

喷雾干燥结合微波煅烧氢还原法制备微米级球形钼粉

赵盘巢, 易伟, 陈家林

(昆明贵金属研究所 稀贵金属综合利用新技术国家重点实验室, 云南 昆明 650000)

摘要:以仲钼酸铵(优级纯)为原料,通过气流式雾化干燥结合微波煅烧氢还原法制备出微米级球形钼粉。重点研究雾化造粒过程和微波煅烧氢还原阶段的升温速率对最终 Mo 粉的形貌、粒度以及比表面积的影响及规律。结果表明,控制一定的工艺参数可以制备出微米级球形、分散性好的钼酸铵前驱体粉末。微波煅烧氢还原的升温速率越低,制备的 Mo 粉破碎越严重,且有少量团聚现象。升温速率越高,制备的 Mo 粉球形度越高,分散性越好。升温速率也直接影响平均粒度和比表面积,升温速率越低,平均粒度越小,而比表面积越大;升温速率越高,平均粒度相应越大,比表面积越小。

关键词:仲钼酸铵;钼粉;雾化干燥;升温速率

中图分类号: TG146.4⁺12

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2017)10-3123-06

钼是一种难熔稀有金属,具有高熔点、高强度、高硬度、良好的耐磨性、耐腐蚀性和耐高温性,以及良好的导电、导热性能和低的膨胀系数^[1-4]。钼及其合金广泛地应用在钢铁工业、电子工业、喷涂工业、金属加工、模具制造、高温元件、航天航空级核工业等领域^[5-7]。在钼的粉末冶金中,金属钼粉的性能直接影响钼制品的性能,钼粉的质量是对后期钼制品加工的一个保证。随着高新技术和国防建设的发展,对钼及其合金的性能提出了更高的要求,从而对钼粉的性能要求也就更加苛刻。因此钼粉的制备方法成为制造钼制品的一个关键环节,所以备受研究者关注^[8]。目前,钼粉的制备方法主要有氢气还原法、羟基热分解法、氯化钼蒸气法、蒸发态三氧化钼还原法、均匀沉淀法、喷雾干燥法等^[9-12]。在制备方法方面,中国已有不少研究人员进行过探讨。熊自胜等^[13]探讨了用原料添加法提高钼粉的粒度,提出钼酸铵原料中添加钼粉可改善钼酸铵在动态煅烧还原过程中的分散性和流动性,减轻粘炉结块现象。彭金剑等^[14]研究了制备方法对钼粉平均粒度及加工性能的影响,提出了合适的钼酸铵焙解温度及一、二阶段合理的还原方法,按照该方法路线能制得平均粒度为 3.3~3.8 μm 的钼粉,该钼粉压制性能较好。徐志昌等^[15]选用七钼酸铵和二钼酸铵溶液为原料,调节 pH 值,经络合剂作用,制成球形钼。付小俊^[16]提出了工业生产中控制粉末粒度的方法,采用钼酸铵一段直接还原,在适合条件下,得到

5 μm 左右的钼粉。在该钼粉中加入一定量的钼酸铵可生成更小颗粒的钼粉。李军等^[17]采用钼酸铵先热分解再分段氢还原和钼酸铵一步还原等不同的还原方法进行钼粉生产。结果表明都经历了如下相变过程:钼酸铵→三氧化钼→钼中间相氧化物及二氧化钼→钼粉。

但在高性能钼粉的制备上中国和欧美的差距还是不小。美国专利^[18]表明,采用任意一种钼酸铵,利用回转管式炉或回转煅烧炉,在一定温度下还原,得到二氧化钼,再在一定温度下还原,可得到平均粒度为 1~4 μm 的钼粉,没有团聚,流动性好,纯度高。亓家钟等^[19]引用美国专利报道,将三氧化钼蒸气快速冷却,形成晶粒度为 50~100 nm 的 MoO₃,再还原为钼粉,钼粉的粒度在 100~500 nm,该粉末性能优异。而在中国制备的钼粉普遍存在颗粒粒度分布不均匀、团聚、流动性差、比表面小等问题。为此本研究提出通过雾化干燥法^[20,21]对仲钼酸铵前驱体粉末进行优化,得到球形、粒度分布均匀和分散性好的钼酸铵粉末,再结合微波煅烧还原法^[22],控制升温速率,制备出微米级球形钼粉。

该制备方法流程简单,没有废液废气产生,节约能源,制备的钼粉性能优异,可用于工业放大生产。

1 实验

实验所用的原料:仲钼酸铵(优级纯,泰州市贝斯特钼制品有限公司生产),去离子水(自制),氢气(自

收稿日期: 2016-10-10

基金项目: 云南省科技计划项目-重点新产品(2016BA001); 云南省引进海外高层次人才项目(13020149)

作者简介: 赵盘巢,男,1990年生,硕士生,昆明贵金属研究所,稀贵金属综合利用新技术国家重点实验室,云南 昆明 650000,电话: 0871-68328383, E-mail: 564070695@qq.com

制)。实验的主要设备：雾化干燥机(无锡市能达干燥设备有限公司生产)，微波加热设备(广州帝威工业微波设备有限公司生产)。

实验步骤：用去离子水将仲钼酸铵配置为一定浓度(0.01~0.08 mol/L)的溶液，采用气流式雾化法，通过控制气流式雾化干燥过程的参数(进料量 0.2 L/h，温度 180 °C，高压气流量 250 L/h，高压气压 0.5~0.7 MPa，热风流量 30 m³/h)，制备出微米级球形钼酸铵前驱体粉末。粉末粒径分布均匀、分散性好。再将雾化干燥后的微米级球形钼酸铵粉末置于微波设备中煅烧还原，采用不同的升温速率，氢气气氛还原，温度控制在 750 °C，保温 2~4 h，得到球形微米级的钼粉。粒度分布均匀、比表面积大、分散性好。本实验通过控制前驱体仲钼酸铵的形貌和粒径，来进一步研究氢还原的升温速率对钼粉性能的影响。

分析检测设备：用 JSM-6300 扫描电子显微镜(日本 JEOL 公司)观察粉末形貌，用日本理学 3014Z 型 X 射线衍射仪(XRD)检测相组成，用差热分析仪(德国耐驰)测定样品 DSC 曲线，用 Mastersizer 3000 智能型粒度测量仪测试样品粒度(英国马尔文仪器)，用 3H-2000A 型全自动氮吸附比表面仪(贝士德仪器科技北京有限公司)测试比表面积。

2 结果与分析

2.1 化学沉淀法制备的仲钼酸铵粉末特征及 XRD 分析

图 1a 为所购买的仲钼酸铵晶体的 SEM 照片。可以观察到由化学沉淀得到的仲钼酸铵其微观形貌严重团聚，且由不规则的块体堆积而成，存在不规则的碎屑。此种微观形貌的仲钼酸铵直接煅烧还原所得到的为海绵钼，性能差，对后续加工成的钼制品有一定的影响甚至不能满足某些方面的加工要求。图 1b 为化学沉淀得到的仲钼酸铵 XRD 图谱。表明该仲钼酸铵成分单纯，无杂相。

2.2 仲钼酸铵的 TG/DSC 曲线分析

图 2 为化学沉淀得到的仲钼酸铵的 TG-DSC 曲线。氩气保护，温度范围 30~1000 °C，升温速度为 10 °C/min。从图中 TG 曲线可以看出，仲钼酸铵在 30~1000 °C，有 4 次失重。第 1 次失重在 100~185 °C，失重为 6.68 %；第 2 次失重在 185~278 °C，失重为 4.55 %；第 3 次失重在 278~367 °C，失重为 7.22 %；第 4 次失重在 777 °C 开始。从图中 DSC 曲线可以观察到有明显的 4 个吸热峰，他们分别位于 134.9、238.4、344.2、797.1 °C。从文献资料[23-26]中可以推断出仲钼酸铵在不同峰值处的反应。

首先，在 100~185 °C 时仲钼酸铵失去结晶水和部

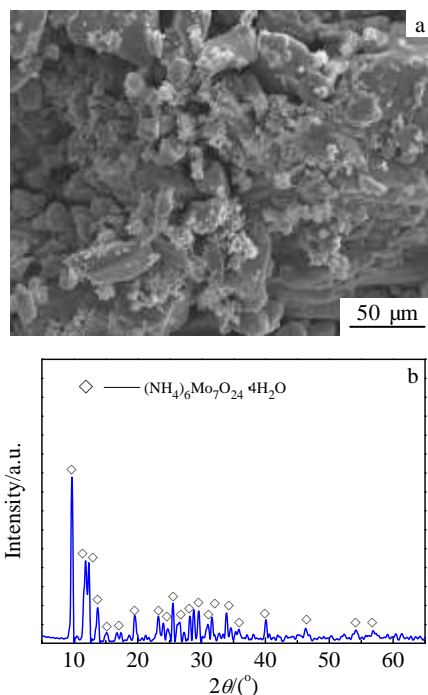


图 1 化学沉淀法制备的仲钼酸铵粉末的微观特征及 XRD 图谱
Fig.1 Microscopic characteristics (a) and XRD pattern (b) of ammonium paramolybdate powder

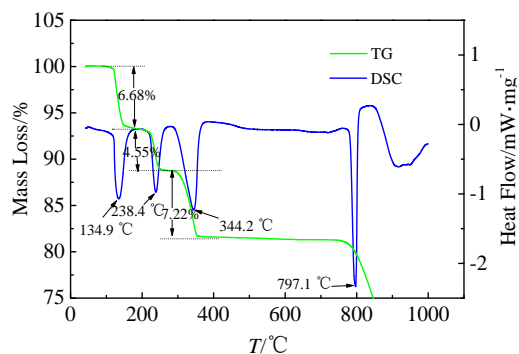
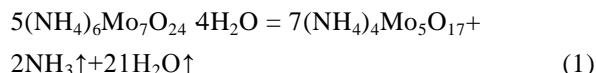


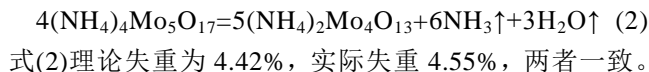
图 2 仲钼酸铵的 TG/DSC 曲线
Fig.2 TG/DSC curves of ammonium paramolybdate

分的铵离子，除结晶水外，生成的氨气和水分子之比为 2:1，其反应方程式为：



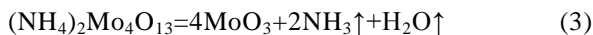
计算得式(1)的理论失重为 6.67%，实际失重为 6.68%，两者吻合。

其次，在 238.4 °C 峰值处，185~278 °C 仲钼酸铵失去部分铵离子，生成的氨气和水分子之比为 2:1，其反应方程式为：



式(2)理论失重为 4.42%，实际失重 4.55%，两者一致。

再次, 温度在 278~367 °C, 仲钼酸铵全部失去铵离子转化为三氧化钼, 其反应方程式为:



式(3)理论失重为 7.36%, 实际失重为 7.22%, 基本吻合。最后, 在 797.1 °C 峰值处, 三氧化钼质量快速下降。这是因为三氧化钼的熔点为 795 °C, 此时三氧化钼熔化, 快速升华, 故质量快速下降。仲钼酸铵受热分解为三氧化钼的总质量损失为 18.47%。实际损失总质量为 18.45%, 故上述分解可解释仲钼酸铵的分解机理, 可以看出, 仲钼酸铵在 400 °C 左右可以完全分解为三氧化钼。

2.3 气雾化之后仲钼酸铵的粉末特征

图 3a 为气流式雾化干燥之后仲钼酸铵粉末的微观形貌。从图 3a 中可以观察到, 粉末为球形, 粒径分布在 1~4 μm 之间, 分散性好。这是由于雾化过程中仲钼酸铵溶液在雾化喷嘴处与高压气体相遇, 液体的流速很低, 而高压气体的流速很高, 因此两者存在着很高的相对速度差, 速度差的存在使气液间产生很大的摩擦力和剪切力, 使液体被快速拉成液丝, 液丝在达到一定长度后, 断裂成细小的液珠, 这一阶段在喷嘴处瞬间完成。液珠再由热空气带入干燥室, 由于干燥室温度很高, 溶剂瞬间蒸发, 溶质析出形成微小的球体粉末。从图 3a 中还可以观察到, 有些球体粉末表面有凹槽。这是因为, 雾滴与颗粒物、雾滴与雾滴和颗粒物与颗粒物在干燥室内共存, 必定会发生相互碰撞, 在表面张力一定时, 其结果是颗粒由于液桥作用被黏附于雾滴表面, 条件允许时可能会进而浸润吞没在雾滴之中, 形成液固两相耦合; 或雾滴与雾滴相撞, 雾滴能量大, 相互撞裂, 雾滴更细小; 雾滴能量小, 相互融合, 雾滴变大; 颗粒物与颗粒物相撞, 相互弹开, 或黏在一起。所以从图 3a 中可以观察到球形粉末有大有小, 还有黏在一起的和表面凹陷的。

图 3b 是气流式雾化干燥之后仲钼酸铵粉末的 X 射线衍射图谱。经与 XRD 标准图谱对比, 发现所得前驱体粉末为无定形态。这是由于雾滴在干燥室内干燥的时间非常短(1~2 s), 溶剂蒸发后溶质还来不及结晶即析出前驱体粉末。

2.4 不同升温速率对最终 Mo 粉形貌的影响

将优化过的仲钼酸铵前驱体放置于微波炉内, 以不同的升温速率氢气还原, 升温至 750 °C, 保温 2 h, 得到 Mo 粉。图 4 所示为不同升温速率下制备的 Mo 粉的微观形貌。从图 4a、4b 中可以观察到, 升温速率分别为 2, 5 °C/min 时, 制备的 Mo 粉破碎严重, 并且有少量的团聚现象。造成这种现象的原因是: 在 H₂ 气氛下, 当达到一定温度时, 前驱体粉末开始分解,

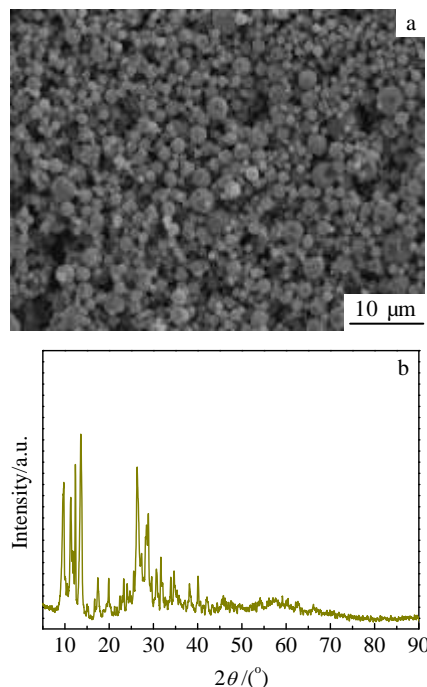
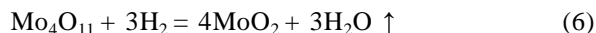
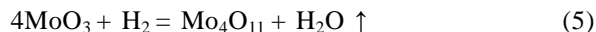
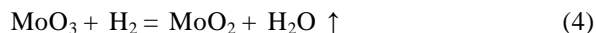


图 3 雾化干燥法制备的钼酸铵的微观形貌及 XRD 图谱

Fig.3 Micro morphology (a) and XRD pattern (b) of ammonium molybdate powder prepared by spray drying

并且先在表面生成氨气、水蒸气和新相。但因为升温速率比较低, 导致每一个前驱体粉末都有足够的时间使热量由外向内均匀扩散, 结果使每一个粉末内外温度差都很小。当温度达到分解温度时, 球形粉末表面和内部同时分解成氨气、水蒸气和新相。新生成的新相, 在球形粉末表面结晶成为致密的密闭球壳, 而随着温度继续升高, 内部生成更多的氨气和水蒸气, 结果内部压力增大, 导致球壳破碎, 氨气和水蒸气扩散出去, 所以升温速率低, 使最终的 Mo 粉破碎严重。随着温度的进一步升高, MoO₃ 开始还原。尹周澜、赵秦生等^[27]对三氧化钼的氢还原做过较细的研究, 在 400~550 °C 之间存在下面几个反应:



且 Mo₄O₁₁ 和 MoO₃ 会生成某种低熔点共晶体, 该共晶体熔点在 550~600 °C 之间, 所以如果 Mo₄O₁₁ 和 MoO₃ 没有完全转化为 MoO₂, 继续升温就使最终的 Mo 粉有团聚现象。升温速率较低时, Mo₄O₁₁ 和 MoO₃ 没有完全转化为 MoO₂, 导致最终的 Mo 粉有少量团聚现象。

随着升温速率的升高(图 4c、4d 所示), 最终制备的 Mo 粉为球形, 很好地继承了前驱体的微观形貌, 且没有团聚现象出现, 但 Mo 粉表面不光滑, 有褶皱

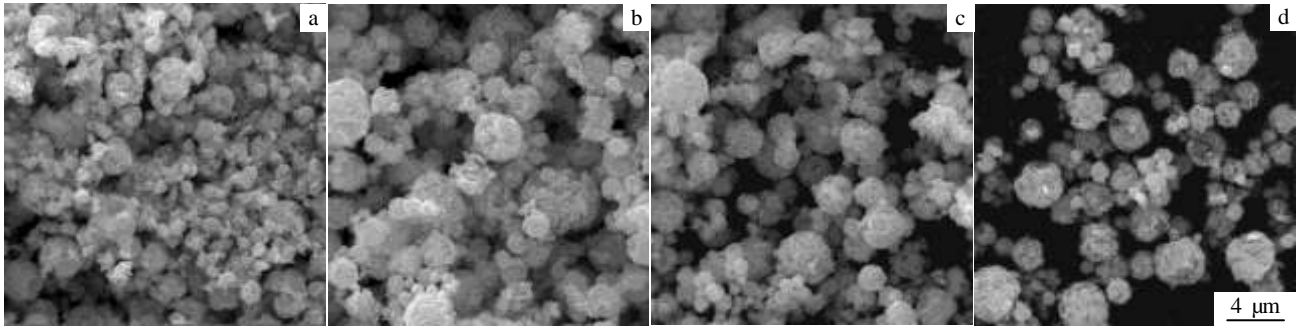


图 4 不同升温速率制备的 Mo 粉的微观形貌

Fig.4 Micro morphologies of Mo powders prepared at different heating rates: (a) 2 °C/min, (b) 5 °C/min, (c) 10 °C/min, and (d) 20 °C/min

和细小微孔。这是因为，升温速率的大大提高，使球形粉末内外温差也跟着提高，并且升温速率的提高，还使前驱体分解的速度加快。当温度达到分解温度时，表面开始分解成氨气、水蒸气和新相，内部由于温度差大，滞后于表面的分解，且升温速率高使分解速率也加快，导致在球形粉末表面生成新相的成核速度远大于晶核的长大速度，形成表面多孔的结构，内部分解的氨气和水蒸气可以通过小孔扩散，所以粉末没有破碎。MoO₃具有低温挥发性，导致生成 Mo 时存在化学气相迁移，导致表面有褶皱。升温速率大时，使得 MoO₃ 转化为 Mo₄O₁₁ 的量很少就到达了还原为 Mo 粉的温度，所以没有明显的团聚现象。

从图 4 可知，最终制备的 Mo 粉形貌受升温速率的影响，升温速率低时粉末有破碎现象，且有少量团聚。升温速率高时，粉末为球形，没有明显团聚。故要得到球形的 Mo 粉，升温速率应该高于 10 °C/min。

2.5 不同升温速率制备的 Mo 粉的粒度分布

对不同升温速率制备的 Mo 粉进行粒度测量，如图 5 所示。从图 5 可以看出，不同升温速率制备的 Mo 粉的粒度大小范围在 0.5~5 μm 之间，但是平均粒度和粒度分布还是存在差异。升温速率为 2 °C/min 时，平均粒度为 2.13 μm，且在 0.01~0.2 μm 之间存在粒度分布。当升温速率分别为 5、10、20 °C/min 时，平均粒度分别为 2.45、3.05、3.62 μm，而在 0.01~0.2 μm

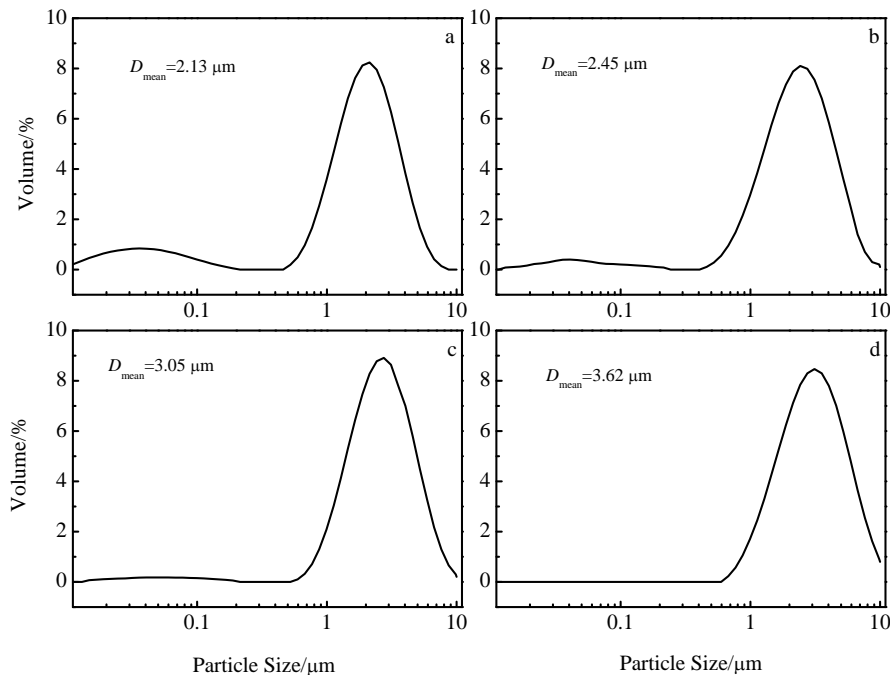


图 5 不同升温速率制备的 Mo 粉的粒度分布

Fig.5 Particle size distribution of Mo powders prepared at different heating rates: (a) 2 °C/min, (b) 5 °C/min, (c) 10 °C/min, and (d) 20 °C/min

之间的粒度分布可以从图 5 中看出, 当升温速率为 $5\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 时, 比较升温速率为 $2\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 时明显减少, 升温速率为 $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 时, 在 $0.01\sim 0.2\text{ }\mu\text{m}$ 之间的粒度分布几乎没有, 当以 $20\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温时, 在 $0.01\sim 0.2\text{ }\mu\text{m}$ 之间的粒度分布已经消失。

所以从图 5 中可以看出, Mo 粉的平均粒度随着升温速率的升高而增大, 粒度分布在 $0.01\sim 0.2\text{ }\mu\text{m}$ 之间的体积分数随着升温速率的提高而减小。当升温速率为 $20\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 时, 在 $0.01\sim 0.2\text{ }\mu\text{m}$ 之间的粒度分布消失。造成这种现象的原因如下: 从图 4 分析可知, 当升温速率低时, 最终制备的 Mo 粉存在大量破碎现象, 这一现象随着升温速率的升高而减小, 当升温速率为 $20\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 时, 破碎现象几乎消失。当升温速率低为 $2\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 时, 存在大球形 Mo 粉破碎, 导致平均粒度变小, 且破碎的碎片较多, 并碎片大小主要在 $0.01\sim 0.2\text{ }\mu\text{m}$ 之间。当升温速率提高到 $5\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 时, 破碎现象减弱, 平均粒度大小较升温速率为 $2\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 时大, 且碎片数目减小, 在 $0.01\sim 0.2\text{ }\mu\text{m}$ 之间的粒度分布减小。随着升温速率继续提高至 $20\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 时, 平均粒度最大, 且碎片消失, 在 $0.01\sim 0.2\text{ }\mu\text{m}$ 之间的粒度分布也随着消失。故粒度分布现象和图 4 中不同升温速率制备的 Mo 粉的微观形貌吻合, 最终制备的 Mo 粉的微观形貌受升温速率的影响。

2.6 不同升温速率制备的 Mo 粉的比表面积

利用 3H-2000A 型全自动氮吸附比表面仪测量出不同升温速率制备的 Mo 粉的比表面积, 如表 1 所示。从表 1 可知, Mo 粉的比表面积与升温速率成反比, 当升温速率为 $2\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 时, 比表面积最大, 为 $24.850\text{ m}^2/\text{g}$, 随着升温速率的增加, 比表面积开始减小。当升温速率为 $20\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 时, 比表面积减到 $7.015\text{ m}^2/\text{g}$ 。这是因为 Mo 粉的比表面积与 Mo 粉的表面状态和破碎有关。从图 4 可知, Mo 粉的表面不光滑, 且有很多小孔和褶皱, 这样使 Mo 粉的比表面积总体大大提高, 又因为升温速率低时, 存在很多球形 Mo 粉破碎, 产生了很多碎片, 这就使得 $2\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的升温速率制备的 Mo 粉比表面非常大。而随着升温速率的提高, 破碎减少, 碎片跟着减少, 比表面积也随之减小, 故比表面积随着升温速率的提高而降低。

表 1 不同升温速率制备的 Mo 粉的比表面积

Table 1 Specific surface area of Mo powders prepared at different heating rates

Heating rate/ $^{\circ}\text{C min}^{-1}$	2	5	10	20
Specific surface area/ $\text{m}^2\text{ g}^{-1}$	24.850	12.912	7.394	7.015

3 结 论

1) 利用气流式雾化干燥法可以将不规则的块体以及严重团聚的仲钼酸铵制备成球形, 粒径分布在 $1\sim 4\text{ }\mu\text{m}$ 之间, 且分散性好。

2) 采用微波煅烧氢还原球形的仲钼酸铵前驱体粉末, 可得到微米级球形的 Mo 粉, 其比表面积大、分散性好。

3) 升温速率越低, 制备的 Mo 粉破碎越严重; 升温速率越高, 制备的 Mo 粉球形度越高, 分散性越好; 平均粒度越大, 比表面积越小。平均粒度在 $2.1\sim 3.6\text{ }\mu\text{m}$ 之间, Mo 粉的粒度范围在 $0.5\sim 5\text{ }\mu\text{m}$ 之间; 且比表面积在 $7\sim 25\text{ m}^2/\text{g}$ 之间。

参考文献 References

- [1] Wu Zhou(武州), Bu Chunyang(卜春阳), Li Jing(李晶). *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2010, 39(6): 451
- [2] Wang Donghui(王东辉), Yuan Xiaobo(袁晓波), Li Zhongkui(李中奎). *Rare Metals Letters*(稀有金属快报)[J], 2006, 25(12): 1
- [3] Wu Xian(吴贤), Zhang Jian(张键), Kang Xinting(康新婷). *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2007, 36(S3): 562
- [4] Fu Xiaoming(傅小明). *China Molybdenum Industry*(中国钼业)[J], 2010, 34(6): 37
- [5] Yan Shuqun(严淑群). *Hunan Metallurgy*(湖南冶金)[J], 2001(2): 16
- [6] Yan Kanrong(严堪荣), Dong Yunjie(董允杰). *China Molybdenum Industry*(中国钼业)[J], 1999, 23(6): 10
- [7] Hironopi N, Toshiyuki N, Rika H. *Proceedings-Electrochemical Society PV*[J], 2004, 24: 945
- [8] Xia Mingxing(夏明星), Zheng Xin(郑欣), Wang Fang(王峰) et al. *China Molybdenum Industry*(中国钼业)[J], 2014, 38(4): 45
- [9] Futaki S, Shiraiishi K, Uemura M. *Japan Institute Metals*[J], 1992, 56(4): 464
- [10] Tuominen S M, Carpenter K H. *J Metals*[J], 1980, 32(1): 45
- [11] Luo Lize(罗丽泽). *Tungsten and Molybdenum Materials*(钨钼材料)[J], 1995(2): 15
- [12] Lv Zhong(吕忠). *Molybdenum Industry Economic Technology*(钼业经济技术)[J], 1991, 37(4): 36
- [13] Xiong Zisheng(熊自胜), Zhu Rui(朱瑞), Deng Zuoqing(邓佐清). *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 1994, 23(1): 57

- [14] Peng Jinjian(彭金剑), Cui Qianhong(崔千红). *China Molybdenum Industry*(中国钼业)[J], 1997, 21(1): 35
- [15] Xu Zhichang(徐志昌), Zhang Ping(张萍). *China Molybdenum Industry*(中国钼业)[J], 2007, 31(3): 23
- [16] Fu Xiaojun(付小俊), Huang Xiaoling(黄晓玲). *Rare Metals Letters*(稀有金属快报)[J], 2004, 23(12): 20
- [17] Li Jun(李军), Liu Xinyu(刘心宇), Cheng Rui(成锐). *Journal of Central South University of Technology*(中南工业大学学报)[J], 1997, 28(4): 370
- [18] Brunelli T A, Landmesser K E. *US Patent*, US 4595412[P]. 1986
- [19] Qi Jiazhong(亓家钟). *Powder Metallurgy Technology*(粉末冶金技术)[J], 2005, 23(3): 175
- [20] Guo Xueyi(郭学益), Guo Qiusong(郭秋松). *China Powder Metallurgy*(中国粉末冶金)[J], 2010, 39(4): 54
- [21] Guo Xueyi(郭学益), Guo Qiusong(郭秋松), Feng Qingming(冯庆明) et al. *J Cent South Univ Sci Technol*(中南大学学报)[J], 2010, 41(1): 60
- [22] Peng Jinhui(彭金辉), Yang Xianwan(杨显万). *New Application of Microwave Energy Technology*(微波能技术应用)[M]. Kunming: Yunnan Science and Technology Press, 1997: 10
- [23] Fu Xiaoming(傅小明), Liu Zhaowen(刘照文). *Rare Metals*(稀有金属)[J], 2011, 35(1): 113
- [24] Fu Xiaoming(傅小明), Yang Zaizhi(杨在志), Liu Zhaowen(刘照文). *China Molybdenum Industry*(中国钼业)[J], 2011, 35(3): 30
- [25] Zhu Bozhong(朱伯仲), Shang Xueya(尚雪亚), Lin Yu(林钰) et al. *Journal of Zhengzhou University, Natural Science Edition*(郑州大学学报, 自然科学版)[J], 1997, 29(3): 71
- [26] Zhu Bozhong(朱伯仲), Lin Yu(林钰), Shang Xueyu(尚雪亚) et al. *Journal of Lanzhou University, Natural Science Edition*(兰州大学学报, 自然科学版)[J], 1997, 33(3): 72
- [27] Yin Zhoulan(尹周澜), Tang Jiexiong(唐杰雄), Zhao Qinsheng(赵秦生) et al. *Rare Metals*(稀有金属)[J], 1997, 21(5): 326

Preparation of Spherical Molybdenum Powder by Spray Drying and Microwave Calcination Hydrogen Reduction

Zhao Panchao, Yi Wei, Chen Jialin

(State Key Laboratory of Rare Metal Comprehensive Utilization of New Technology,
Kunming Institute of Precious Metals, Kunming 650000, China)

Abstract: The spherical molybdenum powder with micron size was prepared by spray drying combined with microwave calcinations hydrogen reduction, using ammonium paramolybdate (GR pure) as raw material. The effect of spray drying and heating rate of microwave calcination hydrogen reduction on the surface morphology, particle size and specific surface area of the final Mo powder was studied. Results show that the spherical Mo precursor powder of micron size and good dispersion is prepared by controlling parameters. When the heating rate is low, the Mo powder is broken more serious with a small amount of aggregation. The Mo powder with higher degree of sphericity and good dispersion is prepared, when the heating rate is higher. The heating rate also directly affects the average particle size and specific surface area. The lower the heating rate is, the smaller the average particle size is, and the larger the specific surface area is, and vice versa.

Key words: ammonium molybdate; molybdenum powder; spray drying; heating rate

Corresponding author: Chen Jialin, Professor, Kunming Institute of Precious Metals, Kunming 650000, P. R. China, Tel: 0086-871-68328383, E-mail: cjl@ipm.com.cn