



Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 17. III. 1966 (P 113 557)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 29. I. 1968

Kl. 12 n, 39/00

MKP C 01 g 39/00

UKD 661.877

Współtwórcy wynalazku: dr inż. Stanisław Maciaszek, inż. Jerzy Hajduk,
Wojciech Jons, Norbert Sklebis, Izabela
Sternik

Właściciel patentu: Zakłady Azotowe „Kędzierzyn”, Kędzierzyn (Polska)

Sposób oczyszczania dwusiarczku molibdenu ze złóż naturalnych

1

Występujący w przyrodzie dwusiarczki molibdenu jest składnikiem kruszców stanowiących różne związki krzemu, glinu, wapnia itp. Maksymalna zawartość czystego dwusiarczku molibdenu w kruszczach wynosi 2—3%. Techniczne zastosowanie posiada dwusiarek molibdenu o czystości około 99% lub więcej.

Oczyszczanie dwusiarczku molibdenu odbywa się najpierw na drodze flotacji a następnie metodami chemicznymi. Oczyszczanie koncentratu poflotacyjnego znanymi metodami polega na rozpuszczeniu zawartych w rudzie molibdenowej trudno rozpuszczalnych związków krzemu, żelaza itp. najczęściej za pomocą stężonych kwasów. Zwykle używa się do tego celu stężonego kwasu solnego i siarkowego w połączeniu z kwasem fluorowodorowym. Niektóre metody oczyszczania podają jeszcze dodatkowe operacje, jak np. wielokrotne przemywanie wodą i amoniakiem oraz dwuchloroetanem. Oczyszczanie stężonymi kwasami jest drogie i kłopotliwe, gdyż trzeba stosować do tego celu aparaturę z drogiego kwasoodpornego materiału. Na rudę dwusiarczku molibdenu, już wstępnie oczyszczoną przez flotację, należy działać stężonym kwasem solnym w przeciągu 6 godzin a następnie w czasie krótszym działać kwasem fluorowodorowym w obecności kwasu siarkowego. Stosując powyższe uciążliwe i długie w czasie operacje, można uzyskać dwusiarek molibdenu o czystości około 99%, który posiada

2

w przemyśle zastosowanie jako środek smarowniczy. Znanie jest również oczyszczanie koncentratu dwusiarczku molibdenu za pomocą rozcieńczonych kwasów i zasad, przy czym w tym przypadku stosuje się dodatkowe operacje w celu uzyskania MoS_2 o wysokim stopniu czystości.

Przedmiotem wynalazku jest sposób oczyszczania dwusiarczku molibdenu z rud naturalnych, który eliminuje stosowanie stężonych kwasów i skracza czas oczyszczania. Polega on na zastosowaniu do oczyszczania odpowiednio rozdrobnionego koncentratu molibdenowego rozcieńczonych kwasów oraz usuwaniu z dwusiarczku molibdenu resztek zanieczyszczeń za pomocą soli amonowych.

Według wynalazku dwusiarek molibdenu po wstępnym oczyszczeniu go na drodze flotacji i rozdrobnieniu do wielkości ziarn 3—5 mikronów traktuje się w znany sposób w temperaturze pokojowej, lub podwyższonej rozcieńczonymi kwasami mineralnymi, a w tym również kwasem fluorowodorowym, oraz roztworami alkaliów, po czym dwusiarek molibdenu po obróbce kwasem fluorowodorowym dodatkowo traktuje się wodnym roztworem chlorku amonowego w celu usunięcia z niego bliżej nieokreślonych fluorków. Korzystny jest następujący sposób postępowania: rudę dwusiarczku molibdenu, już uprzednio oczyszczoną na drodze flotacji, zawierającą około 80% MoS_2 , miele się w młynie (np. strumieniowym) do uzyskania około 95% wagowych frakcji ziarn o wielkości

3—5 mikronów. Tak zmieloną rudę zadaje się rozcieńczonym w stosunku 1:1 kwasem solnym w ilości trzykrotnie większej od ciężaru rudy, następnie ogrzewa się pod chłodnicą zwrotną do temperatury wrzenia lub nieco mniejszej i utrzymuje się tę temperaturę przez kilka godzin. Po odsączeniu i przemyciu osadu wodą powtarza się powyższą operację z tą różnicą, że zamiast kwasu solnego używa się 20%-owy roztwór ługu sodowego. W następnym etapie oczyszczania dodaje się kwas fluorowodorowy w ilości zależnej od zawartości krzemionki w rudzie. W ostatnim etapie oczyszczania działa się na dwusiarczek molibdenu 30% roztworem chlorku amonu stosując mieszanie i ogrzewanie w ciągu kilku godzin w temperaturze wrzenia. Następnie dwusiarczek molibdenu odsącza się, przemyciwa gorącą wodą i suszy. Oczyszczony sposobem według wynalazku dwusiarczek molibdenu posiada czystość powyżej 99%, jest bardzo poszukiwany na rynku i stosowany jest

jako samoistny środek smarujący względnie jako dodatek do środków smarujących.

Zastrzeżenia patentowe

- 5 1. Sposób oczyszczania dwusiarczku molibdenu otrzymanego znaną metodą ze złóż naturalnych przez traktowanie go w temperaturze pokojowej lub podwyższonej rozcieńczonymi kwasami, w tym również kwasem fluorowodorowym, oraz roztworami alkaliów, **znamienny tym**, że dwusiarczek molibdenu po obróbce kwasem fluorowodorowym dodatkowo traktuje się wodnym roztworem chlorku amonowego, po czym oczyszczony produkt odsącza się.
- 10 2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że oczyszczaniu poddaje się rozdrobniony dwusiarczek molibdenu o wielkości ziaren 3—5 mikronów.
- 15
- 20