



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103736991 B

(45) 授权公告日 2016. 03. 30

(21) 申请号 201410051664. 0

审查员 冯硕

(22) 申请日 2014. 02. 14

(73) 专利权人 山东昊轩电子陶瓷材料有限公司
地址 255100 山东省淄博市淄川区商家镇

(72) 发明人 宋爱谋 钟小亮

(74) 专利代理机构 青岛发思特专利商标代理有限公司 37212

代理人 耿霞

(51) Int. Cl.

B22F 1/00(2006. 01)

B22F 9/18(2006. 01)

(56) 对比文件

CN 101396741 A, 2009. 04. 01,

CN 101214552 A, 2008. 07. 09,

CN 101234430 A, 2008. 08. 06,

CN 101758241 A, 2010. 06. 30,

CN 102470437 A, 2012. 05. 23,

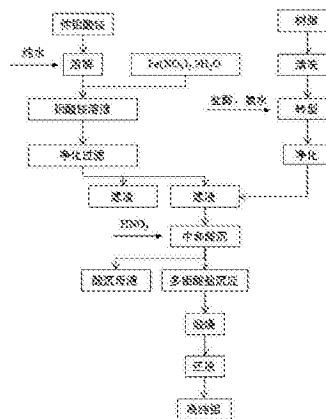
权利要求书1页 说明书3页 附图1页

(54) 发明名称

高纯钼粉及其制备方法

(57) 摘要

本发明属于高纯钼粉制造技术领域, 具体涉及一种高纯钼粉及其制备方法。 $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 反应得到多钼酸盐沉淀, 将多钼酸盐沉淀进行煅烧, 获得氧化钼粉体, 将氧化钼粉体置于推板窑炉中进行氢气还原处理, 即得。制备的高纯钼粉的氧含量为 1-1000ppm, 纯度为 99. 99-99. 999%, 费氏粒度为 0. 5-10 微米。本发明设计合理, 简单易行, 可以稳定的获得纯度大于 99. 99% 高纯钼粉, 收率达到 90% 以上, 适用于工业化生产, 制备的高纯钼粉具有纯度高、氧含量低及粒度均匀细小的特点。



1. 一种高纯钼粉的制备方法,其特征在于所述的高纯钼粉的氧含量为1-1000ppm,纯度为99.99-99.999%,费氏粒度为0.5-10微米;

高纯钼粉的制备方法,步骤如下:

(1)准确称量 $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$,将其溶解在水中,得到溶液A;

(2)向溶液A中加入 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$,搅拌均匀,得到溶液B;

(3)将溶液B密封置于室温下静止陈化;将陈化后的溶液B进行过滤,滤渣弃去,得到溶液C;

(4)对D380树脂清洗、转型、净化预处理,将溶液C通过装有D380树脂柱,得到溶液D;

(5)将溶液D加热,向溶液D中滴加浓硝酸溶液至溶液D开始浑浊后停止加入,将其搅拌反应,自然冷却陈化至室温,过滤,将滤渣用纯水洗涤得到多钼酸盐沉淀;

(6)将多钼酸盐沉淀进行煅烧,获得氧化钼粉体;

(7)将氧化钼粉体置于推板窑炉中进行氢气还原处理,即得。

2. 根据权利要求1所述的高纯钼粉的制备方法,其特征在于步骤(1)中所述的溶液A的浓度为0.2-0.9g/ml, $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 中杂质钨含量为20-1000ppm。

3. 根据权利要求1所述的高纯钼粉的制备方法,其特征在于步骤(2)中所述的 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 的质量是按 Fe^{3+}/W 的质量百分比为5-7加入。

4. 根据权利要求1所述的高纯钼粉的制备方法,其特征在于步骤(3)中所述的陈化时间为10-30小时。

5. 根据权利要求1所述的高纯钼粉的制备方法,其特征在于步骤(5)中所述的加热温度为60-90°C,加热时间为0.5-2小时。

6. 根据权利要求1所述的高纯钼粉的制备方法,其特征在于步骤(5)中所述的搅拌反应时间为0.5-3小时。

7. 根据权利要求1所述的高纯钼粉的制备方法,其特征在于步骤(5)中所述的洗涤次数为1-8次。

8. 根据权利要求1所述的高纯钼粉的制备方法,其特征在于步骤(6)中所述的煅烧温度为800-1200度,煅烧时间为1-10小时。

9. 根据权利要求1所述的高纯钼粉的制备方法,其特征在于步骤(7)中所述的氢气还原处理中氢气纯度为99.9-99.999%,还原温度为800-1600度,还原时间为2-10小时。

高纯钼粉及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于高纯钼粉制造技术领域,具体涉及一种高纯钼粉及其制备方法。

背景技术

[0002] 钼和钼合金具有高的的高温强度和高温硬度,良好的导热、导电性能,以及良好的抗腐蚀性能等特征。因此,广泛地应用于化学化工、冶金及航空航天工业等领域。随着高新技术的飞速发展,高科技对钼及合金材料性能提出的要求在许多方面已经超出了传统的性能指标,现代钼制品制备技术既面临挑战也迎来了机遇。其中,钼粉的制备是发展钼业技术的首要环节。目前,钼粉的制备已经比较成熟,但是仍需进一步的发展、完善,特别是为满足一些特殊用途的高纯度钼粉的制备。按用途进行分类,钼粉主要有3种:供压制用的钼粉、供热喷涂用的球形钼粉和供特殊条件使用的高纯钼粉。

[0003] 钼粉的生产方法主要有还原法、羟基热分解法和氯化钼蒸汽法,其中工业化生产常用的方法为还原法。工业化生产高纯钼粉一般采用提纯仲钼酸铵,将仲钼酸铵煅烧获得氧化钼,最后将氧化钼还原的方法。

发明内容

[0004] 本发明的目的是提供一种高纯钼粉,具有纯度高、氧含量低及粒度均匀细小的特点;本发明同时提供了高纯钼粉的制备方法,设计合理,简单易行,适用于工业化生产。

[0005] 本发明所述的高纯钼粉的氧含量为1-1000ppm,纯度为99.99-99.999%,费氏粒度为0.5-10微米。

[0006] 本发明所述的高纯钼粉的制备方法,步骤如下:

[0007] (1)准确称量 $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$,将其溶解在水中,得到溶液A;

[0008] (2)向溶液A中加入 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$,搅拌均匀,得到溶液B;

[0009] (3)将溶液B密封置于室温下静止陈化;将陈化后的溶液B进行过滤,滤渣弃去,得到溶液C;

[0010] (4)对D380树脂清洗、转型、净化预处理,将溶液C通过装有D380树脂柱,得到溶液D;

[0011] (5)将溶液D加热,向溶液D中滴加浓硝酸溶液至溶液D开始浑浊后停止加入,将其搅拌反应,自然冷却陈化至室温,过滤,将滤渣用纯水洗涤得到多钼酸盐沉淀;

[0012] (6)将多钼酸盐沉淀进行煅烧,获得氧化钼粉体;

[0013] (7)将氧化钼粉体置于推板窑炉中进行氢气还原处理,即得。

[0014] 步骤(1)中所述的溶液A的浓度为0.2-0.9g/ml, $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 中杂质钨含量为20-1000ppm。

[0015] 步骤(2)中所述的 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 的质量是按 Fe^{3+}/W 的质量百分比为5-7加入,优选 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 的加入量是根据原料的纯度及钨杂质含量按 Fe^{3+}/W 的质量百分比为6。

[0016] 步骤(3)中所述的陈化时间为10-30小时。

- [0017] 步骤(5)中所述的加热温度为60-90℃,加热时间为0.5-2小时。
- [0018] 步骤(5)中所述的搅拌反应时间为0.5-3小时。
- [0019] 步骤(5)中所述的洗涤次数为1-8次。
- [0020] 步骤(5)中所述的浓硝酸溶液的浓度为68%。
- [0021] 步骤(6)中所述的煅烧温度为800-1200度,煅烧时间为1-10小时。
- [0022] 步骤(7)中所述的氢气还原处理中氢气纯度为99.9-99.999%,还原温度为800-1600度,还原时间为2-10小时。
- [0023] 本发明与现有技术相比,具有如下有益效果:
- [0024] 本发明设计合理,简单易行,可以稳定的获得纯度大于99.99%高纯钼粉,收率达到90%以上,适用于工业化生产,制备的高纯钼粉具有纯度高、氧含量低及粒度均匀细小的特点。

附图说明

- [0025] 图1是本发明的工艺流程图。

具体实施方式

- [0026] 以下结合实施例对本发明做进一步描述。

[0027] 实施例1

[0028] (1)准确称量 $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$,将其溶解在水中,得到溶液A,溶液A的浓度为0.5g/ml;

[0029] (2)向溶液A中加入 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 含有钨杂质344ppm,根据原料的纯度及钨杂质含量按 Fe^{3+}/W 的质量百分比为6,搅拌均匀,得到溶液B;

[0030] (3)将溶液B密封置于室温下静止陈化24小时;将陈化后的溶液B进行过滤,滤渣弃去,得到溶液C;

[0031] (4)对D380树脂清洗、转型、净化预处理,将溶液C通过装有D380树脂柱,得到溶液D;

[0032] (5)将溶液D加热至70℃,向溶液D中缓慢滴加浓硝酸溶液至溶液D开始浑浊后停止加入,将其搅拌反应1小时,自然冷却陈化至室温,过滤,将滤渣用纯水洗涤5次得到多钼酸盐沉淀;

[0033] (6)将多钼酸盐沉淀在1000度的条件下进行煅烧1小时,获得氧化钼粉体;

[0034] (7)将氧化钼粉体置于推板窑炉中进行氢气还原处理,氢气纯度为99.999%,还原温度为1400度,还原时间为4小时,即得。

[0035] 测量钼粉纯度为99.993%,氧含量为145ppm,费氏粒度为3.2微米。

[0036] 实施例2

[0037] (1)准确称量 $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$,将其溶解在水中,得到溶液A,溶液A的浓度为0.8g/ml;

[0038] (2)向溶液A中加入 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 含有钨杂质344ppm,根据原料的纯度及钨杂质含量按 Fe^{3+}/W 的质量百分比为6,搅拌均匀,得到溶液B;

[0039] (3)将溶液B密封置于室温下静止陈化30小时;将陈化后的溶液B进行过滤,滤渣弃

去,得到溶液C;

[0040] (4)对D380树脂清洗、转型、净化预处理,将溶液C通过装有D380树脂柱,得到溶液D;

[0041] (5)将溶液D加热至80℃,向溶液D中缓慢滴加浓硝酸溶液至溶液D开始浑浊后停止加入,将其搅拌反应1.5小时,自然冷却陈化至室温,过滤,将滤渣用纯水洗涤5次得到多钼酸盐沉淀;

[0042] (6)将多钼酸盐沉淀在1200度的条件下进行煅烧5小时,获得氧化钼粉体;

[0043] (7)将氧化钼粉体置于推板窑炉中进行氢气还原处理,氢气纯度为99.999%,还原温度为1600度,还原时间为2小时,即得。

[0044] 测量钼粉纯度为99.998%,氧含量为98ppm,费氏粒度为1.0微米。

[0045] 实施例3

[0046] (1)准确称量 $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$,将其溶解在水中,得到溶液A,溶液A的浓度为0.2g/ml;

[0047] (2)向溶液A中加入 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 含有钨杂质344ppm,根据原料的纯度及钨杂质含量按 Fe^{3+}/W 的质量百分比为6,搅拌均匀,得到溶液B;

[0048] (3)将溶液B密封置于室温下静止陈化12小时;将陈化后的溶液B进行过滤,滤渣弃去,得到溶液C;

[0049] (4)对D380树脂清洗、转型、净化预处理,将溶液C通过装有D380树脂柱,得到溶液D;

[0050] (5)将溶液D加热至60℃,向溶液D中缓慢滴加浓硝酸溶液至溶液D开始浑浊后停止加入,将其搅拌反应0.5小时,自然冷却陈化至室温,过滤,将滤渣用纯水洗涤5次得到多钼酸盐沉淀;

[0051] (6)将多钼酸盐沉淀在900度的条件下进行煅烧10小时,获得氧化钼粉体;

[0052] (7)将氧化钼粉体置于推板窑炉中进行氢气还原处理,氢气纯度为99.999%,还原温度为900度,还原时间为2小时,即得。

[0053] 测量钼粉纯度为99.991%,氧含量为488ppm,费氏粒度为7.9微米。

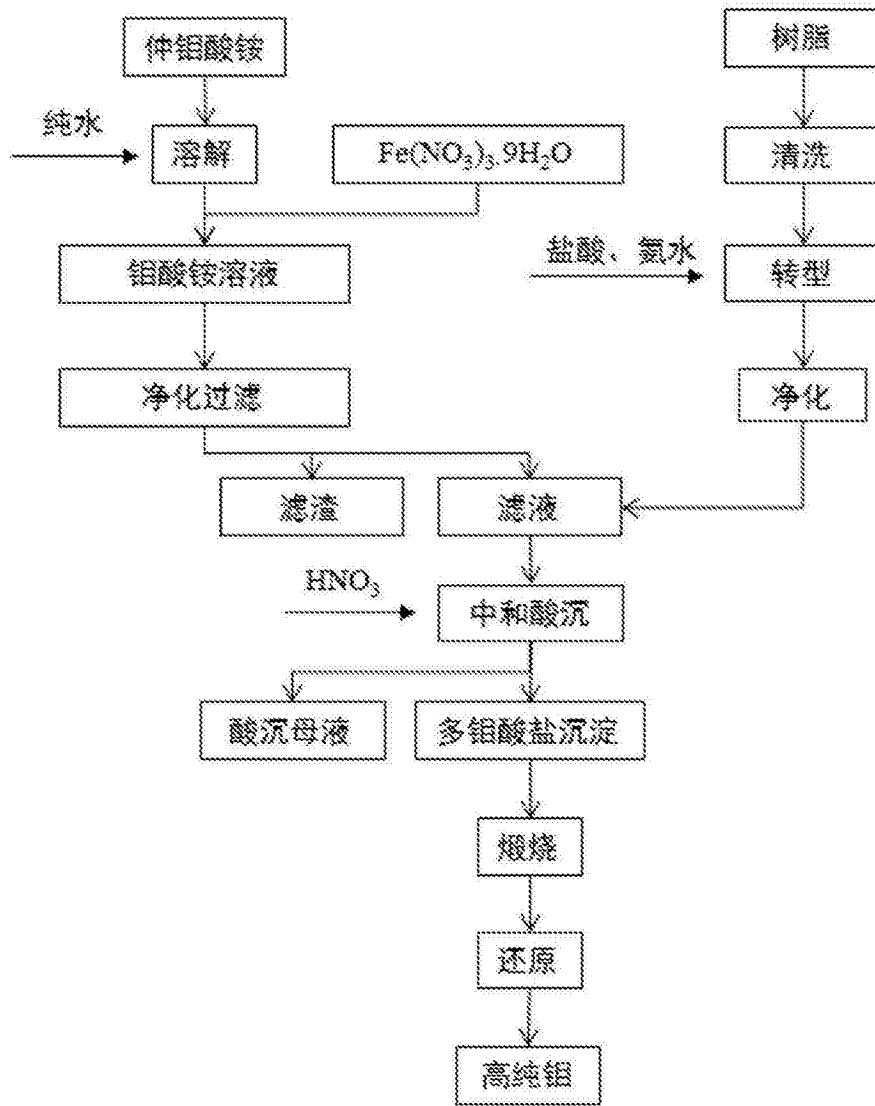


图1