



SCHWEIZERISCHE EIDGENOSSENSCHAFT
BUNDESAMT FÜR GEISTIGES EIGENTUM

(51) Int. Cl.³: C 21 B 11/00

Erfindungspatent für die Schweiz und Liechtenstein

Schweizerisch-liechtensteinischer Patentschutzvertrag vom 22. Dezember 1978

(12) **PATENTSCHRIFT** A5

(11)

643 593

(21) Gesuchsnummer:	6741/79	(73) Inhaber:	UOP Inc., Des Plaines/IL (US)
(22) Anmeldungsdatum:	19.07.1979		
(30) Priorität(en):	19.07.1978 US 925897	(72) Erfinder:	Curtis Dean Carey, Arvada/CO (US) Martin Clifford Kuhn, Tucson/AZ (US) Margaret Kent Witte, Tucson/AZ (US)
(24) Patent erteilt:	15.06.1984		
(45) Patentschrift veröffentlicht:	15.06.1984	(74) Vertreter:	E. Blum & Co., Zürich

(54) **Verfahren zur Herstellung von metallischem Eisen.**

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von hochreinem Eisenpulver durch Behandlung einer eisenhaltigen Quelle, die Verunreinigungen, wie Siliciumdioxid, zusammen mit geringen Mengen an Aluminium, Calcium und Magnesium enthält, gemäss einer Reihe von Stufen. Diese umfassen das Mahlen der eisenhaltigen Quelle, das alkalische Auslaugen der gemahlten Quelle bei erhöhter Temperatur und unter Druck. Anschliessend werden die löslichen Verunreinigungen von dem Rückstand abgetrennt. Der letztere wird durch Behandlung mit Wasserstoff bei erhöhter Temperatur und bei Atmosphärendruck oder unter Druck zur Umwandlung des Eisens in metallische Form reduziert.

PATENTANSPRÜCHE

1. Verfahren zur Herstellung von metallischem Eisen aus einer eisenhaltigen Quelle, dadurch gekennzeichnet, dass man:

- (a) die eisenhaltige Quelle vermahlt;
- (b) die vermahlene, eisenhaltige Quelle bei erhöhter Temperatur und unter Druck alkalisch auslaugt;
- (c) die Verunreinigungen von dem Rückstand der alkalischen Auslaugung abtrennt;
- (d) das Eisen in dem Rückstand der alkalischen Auslaugung durch Behandlung mit Wasserstoff bei erhöhter Temperatur und bei Atmosphärendruck oder unter Druck reduziert; und
- (e) das entstehende, metallische Eisen gewinnt.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die alkalische Auslaugung bei einer Temperatur im Bereich von 149 bis 204°C und bei einem Druck im Bereich von $1333,7 \cdot 10^3 \text{ Pa}$ bis $2667,5 \cdot 10^3 \text{ Pa}$ durchgeführt wird.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass die Reduktion des Eisens bei einer Temperatur im Bereich von 371 bis 1038°C und einem Druck im Bereich von Atmosphärendruck bis $3334,4 \cdot 10^3 \text{ Pa}$ durchgeführt wird.

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass die eisenhaltige Quelle durch Behandlung mit Wasserstoff bei erhöhter Temperatur und bei Atmosphärendruck oder unter Druck reduziert wird, bevor sie auf die gewünschte Teilchengrösse vermahlen wird.

5. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass die erhöhte Temperatur im Bereich von 371 bis 704°C und der Druck im Bereich von Atmosphärendruck bis $3334,4 \cdot 10^3 \text{ Pa}$ liegen.

6. Verfahren nach Anspruch 4 oder 5, dadurch gekennzeichnet, dass die reduzierte, eisenhaltige Quelle mindestens einer magnetischen Trennstufe zur Abtrennung der Verunreinigungen aus ihr unterworfen wird.

7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass der Rückstand der alkalischen Auslaugung mit Säure zur Entfernung der Verunreinigungen aus ihm behandelt wird.

8. Verfahren nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, dass man als Säure Chlorwasserstoffsäure verwendet.

9. Verfahren nach Anspruch 7 oder 8, dadurch gekennzeichnet, dass der Rückstand aus der Säurebehandlung durch Behandlung mit Wasserstoff bei einer Temperatur im Bereich von 371 bis 1038°C reduziert wird.

10. Verfahren nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, dass das reduzierte Eisen auf die gewünschte Teilchengrösse mit einer lichten Maschenweite von 0,42 mm bis 0,053 mm vermahlen wird.

11. Verfahren nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, dass das gemahlene Eisen mindestens einer magnetischen Trennstufe zur Entfernung der Verunreinigungen aus ihm unterworfen wird.

Für die Erzeugung von metallischem Eisen durch Reduktion eisenhaltiger Quellen, wie Erz, werden verschiedene Verfahren verwendet. Beispielsweise wird in der US-PS 3 585 023 ein Verfahren beschrieben, bei dem Eisenerz mit einem Reduktionsmittel, wie Erdölbrennstoff, vermischt und das Gemisch zu Agglomeraten verformt wird. Die so gebildeten Agglomerate werden dann in eine abgeschlossene Umgebung gegeben, wo heisse, feste Inertteilchen als Heizmedium ver-

wendet werden. Die abgeschlossene Umgebung wird in Abwesenheit von Sauerstoff gehalten. Nach Beendigung der gewünschten Reduktion werden die Teilchen und Agglomerate getrennt und die reduzierten Agglomerate können, bevor sie der Atmosphäre ausgesetzt werden, teilweise abkühlen. Anschliessend werden die reduzierten Agglomerate gewonnen. Bei anderen Verfahren werden ein Erhitzen und eine magnetische Trennung zur Bildung von Eisenpulver wie auch eine physikalische Trennung durch Zerkleinern, ein Schälern, eine Luftreinigung und Sieben verwendet, wobei anschliessend das Erz einem induzierten, magnetischen Feld mit hoher Intensität unterworfen wird. In der US-PS 2 728 655 wird ein Verfahren für die Herstellung von Eisenpulver mit niedrigem Siliciumdioxidgehalt beschrieben, gemäss dem ein Eisen enthaltendes Material in feinverteilter Form mit einem festen, Asche enthaltenden, kohlenstoffhaltigen Reduktionsmittel vermischt wird. Das Gemisch wird dann zur Vervollständigung der Reduktion des Eisens enthaltenden Materials erhitzt, anschliessend wird abgekühlt und der Eisengehalt wird gewonnen.

Es wurde jetzt gefunden, dass es möglich ist, ein Eisenpulver herzustellen, das weniger als 0,1% Siliciumdioxid enthält, was beachtlich weniger ist als der Siliciumdioxidgehalt von Eisen, das nach der normalen Behandlung von eisenhaltigen Quellen zurückbleibt, wenn man die eisenhaltige Quelle einer Reihe von Stufen unterwirft.

Die Erfindung betrifft ein verbessertes Verfahren für die Gewinnung von metallischem Eisen aus einer eisenhaltigen Quelle bzw. einem eisenhaltigen Material. Die Erfindung betrifft insbesondere ein Verfahren zur Herstellung von hochreinem Eisenpulver, das im wesentlichen von Siliciumdioxid und anderen Verunreinigungen frei ist und das für eine Vielzahl von metallurgischen Pulveranwendungen geeignet ist.

In der Vergangenheit wurde Eisenpulver, das für die Verwendung metallurgischer Pulveranwendungen geeignet ist, aus atomisiertem Eisenpulver erhalten, das relativ teuer herzustellen ist. Gepulvertes Eisen, das im wesentlichen von Verunreinigungen, wie Siliciumdioxid, frei ist, z.B. Eisen, das einen Siliciumdioxidgehalt unter etwa 0,1% besitzt, kann für die Herstellung bestimmter Arten von Stahl verwendet werden, gemäss denen das Pulver direkt zu Blechstahl gewalzt wird. Eine andere Verwendung für hochreines Eisenpulver ist weiterhin die Verformung, wobei das Eisenpulver direkt zu verschiedenen Formen verpresst wird, die als besondere Teile verschiedener Vorrichtungen oder Apparaturen verwendet werden, anstatt dass das Eisen gegossen wird, das übliche Verfahren für die Herstellung von Teilen, die eine besondere Form bzw. Konfiguration aufweisen.

Der vorliegenden Erfindung liegt somit die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren für die Herstellung von hochreinem metallischem Eisen zur Verfügung zu stellen.

Erfindungsgemäss soll ein Verfahren für die Herstellung von Eisenpulver zur Verfügung gestellt werden, das einen Siliciumdioxidgehalt unter 0,1% aufweist. Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren für die Gewinnung von metallischem Eisen aus einer eisenhaltigen Quelle, das folgende Stufen umfasst: Vermahlen der eisenhaltigen Quelle; alkalische Auslaugen der gemahlene, eisenhaltigen Quelle bei erhöhter Temperatur und unter Druck; Abtrennung der Verunreinigungen aus dem Rückstand der alkalischen Auslaugung; Reduktion des Eisens in dem Rückstand der alkalischen Auslaugung durch Behandlung mit Wasserstoff bei erhöhter Temperatur und bei Atmosphärendruck oder unter Druck; und Gewinnung des entstehenden, metallischen Eisens.

Eine bevorzugte erfindungsgemässe Ausführungsform ist ein Verfahren zur Gewinnung von metallischem Eisen aus

einer eisenhaltigen Quelle, bei dem das Eisenkonzentrat durch Behandlung mit Wasserstoff bei einer Temperatur im Bereich von 371 bis 704°C und einem Druck im Bereich von Atmosphärendruck bis 34,4 Kilopascal (34 Atmosphären) reduziert wird, die reduzierte Quelle mindestens einer magnetischen Trennstufe zur Abtrennung der Verunreinigungen, wie Siliciumdioxid, daraus unterworfen wird und die eisenhaltige Quelle auf die gewünschte Teilchengrösse gemahlen wird. Die gemahlene, eisenhaltige Quelle wird dann einer alkalischen Auslaugung unterworfen, indem man mit Natriumhydroxid bei einer Temperatur im Bereich von 149 bis 204°C und einem Druck im Bereich von 13,6 bis etwa 27,5 Kilopascal (27,2 Atmosphären) zur Solubilisierung der Verunreinigungen, wie Siliciumdioxid, Aluminium, Calcium und Magnesium, behandelt. Danach wird das ausgelaugte Gemisch filtriert und der Rückstand wird mit einer Wasserlösung, die Chlorwasserstoffsäure enthält, gewaschen. Die Lösung wird filtriert. Anschliessend wird der Rückstand durch Behandlung mit Wasserstoff bei einer Temperatur im Bereich von 371 bis 1038°C reduziert. Das reduzierte Eisen wird auf eine Teilchengrösse im Bereich von -40 Mesh bis +270 Mesh (entsprechend Sieben mit lichten Maschenweiten von 0,42 bzw. 0,053 mm) vermahlen, und dann wird das vermahlene Eisen mindestens einer magnetischen Trennung zur weiteren Abtrennung von Verunreinigungen, die noch vorhanden sein können, unterworfen. Das gereinigte Eisenpulver wird dann gewonnen.

Die Erfindung betrifft eine Verbesserung in einem Verfahren zur Herstellung von hochreinem Eisenpulver aus einer eisenhaltigen Quelle. Es wurde gefunden, dass es möglich ist, Eisenpulver herzustellen, das weniger als etwa 0,1% Siliciumdioxid enthält, wenn man das Verfahren in einer Reihe von Stufen durchführt. Man erhält dabei ein Pulver, das für eine Vielzahl metallurgischer Pulveranwendungen geeignet ist. Als Beschickungsmaterial kann man bei der vorliegenden Erfindung als eisenhaltige Quelle Hämatit-(Fe₂O₃) und Magnetit-(Fe₃O₄) Konzentrate verwenden, die aus vielen Quellen verfügbar sind. Die üblichste Quelle, die derzeit verfügbar ist, ist in ihrer Natur hämatitisch. Die Konzentrate enthalten jedoch normalerweise eine relativ grosse Menge an Siliciumdioxid als Hauptgangmineral in Mengen, die im Bereich von etwa 1 bis etwa 7% liegen. Zusätzlich sind andere Verunreinigungen, wie geringe Mengen an Aluminium, Calcium, Magnesium, ebenfalls vorhanden. Damit das Eisenpulver für verschiedene metallurgische Zwecke verwendet werden kann, ist es erforderlich, diese Verunreinigungen, insbesondere das Siliciumdioxid, zu entfernen und die Konzentration des Siliciumdioxids auf weniger als etwa 0,1% zu verringern. Damit man das gewünschte Ergebnis erhält, muss die eisenhaltige Quelle, wie Hämatit, gemäss einer Reihe von Stufen behandelt werden, um das Eisenoxidkonzentrat zu reinem Eisen zu reduzieren.

Das erfindungsgemässe Verfahren wird durchgeführt, indem man die eisenhaltige Quelle einem Mahlverfahren unterwirft. Dabei wird das Eisenerz zu der gewünschten Teilchengrösse verkleinert. Die Teilchengrösse wird zweckmässig gewählt, dass der Hauptteil des Siliciumdioxids aus dem Eisen freigesetzt ist, und daher liegt die gewünschte Teilchengrösse im Bereich von -100 bis +270 Mesh (entsprechend Sieben mit lichten Maschenweiten von 0,149 bzw. 0,053 mm). Diese Grösse reicht aus, um die Siliciumdioxidteilchen wirksam von dem Erz abzutrennen. Danach wird das gemahlene Erz bei erhöhter Temperatur und unter Druck einer kautischen bzw. alkalischen Auslaugung unterworfen. Die Auslösung, die zur Trennung des Siliciumdioxids verwendet wird, wird vorzugsweise eine wässrige Natriumhydroxidlösung enthalten, die 100 bis 200 g/l Natriumhydroxid enthält. Gegebenenfalls kann auch eine kleinere oder eine grössere

Menge an Natriumhydroxid verwendet werden. Das Auslaugen erfolgt gewöhnlich bei einer Temperatur im Bereich von 140 bis 304°C bei einem Druck im Bereich von 13,6 bis 27,2 Atmosphären. Nach der Behandlung des Erzes mit der alkalischen Lösung während einer Zeit, die im Bereich von 0,5 bis 4 Stunden liegen kann, werden die Siliciumdioxidteilchen in dem Auslauggrundmaterial Natriumsilikate unterschiedlicher Zusammensetzung bilden und ihrer Natur löslich sein. Die alkalische Auslaugung des Erzes ergibt eine Verringerung des vorhandenen Siliciumdioxidgehalts in dem ursprünglichen Erz bis zu weniger als 1%. Nach der Behandlung des Erzes unter Verwendung der oben erwähnten Reaktionsparameter wird das feste Erz, das noch unlösliche Silikate von Aluminium, Calcium und Magnesium enthalten kann, von der Auslaugflüssigkeit nach an sich bekannten Massnahmen, wie Filtration, Zentrifugieren und Dekantieren, abgetrennt. Der Rückstand wird dann einem Reduktionsverfahren unterworfen, bei dem das Eisen mit Wasserstoff bei einer erhöhten Temperatur und bei Atmosphärendruck oder unter Druck während einer vorbestimmten Zeit behandelt wird, entweder gemäss einem einstufigen oder einem zweistufigen Reduktionsverfahren. Die Reduktionsbedingungen umfassen bevorzugt eine Temperatur im Bereich von 371 bis 1038°C und einen Druck im Bereich von Atmosphärendruck bis 34,4 Kilopascal (34 Atmosphären). Bei einer bevorzugten Ausführungsform wird das Eisenerz durch Behandlung mit Wasserstoff bei einem Druck im Bereich von Atmosphärendruck bis 34,3 Kilopascal (34 Atmosphären) in einem zweistufigen Verfahren reduziert. Die erste Stufe wird bei einer Temperatur im Bereich von 371 bis 704°C durchgeführt. Der Sauerstoffgehalt in dem Eisen wird auf unter 5% verringert. Die Eisenoxidteilchen werden zu diesem Zeitpunkt des Verfahrens hoch pyrophor sein und müssen daher durch eine inerte Atmosphäre geschützt sein, die durch das Vorhandensein von Stickstoff erzeugt wird, bevor sie der zweiten Stufe der Reduktionsstufe unterworfen werden. Die zweite Reduktionsstufe wird bei einer Temperatur im Bereich von 871 bis 1038°C durchgeführt und dient dazu, das Eisenoxid vollständig zu Eisenpulver zu reduzieren. Zusätzlich zu der Reduktion des Eisenoxids zu metallischem Eisen dient die zweite Stufe des Reduktionsverfahrens ebenfalls dazu, die Oberfläche der Eisenteilchen auf solche Weise zu sintern, dass die Selbstentzündungsfähigkeit der Teilchen beseitigt wird und dass die Eisenteilchen der Atmosphäre ausgesetzt werden können, wobei es gleichzeitig nicht mehr erforderlich ist, dass ein Inertgas, wie Stickstoff, vorhanden ist.

Erfindungsgemäss können auch andere Stufen zusätzlich zu den oben erwähnten Stufen durchgeführt werden, um zu bewirken, dass der Endsiliciumdioxidgehalt in dem Produkt unter 0,1% liegt. Beispielsweise kann Eisenkonzentrat, das bis zu etwa 7% Siliciumdioxid enthält, einer Reduktionsstufe unterworfen werden, die durchgeführt wird, indem man das Eisenkonzentrat mit Wasserstoff bei einer Temperatur im Bereich von 371 bis 704°C und Drücken im Bereich von Atmosphärendruck bis 34,4 Kilopascal (34 Atmosphären) behandelt. Wird diese Stufe durchgeführt, wird der Hämatit zu Magnetit reduziert. Zusätzlich zu der Verwendung von reinem Wasserstoff kann man ebenfalls andere Reduktionsmittel, wie ein Gemisch aus Wasserstoff und Kohlenmonoxid, verwenden. Nach der Reduktion des Hämatits zu Magnetit ist das in dem Erz vorhandene Eisen hoch magnetisch, und daher kann die Hauptmenge der Siliciumdioxid-Verunreinigung vor dem alkalischen Auslaugen entfernt werden. Dadurch wird der Verbrauch an Alkali während des Auslaugens verringert. Die Entfernung des Siliciumdioxidgangmaterials aus dem Magnetit kann durchgeführt werden, indem man das Erz durch einen permanenten, magnetischen

Separator leitet. Gegebenenfalls kann das Erz durch diesen Separator mehr als einmal geleitet werden. Beispielsweise kann das Erz durch den Separator geleitet werden und bis zu drei- oder viermal recycelt werden, wodurch eine vollständige Trennung des magnetischen Eisenprodukts von dem Siliciumdioxid sichergestellt wird. Die Siliciumdioxidteilchen, die von dem Magnetit abgetrennt werden, werden die grössten vorhandenen Teilchen sein, und daher wird das Siliciumdioxid, das in dem Magnetit verbleibt, in Form von recht feinen Teilchen vorliegen, wobei diese feinen Teilchen bei der alkalischen Auslaugung des Erzes leichter angegriffen werden.

Nach der magnetischen Abtrennung der grossen Siliciumdioxidteilchen aus dem Magnetit kann der letztere in einer Kugelmühle zu der gewünschten Teilchengrösse, die für die alkalische Auslaugstufe des Verfahrens geeignet ist, vermahlen werden. Beispielsweise kann das Produkt so gemahlen werden, dass die Teilchen in einem Bereich von etwa -100 bis etwa +270 Mesh (entsprechend Sieben mit lichten Maschenweiten von 0,149 bis 0,053 mm) vorhanden sind. Nach dem Mahlen des Erzes zu der gewünschten Teilchengrösse wird es alkalisch auf eine Art ausgelaugt, die ähnlich ist wie zuvor beschrieben. Dadurch werden die löslichen Natriumsilikate von dem unlöslichen Magnetit abgetrennt. Die Trennung des Eisens von den löslichen Natriumsilikaten wird insoweit erleichtert, da der Magnetit-Auslaugrückstand mit einer Rate filtriert werden kann, die schneller ist als bei dem Hämatit-Auslaugrückstand. Dadurch kann die Trennstufe auf vorteilhaftere Weise durchgeführt werden. Nach der Abtrennung des festen Magnetits wird er vorzugsweise mit heissem Wasser bei einer Temperatur von 66 bis 93°C für die vollständige Entfernung von irgendwelchen Spuren von alkalischer Auslauglösung, die noch in dem Erz vorhanden sein kann, gewaschen.

Eine andere Stufe, die zur Gewinnung des reinen Eisenprodukts verwendet werden kann, besteht darin, dass man die Magnetitfeststoffe von der Filtrationsstufe, die noch Metallsilikate, wie Aluminiumsilikat, Calciumsilikat und Magnesiumsilikat, wie auch Natriumsilikat, das sich während der Trennstufe wieder abgeschieden hat, enthalten können, der Einwirkung einer schwachen Säurelösung unterwirft. Das Waschen mit Säure wird bevorzugt bei Umgebungstemperatur und Atmosphärendruck während einer Zeit, die im Bereich von 0,5 bis zu 5 Stunden liegt, durchgeführt. Die Waschkdauer wird gewöhnlich so gewählt, dass sie ausreicht, noch vorhandene Siliciumverbindungen zu lösen. Bei einer bevorzugten erfindungsgemässen Ausführungsform enthält die saure Waschlösung eine wässrige Chlorwasserstoffsäurelösung, die 2 bis 10% Chlorwasserstoffsäure enthalten kann. Erfindungsgemäss können jedoch auch andere Säuren, wie Schwefelsäure und Salpetersäure, verwendet werden. Man erhält jedoch nicht notwendigerweise die gleichen Ergebnisse. Nach Beendigung der Verweilzeit in dem Säurebad werden normalerweise die wiederaufgeschlämmten Feststoffe filtriert, wobei man irgendwelche bekannten Filtrationseinrichtungen verwendet. Gegebenenfalls kann die Abtrennung des Säurebads von den Feststoffen durch andere Mittel, wie durch Abdekantieren, erfolgen. Wie bei der vorherigen Stufe wird im allgemeinen der Rückstand erneut mit heissem Wasser gewaschen, getrocknet und anschliessend wird der Rückstand einer Reduktionsstufe unterworfen.

Wie ebenfalls zuvor beschrieben, kann die Reduktion des Rückstands nach einer oder zwei Stufen erfolgen. Erfolgt die Reduktion in zwei Stufen, so wird die erste Stufe durchgeführt, indem man den Magnetit mit reinem Wasserstoff bei einer Temperatur im Bereich von 371 bis 704°C behandelt, während die zweite Stufe in Anwesenheit von Wasserstoff bei

einer höheren Temperatur im Bereich von 871 bis 1038°C durchgeführt wird. Das Ergebnis dieser zweistufigen Reduktion wird sein, dass der Sauerstoffgehalt des Eisenpulvers auf ungefähr 0,2% erniedrigt wird. Nach dem Abkühlen des Rückstands nach der Reduktion wird der Rückstand in agglomerierter Form vorliegen und muss daher einer Mahlstufe unterworfen werden, damit das Pulver zu einer geeigneten Teilchengrösse verkleinert wird. Das Mahlen des Eisens zu der gewünschten Teilchengrösse kann erfolgen, indem man an sich bekannte Mahlvorrichtungen, wie eine Kugelmühle, verwendet. Der Arbeiter kann die Teilchengrösse auf irgendeine Meshgrösse einstellen, wobei die Grösse von der Endverwendung des Materials abhängt.

Nach dem Mahlen des Eisens unter Bildung der gewünschten Teilchengrösse kann das Pulver einer zweiten Reihe von magnetischen Trennungen unterworfen werden, die als Reinigungsstufe für irgendwelche Fremtteilchen dienen, die noch in dem Eisenpulver vorhanden sind. Nach dem Durchgang durch den magnetischen Separator für mindestens einen Durchgang und bevorzugt bis zu drei Durchgängen wird das Eisenpulver, das gewonnen wird, weniger als 0,1% Siliciumdioxid enthalten. Die Siliciumverbindungen, die in dem Eisenpulver in der zuvor angegebenen Menge verbleiben, werden nicht in diskreter Form vorliegen, sondern werden eine Submikronteilchengrösse aufweisen und innerhalb des Pulvers fein dispergiert sein. Bedingt durch die Submikronteilchengrösse, wird die feinverteilte Siliciumverbindung für die Verwendung des Eisenpulvers bei metallurgischen Anwendungen nicht stören.

Verwendet man die oben aufgeführten Stufen, so ist es möglich, mindestens 99,5% des Siliciumdioxids mit einem minimalen Verlust des Eisens während des Verfahrens zu extrahieren. Zusätzlich wird der Sauerstoffgehalt des Pulvers in seiner Natur minimal sein, und die gewünschten Verwendungen des Eisenpulvers werden nicht gestört werden.

Anhand der beigefügten Zeichnung wird die Erfindung anhand einer bevorzugten Ausführungsform näher erläutert. In der Zeichnung ist ein Fließschema einer bevorzugten Ausführungsform des erfindungsgemässen Verfahrens dargestellt. Es soll bemerkt werden, dass verschiedene Ventile, Pumpen, Wärmeübertragungseinrichtungen usw. weggelassen wurden, da sie für ein vollständiges Verstehen der Erfindung nicht wesentlich sind. Die Verwendung dieser wie auch anderer, ähnlicher Einrichtungen wird beim Beschreiben der Zeichnung offensichtlich.

Das Eisenkonzentrat, das bis zu etwa 7% Siliciumdioxid enthält, wird über die Leitung 1 in eine Reduktionszone 2 geleitet. In der Reduktionszone 2 wird das Erz mit Wasserstoff, der durch die Leitung 3 eintreten kann, bei einem Druck, der im Bereich von Atmosphärendruck bis 34,4 Kilopascal (34 Atmosphären) liegen kann, behandelt. In der Zone 2 wird das Erz bei einer Temperatur reduziert, die im Bereich von 371 bis 704°C liegen kann, während einer Zeit, die ausreicht, den Hämatit in dem Erzkonzentrat in Magnetit umzuwandeln. Nach Beendigung der Reduktion des Erzes zu Magnetit wird es aus der Reduktionszone 2 über die Leitung 4 entnommen und in die magnetische Trennzone 5 geleitet. Nach dem Abtrennen des magnetischen Eisenerzes aus Siliciumdioxid wird das letztere über die Leitung 6 zur Beseitigung entnommen. Der Magnetit wird dann aus der magnetischen Trennzone 5 über die Leitung 7 entnommen und in die Mahlzone 8 geleitet, wo das Konzentrat zu der gewünschten Teilchengrösse vermahlen wird. Nachdem die gewünschte Teilchengrösse erhalten wird, wird das Erz aus der Mahlzone 8 über die Leitung 9 entnommen und in eine Auslaugzone 10 geleitet, wo es mit einer alkalischen, Natriumhydroxid enthaltenden Lösung behandelt wird. Die Natriumhydroxidlösung wird über die Leitungen 11 und 12 in die Auslaugzone

10 geleitet. In der Auslaugzone 10 wird das Erz bei erhöhter Temperatur, die im Bereich von 149 bis 204°C liegen kann, und einem Druck von 13,7 bis 27,5 Kilopascal (13,6 bis 27,2 at) während einer Zeit behandelt, die ausreicht, das Siliciumdioxid als Natriumsilikat zu solubilisieren. Das Auslauggemisch wird dann aus der Auslaugzone 10 entnommen und über die Leitung 13 in die Trennzone 14 geleitet, wo die Trennung des festen Auslaugrückstands von dem löslichen Natriumsilikat nach an sich bekannten Verfahren erfolgt. Die das lösliche Natriumsilikat enthaltende Auslaugflüssigkeit wird aus der Trennzone 14 über die Leitung 15 entnommen und in eine zweite Trennzone 16 geleitet. In der Trennzone 16 kann die Natriumsilikat enthaltende Auslaugflüssigkeit mit Calciumoxid behandelt werden, wobei die alkalische Natriumhydroxidlösung regeneriert wird und gleichzeitig Calciumsilikat gebildet wird. Das Calciumsilikat wird aus der Trennzone 16 über die Leitung 17 entnommen, während die regenerierte, alkalische Lösung in die Auslaugzone 10 über die Leitung 12 recyclosiert wird. In der Leitung 12 wird sie mit Ausgangsnatriumhydroxidlösung je nach Bedarf vermischt, wobei die Ausgangslösung über die Leitung 11 zugeführt wird.

Der feste Magnetit, der sich von der Auslaugflüssigkeit abgetrennt hat, wird aus der Trennzone 14 über die Leitung 18 entnommen und zur Säurebehandlungszone 19 geleitet. In der Säurebehandlungszone 19 wird der Magnetit mit Säurelösung, bevorzugt in schwacher, wässriger Form, gewaschen, die in die Zone 19 über die Leitung 20 geleitet wird. Das Waschen des Magnetits mit Säure erfolgt bevorzugt bei Atmosphärendruck und Umgebungstemperatur. Nach Behandlung in der Säurewaschzone während einer Zeit, die ausreicht, irgendwelche anderen Verunreinigungen, wie Aluminium, Calcium, Magnesium usw., zu solubilisieren, wird die Lösung aus der Säurebehandlungszone 19 über die Leitung 21 entnommen und in die Trennzone 22 geleitet. In der Trennzone 22 wird der feste Magnetit mit Wasser, das über die Leitung 23 zugeführt wird, gewaschen und von den unlöslichen Verunreinigungen, die über die Leitung 24 für die Beseitigung entnommen werden, abgetrennt. Nach der Abtrennung der unlöslichen Verunreinigungen wird der Magnetit über die Leitung 25 entnommen und in eine Reduktionszone 26 geleitet. In der Reduktionszone 26 wird der Magnetit mit Wasserstoff, der über die Leitung 27 zugeführt wird, in einer oder mehreren Stufen bei Temperaturen, die im Bereich von 371 bis 1038°C liegen können, behandelt. Nach Beendigung der Reduktionsstufe wird das metallische Eisen aus der Reduktionszone 26 über die Leitung 28 entnommen und in die Mahlzone 29 geleitet. In der Mahlzone 29, die eine Kugelmühle oder eine andere Art von Mahlvorrichtung umfasst, wird das feste Eisenpulver, das bei der Behandlung in der Reduktionszone erhalten wird, zu der gewünschten Teilchengrösse vermahlen, die für die Verwendung bei metallurgischen Anwendungen geeignet ist. Nach dem Mahlen zu der gewünschten Teilchengrösse werden die Teilchen aus der Mahlzone 29 über die Leitung 30 entnommen und in eine zweite magnetische Trennzone geleitet. In der magnetischen Trennzone 31 wird das Eisenpulver einer Reinigungsstufe unterworfen, die eine Reihe von Stufen umfassen kann, wobei nichtmagnetische Fremdteilchen, die noch in dem Eisenpulver vorhanden sein können, abgetrennt werden. Die Fremdteilchen werden von der magnetischen Trennzone 31 über die Leitung 32 entnommen. Das gewünschte, hochreine Eisenpulver wird über die Leitung 33 für die Lagerung entnommen.

Die obige Beschreibung bezieht sich auf ein diskontinuierliches Verfahren. Das erfindungsgemässe Verfahren kann ebenfalls kontinuierlich durchgeführt werden, indem man kontinuierlich ein Eisenkonzentrat, wie Hämatit, in eine

Reduktionszone einleitet, wo es mit Wasserstoff bei solchen Bedingungen behandelt wird, die ähnlich sind, wie sie oben beschrieben wurden. Nach dem Durchgang durch die Reduktionszone wird der entstehende Magnetit kontinuierlich entnommen und in die magnetische Trennzone geleitet, wo die nichtmagnetischen Verunreinigungen, die in dem Konzentrat vorhanden sind, von dem magnetischen Eisenerz abgetrennt werden. Das abgetrennte, magnetische Eisenerz wird dann kontinuierlich in eine Mahlzone geleitet und nachdem es auf die gewünschte Teilchengrösse gemahlen wurde, wird es kontinuierlich aus dieser Zone entnommen und in die Auslaugzone geleitet. In der Auslaugzone wird das Erz mit alkalischer Lösung bei den Temperatur- und Druckverfahrensbedingungen behandelt. Nach dem Durchgang durch diese Zone während einer vorbestimmten Zeit wird es kontinuierlich in eine Trennzone geleitet, wo die löslichen Verunreinigungen, wie Natriumsilikat, von dem festen Magnetit abgetrennt werden. Der feste Magnetit wird erneut kontinuierlich aus der Trennzone entnommen und in eine Säurebehandlungszone geleitet, wo er mit einer wässrigen Lösung einer Säure, wie Chlorwasserstoffsäure, behandelt wird. Nach dem Durchgang durch die Behandlungszone während einer vorbestimmten Zeit wird die Lösung kontinuierlich entnommen und in eine zweite Trennzone geleitet, wo die löslichen Verunreinigungen von dem Erz abgetrennt werden. Das feste Erz wird kontinuierlich aus der Trennzone entnommen und in eine Reduktionszone geleitet, wo es erneut mit Wasserstoff bei Bedingungen, die ausreichen, den Magnetit in metallisches Eisen zu überführen, behandelt wird. Das reduzierte Erz, das in Agglomeratform vorliegt, wird kontinuierlich entnommen und in eine zweite Mahlzone geleitet, wo es zu der gewünschten Teilchengrösse vermahlen wird. Nachdem es diese Grösse erreicht hat, wird es kontinuierlich entnommen und in zweite magnetische Trennzone geleitet, wo irgendwelche Verunreinigungen oder Fremdmaterial, die noch in dem zerkleinerten Erz vorhanden sind, entfernt werden, während das Eisenpulver gewonnen wird.

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von hochreinem Eisenpulver durch Behandlung einer eisenhaltigen Quelle, die Verunreinigungen, wie Siliciumdioxid, zusammen mit geringen Mengen an Aluminium, Calcium und Magnesium enthält, gemäss einer Reihe von Stufen. Diese umfassen das Mahlen der eisenhaltigen Quelle, das alkalische Auslaugen der gemahlenen Quelle bei erhöhter Temperatur und unter Druck. Anschliessend wurden die löslichen Verunreinigungen von dem Rückstand abgetrennt. Der letztere wird durch Behandlung mit Wasserstoff bei erhöhter Temperatur und bei Atmosphärendruck oder unter Druck zur Umwandlung des Eisens in metallische Form reduziert.

Das folgende Beispiel erläutert die Erfindung.

Beispiel

Ein Eisenerzkonzentrat, das 6,3% Siliciumdioxid enthält, wird durch Behandlung mit Wasserstoff bei einer Temperatur von etwa 454°C und Atmosphärendruck reduziert, bis der Hämatit zu Magnetit reduziert ist.

Das Magnetitprodukt wird von dem Siliciumdioxidgangmaterial durch drei Durchgänge durch einen permanenten, magnetischen Separator abgetrennt. Die ursprünglichen 6,3% Siliciumdioxid in dem Ausgangsmaterial werden durch die magnetische Trennung auf etwa 0,75% Siliciumdioxid reduziert.

Das Magnetitprodukt, das aus dem magnetischen Separator gewonnen wird, wird in einer Kugelmühle zu einer Teilchengrösse im Bereich von -100 bis +270 Mesh (entsprechend Sieben mit lichten Maschenweiten von 0,149 bis 0,053 mm) gemahlen. Danach wird der gemahlene Magnetit in

einem Druckautoklaven mit einer alkalischen Lösung, die etwa 150 g/l Natriumhydroxid enthält, ausgelaugt. Die Auslaugung erfolgt bei einer Temperatur von 204°C und einem Druck von 18,9 Kilopascal (18,7 at). Die Siliciumdioxidteilchen in dem Auslaugkopfmateri-
al reagieren mit dem Alkali unter Bildung von löslichem Natriumsilikat. die alkalische Auslaugaufschlämmung wird unter Verwendung eines Platten- und Rahmenfilters filtriert, und der Filtrationsrückstand, der etwa 0,2 bis etwa 0,3% Verunreinigungen, einschliesslich Aluminiumsilikat, Calciumsilikat, Magnesiumsilikat und Siliciumdioxid, enthält, wird mit heissem Wasser mit einer Temperatur von etwa 66°C zur Entfernung von irgendwelchen Spuren von alkalischer Auslauglösung, die noch in dem Feststoff vorhanden sein kann, gewaschen.

Die Feststoffe von der alkalischen Auslaugung werden dann mit schwacher Chlorwasserstoffsäure, die etwa 5 Gew.% HCl enthält, behandelt, wobei das Waschen bei Zimmertemperatur während einer Zeit von etwa 30 min erfolgt. Die unlöslichen Silikate, die während der Auslaug- und Filtrationsstufe ausgefällt wurden, werden in der Chlorwasserstoffsäure zusammen mit etwa 2% des Eisens gelöst. Gegen Ende einer Zeit von 30 min wird die Chlorwasserstoffsäure-Auslaugaufschlämmung filtriert und der Rückstand erneut

mit heissem Wasser mit einer Temperatur von etwa 66 bis etwa 93°C gewaschen. Zu diesem Zeitpunkt beträgt der Siliciumdioxidgehalt des Magnetits 0,08%. Der gewaschene Magnetit wird dann bei Atmosphärendruck mit reinem Wasserstoff bei einer Temperatur im Bereich von etwa 371 bis etwa 704°C reduziert, wobei der Sauerstoffgehalt in dem Erz auf unter 5% verringert wird. Danach wird die Temperatur auf einen Wert im Bereich von etwa 871 bis etwa 1038°C erhöht, wobei das Eisenoxid vollständig zu Eisenpulver reduziert wird.

10 Nach dem Abkühlen wird das bei der Reduktion gebildete Eisenpulver in agglomerierter Form vorliegen und wird zu der gewünschten Teilchengrösse in einer Kugelmühle vermahlen. Die entstehenden Teilchen besitzen eine Grösse im Bereich von etwa -40 bis eta +270 Mesh (entsprechend
15 Sieben mit lichten Maschenweiten von 0,42 bis 0,053 mm). Nachdem die gewünschte Teilchengrösse erreicht ist, wird das Eisenpulver dreimal durch einen permanenten, magnetischen Separator durchgeleitet, wobei irgendwelche Fremtteilchen, die noch in dem Eisenpulver vorhanden sind, und
20 frisch freigesetzte Verunreinigungen abgetrennt werden. Das gewonnene Eisenpulver besitzt einen Siliciumdioxidgehalt von etwa 0,03 bis 0,06% und es kann bei metallurgischen Pulveranwendungen eingesetzt werden.

