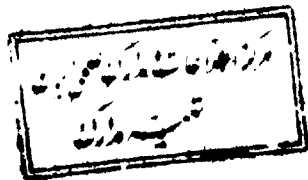


بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

٢٥٥٧٢



بسم الله الرحمن الرحيم

۲ / ۱۳۷۸

تعیین شرایط بهینه تخلیص اکسیدمولیبدن حاصل از تشویه مولیبدنیت مس سرچشمه
کرمان به روش هیدرومتالورژی

بوسیله
نادرستوده

پایان نامه

ارائه شده به دانشکده تحصیلات تکمیلی به عنوان بخشی از فعالیتهای تحصیلی لازم برای اخذ
درجه کارشناسی ارشد

در رشته
مهندسی مواد- انتخاب، شناسایی و روش ساخت مواد فلزی
از
دانشگاه شیراز
شیراز، ایران

ارزیابی و تصویب شده توسط کمیته پایان نامه با درجه : عالی
امضاء اعضاء کمیته پایان نامه :

دکتر محمدحسین شریعت، استادیار بخش مهندسی مواد (رئیس کمیته)
دکتر سیروس جوادپور، استادیار بخش مهندسی مواد
دکتر محمدجعفر هادیان فرد، استادیار بخش مهندسی مواد

اسفندماه ۱۳۷۷

۱۳۷۸/۰۲/۰۲

۲۵۵۷۲

پدر و مادر

**افسوس که دستانم خالیست
افسوس که هرگز نتوانسته ام جبران کنم**

اما از من بپذیرید ...

تقدیم به پدر و مادر عزیزم

سپاسگزاری

اکنون که این پایان نامه به اتمام رسیده است برخود لازم می بینم که از زحمات و تلاشهای دوستان و عزیزانی که در انجام این کارم رایاری رساندند تشکر کنم. در ابتدا از پدر و مادر عزیزم تشکر می کنم که در تمام این مدت مشوق و یاری دهنده من بودند. از آقای اردشیری بخاطر کمک بزرگی که به من کردند تشکر می کنم. از زحمات استادگرانقدرم دکتر محمدحسین شریعت که در تمام مراحل انجام پایان نامه با راهنمایی های ارزنده خود کمک بزرگی به من نمودند و همچنین اعضای محترم کمیته پایان نامه آقایان دکتر سیروس جواد پور و دکتر محمدجعفر هادیان فرد تشکر می نمایم.

باتوجه به اینکه قسمتی از این پروژه در کارخانه مس سرچشمه کرمان انجام شد، در اینجا لازم است که از کلیه پرسنل محترم آن سازمان بخصوص آقای مهندس نوبری مدیریت محترم امور تحقیقات و مطالعات، آقای مهندس آتش دهقان ریاست محترم تحقیقات هیدرومتالورژی، آقای ابراهیمی سرپرست محترم آزمایشگاه شیمی تر، آقای حاج محمدی، خانم کشاورزبان و سایر پرسنل امور تحقیقات و مطالعات مس سرچشمه تشکر و قدردانی نمایم. از پرسنل آزمایشگاه بخش مهندسی مواد، خانم مهندس پایدار، خانم قهرمانی، آقای مهندس کیانی که در طول این تحقیق رایاری رساندند تشکر می کنم.

در انتها از تمامی دوستان عزیزی که در انجام این پروژه به من کمک کردند، بخصوص آقایان مهندس زمانی، پایدار، شریفی، لیمویی و فرمنش تشکر و قدردانی می نمایم و موفقیت آنها را از خداوند متعال خواستارم.

چکیده

تعیین شرایط بهینه تخلیص اکسیدمولیبدن حاصل از تشویه مولیبدنیت مس سرچشمه کرمان به روش هیدرومتالورژی

توسط

نادرستوده

هدف از این تحقیق، تولیدتری اکسید مولیبدن (MoO_3) خالص از کنسانتره مولیبدنیت مس سرچشمه کرمان می باشد. بعد از تشویه کنسانتره، محصول بدست آمده در آمونیاک حل شده و محلول حاصله با سولفید آمونیم ۲۰٪ خالص گردید، سپس با اسید کلریدریک ۲ مولار ترکیب شد. در آخرین عمل اسیدمولیبدیک رسوب می کند و از محلول جدا می گردد. در نهایت اسیدمولیبدیک در محلول آمونیاک ۱۰٪ حل شده، سپس محلول متبلور شده تا بلورهای پارامولیبدیت آمونیم رسوب کند. پارامولیبدیت آمونیم در محدوده دمایی $300-400^\circ\text{C}$ در کوره تکلیس شده تاتری اکسیدمولیبدن خالص تولید گردد. اثر عوامل متعددی از جمله دما، زمان، غلظت، مقدار محلول آمونیاک و pH بررسی شده و شرایط بهینه برای هر مرحله از آزمایش تعیین گردیده است.

برای جلوگیری از هدر رفتن مولیبدن باقی مانده در محصولات جامد باقی مانده لیچینگ، از روش ذوب با خاکستر سودا (کربنات سدیم) استفاده شد. باقی مانده جامد لیچینگ با کربنات سدیم مخلوط شده و بعد از حرارت دادن مخلوط فوق در کوره (دمای $750-700^\circ\text{C}$)، محصول بدست آمده در آب داغ (دمای آب 80°C) لیچ شد. سپس محلول حاصل از لیچ با آب داغ را با کلرید آهن (III) ترکیب کرده تا مولیبدن بصورت تری اکسید همراه با اکسیدهای آهن رسوب کند، سپس رسوب های جامد حاصله با محلول آمونیاک ۱۰٪ مخلوط شدند. در نتیجه تری

اکسیدمولیبدن موجود در رسوبها، در محلول آمونیاک حل شده و اکسیدهای آهن رسوب کرد.
ادامه فرآیند مانند مرحله لیچینگ آمونیاکی می باشد. در این مرحله ، اثر دما، زمان، مقدار کربنات
سدیم و pH بررسی شد و شرایط بهینه تعیین گردید.

فهرست مطالب

صفحه	عنوان
چهارده	فهرست جداول
هجده	فهرست اشکال
۱	فصل اول- مقدمه ای در مورد مولیبدن
۱	۱-۱) خواص فیزیکی مولیبدن
۱	۲-۱) خواص شیمیایی مولیبدن
۴	۳-۱) ترکیبات مولیبدن
۴	۱-۳-۱) اکسیدهای مولیبدن
۵	۲-۳-۱) اسید مولیبدیک و مولیبدیت ها
۶	۱-۲-۳-۱) مولیبدیت کلسیم
۶	۲-۲-۳-۱) مولیبدیت آهن
۶	۳-۲-۳-۱) مولیبدیت سرب
۷	۴-۲-۳-۱) مولیبدیت مس
۷	۵-۲-۳-۱) مولیبدیت سدیم نرمال
۷	۶-۲-۳-۱) پارامولیبدیت آمونیم
۸	۳-۳-۱) سولفیدهای مولیبدن
۸	۴-۳-۱) مولیبدن آبی (Molybdenum Blue)

۸	۴-۱) مینرالهای مولیبدن
۱۲	۵-۱) ذخایر مولیبدن و توزیع جهانی آنها
۱۶	۶-۱) کاربردهای مولیبدن
۱۸	فصل دوم - مروری بر روشهای استخراج مولیبدن
۱۸	۱-۲) تاریخچه اکتشاف مولیبدن
۲۱	۲-۲) روشهای تغلیظ کانه های مولیبدن
۲۲	۳-۲) عملیات پیرومتالورژی مولیبدن
۲۳	۱-۳-۲) تشویه کنسانتره مولیبدنیت
۳۰	۲-۳-۲) تهیه تری اکسید مولیبدن خالص
۳۰	۳-۳-۲) عملیات کلرینه اسیون مولیبدنیت
۳۲	۴-۳-۲) روشهای تولید مولیبدن خالص
۳۳	۱-۴-۳-۲) احیاء باگاز هیدروژن
۳۳	۱-۱-۴-۳-۲) ترکیبات اکسیدی
۳۴	۲-۱-۴-۳-۲) ترکیبات کلرینه اسیون
۳۵	۳-۱-۴-۳-۲) احیاء ترکیبات سولفیدی با هیدروژن
۳۵	۲-۴-۳-۲) احیاء کربوترمیک
۳۶	۳-۴-۳-۲) احیاء متالوترمیک ترکیبات مولیبدن
۳۶	۴-۲) الکترومتالورژی مولیبدن
۳۸	۵-۲) عملیات هیدرومتالورژی مولیبدن
۳۸	۱-۵-۲) هیدرومتالورژی منابع اکسیدی مولیبدن
۳۸	۱-۱-۵-۲) لیچینگ آمونیاکی
۴۰	۲-۱-۵-۲) لیچینگ با اسید کلریدریک

۴۰	لیچینگ با اسیدسولفوریک (۳-۱-۵-۲)
۴۱	استخراج مولیبدن ازباطله های لیچینگ آمونیاکی (۲-۵-۲)
۴۲	زوب با خاکسترسودا (۱-۲-۵-۲)
۴۲	ترکیب (هضم) با اسیدکلریدریک (۲-۲-۵-۲)
۴۳	استخراج مولیبدن ارکنسانتره های کم عیار (۳-۵-۲)
۴۴	هیدرومتالورژی منابع سولفیدی مولیبدن (۴-۵-۲)
۴۴	روشهای هیدرومتالورژی تحت فشار (۱-۴-۵-۲)
۴۵	لیچینگ با اسیدنیتریک (۱-۱-۴-۵-۲)
۴۵	لیچینگ در محیط های بازی (۲-۱-۴-۵-۲)
۴۶	پروسه الکترواکسیداسیون (۲-۴-۵-۲)
۴۸	پروسه های پیرو-هیدرو (۳-۴-۵-۲)
۴۸	زوب قلیایی (۱-۳-۴-۵-۲)
۴۸	تشویه با آهک (۲-۳-۴-۵-۲)
۴۹	سایر معرفهای لیچینگ (۴-۴-۵-۲)
۵۰	لیچینگ توسط باکتریها (۶-۲)
۵۲	فصل سوم - هیدرومتالورژی
۵۲	مقدمه (۱-۳)
۵۴	لیچینگ (۲-۳)
۵۶	پروسه های لیچینگ (۱-۲-۳)
۵۷	حلال های لیچینگ (۲-۲-۳)

۵۹	۳-۲-۳) روشهای لیچینگ
۵۹	۱-۳-۲-۳) لیچینگ در محل (In Situ Leaching)
۶۰	۲-۳-۲-۳) لیچینگ هیپ و دامپ (Heap and Dump Leaching)
۶۰	۳-۳-۲-۳) لیچینگ نفوذی (Percolation or Vat Leaching)
۶۱	۴-۳-۲-۳) لیچینگ هم زدنی (Agitation Leaching)
۶۲	۵-۳-۲-۳) هضم دردمای بالا (Hot Digestion)
۶۴	۶-۳-۲-۳) لیچینگ با اسید (Acid Leaching)
۶۴	۷-۳-۲-۳) لیچینگ تحت فشار
۶۴	۴-۲-۳) فاکتورهای مؤثر بر سرعت لیچینگ
۶۵	۵-۲-۳) شیمی فیزیک هیدرومتالورژی
۶۸	۳-۳) جدا کردن ذرات جامد از محلول
۶۸	۱-۳-۳) ته نشین کردن
۶۹	۲-۳-۳) فیلتر کردن
۷۰	۱-۲-۳-۳) انواع فیلترها
۷۱	۴-۳) تصفیه محلولهای لیچ
۷۲	۱-۴-۳) تبادل یون (Ion Exchange)
۷۲	۲-۴-۳) استخراج حلال (استخراج مایع-مایع) (Solvent Extraction)
۷۵	۳-۴-۳) جذب کربنی (Carbon Adsorption)
۷۷	۵-۳) بازیابی ماده با ارزش از محلول لیچ
۷۷	۱-۵-۳) رسوب (Precipitation)
۷۹	۱-۱-۵-۳) هیدرولیز (Hydrolysis)
۷۹	۲-۱-۵-۳) رسوب یونی

۸۰	۳-۱-۵-۲) رسوب احیایی
۸۰	۳-۱-۵-۲) احیاء همگن
۸۰	۳-۱-۵-۲) احیاء غیر همگن
۸۱	۳-۱-۵-۲) احیاء الکترولیتی
۸۱	۳-۱-۵-۲) احیاء الکتروشیمیایی
۸۱	۳-۱-۵-۲) جابجایی
۸۲	۳-۵-۲) تبلور (کریستالیزاسیون)
۸۳	۳-۶-۲) رسوب ترکیبات مولیبدن از محلول
۸۳	۳-۶-۲) محلولهای بازی
۸۵	۳-۶-۲) محلولهای آمونیاکی
۸۵	۳-۶-۲) محلولهای اسیدی
۸۶	۳-۷-۲) رسوب ترکیبات مولیبدن با استفاده از گاز

۸۷	فصل چهارم - روش تحقیق و مواد
۸۷	۴-۱) مقدمه
۸۹	۴-۱-۱) آنالیز نمونه ها
۸۹	۴-۱-۲) آنالیز XRD نمونه ها
۹۰	۴-۱-۳) مطالعه SEM نمونه ها
۹۰	۴-۲) تشویه مولیبدنیت و تهیه کلسین
۹۲	۴-۳) عملیات لیچینگ بر روی کلسین
۹۵	۴-۳-۱) اثر حجم مصرفی (اثر دانسیته پالپ - نسبت جامد به مایع)
۹۶	۴-۳-۲) اثر زمان

عنوان

صفحه

۹۶	۳-۳-۴) اثر غلظت
۹۶	۴-۳-۴) اثر دما
۹۷	۴-۴) خالص سازی محلول لیچینگ
۹۸	۵-۴) عملیات خنثی سازی
۱۰۱	۶-۴) عملیات تبلور (کریستالیزاسیون)
۱۰۳	۷-۴) عملیات تکلیس و تهیه تری اکسید مولیبدن خالص
۱۰۴	۸-۴) استخراج مولیبدن از باقی مانده های لیچینگ

فصل پنجم - نتایج و بحث

۱۰۸	۱-۵) مقدمه
۱۰۸	۲-۵) تشویه مولیبدنیت در بستر ثابت
۱۱۴	۱-۲-۵) مروری بر نتایج آنالیز کلسین حاصل از تشویه
۱۱۵	۳-۵) لیچینگ
۱۱۶	۱-۳-۵) اثر حجم مصرفی (نسبت جامد به مایع) با غلظت ثابت آمونیاک
۱۱۹	۲-۳-۵) اثر زمان بر روی درصد انحلال مولیبدن در دمای ثابت
۱۲۱	۳-۳-۵) اثر غلظت آمونیاک بر روی نسبت جامد به مایع (دانسیتته پالپ)
۱۲۵	۴-۳-۵) اثر دما
۱۲۶	۵-۳-۵) نتیجه گیری نهایی از آزمایشهای لیچینگ
۱۳۱	۴-۵) نتایج آزمایش خالص سازی
۱۳۶	۵-۵) خنثی سازی
۱۴۰	۱-۵-۵) مطالعه رسوبهای حاصله از عملیات خنثی سازی
۱۴۴	۶-۵) عملیات تبلور و تهیه رسوبهای پارامولیبدیت آمونیم

۱۴۵	۵-۶-۱) رسم نمودار حد حلالیت و نتایج حاصله
۱۴۵	۵-۶-۲) عملیات تبلور
۱۴۷	۵-۷) عملیات تکلیس برای تهیه تری اکسید مولیبدن خالص
	۵-۸) تهیه پارامولیبدیت آمونیم از محلول خالص شده بدون عملیات خنثی سازی
۱۵۲	
۱۵۴	۵-۹) آزمایش لیچینگ بر روی کلسین با مقدار کم مس و آهن
۱۵۵	۵-۱۰) استخراج مولیبدن از باقی مانده های لیچینگ
	۵-۱۰-۱) نتایج حاصله از تشویه باقی مانده های لیچینگ با کربنات سدیم
۱۵۶	و حل کردن محصول در آب داغ
۱۵۷	۵-۱۰-۱-۱) اثر مقدار کربنات سدیم در دمای C ۷۰۰ و زمان متغیر
۱۶۰	۵-۱۰-۱-۲) اثر زمان و درجه حرارت تشویه
۱۶۱	۵-۱۰-۲) افزودن کلرید آهن (III) به محلول لیچ شده با آب داغ - اثر pH
۱۶۴	۵-۱۰-۳) مخلوط کردن باقی مانده های ترکیب با $FeCl_3$ با آمونیاک

نتیجه گیری نهایی و پیشنهادات

۱۶۷	
۱۶۷	۶-۱) مقدمه
	۶-۲) نتایج نهایی تهیه تری اکسید مولیبدن از مولیبدنیت تشویه شده به روش
۱۶۷	لیچینگ آمونیاکی
۱۶۷	۶-۲-۱) تشویه و تهیه کلسین
۱۶۸	۶-۲-۲) لیچینگ آمونیاکی
۱۶۹	۶-۲-۳) خالص سازی
۱۶۹	۶-۲-۴) خنثی سازی

۱۷۰	۵-۲-۶) تبلور و تهیه پارامولیدیت آمونیم و تکلایس آن
۱۷۰	۳-۶) استخراج مولیبدن از باقی مانده های لیچینگ
۱۷۱	۴-۶) پیشنهادات
۱۷۳	پیوست ۱ - آنالیز مولیبدنیم به روش رسوبی
	پیوست ۲- آنالیز XRD کلسین تهیه شده حاصل از تشویه مولیبدنیت
۱۷۵	مس سرچشمه در دمای ۶۰۰C و زمان ۶ ساعت
۱۷۷	پیوست ۳- آنالیز XRD باقی مانده جامد لیچینگ در شرایط بهینه
۱۸۰	پیوست ۴- آنالیز EDS باقی مانده جامد لیچینگ در شرایط بهینه
	پیوست ۵- آنالیز XRD تری اکسید مولیبدن خالص، تهیه شده در
۱۸۲	آزمایشگاه
	پیوست ۶- آنالیز EDS تری اکسید مولیبدن خالص، تهیه شده در
۱۸۴	آزمایشگاه
۱۸۶	فهرست مراجع
	چکیده و صفحه عنوان به زبان انگلیسی

فهرست جداول

صفحه	جدول
۳	جدول (۱-۱) - برخی از خصوصیات فیزیکی مولیبدن
۵	جدول (۲-۱) - برخی از خصوصیات تری اکسید و دی اکسید مولیبدن
۱۱	جدول (۳-۱) - خصوصیات مهمترین مینرال های مولیبدن
۱۳	جدول (۴-۱) - خصوصیات ذخایر پرفیری همراه با مثالهایی از آن
	جدول (۵-۱) - ذخایر جهانی مولیبدن، توزیع آنها بر اساس نوع ذخایر و کشورهای دارای این
۱۴	ذخایر در جهان
۱۴	جدول (۶-۱) - مهمترین معادن مولیبدن در جهان
۱۵	جدول (۷-۱) - میزان ذخایر مولیبدن در کشورهای مختلف جهان
۱۶	جدول (۸-۱) - مهمترین آلیاژهای مولیبدن
۱۷	جدول (۹-۱) - مهمترین کاربردهای مولیبدن
۳۷	جدول (۱-۲) - خلاصه ای از شرایط استخراج الکتریکی مولیبدن از ترکیبات آن
۵۰	جدول (۲-۲) - مهمترین باکتریهای استفاده شده در عملیات بیولیچینگ
۵۱	جدول (۳-۲) - انحلال دی سولفید مولیبدن با انواع باکتریها. (مدت آزمایش دو ماه)
۵۹	جدول (۱-۳) - مثالهایی از معرفهای لیچینگ همراه با واکنشهای آنها
۶۰	جدول (۲-۳) - خصوصیات مهمترین روشهای لیچینگ
۷۴	جدول (۳-۳) - تعدادی از رزین های تبادل یون
۷۶	جدول (۴-۳) - برخی از تعویض کننده های مایع کاتیونی