



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102827985 A

(43) 申请公布日 2012. 12. 19

(21) 申请号 201210257024. 6

(22) 申请日 2012. 07. 24

(71) 申请人 长沙市岳麓区东新科技开发有限公司

地址 410012 湖南省长沙市岳麓区麓山南路
966 号

(72) 发明人 梁经冬 梁毅 梁建昂

(51) Int. Cl.

G21B 13/00 (2006. 01)

G22C 38/14 (2006. 01)

B22F 9/20 (2006. 01)

B22F 9/22 (2006. 01)

B22F 9/04 (2006. 01)

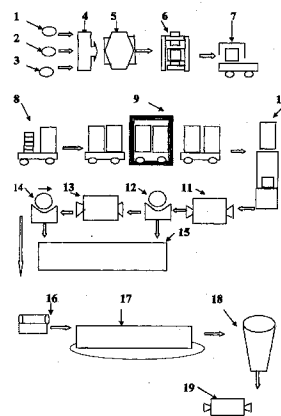
权利要求书 2 页 说明书 4 页 附图 2 页

(54) 发明名称

一种新型优质细粒微量合金铁粉的制备方法

(57) 摘要

本发明是发明人在两项发明专利基础上, 开发的一种新型优质细粒微量合金铁粉的制备方法, 它将钒钛铁精矿内配还原剂和催化剂压块、低温催化还原、高效磨选分离等新工艺与新技术集成于一体, 经配料、压块、装料、还原、磨选, 精还原、分级等步骤, 从钒钛铁精矿中提取出一次还原铁粉和富钒钛料两个综合利用产品; 获得的一次还原铁粉, 应用脱氧退火技术, 经二次还原与分级, 制成市场所需的优质细粒微量合金铁粉。与现有隧道窑还原铁精矿与铁鳞制备铁粉的生产方法相比, 一是拓宽了制备铁粉所用原料的多样性, 为我国多金属共生矿、难选铁矿的综合利用开创了一种新的方法; 二是细粒微量合金铁粉是一种性价比高的优质铁粉, 能够与国际名牌铁粉的性能媲美, 为国产铁粉走出国门, 提高国际竞争力创造了契机。



1. 一种新型优质细粒微量合金铁粉的制备方法,其特征在于将钒钛铁精矿内配还原剂和催化剂压块、低温催化还原、高效磨选分离等新工艺新技术集成于一体,经配料、混匀压块、装料、还原、磨选,从钒钛磁铁矿中分离出一次还原铁粉和富钒钛料;获得的一次还原铁粉,应用脱氧退火技术,经精还原与分级,制成市场所需的优质细粒微量合金铁粉,其化学成分、工艺性能指标分别是:

半工业试验合金铁粉的化学成分(%)

成分名称	TFe	氢损	Mn	P	S	C	Si	HCl'	Ti	MFe	Co	Ni	V
本发明合金铁粉 1	99.05	0.22	0.023	0.009	0.016	0.025	0.09	0.41	0.25	98.64	0.023	0.018	0.03
本发明合金铁粉 2	99.12	0.21	0.027	0.007	0.002	0.026	0.08	0.45	0.31	98.78	0.015	0.026	0.036
本发明合金铁粉 3	98.77	0.18	0.005	0.007	0.007	0.03	0.04	0.41	0.2	98.47	0.016	0.023	0.013

半工业试验合金铁粉工艺性能

名称	性能	工艺性能			粒度组成(%)		
		松比 (g/cm ³)	流动性 (s/50g)	压缩性 (g/cm ³)	+100 目	100/325	-325 目
本发明合金铁粉 1		2.58	33	6.78	/	3.65	96.35
本发明合金铁粉 2		2.60	32	6.78	/	5.24	94.76
本发明合金铁粉 3		2.54	35	6.74	2.36	72.10	25.54

经权威检测机构检测,所有检测指标均达到国家一级还原铁粉的标准,接近国际王牌铁粉标准,在铁粉中固溶有 Co、Ni、V、Ti 等微量元素,其强度、细度、耐磨性和成型性都优于现行工业铁粉压制的粉末冶金制品性能,是一种名符其实的新型优质细粒微量合金铁粉。

2. 根据权利要求 1 所述一种新型优质细粒微量合金铁粉的制备方法,其特征在于配料:所用原料由钒钛磁铁矿、催化剂、碳质还原剂组成,按 100 : 15 ~ 20 : 15 ~ 25 重量比配伍。其中所述钒钛铁精矿可以是不同品位的钒钛磁铁矿,考虑到技术、经济等指标,优先选用经选矿得到的高品位钒钛铁精矿;其中所述的催化剂为氯化钠,可以是食用盐、岩盐、井盐、海盐、湖盐中的至少一种,优先选用当地优势资源;其中所述碳质还原剂可以是冶金行业常用的碳质还原剂,如无烟煤、碎焦、石油焦、褐煤、焦炭中至少一种,优先选用当地优势资源。

3. 根据权利要求 1、2 所述一种新型优质细粒微量合金铁粉的制备方法,其特征在于混匀压块:将配料充分混匀后在全自动液压成型机压块成锭,这是对传统粉料装罐的重大改进,压块密度可以在 1.4 ~ 2.6g/cm³ 任意调整,制备合金铁粉,调到 2.2 ~ 2.6g/cm³,不仅提高产能、减少排放,还能改善还原铁粉的品质。

4. 根据权利要求 1 ~ 3 所述一种新型优质细粒微量合金铁粉的制备方法,其特征在于装料、还原:将压块进行装料,然后于隧道窑中加热至 1000 ~ 1050℃ 并保温 5 ~ 60h,进行还原,得到还原锭。其中所述装料容器可以采用常规容器,如碳化硅、不锈钢容器等,考虑到容器的传热、耐高温性能以及性价比,优先选用耐热金属罐,推荐采用发明人与有关单位合

作自主研发的梯度耐热合金钢罐；其中所述隧道窑进行还原时，可以通过控制催化剂用量，能够确保还原过程的温度降到 1050℃，低温还原能够实现金属铁结晶粒度的微细化，有利于提高合金铁粉的性能指标；同时，由于还原温度的降低，还原的物料极易破碎，机械化卸料设备的使用寿命大大延长。

5. 根据权利要求 1～4 所述一种新型优质细粒微量合金铁粉的制备方法，其特征在于磨选分离：将产出的还原锭破碎、磨细、磁选分离，得到一次还原铁粉和富钒钛料；其中所述磨细、磁选采用三段开路湿式阶段磨矿阶段磁选；磨细时采用长筒型球磨机，磨矿介质为 8～20mm 的钢球，磁选采用顺流型磁选机，磨选作业采用开路自流磨选。其中所述磨细与磁选的工艺参数选择，则根据所需合金铁粉的用途与质量标准，通过试验确定。

6. 根据权利要求 1～5 所述一种新型优质细粒微量合金铁粉的制备方法，其特征在于精还原：将产出的一次还原铁粉，送入还原介质为氢气或分解氨气体的精还原炉内，还原温度 800～850℃，还原时间 30～60 分钟，产出二次还原铁粉；其中所述一次还原铁粉的含水量要求控制 5～10% 以下。

7. 根据权利要求 1～6 所述一种新型优质细粒微量合金铁粉的制备方法，其特征在于分级：将产出的二次还原铁粉经粉碎、分级，获得粒度 -200 目 85～95%、TFe 品位 98.5～99.5%，固溶有微量 V、Ti、Co、Ni 的优质细粒微量合金铁粉。

一种新型优质细粒微量合金铁粉的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及矿产资源综合利用与粉末冶金领域,具体涉及一种从钒钛铁精矿中制备新型优质细粒微量合金铁粉的方法。

背景技术

[0002] 国内外生产铁粉的方法有数十种之多,但实现产业化的只有以高纯铁精矿和铁磷为原料的还原法,现今主导生产铁粉的工艺仍然是以固体碳为还原剂,在隧道窑中还原铁精矿或铁磷的方法(赫格纳斯法)。但用钒钛铁精矿等难选多金属共生矿制备细粒微量合金铁粉的工业实践尚未见报导。

[0003] 前苏联于 1961 年报导了用钒钛铁精矿制备还原铁粉的研发工作,加入 20%氯化钠,于 1150-1200℃直接还原钒钛磁铁精矿,经磁磨分离,可获得含铁 98%以上的铁粉和 TiO₂ 含量 70%以上的富钛料;日本专利添加 30%碳酸钠,于 1110-1200℃还原,经磨选,可获得含铁 93%左右的铁粉精矿,烧结后供电炉炼钢;新西兰报导了借用瓷厂隧道窑还原钒磁铁精矿的试验结果,但铁、钛分离不理想;1978 年前苏联又报导用乌拉尔地区含钒、钛、铬、镍等多元素铁矿物制得了合金铁粉(又称天然合金铁粉)。但上述这些报导目前尚无 1 例成功应用于工业生产中。

[0004] 为开发我国攀枝花地区极其丰富的钒钛磁铁矿资源,从上世纪 60 年代中,梁经冬及其创新团队索先系统地开展了隧道窑还原磨选法综合利用攀枝花钛精矿和钒钛铁精矿的小型、扩大和半工业试验,1991 年申报专利号为 ZL91106655.1 的发明专利——《用还原磨选法制取微合金铁粉的方法》,1997 年 1 月授予了发明专利权。2008 年又申报专利号为 200810143675.6 的发明专利——《一种新的综合利用钒钛铁精矿的产业化方法》,2012 年 4 月授予发明专利权。近年来梁经冬等人利用民营企业灵活机动的运作优势,在申报专利的同时与多个企业合作,进行专利的实施,在产业化的道路上,又取得新的突破与长足进展。开发对象从单一矿源拓展到多种共生矿与难选矿源;制备方法与配套装置,从试验走向提供成套设备与技术的设计建厂阶段,现已在新疆建成年产 15 万吨与昆钢建成年产 5 吨的示范厂,即将投产。自主研发专利持续不断的深入实施,必将为我国难选多金属矿的综合利用开创一条拥有自主知识产权的产业化新路。

发明内容

[0005] 本发明是在实施 ZL91106655.1 与 200810143675.6 专利的过程,从矿产资源特点与企业对产品性能与品种需要出发,不断改进、补充、完善,开发出的一种能够实现产业化的制备优质细粒微量合金铁粉的方法。

[0006] 本发明所要解决的技术问题是提供一种优质细粒微量合金铁粉的制备方法,该方法的铁回收率较高,获得的铁粉氧含量为 0.2%,粒度 -325 目 ≥ 95%、TFe 品位 98.5 ~ 99.5%,且固溶有微量 V、Ti、Co、Ni 合金元素。经权威机构检测,本发明半工业试验用钒钛铁精矿多元素分析、产品指标、质量标准与国内外优质品牌产品的质量指标进行比较,结果

示于表 1、表 2、表 3、表 4：

[0007] 表 1 半工业试验用钒钛铁精矿多元素分析

[0008]

成分 名称	TFe	TiO ₂	V ₂ O ₅	P	S	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	Cr ₂ O ₃	MnO
钒钛铁精矿 1 (广东)	59.35	12.29	0.99	0.010	0.010	0.91	2.28	0.60	0.24	0.028	0.28
钒钛铁精矿 2 (新疆)	56.91	13.31	0.90	0.0035	0.030	1.25	3.96	0.055	2.52	/	0.32
钒钛铁精矿 3 (攀枝花)	56.00	8.72	0.65	0.012	0.69	4.81	3.10	0.70	2.16	0.30	0.23

[0009] 表 2 半工业试验合金铁粉的化学成分 (%)

[0010]

成分 名称	TFe	氢损	Mn	P	S	C	Si	HCl'	Ti	MFe	Co	Ni	V
国标 FHY100.25	>98.5	≧0.30	≧0.35	≧0.02	≧0.02	≧0.03	≧0.1	≧0.3					
瑞典 NC100.24	98.93	0.20	0.02	0.005	0.008	0.02	0.15	0.23					
瑞典 NC100.26	99.28	0.10	0.04	0.007	0.009	0.01	0.07	0.17					
本发明 合金铁粉 1	99.05	0.22	0.023	0.009	0.016	0.025	0.09	0.41	0.25	98.64	0.023	0.018	0.03
本发明 合金铁粉 2	99.12	0.21	0.027	0.007	0.002	0.026	0.08	0.45	0.31	98.78	0.015	0.026	0.036
本发明 合金铁粉 3	98.77	0.18	0.005	0.007	0.007	0.03	0.04	0.41	0.2	98.47	0.016	0.023	0.013

[0011] 表 3 半工业试验合金铁粉工艺性能

[0012]

名称	性能	工艺性能			粒度组成 (%)		
		松比 (g/cm ³)	流动性 (s/50g)	压缩性 (g/cm ³)	+100 目	100/325	-325 目
本发明合金铁粉 1		2.58	33	6.78	/	3.65	96.35
本发明合金铁粉 2		2.60	32	6.78	/	5.24	94.76
本发明合金铁粉 3		2.54	35	6.74	2.36	72.10	25.54
国标 FHY100.25		2.4~2.6	<35	6.70	<5	余量	5~30
瑞典 NC100.24		2.48	31.8	6.70			
瑞典 NC100.26		2.72	29.9	6.86			

[0013] 表 4 本发明合金铁粉 3 的能谱微区成分分析 (%)

[0014]

序号	Fe	Co	Ni	Ti	V
1	98.68	0.024	0.026	0.06	0.02
2	98.62	0.031	0.021	0.07	0.00
3	98.65	0.028	0.024	0.07	0.00
4	98.51	0.012	0.025	0.05	0.02
5	98.61	0.035	0.025	0.04	0.00
平均	98.61	0.026	0.025	0.06	0.01

[0015] 从表 1～表 4 的比较结果表明本发明开发的细粒微量合金铁粉的所有检测指标已经达到国家一级还原铁粉标准,接近国际王牌铁粉的标准;经微区能谱检测,在铁粉中固溶有 Co、Ni、V、Ti 等微量元素;经二万件以上粉末冶金制品的应用试验,其强度、细度、耐磨性和成型性都优于现行工业铁粉压制的粉末冶金制品性能,是一种名符其实的新型优质细粒微量合金铁粉。

[0016] 本发明采用的技术方案是:将钒钛铁精矿内配还原剂和催化剂压块、低温催化还原、高效磨选分离等新工艺新技术集成于一体,经配料、混匀压块、装料、还原、磨选,从钒钛磁铁矿中分离出一次还原铁粉和富钒钛料;获得的一次还原铁粉,应用脱氧退火技术,经精还原与分级,制成市场所需的优质细粒微量合金铁粉。制备方法的步骤如下:

[0017] 上述技术方案中的第一步是配料:所用原料由钒钛铁精矿、催化剂、碳质还原剂组成,按 100 : 15 ~ 20 : 15 ~ 25 重量比配伍;其中所述钒钛铁精矿可以是不同品位的钒钛磁铁矿,考虑到技术、经济等指标,优先选用经选矿得到的高品位钒钛铁精矿;其中所述的催化剂为氯化钠,可以是食用盐、岩盐、井盐、海盐、湖盐中的至少一种,优先选用当地的优势资源;其中所述碳质还原剂可以是冶金行业常用的碳质还原剂,如:无烟煤、碎焦、石油焦、褐煤、焦炭中至少一种,优先选用当地的优势资源。

[0018] 上述技术方案中的第二步是混匀压块:将第一步的配料充分混匀后在全自动液压成型机压块成锭,这是对传统粉料装罐的重大改进,压块密度可以在 $1.4 \sim 2.6 \text{g/cm}^3$ 任意调整,制备合金铁粉,调到 $2.2 \sim 2.6 \text{g/cm}^3$,不仅提高产能、减少排放,还能改善还原铁粉的品质。

[0019] 上述技术方案中的第三步是装料、还原:将第二步压块进行装料,然后于隧道窑中加热至 $1000 \sim 1050^\circ\text{C}$ 并保温 $5 \sim 60\text{h}$,进行还原,得到还原锭;其中所述装料容器可以采用常规容器,如碳化硅、不锈钢容器等,考虑到容器的传热、耐高温性能以及性价比,优先选用耐热金属罐,推荐采用发明人与与有关单位合作自主研发的梯度耐热合金钢罐;其中所述隧道窑进行还原时,可以通过控制催化剂用量,能够确保还原过程的温度降到 1050°C ,低温还原能够实现金属铁结晶粒度的微细化,有利于提高合金铁粉的性能指标;同时,由于还原温度的降低,还原的物料极易破碎,机械化卸料设备的使用寿命大大延长。

[0020] 上述技术方案中的第四步是磨选分离:将第三步产出的还原锭破碎、磨细、磁选分离,得到一次还原铁粉和富钒钛料;其中所述磨细、磁选采用三段开路湿式阶段磨矿阶段磁

选;磨细时采用长筒型球磨机,磨矿介质为 8~20mm 的钢球,磁选采用顺流型磁选机,磨选作业采用开路自流磨选;其中所述磨细与磁选的工艺参数选择,则根据所需合金铁粉的用途与质量标准试验确定。

[0021] 上述技术方案中的第五步是精还原:将第四步产出的一次还原铁粉,送入还原介质为氢气或分解氨气体的精还原炉,还原温度 800~850℃,还原时间 30~60 分钟下进行精还原,产出二次还原铁粉;其中所述一次还原铁粉的含水量要求控制在 5~10% 以下。

[0022] 上述技术方案中的第六步是分级:第五步产出的二次还原铁粉经粉碎、分级,获得粒度 -200 目 85~95%、TFe 品位 98.5~99.5%,固溶有微量 V、Ti、Co、Ni 的优质细粒微量合金铁粉。

[0023] 本发明与现有隧道窑还原铁精矿与铁鳞制备铁粉的方法(赫格纳斯法)相比,一是拓宽了制备铁粉所用原料的多样性,为我国多金属共生矿、难选铁矿的综合利用开创了一种新的方法;二是细粒微量合金铁粉是一种性价比高的优质铁粉,能够与国际名牌铁粉的性能媲美,为国产铁粉走向国门,提高国际竞争力创造了契机。

附图说明

[0024] 图 1 为钒钛铁精矿制备合金铁粉方法的工艺流程示意图,图中:1 是钒钛铁精矿,2 是催化剂、还原剂,3 是备料,4 是隧道窑还原,5 是一段磨矿,6 是湿式磁选,7 是二段磨矿,8 是湿式一次精磁选,9 是湿式扫磁选,10 是湿式二次精磁选,11 是钢带炉精还原,12 是破碎筛分,13 是合批整形,14 是细粒微量合金铁粉,15 是粉末冶金零件,16 是干燥,17 是富钒钛料。

[0025] 图 2 为钒钛铁精矿制备合金铁粉方法的设备关联示意图,图中:1 是钒钛铁精矿,2 是催化剂,3 是固体还原剂,4 是配料,5 是全方位混料机,6 是全自动液压成型机(ZY1200T),7 是机械手夹块装车,8 是窑车装罐,9 是隧道窑(13.4 米气烧隧道窑),10 是出料机,11 是一段磨矿机,12 是一段磁选机(湿式鼓形弱磁选机),13 是二段磨矿机,14 是二段组合磁选机,15 是尾矿沉降池溢流,16 是磁力脱水器,17 是钢带还原炉(240mm×9000mm),18 是粉碎机,19 是铁粉整形用球磨机。

具体实施方式

[0026] 以攀枝花钒钛铁精矿制备优质微细合金铁粉的半工业试验为例,用图 1、图 2 对照,具体描述本发明的实施方式:将钒钛铁精矿 100 份,与催化剂 15 份和碳质还原剂 18 份的比例配料,用全方位混料机配为混合料;混合料输入给料斗,进工业型全自动液压成型机压成块料;块料用机械手夹块装入窑车,然后套上梯度合金还原罐,用顶车机推入隧道窑进行还原,还原温度 1050℃,保温 60h,得到还原锭;还原锭破碎、磨细到 -200 目 80%,磁选得到粗精矿和尾矿,粗精矿再磨细到 -200 目 85%,磁选得到精矿和中矿 1,精矿再磨细到 -200 目 90%,磁选得到一次还原铁粉和中矿 2,尾矿与中矿 1 中矿 2 混合为富钒钛料;含水 ≤ 5%~10% 的一次还原铁粉进入精还原炉中,以氢气作为还原介质,800℃ 保温 60 分钟,待冷却后取出粉碎,得到二次还原铁粉,用球磨机整形,制备出市场所需的新型优质细粒微量合金铁粉。

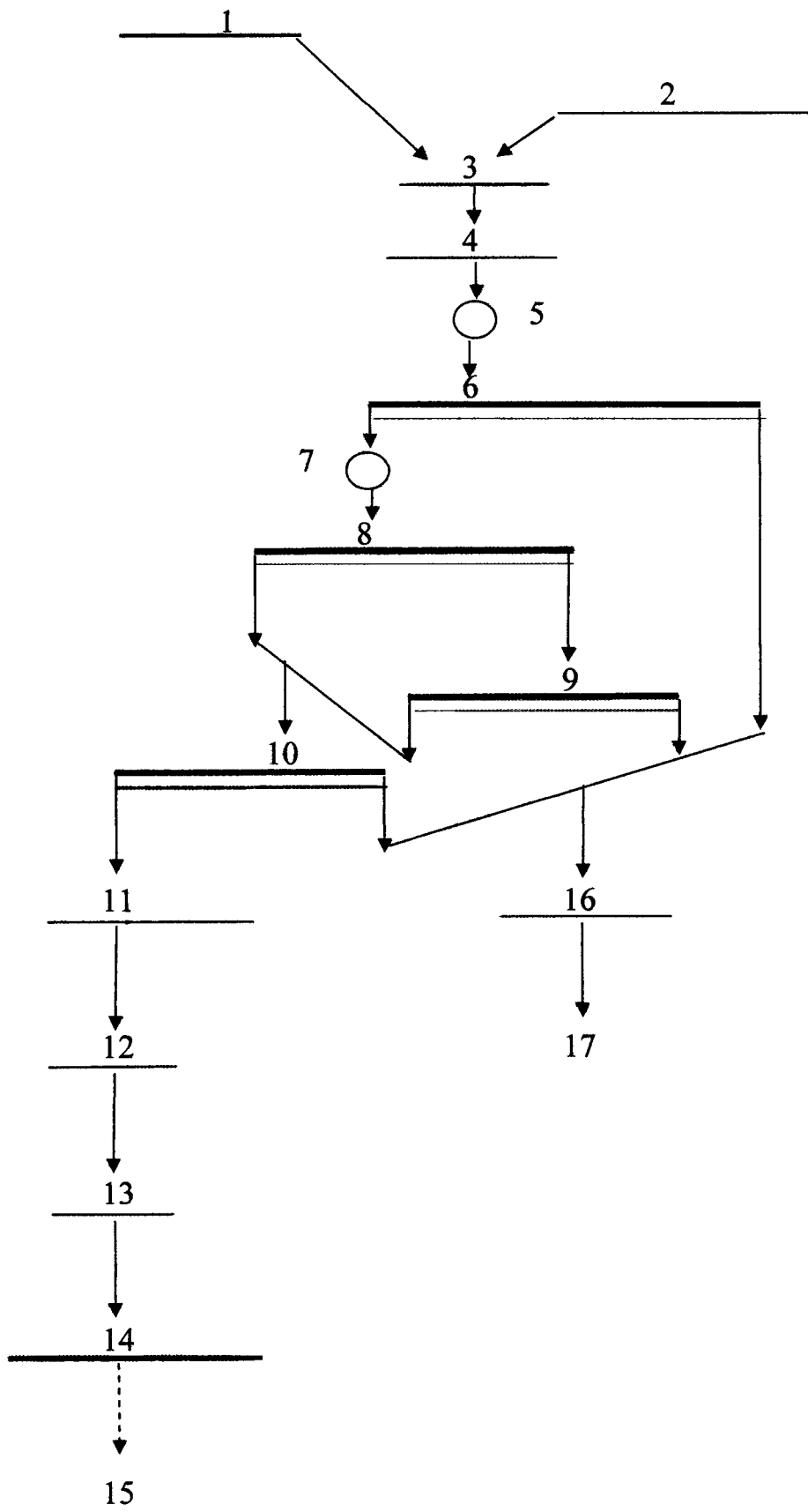


图 1

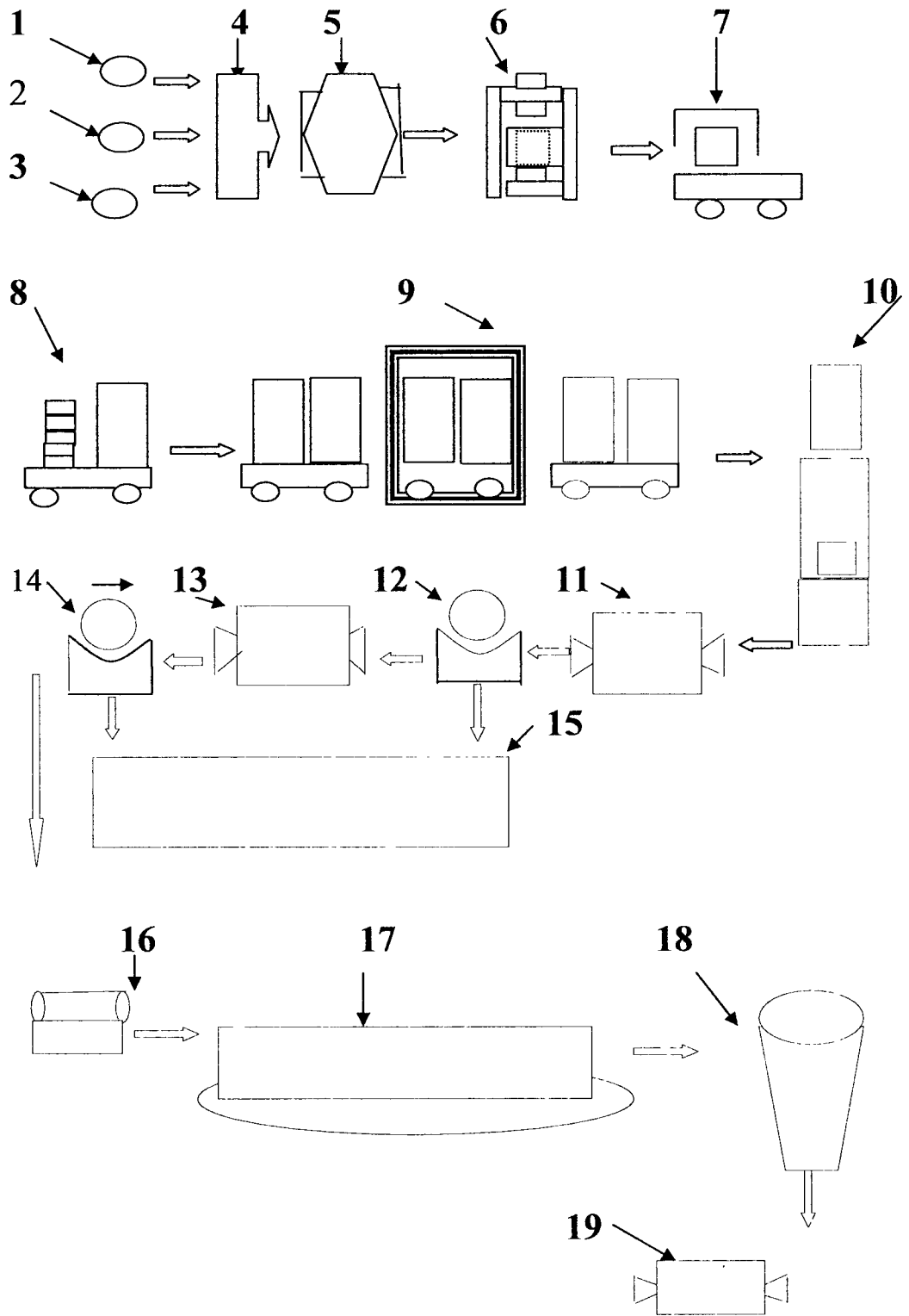


图 2