



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(51) МПК
C22B 34/34 (2006.01)
B22F 9/18 (2006.01)

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2010110396/02, 18.03.2010

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
18.03.2010

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 18.03.2010

(45) Опубликовано: 10.08.2011 Бюл. № 22

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: RU 2285586 C1, 20.10.2006. RU 2098232 C1, 10.12.1997. SU 516467 A, 25.06.1977. WO 90/07012 A1, 28.06.1990. US 4668282 A, 26.05.1987. CA 2488990 A, 24.12.2003.

Адрес для переписки:

680035, г.Хабаровск, ул. Тихоокеанская, 136,
Тихоокеанский государственный
университет, отдел промышленной и
интеллектуальной собственности

(72) Автор(ы):

Гостищев Виктор Владимирович (RU),
Ри Эрнст Хосенович (RU),
Химухин Сергей Николаевич (RU),
Ри Хосен (RU),
Комков Вячеслав Григорьевич (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Государственное образовательное
учреждение высшего профессионального
образования "Тихоокеанский
государственный университет" (RU)

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ТОНКОДИСПЕРСНОГО ПОРОШКА МОЛИБДЕНА

(57) Реферат:

Изобретение относится к металлургии молибдена и может быть использовано при производстве металлического порошка молибдена. Способ получения металлического порошка молибдена включает восстановление оксида молибдена (MoO_3) металлом-восстановителем в расплаве хлорида натрия или хлорида калия или их смеси в соотношении 1:1, при температуре 770-850°C. После восстановления ведут отделение

металлической фазы порошка молибдена от реакционной массы. Восстановление ведут порошком алюминия при соотношении исходного оксида молибдена (MoO_3) и расплава, равном 1:3-5. Техническим результатом изобретения является снижение температуры плавки при достаточно полном извлечении молибдена из оксида в виде металлического высокодисперсного порошка молибдена и сокращение расхода реагентов.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,
PATENTS AND TRADEMARKS

(51) Int. Cl.
C22B 34/34 (2006.01)
B22F 9/18 (2006.01)

(12) ABSTRACT OF INVENTION

(21)(22) Application: **2010110396/02, 18.03.2010**

(24) Effective date for property rights:
18.03.2010

Priority:

(22) Date of filing: **18.03.2010**

(45) Date of publication: **10.08.2011 Bull. 22**

Mail address:

**680035, g.Khabarovsk, ul. Tikhookeanskaja, 136,
Tikhookeanskij gosudarstvennyj universitet, otdel
promyshlennoj i intellektual'noj sobstvennosti**

(72) Inventor(s):

**Gostishchev Viktor Vladimirovich (RU),
Ri Ehrnst Khosenovich (RU),
Khimukhin Sergej Nikolaevich (RU),
Ri Khosen (RU),
Komkov Vjacheslav Grigor'evich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Gosudarstvennoe obrazovatel'noe uchrezhdenie
vysshego professional'nogo obrazovanija
"Tikhookeanskij gosudarstvennyj universitet"
(RU)**

(54) PROCEDURE FOR PRODUCTION OF FINE-DISPERSED POWDER OF MOLYBDENUM

(57) Abstract:

FIELD: metallurgy.

SUBSTANCE: procedure for production of metal powder of molybdenum consists in reduction of molybdenum oxide (MoO_3) with metal-reducer in melt of sodium chloride of potassium chloride or their mixture at ratio 1:1 at temperature 770-850°C. Upon reduction metal phase of molybdenum powder

is separated from reaction mass. Reduction is performed with aluminium powder at ratio of source molybdenum oxide (MoO_3) to melt equal to 1:3-5.

EFFECT: reduced temperature of melting at sufficiently complete extraction of molybdenum from oxide in form of metal high dispersed powder of molybdenum and reduced consumption of reagents.

2 ex

Предлагаемое изобретение относится к цветной металлургии, в частности касается технологии получения тонкодисперсных порошков молибдена, которые используют в производстве твердосплавных материалов и ферросплавов молибдена. При этом важной характеристикой порошков является дисперсность, определяющая технологические условия дальнейшей переработки порошков.

Традиционный способ получения металлического порошка молибдена заключается в восстановлении его оксида (MoO_3) водородом в трубчатых печах. Восстановление протекает с постепенным нагревом от 700 до 1100°C [1].

К недостаткам водородного восстановления следует отнести низкую производительность, повышенную взрывоопасность, большие затраты.

Известен способ получения порошка молибдена в газофазном процессе; восстановление протекает между восстанавливающим газом, например водородом, и парами хлоридов, фторидов молибдена при 900-1200°C [2]. По другому варианту восстановление исходных высших хлоридов, фторидов ведут в высокотемпературной (выше 2000°C) струе водорода или смеси аргона с водородом.

К недостаткам способов восстановления металлов из галогенов относят сложность аппаратного оформления, высокую коррозионную активность среды при 2000°C, большой расход реагентов [3].

Способ электролитического осаждения молибдена из растворов в расплавленных солях: ($\text{NaCl} - \text{KCl}$; $\text{KCl} - \text{KF}$) на катоды из различных материалов (графита, карбида кремния, хрома и др.).

Его недостатки - высокая энергоемкость и относительно низкая производительность процесса [4].

Известен способ получения порошков молибдена и вольфрама, включающий смешивание исходных соединений с цинком, восстановление шихты в замкнутом реакторе при 700°C.

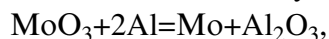
Недостатками способа являются: большой расход цинка (40-50% массы исходных соединений) и необходимость диспергирования спека, образующегося в результате горения цинка [5].

Наиболее близким к заявленному изобретению является способ получения металлического порошка молибдена, по которому порошок получают восстановлением кислородных соединений молибдена магнием в среде расплавов солей щелочных металлов NaCl , KCl , Na_2CO_3 , K_2CO_3 и их двойных смесях [6].

К недостаткам известного способа следует отнести, согласно описанию изобретения, большой расход магния - дорогостоящего металла восстановителя и реагентов растворителей (NaCl , KCl , Na_2CO_3 , K_2CO_3).

Технической задачей предлагаемого изобретения является снижение затрат при производстве металлического порошка молибдена за счет замены и сокращения расхода реагентов.

Поставленная задача достигается тем, что в способе получения порошка молибдена кислородные соединения молибдена восстанавливают металлическим алюминием в сокращенном объеме расплава солей NaCl , KCl , NaCl-KCl при 770-850°C. Состав шихты выдерживают, исходя из соотношения: оксид молибдена - растворитель (NaCl , KCl , $\text{NaCl} - \text{KCl}$), равного 1:3-5. Порошок металлического алюминия берут в количестве, соответствующем расчетному по реакции:



или с избытком 10% относительно расчетного.

Преимущество предлагаемого технологического решения состоит в том, что способ

обеспечивает получение тонкодисперсного порошка молибдена с меньшими затратами, за счет замены магния на алюминий и сокращения расхода растворителя (KCl, NaCl) в 2-3 раза при сохранении полноты выхода и чистоты целевого продукта.

5 Примеры реализации способа

Пример 1.

50 грамм NaCl или KCl расплавляют при температуре 780-820°C. В прозрачный расплав вносят 10 граммов оксида молибдена. Затем в расплав солей вносят порошок алюминия в количестве 2,9 грамма. В результате прохождения металлотермической реакции оксид молибдена восстанавливается до металлического порошка. Реакционную массу охлаждают, порошок молибдена отмывают водой от солей. Выход металла 96%.

Пример 2.

15 40 грамм NaCl-KCl (1:1) расплавляют при 780-810°C. В прозрачный расплав вносят 10 граммов оксида молибдена. Затем в раствор MoO₃ в расплаве вносят порошок алюминия в количестве 3,2 грамма. В результате оксид молибдена восстанавливается до металлического порошка. Реакционную массу охлаждают, порошок молибдена отмывают водой от солей. Выход металла - 98%.

По результатам рентгенофазового анализа полученные порошки представляют собой молибден в металлической фазе. Элементный анализ свидетельствует о следующем составе порошков: Mo 97-98,6; Fe 0,2-0,3; Cu 0,1-0,3; W 0,3-0,5.

25 Анализ гранулометрического состава порошков молибдена показал, что средний размер частиц порошка равен 1,5 мкм.

Список использованных источников

1. Панов В.С., Чувиллин А.М. Технология и свойства спеченных твердых сплавов и изделий из них. М.: МИСиС, 2001, с.68.

30 2. Каламазов Р.У., Цветков Ю.В., Кальков А.А. Высокодисперсные порошки вольфрама и молибдена. М.: Metallurgia. 1988, с.7.

3. Королев Ю.М., Столяров В.И. Восстановление фторидов тугоплавких металлов водородом. М.: Metallurgia, 1981. 184 с.

4. Ковалев Б.Ф., Волкович А.В., Журавлев В.И. Выбор катодных материалов для рафинирования вольфрама и молибдена в галогенидных расплавах. Цветная металлургия. 1988. №3, с.53.

5. Авторское свидетельство СССР на изобретение №1626530 «Способ получения порошков молибдена и вольфрама». Опубликовано 27.02.2004.

40 6. Патент РФ на изобретение №2285586 «Способ получения порошка молибдена или его композитов с вольфрамом». Опубликовано 20.10.2006.

Формула изобретения

45 Способ получения металлического порошка молибдена, включающий восстановление оксида молибдена (MoO₃) металлом-восстановителем в расплаве хлорида натрия или хлорида калия, или их смеси в соотношении 1:1, при температуре 770-850°C и последующее отделение металлической фазы порошка молибдена от реакционной массы, отличающийся тем, что восстановление ведут порошком алюминия при соотношении исходного оксида молибдена (MoO₃) к расплаву, равном 1:3-5.