. соц. н. ц Т.М. Ойдул
"04" 09 2018 г.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

**Федерального государственного бюджетного учреждения науки
Тувинского института комплексного освоения природных ресурсов
Сибирского отделения Российской академии наук**

Диссертация **«Разработка технологии извлечения мышьяка из отходов аммиачно-автоклавного передела кобальтсодержащих руд»** выполнена в лаборатории Материаловедения.

В период подготовки диссертации соискатель **Молдурушку Маргарита Очур-ооловна** работала в Федеральном государственном бюджетном учреждении науки Тувинском институте комплексного освоения природных ресурсов Сибирского отделения Российской академии наук в лаборатории Материаловедения в должности научного сотрудника.

В 1983 году окончила Кызылский государственный педагогический институт по специальности «Биология и химия».

Справка о сдаче кандидатских экзаменов выдана в 2017 году федеральным государственным бюджетным образовательным учреждением высшего образования «Алтайский государственный технический университет им. И.И. Ползунова» (АлтГТУ).

Научный руководитель – Кара-Сал Борис Комбуй-оолович, доктор технических наук, Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Тувинский институт комплексного освоения природных ресурсов Сибирского отделения Российской академии наук, заведующий лабораторией Материаловедения.

По итогам обсуждения принято следующее **закключение**.

Оценка выполненной соискателем работы

Диссертационная работа Молдурушку М.О., посвященная исследованию и разработке технологии извлечения мышьяка из отходов аммиачно-автоклавного передела кобальтсодержащих руд, является актуальной, законченной самостоятельной научно-квалификационной работой, в которой на основании выполненных автором исследований изложены научно обоснованные технологические разработки, обеспечивающие решение важной задачи – утилизации мышьяксодержащих отходов. Диссертационная работа Молдурушку М.О. по актуальности, новизне результатов, их достоверности, обоснованности выводов, научной и практической значимости полностью отвечает требованиям части II «Положения о присуждении ученых степеней» Минобрнауки Российской Федерации, предъявляемым к диссертациям на соискание ученой степени кандидата технических наук, и соответствует специальности 05.17.01 – Технология неорганических веществ.

Актуальность работы. Мышьяксодержащие отходы бывшего комбината «Тувакобальт», подвергаясь ветровой и водной эрозии, представляют серьезную опасность для региона. За 20 лет работы комбината в отвалы было складировано 1,5 млн. тонн смеси хвостов аммиачно-автоклавного выщелачивания и кеков магниезальной очистки раствора от мышьяка. Запасы мышьяка в них составляют не менее 40 тыс. тонн при среднем содержании 2,8 мас.%. Кроме этого, отвалы рассматриваются как техногенное сырье с возможным вовлечением их в переработку, которая позволит извлечь из них ценные компоненты (Co, Ni, Cu, Ag). В связи с этим актуальным представляется удаление мышьяка из отходов комбината «Тувакобальт». Это требует изучения процессов, протекающих при хранении и переработке отходов с удалением вредного компонента из них, разработки способов вывода мышьяка из отвалов в малорастворимые формы.

Личное участие соискателя в получении результатов, изложенных в диссертации, состоит в постановке задач и программы проведения исследования по разработке новой технологии для вывода мышьяка из шламов с переводом его в нетоксичный, товарный продукт; проведении опытов и участии в укрупненных испытаниях; определении оптимальных технологических параметров процессов; обработке и обсуждении результатов исследований.

Степень достоверности полученных результатов исследований подтверждается использованием комплекса современных физико-химических методов исследования, успешными испытаниями в укрупненном масштабе обжига, процессов водного выщелачивания и осаждения сульфида мышьяка из раствора с использованием опытно-промышленной установки, воспроизводимостью экспериментов и доказательством адекватности полученных математических моделей, описывающих процесс выщелачивания.

Научная новизна

1. Установлены оптимальные технологические параметры извлечения мышьяка из шлама в раствор: температура обжига 740 °С для шихты шлам/карбонат натрия 1:1, и интервал температур 640–740 °С для шихты шлам/карбонат натрия/уголь 1:1:0,1; продолжительность обжига 1,5 часа; температура водного выщелачивания огарка 80 °С, соотношение Т:Ж=1:6. В интервале температур 640–740 °С для шихты состава шлам/карбонат натрия/уголь наблюдается наибольшее извлечение мышьяка в растворимую форму, что связано с добавкой угля в шихту, которая предотвращает образование устойчивого арсената железа (III) – скородита. Технология извлечения мышьяка в раствор при оптимальных условиях обжига и выщелачивания позволяет снизить содержание мышьяка в кеке выщелачивания до 0,3–0,5 мас.% в сравнении с исходным материалом (4,4 мас.%).

2. Установлено, что в процессе осаждения мышьяка из раствора при температуре 50 °С и избытке сульфида натрия (60–70 % от стехиометрически необходимого количества) путем нейтрализации до pH=3 получен сульфид мышьяка со степенью осаждения 99,5 %. Предварительное осаждение кремниевой кислоты из раствора при 60 °С путем нейтрализации до pH 8–9 с последующим прокаливанием позволяет получить отдельные продукты диоксида кремния и сульфида мышьяка.

3. Установлено, что степень извлечения мышьяка в раствор зависит от температуры обжига: максимальная степень извлечения мышьяка в раствор (92 %) наблюдается при температуре 740 °С за счет того, что при этой температуре термодинамически возможно взаимодействие с карбонатом натрия арсенатов ряда $\text{Ca}_3(\text{AsO}_4)_2 - \text{AlAsO}_4 - \text{Mg}_3(\text{AsO}_4)_2 - \text{Ni}_3(\text{AsO}_4)_2 - \text{Fe}_3(\text{AsO}_4)_2 - \text{Co}_3(\text{AsO}_4)_2 - \text{Cu}_3(\text{AsO}_4)_2 - \text{FeAsO}_4$. При повышении температуры обжига от 800 до 860 °С степень извлечения мышьяка в раствор понижается до 62 %, что связано со смещением равновесия в направлении образования малорастворимых арсенатов и это подтверждается термодинамическими расчетными величинами возрастания их равновесных количеств.

Практическая значимость

1. Впервые разработана комбинированная технология извлечения мышьяка из отходов комбината «Тувакобальт» путем обжига шлама с карбонатом натрия, водного выщелачивания, осаждения сульфида мышьяка из раствора. По отработанной технологии получен патент РФ 2637870.

2. Проведение процесса обжига при 740 °С для соотношения шлам/карбонат натрия 1:1, при 640–740 °С для соотношения шлам/карбонат натрия/уголь 1:1:0,1, продолжительности обжига 1,5 часа и водного выщелачивания при 80 °С, соотношении Т:Ж=1:6 в течение 1 часа позволяет снизить содержание мышьяка в продукте выщелачивания в 7 раз по сравнению с исходным материалом. Продукт выщелачивания рекомендован в качестве вторичного сырья для извлечения металлов и получения керамических изделий.

Ценность научных работ соискателя заключается в том, что им разработаны химико-технологические процессы переработки отходов, приводящие к снижению содержания мышьяка в кеке выщелачивания и получению продуктов диоксида кремния, сульфида мышьяка, кека.

Специальность, которой соответствует диссертация. Анализ диссертации Молдурушку М.О. показал, что материалы, изложенные в работе, соответствуют областям исследований и формуле специальности: 05.17.01 – Технология неорганических веществ.

Полнота изложения материалов диссертации в работах, опубликованных соискателем. Результаты исследований докладывались на конференциях: втором международном конгрессе «Цветные металлы Сибири–2010», г. Красноярск, 2010 г.; XVI международной научно-технической конференции «Научные основы и практика переработки руд и техногенного сырья», г. Екатеринбург, 2011 г.; XI Убсунурском международном симпозиуме г. Кызыл, 2012 г; научно-практических конференциях ТувИКОПР СО РАН, г. Кызыл, 2012 г., 2015 г.

По теме диссертации опубликовано 20 работ, в том числе 8 статей в журналах из списка ВАК, получен 1 патент РФ.

Основные результаты опубликованы в работах:

Статьи в изданиях, рекомендованных ВАК:

1. Молдурушку М. О. Исследование состава полученных продуктов обжига и выщелачивания при переработке отходов комбината «Тувакобальт» / М. О. Молдурушку, Б. К. Кара-Сал, К.К. Чульдун // Современные наукоемкие технологии. – 2016. – №11 (часть 2). – С. 270–273.

2. Молдурушку М.О. Исследование поведения и распределения мышьяка по продуктам переработки отходов / М.О. Молдурушку, Б.К. Кара-Сал, Ш.Н. Солдун // Современные наукоемкие технологии. Региональное приложение. – 2015. – №3 (43). – С.162–166.

3. Молдурушку М.О. Очистка арсенатного раствора от мышьяка замораживанием / М.О. Молдурушку, Ш.Н. Солдуп, К.К. Чульдум // Фундаментальные исследования. – 2015. – №2 (часть 9). – С. 1862-1865.

4. Молдурушку М.О. Влияние технологических параметров при извлечении мышьяка в раствор / М.О. Молдурушку // Естественные и технические науки. – 2014. – №4. – С. 154–157.

5. Копылов Н.И. Удаление мышьяка из отвальных кеков комбината «Тувакобальт» / Н.И. Копылов, Ю.Д. Каминский, Р.О. Молдурушку // Химическая технология. – 2009. – Том 10. – №11. – С. 669–673.

6. Молдурушку М.О. Изучение состава мышьяксодержащих отходов комбината «Тувакобальт» / М.О. Молдурушку // Естественные и технические науки. – 2013. – №5. – С. 188–191.

7. Кара-Сал Б.К. Оптимизация водного выщелачивания обожженных отходов извлечения кобальтового концентрата / Б.К. Кара-Сал, М.О. Молдурушку, А.П. Очур-оол // Естественные и технические науки. – 2012. – №3. – С. 348–351.

8. Вывод мышьяка из отходов комбината «Тувакобальт» / Б.К. Кара-Сал, М.О. Молдурушку, Н.И. Копылов, А.П. Очур-оол // Естественные и технические науки. – 2012. – №5. – С. 402–405.

Патент:

9. Пат. 2637870 Российская Федерация, МПК⁷ C22B30/04, C22B7/00, C22B1/02, C22B3/04. Способ извлечения мышьяка из отходов аммиачно-автоклавного передела кобальтовых руд / Молдурушку М.О., Кара-Сал Б.К., Копылов Н.И., Чульдум К.К.; заявитель и патентообладатель ФГБУН Тувинский институт комплексного освоения природных ресурсов СО РАН (ТувИКОПР СО РАН). – №2015155418; заявл. 23.12.2015; опубл. 07.12.2017.

Статьи в сборниках научных трудов, другие публикации:

10. Исследование физико-химических характеристик шламов комбината «Тувакобальт» и процессов их переработки / Ю.Д. Каминский, Н.И. Копылов, Б.К. Кара-Сал, Р.О. Молдурушку [и др.] // Создание технологий и

оборудования высокоэффективной экологически безопасной переработки минерального сырья и техногенных отходов (на примере объектов горнопромышленных агломераций Тувы и сопредельных регионов) : сводный отчет по конкурсному проекту СО РАН №28.4.8 / Ю. Д. Каминский [и др.]. – Кызыл : ТувИКОПР СО РАН, 2006. – Гл. 1. – С. 7–29.

11. Молдурушку Р.О. Определение химического состава растворов выщелачивания шламов комбината «Тувакобальт» / Р.О. Молдурушку, Ю.Д. Каминский, М.П. Куликова // Вестник КазНУ. Сер. Химическая. – 2007. – №5(49). – С. 243–247.

12. Кара-Сал Б.К. Влияние технологических параметров при осаждении сульфида мышьяка из арсенатно-карбонатного раствора / Б.К. Кара-Сал, М. О. Молдурушку, К. К. Чульдун // Техника и технология. – 2012. – №3. – С. 60–63.

13. Молдурушку Р.О. Переработка шламов комбината «Тувакобальт» с получением продуктов мышьяка / Р.О. Молдурушку, Ю.Д. Каминский, Н.И. Копылов, А.В. Полугрудов, Т.Е. Шоева // Цветные металлы Сибири–2010: Сборник докладов второго международного конгресса (2-4 сент. 2010 г., Красноярск) / Отв. ред. чл.-корр. РАН Г. Л. Пашков, проф. П. В. Поляков. – Красноярск : ООО Версо, 2010. – С. 243–246.

14. Молдурушку М.О. Извлечение мышьяка из отходов кобальтового производства комбинированным способом / М.О. Молдурушку, Х.Б. Манзырыкчы, Ю.Д. Каминский, Н.И. Копылов // Научные основы и практика переработки руд и техногенного сырья: Материалы XVI международной научно-технической конференции (6-7 апреля 2011 г., Екатеринбург). – Екатеринбург : Форт Диалог-Исеть, 2011. – С. 222–226.

15. Молдурушку М.О. Получение мышьякового продукта из отходов / М.О. Молдурушку, Б.К. Кара-Сал, Х.Б. Манзырыкчы // Экосистемы Центральной Азии: исследование, сохранение, рациональное использование: Материалы XI Убсу-Нурского Международного симпозиума (3-8 июля 2012, Кызыл). – Кызыл : РИО ТувГУ, 2012. – С. 296–298.

16. Молдурушку М.О. Получение сульфида мышьяка из отходов комбината Тувакобальт / М.О. Молдурушку, Х.Б. Манзырыкчы, К.К. Чульдум, Ш.Н. Солдуп // Природные системы и экономика приграничных территорий Тувы и Монголии: фундаментальные проблемы, перспективы рационального использования: Материалы Молодежной научной конференции с международным участием (11-13.04.2012, Кызыл). – Кызыл : ТуВИКОПР СО РАН, 2012. – С. 53–54.

17. Молдурушку Р.О. Поведение мышьяка в растворах выщелачивания шламов комбината «Тувакобальт» / Р.О. Молдурушку, Ю.Д. Каминский, Е.Н. Тимошенко, Х.Б. Манзырыкчы // Состояние и освоение природных ресурсов Тувы и сопредельных регионов Центральной Азии. Геоэкология природной среды и общества: сборник научн. трудов ТуВИКОПР СО РАН. – Кызыл, 2010. – С. 98–101.

18. Молдурушку М.О. Исследование процесса водного выщелачивания обожженных отходов / М.О. Молдурушку, Б.К. Кара-Сал, А.П. Очур-оол // Состояние и освоение природных ресурсов Тувы и сопредельных регионов Центральной Азии. Геоэкология природной среды и общества: выпуск 12. – Кызыл : ТуВИКОПР СО РАН, 2012. – С. 131–132.

19. Молдурушку М.О. Выделение диоксида кремния и сульфида мышьяка из арсенатного раствора / М.О. Молдурушку, Б.К. Кара-Сал, Х.Б. Манзырыкчы // Региональная экономика: технологии, экономика, экология и инфраструктура: Материалы Международной научно-практической конференции (14-19 октября 2015 г.). – Кызыл. – 2015. – С. 266–268.

20. Молдурушку М.О. Исследование процесса выщелачивания огарка с применением многофакторного эксперимента / М.О. Молдурушку, А.Ф. Чульдум, Б.К. Кара-Сал // Успехи современной науки. – 2017. – №11. – С. 49–53.

Приведенный перечень публикаций соискателя и их тематика полностью отражают основные положения диссертационной работы, и подтверждают их апробацию.

Диссертация **«Разработка технологии извлечения мышьяка из отходов аммиачно-автоклавного передела кобальтсодержащих руд» Молдурушку Маргариты Очур-ооловны** рекомендуется к защите на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.17.01 – Технология неорганических веществ.

Заключение принято на научном семинаре лаборатории Материаловедения ТувИКОПР СО РАН.

Присутствовало на научном семинаре 20 человек. Результаты голосования: «за» – 20 чел., «против» – нет, «воздержалось» – нет, протокол № 1 от «29» марта 2018 г.

Заведующий Химико-технологической лабораторией
Федерального государственного бюджетного учреждения науки Тувинского института комплексного освоения природных ресурсов Сибирского отделения Российской академии наук,
кандидат химических наук

Л.Х. Тас-оол