



**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ(21)(22) Заявка: **2010108195/02, 04.03.2010**(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
04.03.2010

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: **04.03.2010**(43) Дата публикации заявки: **10.09.2011** Бюл. № 25(45) Опубликовано: **27.01.2012** Бюл. № 3(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: **RU 2191840 C1, 27.10.2002. RU 2017845 C1, 15.08.1994. SU 1693105 A1, 23.11.1991. US 4462822 A, 31.07.1984.**

Адрес для переписки:

620002, г.Екатеринбург, ул. Мира, 19, УрФУ, отдел интеллектуальной собственности

(72) Автор(ы):

**Лобанов Владимир Геннадьевич (RU),
Ситдигов Фарит Габдулханович (RU),
Маврин Игорь Николаевич (RU),
Халезов Борис Дмитриевич (RU),
Зеленин Евгений Александрович (RU)**

(73) Патентообладатель(и):

**Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего профессионального образования "Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина" (RU),
Закрытое акционерное общество "Производственно-творческое предприятие "Резонанс" (RU)****(54) СПОСОБ ПЕРЕРАБОТКИ МОЛИБДЕНИТОВОГО КОНЦЕНТРАТА**

(57) Реферат:

Изобретение относится к извлечению молибдена и рения из сульфидных концентратов. Проводят окислительный обжиг концентрата в две стадии. При этом перед первой стадией обжига молибденитовый концентрат смешивают с добавкой, связывающей серу, и проводят первую стадию обжига при температуре 550-650°C в течение 15-30 мин. Перед второй стадией обжига в

полученный после первой стадии огарок добавляют молибденитовый концентрат в количестве 10-30 мас.% от используемого на первой стадии обжига концентрата. Вторую стадию обжига проводят при температуре 600-670°C в течение 30-40 мин с последующим выщелачиванием молибдена и рения из полученного после второй стадии обжига огарка. Техническим результатом является повышение извлечения молибдена. 2 табл.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.
C22B 34/34 (2006.01)
C22B 1/04 (2006.01)
C22B 3/04 (2006.01)

(12) ABSTRACT OF INVENTION

(21)(22) Application: **2010108195/02, 04.03.2010**

(24) Effective date for property rights:
04.03.2010

Priority:

(22) Date of filing: **04.03.2010**

(43) Application published: **10.09.2011 Bull. 25**

(45) Date of publication: **27.01.2012 Bull. 3**

Mail address:

**620002, g.Ekaterinburg, ul. Mira, 19, UrFU ,
otdel intellektual'noj sobstvennosti**

(72) Inventor(s):

**Lobanov Vladimir Gennad'evich (RU),
Sitdikov Farit Gabdulkhanovich (RU),
Mavrin Igor' Nikolaevich (RU),
Khalezov Boris Dmitrievich (RU),
Zelenin Evgenij Aleksandrovich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Federal'noe gosudarstvennoe avtonomnoe
obrazovatel'noe uchrezhdenie vysshego
professional'nogo obrazovanija "Ural'skij
federal'nyj universitet imeni pervogo Prezidenta
Rossii B.N. El'tsina" (RU),
Zakrytoe aktsionernoe obschestvo
"Proizvodstvenno-tvorcheskoe predpriyatie
"Rezonans" (RU)**

(54) METHOD OF MOLYBDENUM CONCENTRATE PROCESSING

(57) Abstract:

FIELD: metallurgy.

SUBSTANCE: concentrate is subjected to two-stage oxidising roasting. Note here that, before first stage, said concentrate is mixed with sulfur-binding additive to perform first roasting stage at 550-650°C for 15-30 min. Prior to second roasting stage, molybdenum concentrate is added to calcine

produced at first stage in amount of 10-30 wt % from concentrate used in first roasting step. Second roasting is performed at 600-670°C for 30-40 min with subsequent leaching of molybdenum and rhenium from calcine obtained in first step.

EFFECT: higher yield of molybdenum.

2 tbl, 2 ex

Изобретение относится к металлургии цветных металлов, в частности к методам комплексной переработки сульфидных (молибденитовых) концентратов, и может быть использовано для извлечения молибдена, рения и цветных металлов.

Известны методы переработки молибденитовых концентратов, основанные на:

- сочетании окислительного обжига и выщелачивании молибдена из огарка;

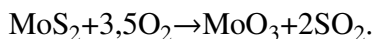
- возгонке молибдена из огарков и последующем улавливании триоксида молибдена;

- выщелачивании молибдена непосредственно из концентрата азотной кислотой.

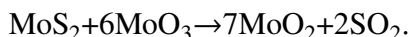
Наибольшее распространение получили методы переработки сульфидных молибденитовых концентратов, включающие их окислительный обжиг, сопровождающийся образованием диоксида серы, выщелачивание молибдена из огарка и выделение товарного триоксида молибдена (1. Зеликман А.Н., Меерсон Г.А. Металлургия редких металлов (уч. пособие для вузов). М., Металлургия, 1973, 608 с.).

Диоксид серы утилизируют тем или иным методом. Рений, содержащийся в концентратах, возгоняется в виде Re_2O_7 ; при достаточно высоких количествах его извлекают при очистке сернистых газов.

Наиболее значимая операция указанной технологии - обжиг. Для гидрометаллургической переработки огарков обжиг концентратов стремятся проводить в режимах, при которых сера удаляется полностью, а молибден образует легко растворимый триоксид. В процессе окисления частицы молибденита покрываются оболочкой образующегося триоксида молибдена. Поэтому скорость реакции обжига, как и во всех аналогичных процессах, определяется структурой оксидной оболочки, через которую кислород и сернистый газ должны диффундировать в противоположных направлениях. При температурах выше $500^\circ C$ минерал молибденит интенсивно окисляется кислородом воздуха с образованием триоксида молибдена по экзотермической реакции:



Без доступа, а также при недостатке кислорода в огарке при $600-700^\circ C$ появляется диоксид молибдена:



Поскольку диоксид молибдена практически нерастворим в аммиачной воде, необходимо вести обжиг при температуре не выше $600^\circ C$ для того, чтобы исключить спекание материала и протекание реакции между MoS_2 и MoO_3 . Скорость процесса в этих условиях относительно невелика и при обжиге на подовых печах требуемая продолжительность полного окисления серы составляет не менее 2-3 часов.

Обжиг в печах кипящего слоя протекает быстрее, но большой пылевынос (до 70%) и оборот материала снижают производительность.

Существенным недостатком традиционной технологии является необходимость организации передела утилизации сернистого газа. Затраты поданной операции сопоставимы с затратами на обжиг.

Улавливание рения из обжиговых газов и последующее его извлечение из полученных продуктов сопровождается существенными потерями, многостадийно и технологически сложно.

Наиболее близким к предлагаемому техническим решением является способ переработки молибденитового концентрата, включающий окислительный обжиг при температуре $550-600^\circ C$, который ведут в две стадии: первую стадию осуществляют с недостатком кислорода до степени десульфуризации огарка 85-95%, вторую стадию ведут до полного окисления серы и образования оксидов металлов при избытке

кислорода в 1,5-2,0 раза по отношению к стехиометрии. Одновременно отгоняют летучие оксиды редких металлов и затем их улавливают путем абсорбции (2. RU 2191840, МПК С22В 34/34, опубл. 27.10,2002).

Способ повышает извлечение рения и других редких металлов в газовую фазу до 93-95%, повышает извлечение рения и других редких металлов до 2,4-3,3 г/л в абсорбционные растворы, уменьшает содержание серы в огарке до 0,5%; прост в осуществлении; обеспечивает экологичность процесса за счет снижения концентрации серной кислоты в растворах.

Недостатком прототипа является недостаточно высокое извлечение молибдена в раствор при выщелачивании огарка, а также необходимость утилизации отходящих газов.

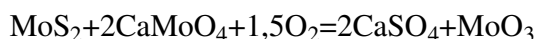
Настоящее изобретение направлено на устранение указанного недостатка и имеет целью увеличение извлечения молибдена и упрощение технологии, основанное на исключении операции утилизации отходящих газов.

Для достижения указанной цели перед первой стадией обжига молибденитовый концентрат смешивают с добавкой, связывающей серу, первую стадию обжига ведут при температуре 550-650°C в течение 15-30 минут, перед второй стадией обжига в полученный после первой стадии огарок добавляют молибденитовый концентрат в количестве 10-30 мас.% от используемого на первой стадии обжига концентрата, вторую стадию обжига проводят при температуре 600-670°C в течение 30-40 минут с последующим выщелачиванием молибдена и рения из полученного после второй стадии обжига огарка.

Сущность предлагаемого изобретения заключается в том, что на первом этапе обжига, проводимого в присутствии добавок, связывающих серу, например СаО, Са(ОН)₂, процесс ведут с максимально возможной скоростью при указанных температурах. Молибден и сера при этом связываются в форму молибдата кальция СаМоО₄. Рений также остается в огарке в виде термостойчивого перрената кальция. Выделение серы и рения в газовую фазу не происходит. Наличие термостойких компонентов исключает спекание и агрегирование огарка.

На второй стадии обжига количество добавляемого молибденитового концентрата составляет по массе 10-30% от загруженного первоначально.

Исследованиями установлено, что молибдат кальция взаимодействует с молибденитом:



в результате чего весь молибден переходит в растворимую форму. Термодинамика данной реакции также обуславливает высокую скорость и полноту протекания.

Таким образом, в данном способе удастся совместить исключение выделения серы и рения в атмосферу, высокую скорость процесса и полноту перевода молибдена в растворимую форму.

Применительно к обжигу молибденита, как показали исследования, в качестве серу связывающих добавок можно использовать оксид и гидроксид кальция, карбонат кальция или натрия.

Параметры обжига по стадиям и дозировка связывающих серу добавок определены опытным путем и могут быть проиллюстрированы следующими данными.

Пример 1. Навеску молибденитового концентрата, содержащего 37% молибдена и 80 г/т рения, смешивали с известью СаО. Расход извести составлял 130% от стехиометрически необходимого для связывания серы в сульфат. Количество добавленного концентрата к огарку на второй стадии - 20% от массы исходной

навески. Смесь обжигали в муфельной печи на противнях с перемешиванием в различных режимах в одну и две стадии.

Полученный огарок подвергали выщелачиванию в стандартных условиях: 10%-ный раствор аммиака при нагревании до 60°C при отношении Т:Ж=1:4. Расход аммиака составлял 140% от стехиометрического. Проводилась двухкратная промывка кека. Из объединенного раствора отбирали пробу и анализировали на содержание молибдена и рения. На основании полученных данных рассчитывали скорость обжига и полноту извлечения молибдена. Для сравнения одну навеску обжигали в две стадии по способу прототипа. Результаты приведены в таблице 1.

Результаты опытов по обжигу и выщелачиванию огарков							
№ опыта	Условия обжига				Суммарная продолжит. обжига, мин	Извлечение в раствор, %	
	1 стадия		2 стадия			Mo	Re
	Температура °С	Продолжит., мин	Температура °С	Продолжит., мин			
1	500	15	550	20	35	48	51
2	500	40	550	40	80	63	53
3	550	15	600	20	35	87	78
4	650	20	600	30	50	93	84
5	650	30	670	40	70	97	88
6	700	40	700	50	90	95	89
Обжиг по способу прототипа					150	88	19

Пример 2. Отличается от примера 1 (опыт 5) тем, что в опытах варьировали количеством концентрата, добавляемого к огарку на второй стадии обжига.

Результаты с дозировкой добавок		
Количество концентрата, добавленного на второй стадии, % от массы загруженного первоначально	Извлечение в раствор, %	
	Mo	Re
5	78	69
10	91	83
20	95	85
30	97	88
40	96	89

Сопоставительный анализ известных технических решений, в т.ч. способа, выбранного в качестве прототипа, и предполагаемого изобретения позволяет сделать вывод, что именно совокупность заявленных признаков обеспечивает достижение усматриваемого технического результата. Реализация предложенного технического решения дает возможность повысить извлечение молибдена при выщелачивании огарков на 5-10%, сократить продолжительность обжига в 1,5-2 раза и упростить технологию исключением операции утилизации серусодержащих газов.

Формула изобретения

Способ переработки молибденитового концентрата, включающий окислительный обжиг концентрата в две стадии, отличающийся тем, что перед первой стадией обжига молибденитовый концентрат смешивают с добавкой, связывающей серу, первую стадию обжига проводят при температуре 550-650°C в течение 15-30 мин, перед второй стадией обжига в полученный после первой стадии огарок добавляют молибденитовый концентрат в количестве 10-30 мас.% от используемого на первой стадии обжига концентрата, вторую стадию обжига проводят при температуре 600-

670°C в течение 30-40 мин с последующим выщелачиванием молибдена и рения из полученного после второй стадии обжига огарка.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50