



Республика Таджикистан

(19) **TJ** (11) **1057**
(51) **МПК C22B1/08;**
B3/12; B34/34

ГОСУДАРСТВЕННОЕ ПАТЕНТНОЕ
ВЕДОМСТВО

(12) **Описание изобретения**

К МАЛОМУ ПАТЕНТУ

(21) 1801181

(22) 28.02.2018

(46) Бюл.157, 2020

(71) Горно-металлургический институт
Таджикистана (TJ).

(72) Назаров Х.М. (TJ); Кадиров А.А. (TJ);
Ашуров М.С. (TJ).

(73) Горно-металлургический институт
Таджикистана (TJ).

(54) СПОСОБ ОСАЖДЕНИЯ МОЛИБДАТА
КАЛЬЦИЯ ИЗ МОЛИБДЕНСОДЕРЖАЩИХ
РАСТВОРОВ (ВАРИАНТЫ)

(56) 1. RU 2004126592/02, 01.09.2004.Способ
извлечения молибдена из кислых растворов. Автор:
Старков Юрий Александрович

2. Авторское свидетельство SU №109461, кл. С
01 G 39/00, 1957 Способ получения молибдата
кальция из растворов молибдата натрия

(57) Изобретение относится к области

гидрометаллургической переработки, в частности к
переработке молибденосодержащих растворов с
получением молибдата кальция.

Целью изобретения является осаждение
молибдата кальция из молибденосодержащих
растворов.

Технический результат достигается тем, что в
способе переработки молибденитовых
концентратов, включающем предварительную
обработку концентрата низкотемпературным
хлорирующим обжигом (не более 450°C с хлоридом
натрия в течении 1,5 часа) и последующим
выщелачиванием огарка с использованием
раствора щелочи натрия с концентрацией
[NaOH]=50 г/л. Максимальная растворимость
огарка доходит до 95,36%. Далее из
молибденосодержащих растворов осаждают
молибдат кальция.

Изобретение относится к гидрометаллургии редких металлов, в частности молибдена и может быть использовано для переработки молибденитовых концентратов с получением соединений молибдена (молибдата кальция).

Известен способ получения молибдата кальция, включающий обработку исходного раствора молибдата калия раствором нитрата кальция в стехиометрическом количестве с добавлением азотной кислоты, массовое отношение которой к углекислому калию, содержащемуся в исходном растворе, составляет 0,90-0,96. Изобретение позволяет достичь извлечения молибдена из молибденосодержащих растворов до 99,2%, получить молибдата кальция без образования отходов [п. RU2004126592A 2004-09-01, Способ получения молибдата кальция].[1]

Недостатком известного способа являются в том, что образующийся сульфат кальция осаждается вместе с молибдатом кальция и снижает качество целевого продукта. Первоначальная промывка молибдата кальция нейтральным раствором молибдата натрия при кипячении и агитации позволяет удалить в основном сульфат натрия. Последующая промывка молибдата кальция небольшими порциями воды практически не очищает его от сульфата кальция.

Наиболее близким к заявленному изобретению является способ получения молибдата кальция из растворов молибдата натрия. С целью уменьшения потерь молибдата, осадок молибдата кальция первоначально промывается нейтральным раствором молибдата натрия. (Авторское свидетельство SU №109461, кл. С 01 G 39/00, 1957) [2].

Существенным недостатком этого способа получения молибдата кальция является образование растворов хлористого натрия, содержащих хлористый кальций. Растворы хлоридов создают трудности в их утилизации и ухудшают окружающую среду.

Целью изобретения является осаждение молибдата кальция из молибденосодержащих растворов.

Технический результат достигается тем, что в способе переработки молибденитовых концентратов, включающем предварительную обработку концентрата низкотемпературным хлорирующим обжигом (не более 450°C с хлоридом натрия в течении 1,5 часа) и последующим выщелачиванием огарка с использованием раствора щелочи натрия с концентрацией $[\text{NaOH}] = 50$ г/л. Максимальная растворимость огарка доходит до 95,36%. Далее из молибденосодержащих растворов осаждают молибдат кальция.

Поставленная цель достигается тем, что, в первом варианте используется способ осаждения молибдата кальция гипса и одновременно с последующей выпаркой маточного раствора (фиг.1).

После выщелачивания огарка из раствора одновременно осаждают молибдат кальция и гипс с кальций хлор объемом 10-15 мл подкисляя раствор до $\text{pH} = 11$ в течении 1 ч. при $T = 50-80^\circ\text{C}$. После фильтрации получают кек ($\text{CaMoO}_4 + \text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) и фильтрат. Далее фильтрат подвергают выпарке и в результате получают соль кальций хлора CaCl_2 . В белом кеке осаждается молибдат кальция вместе с гипсом.

Отбирают молибденосодержащий раствор объемом 100 мл и добавляют раствор хлорида кальция (500 г/л CaCl_2) объемом 10-15 мл. Далее подкисляя раствор до $\text{pH} = 11$ в течении 1 ч. при $T = 50-80^\circ\text{C}$. Выпадет белой осадок молибдат кальция вместе с гипсом. После фильтрации получают кек массой 3,58 г. и фильтрат. Далее фильтрат подвергают выпарке и в результате получают соль массой 9,78 г.

Во втором варианте способа осаждения из молибденосодержащих растворов по отдельности осаждается гипс и молибдат кальция CaMoO_4 (фиг.2).

Второй вариант осаждения молибдата кальция из раствора в отличие от первого заключается в подкислении среды до $\text{pH} = 2$ с добавлением соляной кислоты и осаждением молибдата кальция. При корректировке $\text{pH} = 3,5$ из раствора выпадает гипс, а $\text{pH} = 5,5$ осаждают молибдат кальция в течении 3-4 часов, затем осадок фильтруют, в итоге получается фильтрат и кек. Далее выпариванием отделяют хлорид натрия от воды.

Отбирают молибденосодержащий раствор объемом 60 мл. Далее подкисляют до $\text{pH} = 2$ с добавлением соляной кислоты. Добавляют 15 мл раствор хлорида кальция (500 г/л CaCl_2). При корректировке $\text{pH} = 3,5$ из раствора выпадает гипс, а $\text{pH} = 5,5$ осаждают молибдат кальция в течении 3-4 ч., затем осадок фильтруют, в итоге получают фильтрат и кек массой 0,22 г. Далее из фильтрата выпариванием отделяют хлорид натрия массой 6,75 г.

В третьем варианте способа осаждения молибдата кальция из молибденосодержащих растворов используют раствор CaCl_2 с концентрацией 500 г/л объемом 50 мл без подкисления в течении 1 ч. при $T = 90^\circ\text{C}$ (фиг.3).

Осадок молибдата кальция (CaMoO_4) и гипс ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) отделяют фильтрованием и фильтрат выпаривают до получения хлорида натрия.

Отбирают молибденосодержащий раствор объемом 800 мл. К нему добавляют 50 мл раствор хлорида кальция с концентрацией 500 г/л CaCl_2 . Выдерживают в течении 1 ч. при $T = 90^\circ\text{C}$ без подкисления (рис.3). Выпадет осадок молибдат кальция и гипс. Отделяют фильтрованием, затем получают кек массой 22,8 г. Фильтрат выпаривают до получения хлорида натрия при этом масса соли составляет 117,3 г.

Таким образом, способ позволяет получать молибдата кальция из молибденосодержащих растворов.

Формула изобретения

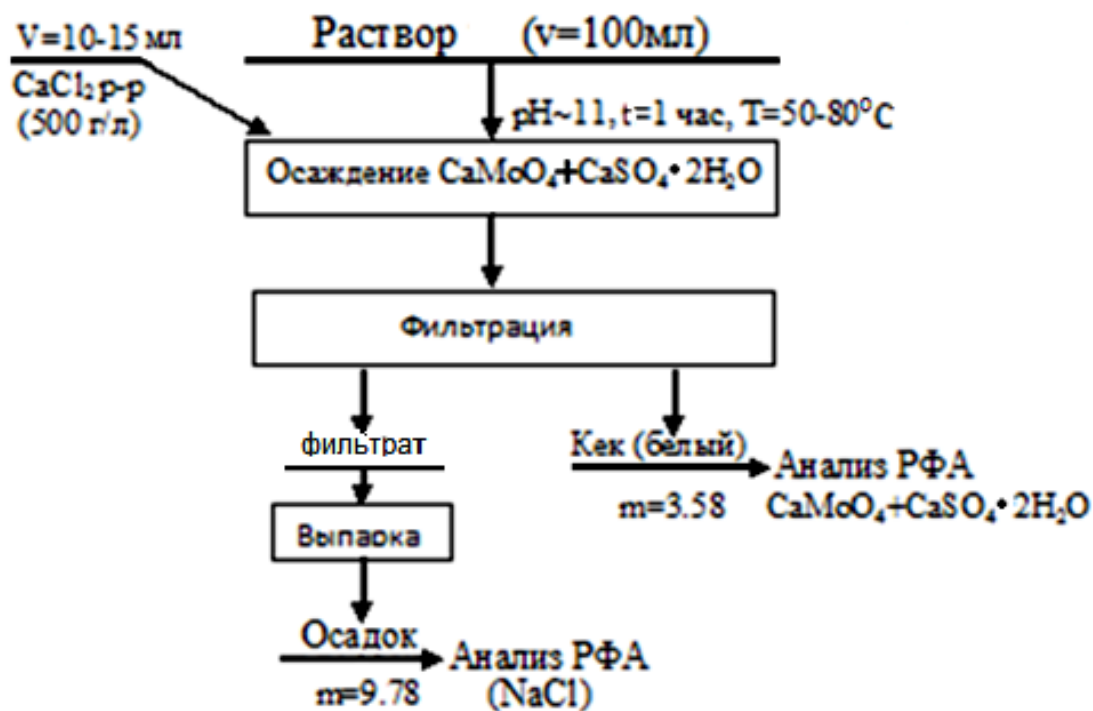
1. Способ осаждения молибдата кальция из молибденсодержащих растворов включающий осаждение молибдата кальция хлористым кальцием **отличающийся тем, что** молибденсодержащий раствор в объеме 100мл добавляют раствор хлорида кальция с концентрацией 500 г/л, подкисляют до pH=11 в течении 60 мин. при $t=50-80^{\circ}\text{C}$, фильтруют после чего получают фильтрат и кек, далее фильтрат подвергают выпарке и в результате получают соль кальций хлора который в белом кеке одновременно осаждается молибдат кальция и гипс.

2. Способ осаждения молибдата кальция из молибденсодержащих растворов включающий осаждение молибдата кальция хлористым кальцием **отличающийся тем, что** молибденсодержащий раствор в объеме 60мл подкисляют до pH=2 с добавлением соляной кислоты и 15мл раствора хлорида кальция с

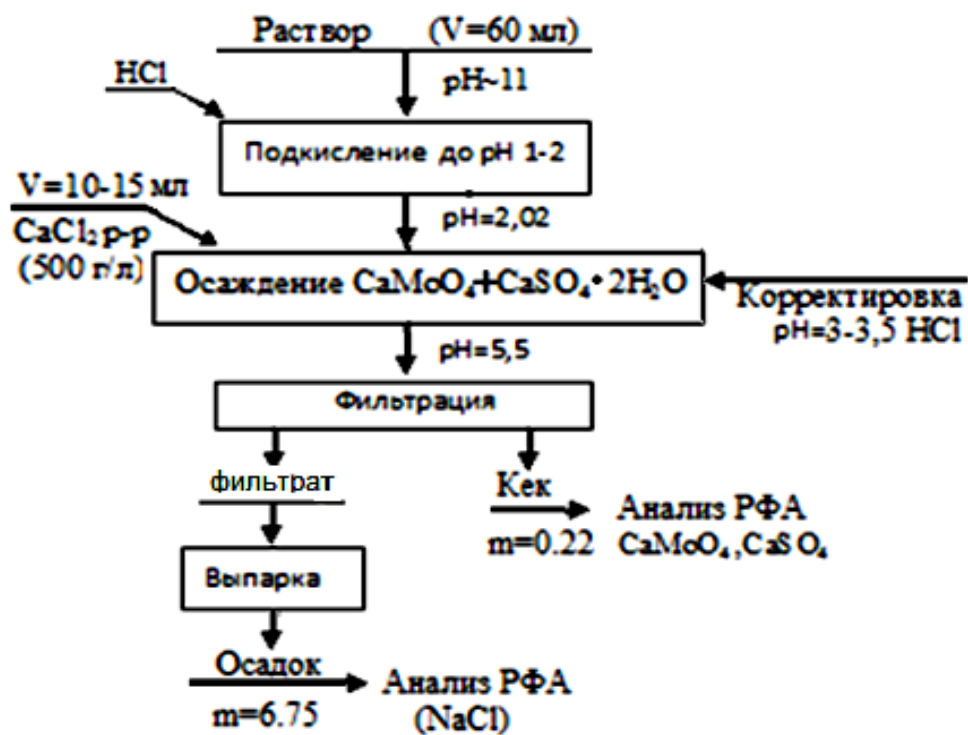
концентрацией 500 г/л, при корректировке pH=3,5 из раствора выпадает гипс, а при pH=5,5 осаждают молибдат кальция в течении 3-4 часов, затем осадок фильтруют после чего получают фильтрат кек массой 0,22г., затем из фильтрата выпариванием отделяют хлорид натрия массой 6,75г.

3. Способ осаждения молибдата кальция из молибденсодержащих растворов включающий осаждение молибдата кальция хлористым кальцием **отличающийся тем, что** молибденсодержащий раствор в объеме 800мл добавляют 50 мл хлорида кальция с концентрацией 500 г/л, выдерживают в течении часа при $t=100^{\circ}\text{C}$ без подкисления в результате чего выпадает осадок молибдата кальция и гипс которое отделяют фильтрованием после чего фильтрат выпаривают до получения хлорида натрия.

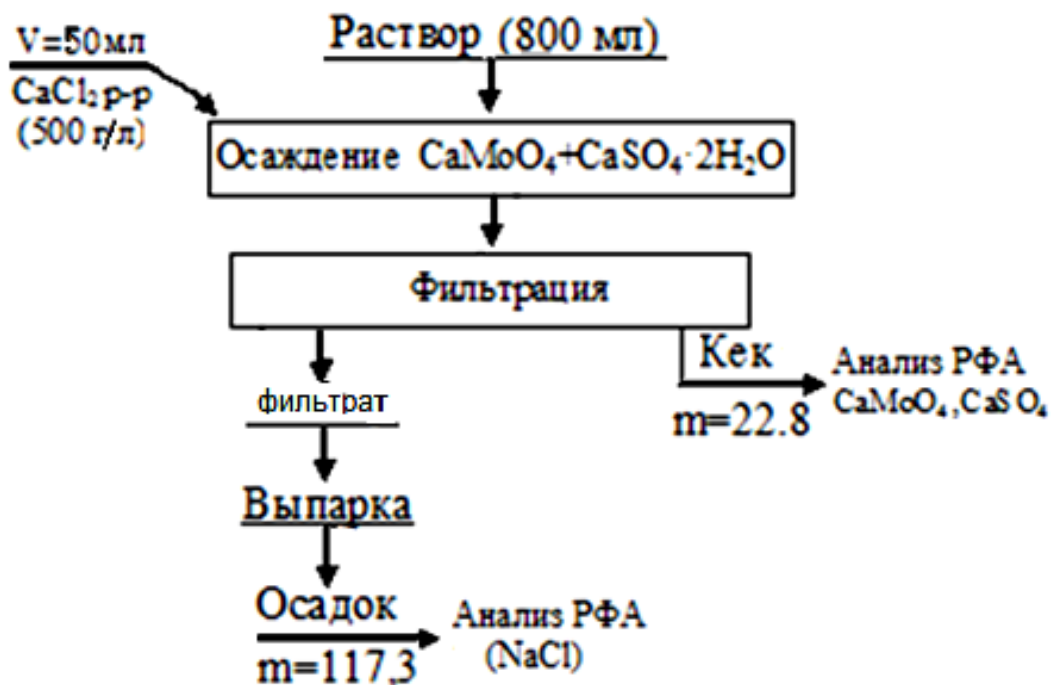
СПОСОБ ОСАЖДЕНИЯ МОЛИБДАТА КАЛЬЦИЯ ИЗ МОЛИБДЕНСОДЕРЖАЩИХ РАСТВОРОВ (ВАРИАНТЫ)



Фиг.1. Первый способ осаждения молибдата кальция



Фиг.2. Второй способ осаждения молибдата кальция



ёФиг.3. Третий способ осаждения молибдата кальция