



**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2011143320/02, 26.10.2011

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
26.10.2011

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 26.10.2011

(45) Опубликовано: 20.02.2013 Бюл. № 5

(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: RU 2154690 C1, 20.08.2000. RU 2241051
C1, 27.11.2004. SU 982362 A, 07.08.1985. US
2005019247 A, 27.01.2005. JP 2002037627 A,
06.02.2002. EP 0832040 A1, 01.04.1998.

Адрес для переписки:

620016, г.Екатеринбург, Амундсена, 101,
ИМЕТ УрО РАН, нач. отдела патентной и
изобретательской работы Л.А. Сандлер

(72) Автор(ы):

Вусихис Александр Семенович (RU),
Гуляков Владимир Сергеевич (RU),
Леонтьев Леопольд Игоревич (RU),
Ситдииков Фарит Габдулханович (RU),
Шешуков Олег Юрьевич (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Закрытое акционерное общество Научно-
производственное предприятие "Промтех"
(ЗАО НПП "Промтех") (RU),
Учреждение Российской академии наук
Институт металлургии Уральского
отделения РАН (ИМЕТ УрО РАН) (RU)**(54) СПОСОБ ИЗВЛЕЧЕНИЯ ТРИОКСИДА МОЛИБДЕНА ИЗ ОГАРКОВ**

(57) Реферат:

Изобретение относится к металлургии редких металлов, в частности, к извлечению триоксида молибдена из огарков, полученных путем окислительного обжига молибденитовых концентратов и промпродуктов. Способ включает возгонку паров триоксида молибдена в вакууме при остаточном давлении 1-15 мм рт.ст. и конденсацию образующихся паров триоксида молибдена. При этом исходные огарки

растворяют в расплаве оксида бора. Возгонку паров осуществляют из расплава при температуре выше 1350°C, а конденсацию паров - при температуре 800-820°C. Технический результат - упрощение технологии, повышение качества триоксида за счет получения его в компактном состоянии, снижение стоимости за счет уменьшения трудовых и энергетических затрат, улучшение экологии. 1 табл., 2 пр.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

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

(12) ABSTRACT OF INVENTION

(21)(22) Application: 2011143320/02, 26.10.2011

(24) Effective date for property rights:
26.10.2011

Priority:

(22) Date of filing: 26.10.2011

(45) Date of publication: 20.02.2013 Bull. 5

Mail address:

620016, g.Ekaterinburg, Amundsena, 101, IMET
UrO RAN, nach. otdela patentnoj i
izobretatel'skoj raboty L.A. Sandler

(72) Inventor(s):

Vusikhis Aleksandr Semenovich (RU),
Guljakov Vladimir Sergeevich (RU),
Leont'ev Leopold Igorevich (RU),
Sitdikov Farit Gabdulkhanovich (RU),
Sheshukov Oleg Jur'evich (RU)

(73) Proprietor(s):

Zakrytoe aktsionerное obshchestvo Nauchno-
proizvodstvennoe predpriyatие "Promtekh" (ZAO
NPP "Promtekh") (RU),
Uchrezhdenie Rossijskoj akademii nauk Institut
metallurgii Ural'skogo otdelenija RAN (IMET
UrO RAN) (RU)

(54) EXTRACTION METHOD OF MOLYBDENUM TRIOXIDE FROM TAILINGS

(57) Abstract:

FIELD: metallurgy.

SUBSTANCE: method involves distillation of vapours of molybdenum trioxide in vacuum at residual pressure of 1-15 mm Hg and condensation of formed vapours of molybdenum trioxide. Besides, initial tailings are dissolved in molten boron oxide. Distillation of vapours is performed from molten metal at temperature of more than 1350°C, and

condensation of vapours is performed at temperature of 800-820°C.

EFFECT: simplifying the technology; improving the quality of trioxide owing to its obtaining in compact state; reducing the cost owing to reducing labour costs and power consumption; improving environmental conditions.

1 tbl, 2 ex

Изобретение относится к области металлургии редких металлов и может быть использовано для извлечения триоксида молибдена из огарков, полученных при окислительном обжиге молибденитовых концентратов и промпродуктов в многоподовых печах и печах кипящего слоя.

Известен способ переработки молибденсодержащего огарка, включающий возгонку триоксида молибдена при температуре 1000-1260°C, конденсацию образующихся паров и последующую гидрометаллургическую переработку остатка, содержащего триоксид молибдена. При этом возгонку ведут в электрической печи непрерывного действия с вращающимся кольцевым подом, поверхность которого покрыта слоем кварцевого песка. Остаток от возгонки вместе с кварцевым песком используют для последующей гидрометаллургической переработки [Зеликман А.Н. Молибден, М.: Металлургия, 1970, с.86-89].

Недостатки аналога:

- сложность технологии, требующей последующей переработки остатка гидрометаллургическим способом;
- низкая степень перехода триоксида молибдена в возгон (не более 60%);
- высокая дисперсность порошка триоксида молибдена и в связи с этим, малая насыпная масса, что затрудняет его транспортировку и использование;
- дороговизна вследствие необходимости использования различных химических реагентов высокой чистоты при гидрометаллургической переработке (минеральные кислоты, карбонат натрия).

Известен способ извлечения триоксида молибдена из огарков, включающий возгонку и конденсацию образующихся паров, причем используют огарок в смеси с кварцевым песком, возгонку ведут при температуре 900-1000°C. Процесс возгонки осуществляют во вращающейся электрической печи, установленной под углом 35°. Пары триоксида молибдена транспортируют из зоны возгонки в зону конденсации при помощи воздуха, подаваемого в печь вентилятором. Конденсацию проводят в мешочном фильтре [Зеликман А.Н. Молибден, М.: Металлургия, 1970, с.89-90].

Недостатки способа аналогичны предыдущему.

Наиболее близким по технической сущности и достигаемому результату к заявляемому изобретению является способ извлечения триоксида молибдена из огарков, включающий возгонку и конденсацию образующихся паров, причем используют огарки, полученные при окислительном обжиге гранулированного с кварцевым песком молибденового промпродукта, а возгонку осуществляют при температуре 1150-1200°C и остаточном давлении 1-15 мм рт.ст. в течение 1,5-4 ч. (Патент РФ №2154690, МПК7 C22B 34/34, C22B 1/02, опубл. 20.08.2000).

Преимущества данного способа возгонки по сравнению с предыдущими:

- повышение степени возгонки молибдена до 99,4%;
- повышение чистоты полученного триоксида молибдена в результате подавления одновременной возгонки оксидов примесных металлов.

Недостатки способа - необходимость изготовления гранул и их предварительный окислительный обжиг в отдельном агрегате.

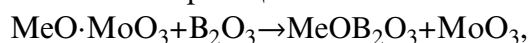
Техническим результатом предлагаемого изобретения является упрощение технологии получения триоксида молибдена, повышение качества целевого продукта за счет получения его в компактном состоянии, снижение стоимости за счет уменьшения трудовых и энергетических затрат, улучшение экологии.

Указанный технический результат достигается тем, что в способе извлечения триоксида молибдена из огарков, полученных путем окислительного обжига

молибденитовых концентратов и промпродуктов, включающем возгонку в вакууме при остаточном давлении 1-15 мм рт.ст. и конденсацию образующихся паров триоксида молибдена, согласно изобретению исходные огарки растворяют в расплаве оксида бора, возгонку паров осуществляют из расплава при температуре выше 1350°C, а конденсацию при температуре 800-820°C.

Использование в предлагаемом способе расплава оксида бора исключает необходимость применения для получения огарков технологии, предусматривающей окислительный обжиг специально изготовленных гранул из молибденитовых концентратов совместно с кварцевым песком, и позволяет применять огарки, полученные по стандартной технологии.

Использование огарков, растворенных в расплаве оксида бора, обеспечивает возможность беспрепятственной возгонки молибдена, находящегося в огарке в форме триоксида молибдена, без возгонки оксидов примесных металлов, таких как ZnO и PbO, за счет перехода их в бораты. А молибден, связанный в молибдаты примесных металлов, освобождается в присутствии B_2O_3 и возгоняется в виде MoO_3 в вакууме в соответствии с реакцией:



где Me-Zn, Pb, Cu.

При температуре возгонки выше 1350°C расплав обладает высокой гомогенностью и низкой вязкостью, что обеспечивает высокую степень извлечения триоксида молибдена при вакуумировании, конденсированный продукт при температурах выше 800°C будет находиться в виде расплава, а не ультрадисперсных кристалликов с высокой удельной поверхностью и низкой насыпной массой, что позволяет после разлива и охлаждения расплава получать триоксид молибдена в компактном состоянии. Температура конденсации триоксида определялась экспериментально. При температуре конденсированного триоксида выше 820°C давление паров превышает остаточное давление в печи (15 мм рт.ст.), что может привести к уменьшению извлечения молибдена в связи с его потерями при вакуумировании. При температурах 800-820°C остаточное давление в печи повышалось до величины, соответствующей давлению пара MoO_3 при заданной температуре, и составляло 1-15 мм рт.ст., что соответствует заявленному.

Заявляемые параметры необходимы и достаточны для достижения указанного выше технического результата при извлечении триоксида молибдена из огарков.

Анализ известных технических решений позволяет сделать вывод о том, что заявляемое изобретение не известно из уровня исследуемой техники, что свидетельствует о его соответствии критерию "новизна".

Сущность заявляемого изобретения для специалиста не следует явным образом из уровня техники, что позволяет сделать вывод о его соответствии критерию "изобретательский уровень".

Возможность извлечения триоксида молибдена из огарков в заявляемых условиях с применением доступных материалов и оборудования на отечественных предприятиях металлургической промышленности свидетельствует о его соответствии критерию "промышленная применимость".

Пример 1. Осуществление извлечения триоксида молибдена из огарков.

Для извлечения триоксида молибдена использовали огарки, полученные из обожженного молибденитового концентрата месторождения Эрденет (79,3% MoO_3 , 4,2% $Fe_{общ.}$, 7,3% SiO_2 , 2,93% Cu). Огарки (100 г) смешивали с оксидом бора (20 г), помещали в тигле в вакуумную печь, вакуумировали печь, нагревали образец до

температуры возгонки и осуществляли возгонку триоксида молибдена из расплава при остаточном давлении менее 15 мм рт.ст. в течение 4 ч. Пары триоксида молибдена конденсировали при температуре менее 800°C, поэтому триоксид молибдена конденсировался в виде кристалликов, длиной от 50-100 мкм до 1-2 мм и толщиной 10-20 мкм, представляющих собой белый (в большой массе слегка желтоватый) порошок. Оставшийся в тигле материал представляет собой расплав на основе оксида бора (50% В₂О₃). После охлаждения его анализировали на содержание молибдена известным способом и рассчитывали степень возгонки.

Результаты опытов представлены в таблице 1.

Пример 2.

Огарки, полученные из обожженного молибденитового концентрата химического состава, указанного в примере 1, смешивали с оксидом бора в количестве 100 граммов и загружали в вакуумную печь. Остаточное давление в печи доводили до 1 мм рт.ст., печь нагревали до 1360°C и проводили возгонку триоксида молибдена из расплава при остаточном давлении 15 мм рт.ст. в течение 4 часов. Затем расплав охлаждали до 810°C, при этом пары триоксида конденсировались в виде расплава. После разлива и охлаждения производили взвешивание полученных образцов, которое показало потери молибдена менее 3%, при этом триоксид молибдена был получен в компактном состоянии и находился в тигле в виде плотного монолитного образца.

Таким образом, полученные результаты позволяют сделать следующие выводы.

При осуществлении способа получения триоксида молибдена при заданных параметрах (использование огарков, растворенных в расплаве оксида бора, осуществление возгонки при температуре выше 1350°C, а конденсации паров триоксида молибдена при 800-820°C) получены результаты в соответствии с указанным техническим результатом, а именно: для получения триоксида молибдена возгонкой нет необходимости изготовления гранул на основе кварца, при этом извлечение триоксида молибдена такое же высокое, как в прототипе, а полученный в результате возгонки триоксид конденсируется в расплав и при охлаждении будет находиться в компактном состоянии, более удобном для дальнейшего передела, чем высокодисперсный материал прототипа. Осуществление возгонки при температуре ниже 1350°C приводит к снижению извлечения молибдена. Конденсация паров триоксида при температуре ниже 800°C приводит к снижению качества получаемого продукта, а при температуре выше 820°C к потерям триоксида.

Таблица 1				
Возгонка триоксида молибдена из расплава				
№ опыта	Условия осуществления способа			Степень возгонки %
	Температура возгонки, °C	Остаточное давление, мм рт.ст.	Время возгонки, час	
1	1250	15	4	87,6
2	1300	15	4	91,4
3	1350	15	4	99,3
4	1400	15	4	99,4
4*	1200	15	4	99,4
* прототип				

Формула изобретения

Способ извлечения триоксида молибдена из огарков, полученных путем окислительного обжига молибденитовых концентратов и промпродуктов, включающий возгонку паров триоксида молибдена в вакууме при остаточном

давлении 1-15 мм рт.ст. и конденсацию образующихся паров триоксида молибдена, отличающийся тем, что исходные огарки растворяют в расплаве оксида бора, возгонку паров осуществляют из расплава при температуре выше 1350°C, а конденсацию - при температуре 800-820°C.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50