

R

BỘ CÔNG NGHIỆP
VIỆN NGHIÊN CỨU MỎ VÀ LUYỆN KIM

SỐ HIỆU CÔNG TRÌNH N273

BÁO CÁO KẾT QUẢ ĐỀ TÀI

**NGHIÊN CỨU CÔNG NGHỆ HOÀN NGUYÊN INMENHIT VIỆT
NAM TẠO VẬT LIỆU BỌC QUE HÀN CÓ CHẤT LƯỢNG CAO**

Hà Nội, 2001

BỘ CÔNG NGHIỆP
VIỆN NGHIÊN CỨU MỎ VÀ LUYỆN KIM

SỐ HIỆU CÔNG TRÌNH N273

BÁO CÁO KẾT QUẢ ĐỀ TÀI

**NGHIÊN CỨU CÔNG NGHỆ HOÀN NGUYÊN INMENHIT VIỆT
NAM TẠO VẬT LIỆU BỌC QUE HÀN CÓ CHẤT LƯỢNG CAO**

Chủ nhiệm đề tài K.S: Cao Văn Hồng
Trưởng phòng K.S: Cao Văn Hồng

Kh

Hà Nội, ngày..... tháng 9... năm 2001

Thủ trưởng cơ quan chủ quản

Thủ trưởng cơ quan chủ trì
VIỆN TRƯỞNG



Nguyễn Anh

Hà Nội, 2001

5357

27/05/05

Mục lục

Nội dung		Trang
Mở đầu		3
Phần I	TÌNH HÌNH NGHIÊN CỨU VÀ SẢN XUẤT INMÊNHÍT	4
	HOÀN NGUYÊN TRONG VÀ NGOÀI NƯỚC	
I.1	<i>Tình hình nghiên cứu ở nước ngoài.....</i>	4
I.2	<i>Tình hình nghiên cứu ở trong nước.....</i>	5
Phần II	CƠ SỞ LÝ THUYẾT CỦA QUÁ TRÌNH HOÀN NGUYÊN.....	6
	INMÊNHÍT	
Phần III	PHƯƠNG PHÁP CÔNG NGHỆ	10
	PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU	
	THIẾT BỊ NGHIÊN CỨU	
	NGUYÊN LIỆU DÙNG CHO NGHIÊN CỨU	
III.1	<i>Phương pháp công nghệ.....</i>	10
III.2	<i>Phương pháp nghiên cứu</i>	11
III.3	<i>Thiết bị nghiên cứu</i>	11
III.4	<i>Nguyên liệu dùng cho nghiên cứu</i>	12
Phần IV	KẾT QUẢ NGHIÊN CỨU.....	15
IV.1	<i>Kết quả nghiên cứu thành phần vật chất</i>	15
	<i>của mẫu quặng tinh Inmênhít Cẩm Xuyên</i>	
IV.2	<i>Kết quả nghiên cứu thiêu hoàn nguyên</i>	18
IV.2.1	<i>Kết quả nghiên cứu qui mô phòng</i>	18
	<i>thí nghiệm</i>	
IV.2.1.1	<i>Ảnh hưởng của nhiệt độ.....</i>	18
IV.2.1.2	<i>Ảnh hưởng của thời gian thiêu</i>	21
IV.2.1.3	<i>Ảnh hưởng của cô hạt than.....</i>	24

IV.2.1.4	<i>Ảnh hưởng của tỉ lệ nước giấy</i>	24
IV.2.1.5	<i>Ảnh hưởng của phương pháp chuẩn bị liệu</i>	25
IV.2.1.6	<i>Ảnh hưởng của thiêu ôxy hoá trước</i>	26
IV.2.1.7	<i>Ảnh hưởng của tỉ lệ xô đa</i>	27
IV.2.1.8	<i>Ảnh hưởng của tỉ lệ than</i>	28
IV.2.1.9	<i>Ảnh hưởng của loại than</i>	35
IV.2.1.10	<i>Kết quả thí nghiệm tổng hợp các thông số thích hợp trong qui mô phòng thí nghiệm</i>	36
IV.2.2	<i>Kết quả thí nghiệm qui mô mở rộng</i>	37
IV.3	<i>Kết quả thí nghiệm tuyển từ</i>	38
IV.4.	<i>Kết quả nghiên cứu thành phần khoáng của Inmênhít hoàn nguyên sau khi tuyển từ</i>	40
IV.4.1	<i>Chụp ảnh kim tương</i>	40
IV.4.2	<i>Kết quả phân tích X-Rây</i>	41
IV.5	<i>Kết quả phân tích thành phần cấp hạt</i>	52
IV.6	<i>Kết quả dùng thử sản xuất que hàn điện</i>	52
IV.7	<i>Dự kiến giá thành inmênhít hoàn nguyên</i>	53
Phần V	KẾT LUẬN	54
Phần VI	PHỤ LỤC	56
Tài liệu tham khảo		

Người thực hiện chính

T.T	Họ và tên	Học hàm, học vị	Cơ quan
1	Cao Văn Hồng	Kĩ sư	Viện nghiên cứu mỏ và Luyện kim
2	Ngô Ngọc Định	Kĩ sư	Viện nghiên cứu mỏ và Luyện kim
3	Nguyễn Thị Nghiêm	Kĩ sư	Viện nghiên cứu mỏ và Luyện kim

MỞ ĐẦU

Ở nước ta có nguồn quặng Inmênhít khá lớn, tổng trữ lượng đã tìm kiếm thăm dò [1] khoảng 15 triệu tấn Inmênhít. Trong đó khoảng 10-11 triệu tấn Inmênhít sa khoáng ven biển và 3-4 triệu tấn Inmênhít trong quặng gốc và sa khoáng lục địa.

Hiện nay ở nước ta đã có 27 cơ sở khai thác sa khoáng ti tan ven biển, mỗi năm xuất khẩu khoảng 120.000 đến 150.000 tấn Inmênhít. Mặc dù từ những năm bảy mươi đã có nhiều cơ quan nghiên cứu chế biến sa khoáng ti tan nhưng chưa có đề tài nào được ứng dụng cho sản xuất. Thực tế nguồn Inmênhít trong nước hầu như chưa được chế biến sử dụng.

Trong thời gian gần đây Công ty que hàn Hữu nghị Phú Thọ đã nhập khẩu công nghệ que hàn của Trung Quốc. Do sử dụng nguyên liệu Inmênhít hoàn nguyên, nên chất lượng que hàn được cải thiện, giá thành hạ, được thị trường ưa chuộng. Hiện nay công ty đang sản xuất đại trà que hàn theo công nghệ Trung Quốc, nhu cầu inmênhít hoàn nguyên của công ty tới 1000 tấn / năm, nhưng ở nước ta chưa có cơ sở nào nghiên cứu và sản xuất inmênhít hoàn nguyên.

Vì vậy việc nghiên cứu sản xuất Inmênhít hoàn nguyên từ nguyên liệu trong nước là rất cần thiết. Căn cứ kế hoạch năm 2000 Viện nghiên cứu Mỏ và Luyện kim đã được Bộ Công nghiệp giao nhiệm vụ thực hiện đề tài : "Nghiên cứu công nghệ hoàn nguyên Inmênhít Việt Nam tạo vật liệu bọc que hàn chất lượng cao".

Mục tiêu của đề tài :

Xác định được quy trình công nghệ luyện hoàn nguyên quặng tinh Inmênhít Việt Nam nhận được sản phẩm đạt chất lượng chế tạo vỏ bọc que hàn điện tương đương tiêu chuẩn Trung Quốc STH7.20

Hàm lượng	(%)
TiO ₂	≥ 54
FeO	= 7-9
Fe	= 20-27
C	≤ 0,2
P	≤ 0,03
S	≤ 0,03

Thành phần cấp hạt : Cấp hạt - 0,25 mm 100% , Cấp hạt - 0,074 mm nhỏ hơn 5%

PHẦN I

TÌNH HÌNH NGHIÊN CỨU VÀ SẢN XUẤT INMÊNHÍT HOÀN NGUYÊN TRONG VÀ NGOÀI NƯỚC

I.1 Tình hình nghiên cứu ở nước ngoài :

Trên thế giới (Liên Xô cũ, Trung Quốc, Úc...), Rutin tự nhiên được sử dụng trực tiếp để chế tạo vật liệu bọc que hàn điện, còn Inmênhít thì không dùng trực tiếp được vì hàm lượng TiO_2 thấp và hàm lượng ôxyt sắt cao, cho nên thường phải qua khâu làm giàu. Có hai phương pháp làm giàu chủ yếu : luyện xỉ titan và sản xuất rutin nhân tạo. Công nghệ luyện xỉ titan : Quặng tinh inmênhít được luyện hoàn nguyên trong lò điện hồ quang cùng với chất hoàn nguyên và trợ dung, nhận được hai sản phẩm : xỉ ti tan và gang hợp kim. Xỉ titan có hàm lượng TiO_2 khoảng 75-80%, có thể dùng làm vật liệu bọc que hàn, hoặc sản xuất Cloruatitan, Picmen điôxyt titan. Công nghệ sản xuất rutin nhân tạo: quặng tinh Inmênhít sau khi thiêu oxyhóa được hoàn nguyên ở trạng thái rắn rồi sau đó hoà tách sắt để nhận được rutin nhân tạo. Rutin nhân tạo có hàm lượng TiO_2 cao và tạp chất thấp, thông thường:

TiO_2	$\geq 85\%$
C	$\leq 0,07$
S	$< 0,05$
P	$< 0,05$

Do đó rutin nhân tạo là nguyên liệu rất tốt để sản xuất vật liệu bọc que hàn điện, hoặc để sản xuất picmen điôxyt titan.

Theo nguồn tin gần đây Trung quốc đã áp dụng công nghệ mới để có thể sử dụng trực tiếp Inmênhít làm vật liệu bọc que hàn điện. Họ đã hoàn nguyên Inmênhít ở trạng thái rắn để chuyển hầu hết sắt ôxyt thành sắt kim loại. Nhờ đó hàm lượng TiO_2 trong Inmênhít hoàn nguyên được nâng cao hơn và lượng sắt kim loại đó có thể được sử dụng thay cho việc bổ sung bột sắt kim loại khi pha chế thuốc bọc que hàn. Hiện nay Trung Quốc đang áp dụng công nghệ sản xuất Inmênhít hoàn nguyên và công nghệ sản xuất que hàn điện từ Inmênhít hoàn nguyên. Do cải thiện được tính chất hàn và giảm được giá thành cho nên công nghệ trên đang được ứng dụng rộng rãi ở Trung Quốc.

I.2. Tình hình nghiên cứu ở trong nước :

Từ những năm bảy mươi đã có nhiều đề tài nghiên cứu về Titan, được thực hiện ở các cơ quan: Viện nghiên cứu Mỏ và Luyện Kim, Viện hoá công nghiệp, viện nghiên cứu xạ hiếm, Đại học bách khoa Hà Nội . Những vấn đề chủ yếu đã được nghiên cứu ở quy mô phòng thí nghiệm gồm có:

Nghiên cứu sản xuất bột màu ôxyt Titan.

Nghiên cứu sản xuất rutin nhân tạo.

Nghiên cứu luyện xỉ Titan.

Nghiên cứu luyện Ferrô Titan.

Những vấn đề 1 và 3 đã được nghiên cứu ở quy mô bán công nghiệp. Tuy nhiên cho đến nay chưa có đề tài nào được áp dụng cho sản xuất và đặc biệt chưa có nơi nào nghiên cứu và sản xuất inmênhít hoàn nguyên để có thể áp dụng trực tiếp cho sản xuất que hàn điện.

PHẦN II

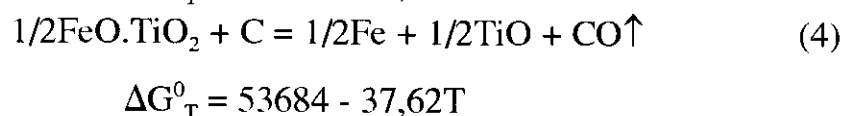
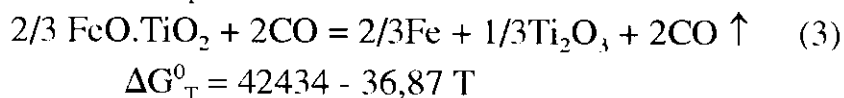
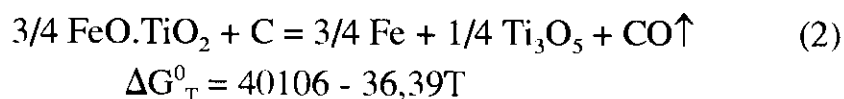
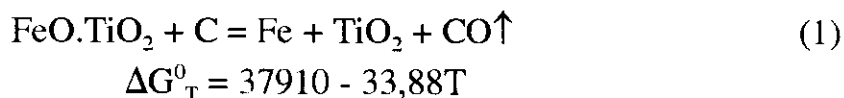
CƠ SỞ LÝ THUYẾT CỦA QUÁ TRÌNH HOÀN NGUYÊN INMÊNHÍT

Trong inmênhít (FeOTiO_2) sắt và Titan đều ở dạng ôxyt. Nếu là inmênhít lý tưởng thì hàm lượng $\text{TiO}_2 = 52,61\%$; $\text{FeO} = 47,39\%$. Do hàm lượng FeO cao, lớn hơn 7-9%; hàm lượng TiO_2 thấp, nhỏ hơn 54%, nên inmênhít không thể dùng trực tiếp để sản xuất que hàn điện. Để cải thiện tính năng hàn của inmênhít cần phải tiến hành hoàn nguyên. Mục tiêu của hoàn nguyên là chuyển hầu hết FeO về dạng kim loại.

Công đoạn hoàn nguyên inmênhít có thể tiến hành bằng nhiều cách khác nhau: có thể hoàn nguyên bằng chất khí, chất rắn; có thể hoàn nguyên ở trạng thái rắn, ở trạng thái lỏng.

Để thực hiện được mục tiêu của đề tài, nhận được sản phẩm rạng rời, hàm lượng FeO nhỏ tới 7-9%, còn lại là Fe kim loại và TiO_2 nên cần phải hoàn nguyên sâu, môi trường hoàn nguyên phải rất mạnh. Muốn vậy phải hoàn nguyên bằng các bon rắn và tiến hành ở trạng thái rắn.

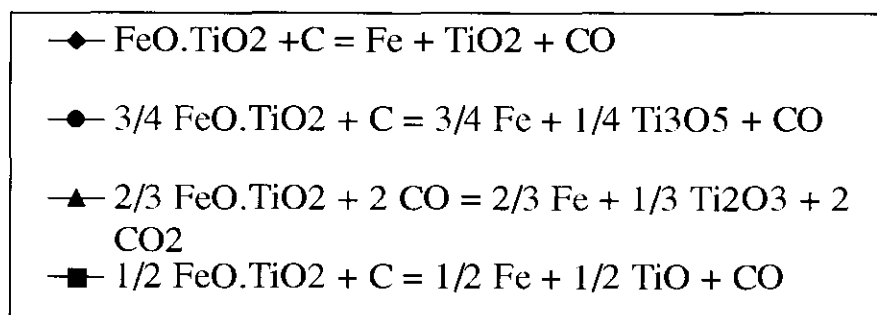
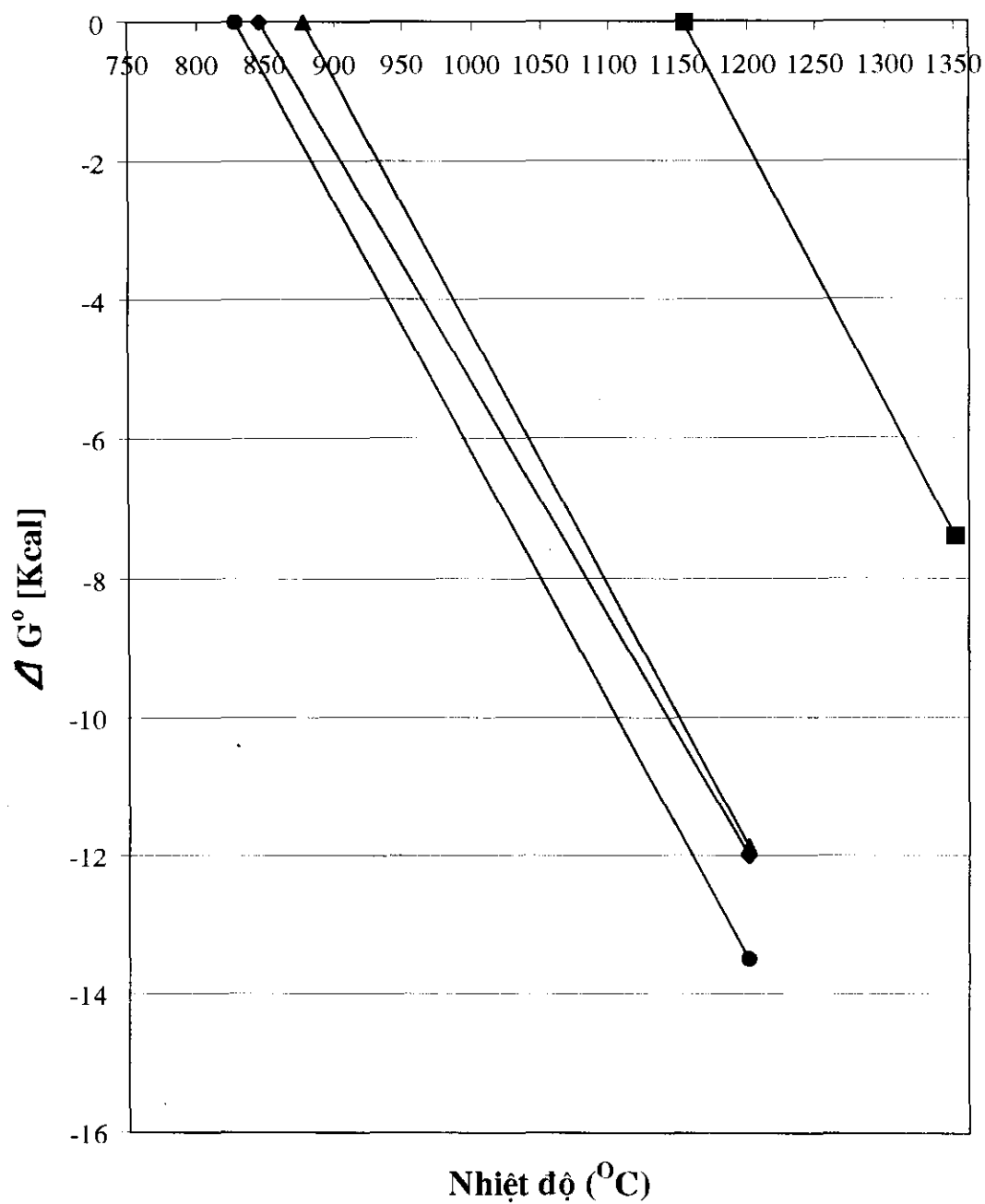
Khi hoàn nguyên Inmênhít bằng các bon rắn thì sắt và titan được hoàn nguyên.. Tuy nhiên do tương quan về ái lực hóa học, sắt được hoàn nguyên ưu thế hơn theo các phản ứng (1), (2), (3), (4) [2,3,4].



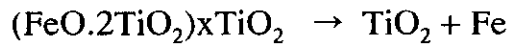
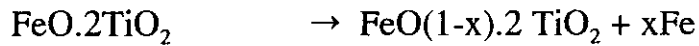
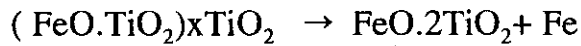
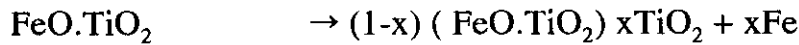
Sự phụ thuộc của ΔG^0_T vào nhiệt độ được trình bày trên hình 1.

Như vậy sắt được hoàn nguyên đến kim loại, còn titan được hoàn nguyên đến ôxyt hóa trị thấp: $\text{Ti}_3\text{O}_5, \text{Ti}_2\text{O}_3, \text{TiO}$.

Hình 1 : Ảnh hưởng của nhiệt độ tới thế nhiệt động của các phản ứng hoàn nguyên Inmênhit

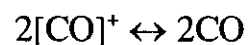
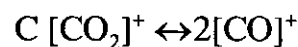
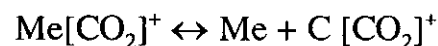
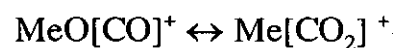


Nghiên cứu cơ chế hoàn nguyên Inmênhít [2] người ta cho thấy rằng sự hoàn nguyên của sắt trong Inmênhít tiến hành theo quá trình sau:



Kết quả hoàn nguyên là sắt được chuyển hầu hết thành sắt kim loại và vẫn nằm trong trạng thái rắn, ôxyt titan được hoàn nguyên đến ôxyt hóa trị thấp Ti_3O_5 , Ti_2O_3 , TiO cùng với ôxyt sắt còn lại tạo thành dung dịch rắn.

Nghiên cứu cơ chế hoàn nguyên Titanatsắt [2] cho thấy: ôxyt Titan hoá trị thấp được tạo thành trong quá trình hoàn nguyên đã liên kết với ôxyt sắt trong hợp chất hoá học bền vững, mang tên anôxôvít $n[(\text{Ti,Fe})\text{O.2TiO}_2] . m(\text{Ti}_2\text{O}_3.\text{TiO}_2)p\text{TiO}_2$, do đó ôxyt sắt sẽ khó hoàn nguyên hơn và tốc độ hoàn nguyên sắt sẽ giảm theo mức độ tăng hoàn nguyên ôxyt Titan. Vì vậy mặc dù nâng cao nhiệt độ, mức độ hoàn nguyên sắt được tăng lên, nhưng không hoàn nguyên được hoàn toàn sắt. Reznhitrenko V.A chỉ ra rằng : ngay cả khi nâng cao nhiệt độ đến 1300°C thường không đạt được mức độ hoàn nguyên lớn hơn 80% . Theo Garmata V.A [4] sự hoàn nguyên inmênhít bằng các bon ở trạng thái rắn tạo thành pha xỉ, chứa tối thiểu 6,97% FeO và lượng Ti_2O_3 không đáng kể. Như vậy tương tác của ôxyt sắt và ôxyt Titan trong quá trình hoàn nguyên dẫn đến: ôxyt sắt làm tăng tốc độ hoàn nguyên TiO_2 , còn TiO_2 làm giảm mức độ hoàn nguyên của ôxyt sắt. Theo Trupharôvui [4] sự hoàn nguyên ôxyt kim loại tiến hành theo sơ đồ sau.



Trong đó : $[\text{CO}]^+$ và $[\text{CO}_2]^+$ là các nhóm kêtôn ở trên mặt các bon rắn và ôxyt kim loại. Tốc độ hoàn nguyên ôxyt kim loại được giới hạn bởi sự phân rã của nhóm kêtôn.

Trong khoảng nhiệt độ 700-1300 °C inmênhít được hoàn nguyên chỉ khi nồng độ CO trong pha khí rất cao (gần 92-95%). Khi hoàn nguyên inmênhít bằng các bon rắn, do tiến hành phản ứng Bel-bu-đoa:



Nên hàm lượng CO trong vùng phản ứng vượt quá 92-95%. Điều đó tạo điều kiện thuận lợi cho quá trình hoàn nguyên inmênhít. Đó cũng là lý do chọn chất hoàn nguyên rắn, không chọn chất hoàn nguyên khí (CO).

Động học hoàn nguyên inmênhít theo Garmata V.A [4] hoàn nguyên inmênhít tiến hành qua ba khu vực : Khu vực động học, khu vực chuyển tiếp và khu vực khuếch tán, có thể biểu diễn bằng phương trình:

$$B^2 = a + b \tau$$

Trong đó: B - mức độ hoàn nguyên

τ - thời gian

a,b - là các hệ số

Hệ số a tỉ lệ với lượng oxy liên kết với chất hoàn nguyên trong khu vực động học. Hệ số b tỉ lệ với tốc độ khuếch tán.

Như vậy mức độ hoàn nguyên được tăng lên khi tăng thời gian hoàn nguyên, lượng oxy liên kết với chất hoàn nguyên và tốc độ khuếch tán của các chất tham gia phản ứng và sản phẩm tạo thành sau phản ứng

Theo Vasuichinski [2] các yếu tố ảnh hưởng đến tốc độ hoàn nguyên gồm có: thành phần pha, kích thước hạt, mức độ Lócôxen hoá, độ nứt nẻ của inmênhít. Các loại chất hoàn nguyên khác nhau cũng ảnh hưởng đến tốc độ hoàn nguyên inmênhít. Than củi có khả năng hoàn nguyên cao nhất rồi đến than khí, than antraxit và cốc dầu hoả. Các chất phụ gia như : NaF, NaCl, K_2CO_3 , Na_2CO_3 có khả năng nâng cao mức độ hoàn nguyên sắt trong inmênhít, hiệu quả nhất là NaF. Khi tăng nhiệt độ đến 1300°C, tác dụng của chất phụ gia giảm, ở nhiệt độ này xô đa không còn tác dụng.

Phân tích nhiệt động học, cơ chế và động học hoàn nguyên inmênhít cho thấy: Các thông số chủ yếu ảnh hưởng đến mức độ hoàn nguyên inmênhít gồm có: nhiệt độ, thời gian, cỡ hạt nguyên liệu, chất phụ gia, phương pháp chuẩn bị liệu, chủng loại chất hoàn nguyên.

PHẦN III

PHƯƠNG PHÁP CÔNG NGHỆ

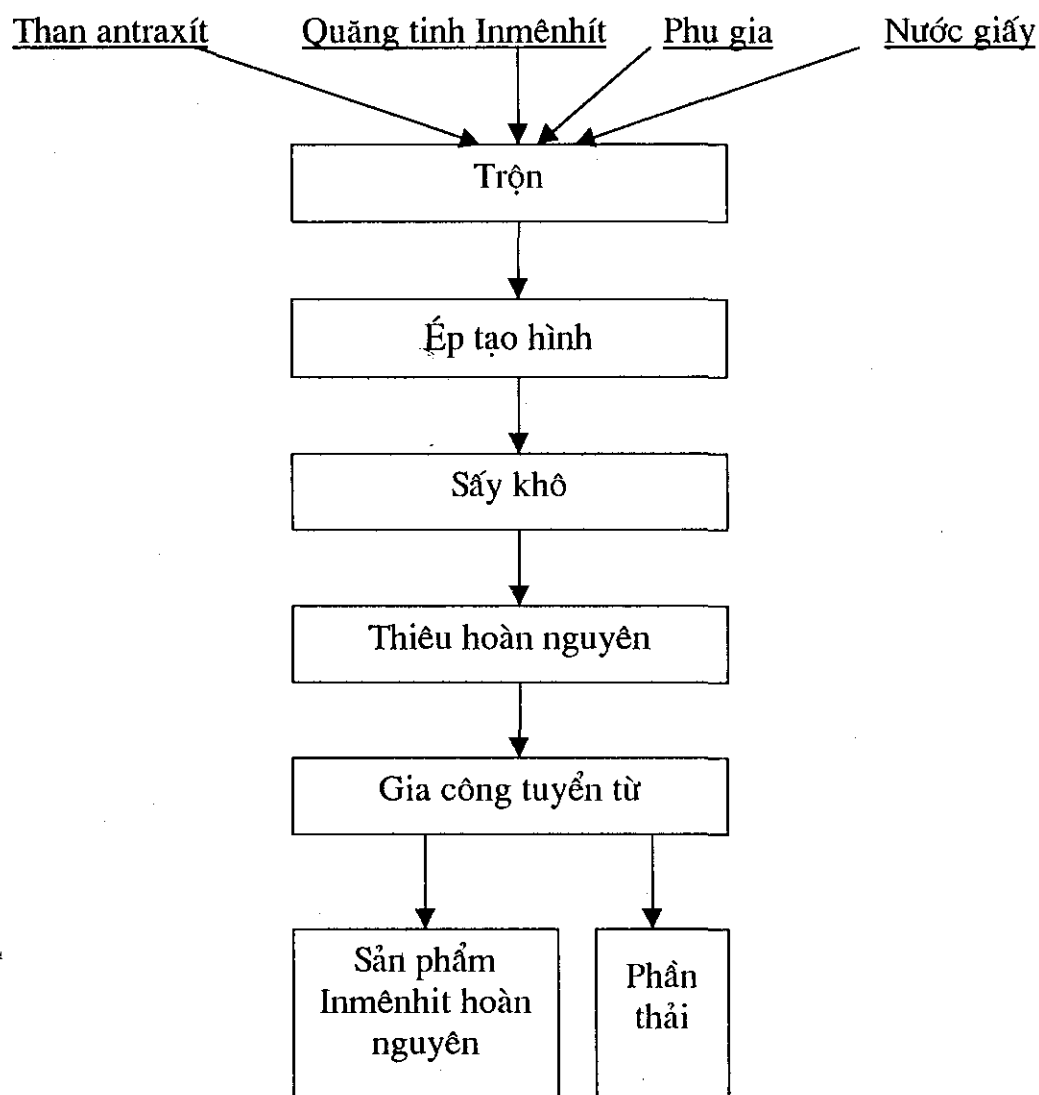
PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU

THIẾT BỊ NGHIÊN CỨU

NGUYÊN LIỆU DÙNG CHO NGHIÊN CỨU

III. 1. Phương pháp công nghệ

Để nhận được sản phẩm Inmênhít hoàn nguyên có chất lượng thoả mãn nhu cầu công nghệ hàn điện, đề tài đã lựa chọn sơ đồ công nghệ nghiên cứu trên hình 2.



Hình 2 : Sơ đồ công nghệ nghiên cứu

Trong đề tài chú trọng công đoạn hoàn nguyên vì đây là khâu quan trọng nhất. Các công đoạn khác được khống chế với những thông số cố định.

III.2. Phương pháp nghiên cứu :

Việc nghiên cứu được tiến hành qua hai giai đoạn :

- Nghiên cứu thành phần vật chất của Inmenhit Cẩm xuyên
- Nghiên cứu công nghệ hoàn nguyên trên quy mô thiết bị phòng thí nghiệm và quy mô thí nghiệm mở rộng. Sản phẩm Inmênhit hoàn nguyên được dùng thử để kiểm tra chất lượng và đánh giá khả năng áp dụng cho sản xuất thuốc bọc que hàn điện.

III.3. Thiết bị nghiên cứu :

III.3.1 Thiết bị nghiên cứu quy mô phòng thí nghiệm :

* Thiết bị chuẩn bị liệu :

- Ép tạo hình trong khuôn tự chế tạo. Kích thước bánh liệu (mm) $\phi 45$, $h = 27$.

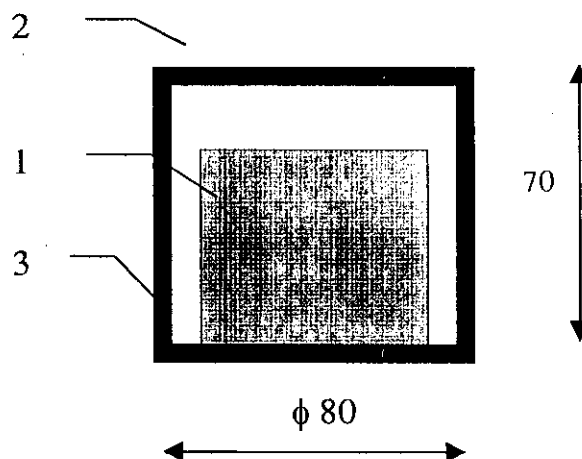
Tủ sấy bánh liệu : Tủ sấy Hung ga ri $T_{MAX} : 200^{\circ}C$, $P : 2 Kw$, $U : 220 v$.

* Thiết bị thiêu hoàn nguyên :

Lò nung : JRX.Trung Quốc, $T_{MAX} : 1300^{\circ}C$ $P : 5Kw$, $U : 220 v$.

Đo nhiệt độ bằng can Pt-PtRh và đồng hồ $\Pi \Pi$. Điều chỉnh nhiệt độ tự động $\pm 10^{\circ}C$.

- Nồi dung liệu để thiêu hoàn nguyên hình trụ, bằng vật liệu samốt, kích thước trình bày trên hình 3



Hình 3 : Nồi nung
1- bánh liệu - 2 nắp nổi - 3 nồi nung

* Thiết bị tuyển từ

Dùng máy tuyển từ mã hiệu IYIO của Liên Xô (cũ).

III.3.2 Thiết bị nghiên cứu quy mô mở rộng

+ Dùng lò nung kiểu hộp

- Kích thước $1,2 \times 1,2 \times 8$ m, $T^0 \approx 1200^0\text{C} - 1250^0\text{C}$, đốt bằng than.

III.3.3. Quy trình thí nghiệm

* Quy mô phòng thí nghiệm :

- Chuẩn bị liệu :

Quặng tinh inmênhít, than, phụ gia chất kết dính được cân đong theo phối liệu dự kiến sau đó trộn đều, ép bánh, sấy ở nhiệt độ $105 - 200^0\text{C}$. Thời gian sấy 4h.

- Thí nghiệm thiêu hoàn nguyên :

Cho bánh liệu đã sấy vào nồi, rồi đẩy nắp đặt vào lò, gia nhiệt cho tới nhiệt độ dự kiến. Duy trì nhiệt độ đó trong thời gian dự kiến. Tắt lò, để nguội tự nhiên tới nhiệt độ thường.

Gia công mẫu và tuyển từ :

Gia công đập nghiền, tuyển từ lấy sản phẩm

* Quy mô thí nghiệm mở rộng :

- Chuẩn bị liệu, gia công mẫu giống như quy mô phòng thí nghiệm.

- Thí nghiệm thiêu hoàn nguyên : Đặt mẫu bánh liệu vào bao nung, sau đó đặt vào lò. Đốt lò và làm nguội lò theo giản đồ nung.

III.4 Nguyên liệu dùng cho nghiên cứu :

III.4.1. Mẫu quặng Inmênhít

Mẫu quặng tinh Inmênhít được lấy tại mỏ Cẩm Xuyên, Hà Tĩnh theo phương án lấy mẫu, số hiệu N.273 - Viện nghiên cứu Mỏ và Luyện kim. Khối lượng 500 kg. Thành phần hóa học và cấp hạt của mẫu quặng tinh được trình bày trên bảng 1 và bảng 2.

Bảng 1 : Thành phần hóa học quặng tinh Inmênhít Cẩm Xuyên

Thành phần hóa học (%)										
TiO ₂	FeO	Fe ₂ O ₃	Cr ₂ O ₃	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	P	S	C	ẩm
53,97	26,39	15,92	0,02	3	0,25	0,04	0,025	0,037	0,29	0,05

Bảng 2 : Thành phần cấp hạt của mẫu quặng tinh Inmênhít Cẩm Xuyên

T.T	Cấp hạt (mm)	Thành phần cấp hạt (%)
1	+ 0,315	1,165
2	+ 0,25 - 0,315	1,025
3	+ 0,1 - 0,25	89,57
4	+ 0,08 - 0,1	7,56
5	+ 0,063 - 0,08	0,54
6	- 0,063	0,14

III.4.2. Chất hoàn nguyên :

Dùng than antraxit Quảng Ninh loại than cục 3 - N^o10, khối lượng 200 kg và than mỡ Trung Quốc. Thành phần hóa học trình bày trên bảng 3.

Bảng 3 : Thành phần hóa học của than hoàn nguyên

Loại than	Thành phần hóa học (%)									
	C	Tro	Chất bốc	P	S	Thành phần tro				
						Al ₂ O ₃	SiO ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO
Than AT Quảng Ninh	86	6,73	6,71	0,07	0,49	28,65	36,86	22	2,59	0,38
Than mỡ Trung Quốc	61,96	10,51	27,53	0,15	0,44	21,63	50,0	8,32	3,85	0,58

III. 4.3 Chất kết dính

Dùng nước giấy của nhà máy giấy Hoàng Văn Thụ (Thái Nguyên) là sản phẩm thải của nhà máy. Thành phần hóa học của nước giấy trình bày ở bảng 4.

Bảng 4 : Thành phần nước giấy

S (mg/l)	P (mg/l)	Tro (%)	Thành phần tro (%)				
			Al ₂ O ₃	SiO ₂	Fe ₂ O ₃	Na ₂ O	TiO ₂
0,741	103,5	10,8	12,1	54,41	0,5	0,75	0,17

III.4.4. Chất phụ gia

Dùng Xôđa công nghiệp, hàm lượng 95% Na₂CO₃.

Phần IV

KẾT QUẢ NGHIÊN CỨU

IV.1. Kết quả nghiên cứu thành phần vật chất của mẫu quặng tinh Inmênhít Cẩm Xuyên

- Xác định thành phần hóa học bằng phương pháp phân tích hóa (bảng 1) (trang 13)
- Xác định thành phần cấp hạt bằng phân tích rây (bảng 2) (trang 13)
- Xác định thành phần khoáng của mẫu quặng bằng phương pháp phân tích x-ray (hình 4) phân tích trọng sa (bảng 5) và chụp ảnh kim tương (hình 5)

* Kết quả chung cho thấy :

- Quặng tinh chủ yếu là Inmênhít (91%) còn lại một phần là Titanômanhêtit (5%) rất ít Lơcôxen, rutin.

- Thành phần cỡ hạt chủ yếu là + 0,1 - 0,25 (89,57%) và + 0,08 - 0,1^{mm} (7,56%).

- Như vậy titan và sắt đều ở dạng ôxyt. Trong đó hàm lượng FeO : 26,39%; Fe₂O₃: 15,92%.

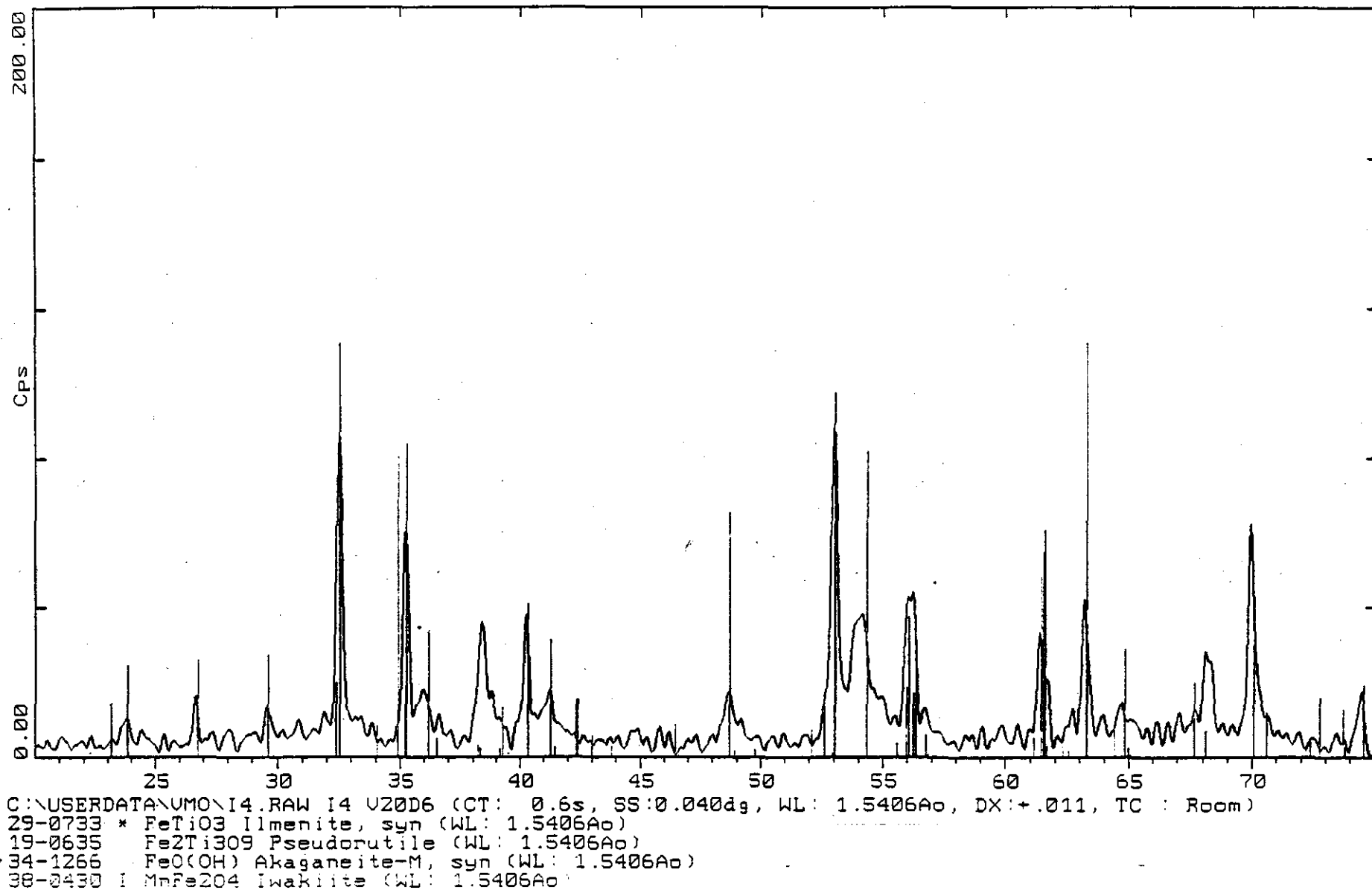
- Hàm lượng các tạp chất : Phốt pho nhỏ hơn 0,03%; nhưng lưu huỳnh lớn hơn 0,03% và các bon lớn hơn 0,2%.

- Trên ảnh chụp kim tương cho thấy các hạt quặng Inmênhít (màu vàng sáng), đường nét tròn trĩnh, rõ ràng.

Hình 4 : Giải độ phân tích X-Ray mẫu khoáng tinh Imenhit Cẩm Xuyên

Z-Theta - Scale

SIEMENS D5000, X-Ray Lab., Hanoi 26-Feb-2001 07:49



**Bảng 5: Kết quả phân tích khoáng vật mẫu 14
(Phương pháp trọng sa)**

T.T	Tên khoáng vật	Công thức hoá học	Hàm lượng (%)
1	Inmênhít	FeTiO_3	91
2	Titanomagnetite	$(\text{Fe}, \text{TiO})_3\text{O}_4$	5
3	Lơcôxen	TiO_2	0,5
4	Rutil	TiO_2	0,5
5	Brukite	TiO_2	vh
6	Zircon	ZrSiO_4	vh
7	Granete	$\text{R}_3\text{AL}_2(\text{SiO}_4)_3$	0,5
8	Storotite	$\text{FeAl}_4(\text{SiO}_4)_2\text{O}_2(\text{OH})_2$	1
9	Silimanite	$\text{Al}(\text{AlSiO}_5)$	vh
10	Thạch anh	SiO_2	1,5
11	Hêmatít	Fe_2O_3	vh
12	Limônít	$\text{HFeO}_2.\text{aq}$	vh



Hình 5: Ảnh chụp kim tương mẫu quặng tinh Inmênhít phóng đại 75 lần

IV.2. Kết quả nghiên cứu thiêu hoàn nguyên :

IV.2.1. Kết quả nghiên cứu quy mô phòng thí nghiệm :

Nghiên cứu quy mô phòng thí nghiệm khảo sát các thông số ảnh hưởng đến quá trình thiêu. Thiêu phẩm nhận được đều qua tuyển từ với cường độ từ trường 400 Oe

IV2.1.1. Ảnh hưởng của nhiệt độ :

+ Khảo sát nhiệt độ (°C): 900, 930, 950, 1000, 1050, 1100, 1150, 1200, 1250, 1300.

+ Trong điều kiện:

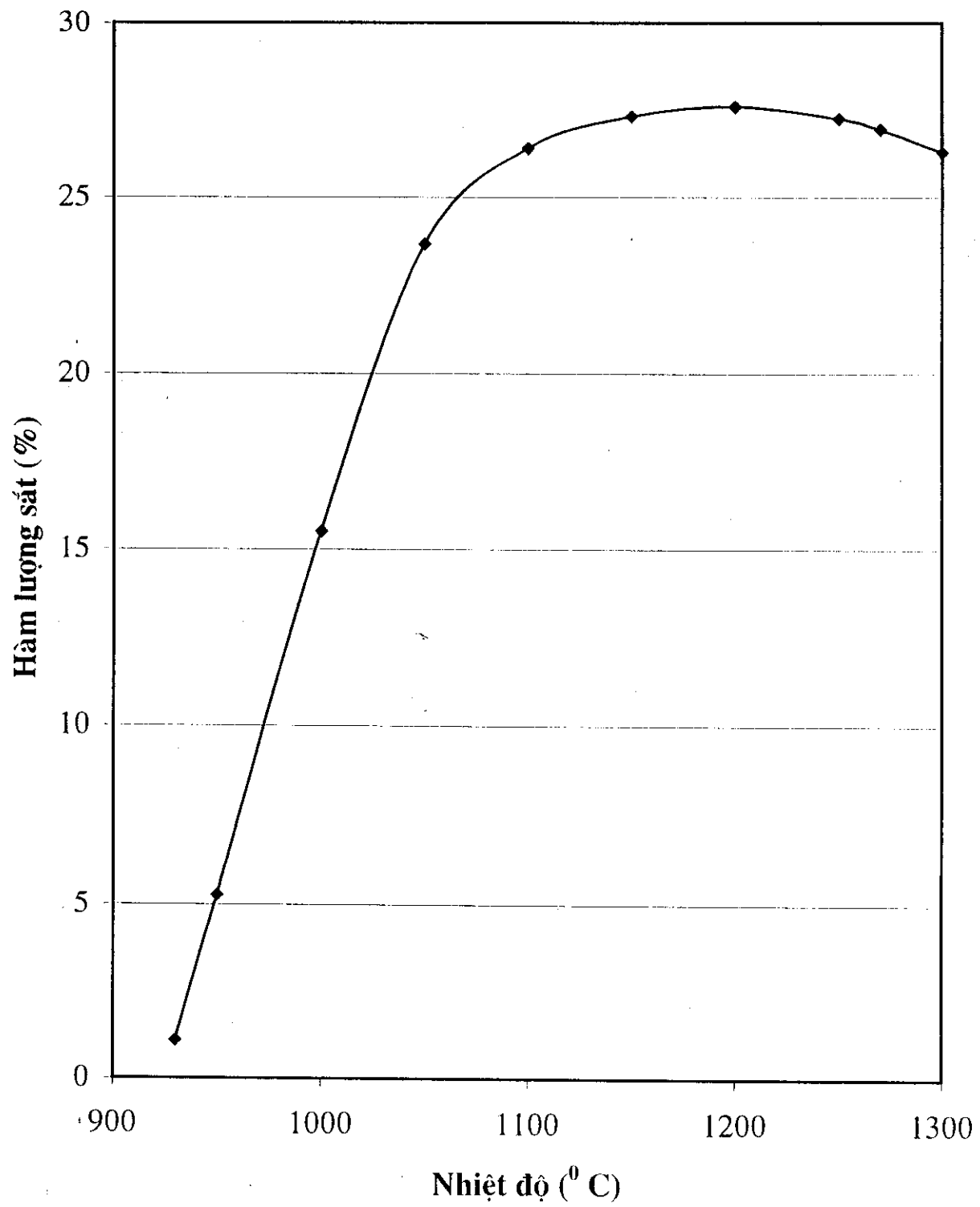
- Tỷ lệ than 10%
- Tỷ lệ xô đa 0,5%
- Tỷ lệ nước giấy 10%
- Độ hạt than -0,1 mm
- Liệu ép bánh
- Thời gian 150 phút

+ Kết quả thí nghiệm trình bày trên bảng 6 và giản đồ hình 6.

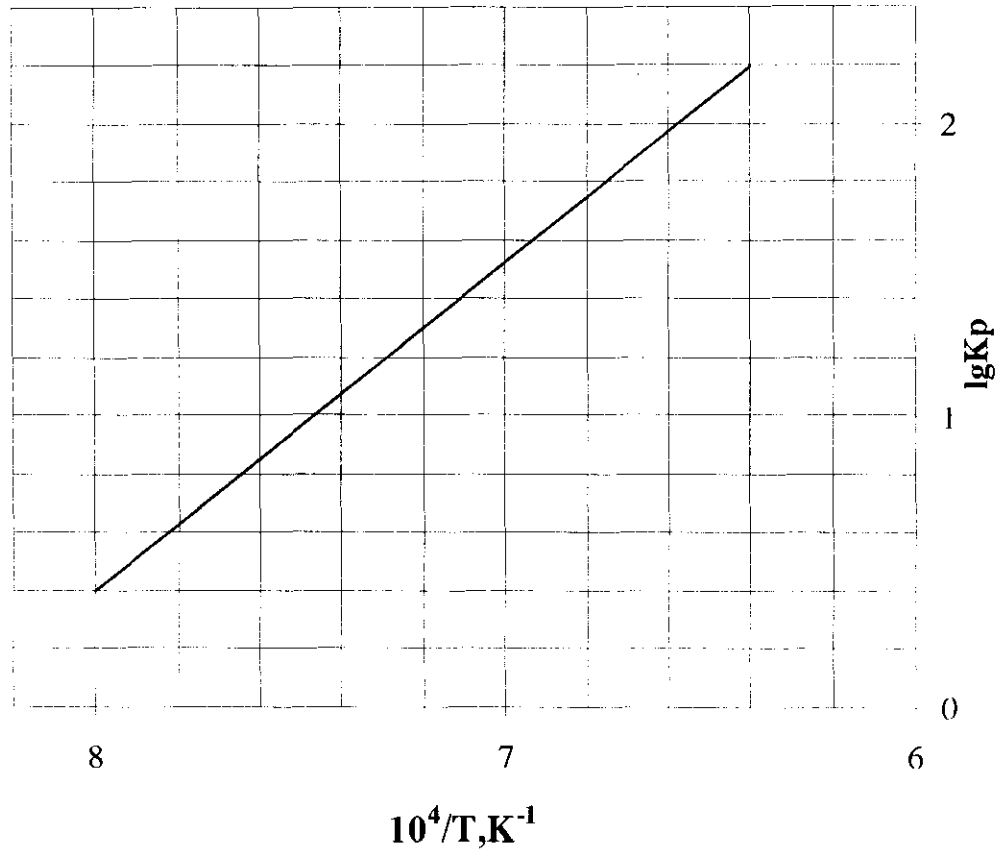
Bảng 6 : Ảnh hưởng của nhiệt độ thiêu đến hàm lượng sắt trong thiêu phẩm

T.T	Nhiệt độ thiêu (°C)	Hàm lượng Fe trong thiêu phẩm (%)	Ghi chú
1	900	0	Kết tảng
2	930	1,10	
3	950	5,26	
4	1000	15,50	
5	1050	23,66	
6	1100	26,37	
7	1150	27,28	
8	1200	27,55	
9	1250	27,40	
10	1270	27,30	
11	1300	26,25	

**Hình 6 : Ảnh hưởng của nhiệt độ tới
hàm lượng sắt**



**Hình 7 : Ảnh hưởng của nhiệt độ đến hằng số
tốc độ phản ứng hoàn nguyên Inmenhit bằng
C rắn**



Kết quả cho thấy rằng :

- Nhiệt độ bắt đầu hoàn nguyên Inmênhít lớn hơn 900 °C .

- Tăng nhiệt độ tới 1100° sự hoàn nguyên sắt tăng mạnh. Tăng nhiệt độ tiếp theo tới 1200°C hàm lượng Fe tăng chậm, đạt cực đại tại 1200°C. Tăng nhiệt độ tiếp theo tới 1300°C hàm lượng sắt có chiều hướng giảm và giảm nhiều ở 1300°C. Điều đó có thể giải thích như sau :

Về mặt nhiệt động học khi tăng nhiệt độ giá trị ΔG^0_T của các phản ứng (1), (2), (4) âm hơn, dễ phản ứng hơn. Về mặt động học theo Garmata V.A [3]: sự hoàn nguyên Inmênhít bằng CO hoặc các bon rắn tiến hành qua ba vùng động học : tới 1100°C là vùng động học hóa học, từ 1100 - 1300°C là vùng động học chuyển tiếp, nhiệt độ lớn hơn 1300°C là vùng động học khuếch tán. Vì vậy từ 930°C đến 1100°C do là vùng động học hóa học cho nên khi nhiệt độ tăng thì sự hoàn nguyên tăng mạnh. Theo Almata [6] hằng số tốc độ của phản ứng hoàn nguyên Inmênhít bằng các bon rắn tăng theo nhiệt độ được biểu diễn trên giản đồ hình 7

Nhiệt độ từ 1100 - 1200°C là vùng chuyển tiếp nên hàm lượng Fe tăng chậm. Khi tăng nhiệt độ từ 1200°C đến 1300°C theo Vasiuchinski [2] sản phẩm hoàn nguyên đã tạo thành dung dịch rắn thành phần : $n [(Ti, Fe)O \times 2TiO_2] m (Ti_2O_3.TiO_2)pTiO_2$ tương ứng công thức và cấu trúc của anôxôvít, do đó sự hoàn nguyên FeO giảm. Hơn nữa từ thực tế thí nghiệm cũng cho thấy rằng : tại 1300°C liệu đã có dấu hiệu biến mềm và kết khối.

Theo mục tiêu của đề tài sản phẩm cần đạt hàm lượng Fe và FeO tương ứng là 20-27% và 7-9% cho nên chọn nhiệt độ hoàn nguyên thích hợp là 1200°C .

IV.2.1.2 Ảnh hưởng của thời gian thiêu

+ Khảo sát thời gian thiêu (phút) : 15, 30, 60, 90, 120, 150, 180.

+ Trong điều kiện :

- Tỷ lệ than 10%
- Nhiệt độ 1200°C
- Tỷ lệ xô đa 0,5%
- Tỷ lệ nước giấy 10%
- Độ hạt than -0,1 mm
- Liệu ép bánh

+ Kết quả thí nghiệm trình bày trên bảng 7 và giản đồ hình 8

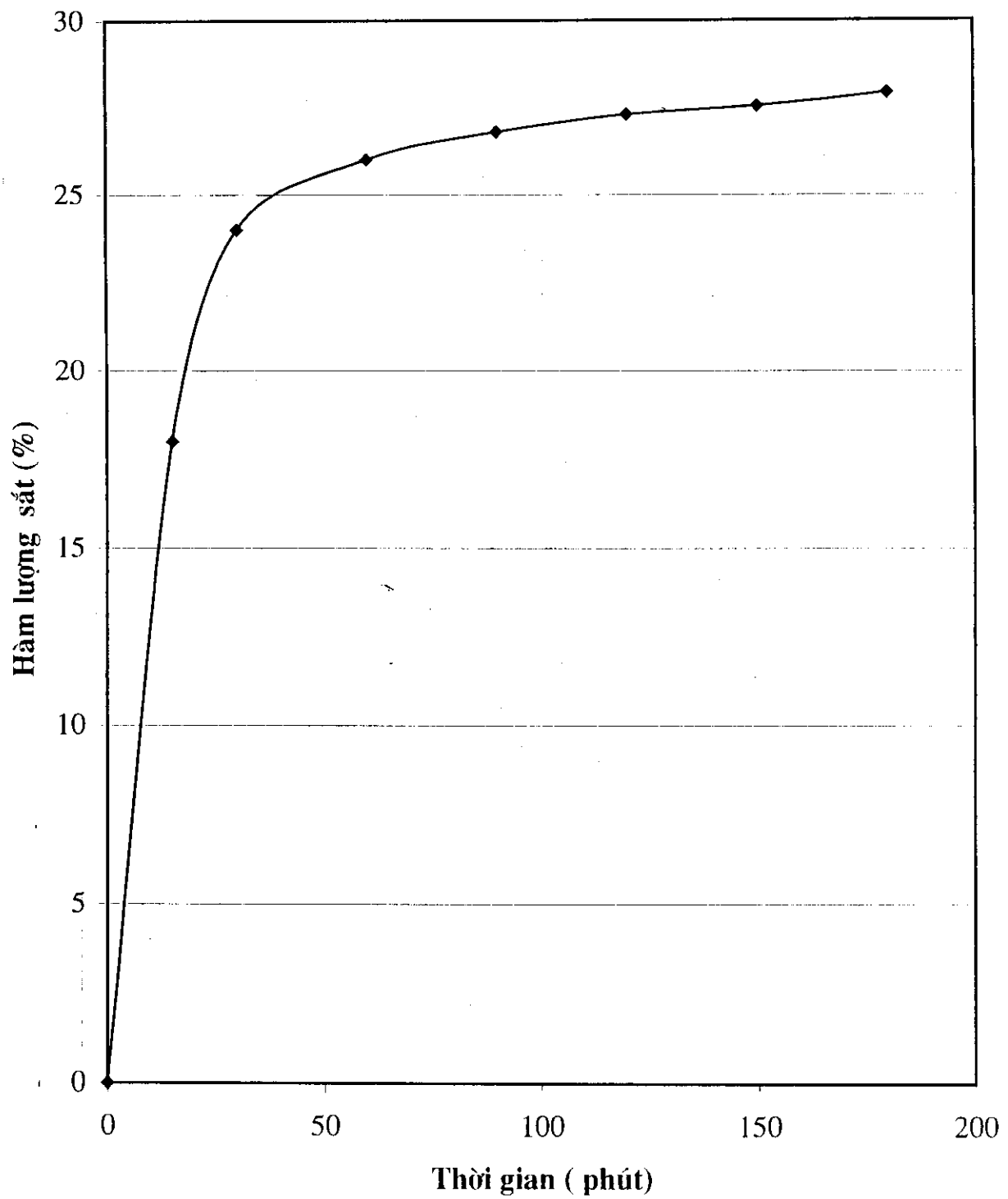
Bảng 7 : Ảnh hưởng của thời gian thiêu đến hàm lượng sắt kim loại trong thiêu phẩm

T.T	Thời gia thiêu (phút)	Hàm lượng Fe kim loại trong thiêu phẩm (%)
1	15	18,0
2	30	24,0
3	60	26,0
4	90	26,8
5	120	27,3
6	150	27,55
7	180	27,92

Kết quả thí nghiệm cho thấy rằng : Tăng thời gian thiêu, hàm lượng sắt kim loại trong thiêu phẩm tăng, tăng mạnh trong thời gian 15-30 phút đầu tiên, sau đó tăng chậm, thực tế từ 150 phút trở đi tăng rất ít điều đó có thể giải thích rằng khi đã hoàn nguyên được 30 phút sắt ôxyt đã được hoàn nguyên khá nhiều (hàm lượng Fe trong thiêu phẩm đã đạt 24%, hàm lượng ôxyt sắt chưa hoàn nguyên còn lại khá nhỏ, nên hoạt độ của FeO nhỏ, dẫn tới tốc độ hoàn nguyên chậm hơn)

Chọn thời gian thiêu hoàn nguyên thích hợp là 150 phút.

Hình 8 : Ảnh hưởng của thời gian thiêu đến hàm lượng sắt kim loại



IV.2.1.3 Ảnh hưởng cỡ hạt than

+ Khảo sát cỡ hạt than (mm) : - 0,1 ; - 0,2 ; + 0,2

+ Trong điều kiện :

- Nhiệt độ 1200°C
- Thời gian 150 phút
- Tỷ lệ than 10%
- Tỷ lệ xô đa 0,5 %
- Liệu ép bánh
- Tỷ lệ nước giấy 10%

+ Kết quả thí nghiệm trình bày trên bảng 8

Bảng 8 : Ảnh hưởng cỡ hạt than đến hàm lượng sắt kim loại trong thiêu phẩm

T.T	Cỡ hạt than (mm)	Hàm lượng Fe kim loại trong thiêu phẩm(%)
1	- 0,1	27,55
2	- 0,2	24,56
3	+ 0,2	24,56

+ Kết quả cho thấy rằng khi tăng cỡ hạt than hàm lượng sắt kim loại giảm. Với cỡ hạt than - 0,1mm cho kết quả tốt. Chọn cỡ hạt than thích hợp : - 0,1mm

IV.2.1.4 Ảnh hưởng của tỷ lệ nước giấy :

+ Khảo sát tỷ lệ nước giấy (%) : 5 ; 8 ; 10 .

+ Trong điều kiện

- Nhiệt độ: 1200 °C
- Thời gian 150 phút
- Tỷ lệ than 10%
- Cỡ hạt than - 0,1mm
- Tỷ lệ xô đa 0,5
- Liệu ép bánh

+ Kết quả thí nghiệm trình bày trên bảng 9

Bảng 9 : Ảnh hưởng của tỉ lệ nước giấy đến hàm lượng sắt kim loại và các tạp chất P, S trong thiêu phẩm

TT	Tỉ lệ nước giấy(%)	Hàm lượng (%)		
		Fe kim loại	S	P
1	5	27,2	0,056	0,02
2	8	27,4	0,054	0,025
3	10	27,55	0,058	0,025

+ Kết quả cho thấy : Hàm lượng sắt kim loại và các tạp chất S, P hầu như không thay đổi khi tăng tỉ lệ nước giấy. Như vậy nước giấy chủ yếu đóng vai trò chất kết dính. Với tỉ lệ nước giấy bằng 10% cho khả năng kết dính để đóng bánh tốt nhất. Vì vậy chọn tỉ lệ nước giấy thích hợp là 10%.

IV.2.1.5 Ảnh hưởng của phương pháp chuẩn bị liệu :

+ Khảo sát điều kiện chuẩn bị liệu: Liệu rời; Liệu ép bánh.

+ Trong điều kiện :

- Nhiệt độ 1200 °C
- Thời gian 150 phút
- Tỉ lệ than 10%
- Tỉ lệ xôđa 0,5%
- Cỡ hạt than - 0,1mm

+ Kết quả thí nghiệm trình bày trên bảng 10

Bảng 10 : Ảnh hưởng của phương pháp chuẩn bị liệu tới hàm lượng Fe kim loại trong thiêu phẩm

TT	Phương pháp chuẩn bị liệu	Tỉ lệ nước giấy	Hàm lượng (Fe %)
1	Liệu rời	0	26,25
2	Liệu rời	10	26,24
3	Liệu ép bánh	10	27,55

+ Kết quả thí nghiệm cho thấy :

Liệu ép bánh cho kết quả cao hơn liệu rời nên chọn phương pháp chuẩn bị liệu là ép bánh

IV.2.1.6 Ảnh hưởng của thiêu oxy hóa trước

Thiêu oxy hóa trước nhằm cải thiện sự hoàn nguyên sắt và giảm bớt hàm lượng S trong thiêu phẩm.

+ Đã thí nghiệm thiêu oxy hóa trước :

Trong điều kiện :

- Môi trường oxy hóa
- Nhiệt độ 1200°C
- Liệu trạng thái tĩnh
- Thời gian 150 phút

Quặng sau khi thiêu oxy hóa có hàm lượng S đã giảm xuống 0,005 % , P: 0,02%

+ Đã dùng quặng đã thiêu oxy hóa (nêu trên) đem thiêu hoàn nguyên trong điều kiện:

- Nhiệt độ 1200°C
- Thời gian 150 phút
- Tỷ lệ than 10%
- Tỷ lệ nước giấy 10%
- Cỡ hạt - 0,1mm
- Tỷ lệ xôđa 0,5%
- Liệu ép bánh

Kết quả nhận được thiêu phẩm có hàm lượng :

Fe	30,7 %
C	0,18 %
S	0,051%
P	0,025%

So sánh kết quả đó với kết quả thiêu hoàn nguyên quặng nguyên (chưa thiêu oxy hóa) ở cùng điều kiện trình bày trên bảng 11.

Bảng 11 : So sánh kết quả thiêu hoàn nguyên

Hàm lượng các nguyên tố trong thiêu phẩm(%)	Quặng nguyên	Quặng đã thiêu oxy hóa trước
Fe	27,55	30,7
C	0,13	0,18
S	0,058	0,051
P	0,025	0,025

Cho thấy rằng : Hàm lượng sắt kim loại trong thiêu phẩm đã được nâng cao từ 27,55% lên 30,7% chứng tỏ điều kiện hoàn nguyên đã được cải thiện hơn. Nhưng hàm lượng S, giảm không đáng kể (từ 0,058 xuống 0,051) có thể giải thích là do lượng lưu huỳnh trong than hoàn nguyên (0,49%S) đưa vào. Vì vậy trong sơ đồ công nghệ sẽ không áp dụng khâu thiêu oxy hoá trước

IV.2.1.7 Ảnh hưởng của tỉ lệ xô đa :

+ Khảo sát tỉ lệ xô đa (%): 0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0

+ Trong điều kiện :

- Nhiệt độ 1200 °C
- Thời gian 150 phút
- Tỉ lệ than 10%
- Cỡ hạt than - 0,1mm
- Tỉ lệ nước giấy 10%
- Liệu ép bánh

+ Kết quả thí nghiệm trình bày trên bảng 12 và giản đồ hình 9

Bảng 12 : Ảnh hưởng của tỉ lệ xô đa đến hàm lượng Fe trong thiêu phẩm

TT	Tỉ lệ xô đa (%)	Hàm lượng Fe (%)
1	0	27,0
2	0,5	27,55
3	1,0	27,0
4	1,5	26,0
5	2,0	25,0

Kết quả thí nghiệm cho thấy rằng với tỉ lệ xô đa 0,5 % cho hàm lượng Fe trong thiêu phẩm cao nhất. Điều đó có thể giải thích như sau : xô đa cho vào làm tăng khả năng hoàn nguyên nhưng khi nhiều quá sẽ làm cho liệu biến mềm do đó sự hoàn nguyên lại kém đi : Chọn tỉ lệ xô đa thích hợp là 0,5%

IV.2.1.8 Ảnh hưởng của tỉ lệ than :

Than đưa vào phối liệu chủ yếu để hoàn nguyên sắt, nhưng trong than có chứa một số tạp chất có hại như P, S ... Vì vậy cần phải chọn được tỉ lệ than thích hợp sao cho thiêu phẩm nhận được có thành phần :

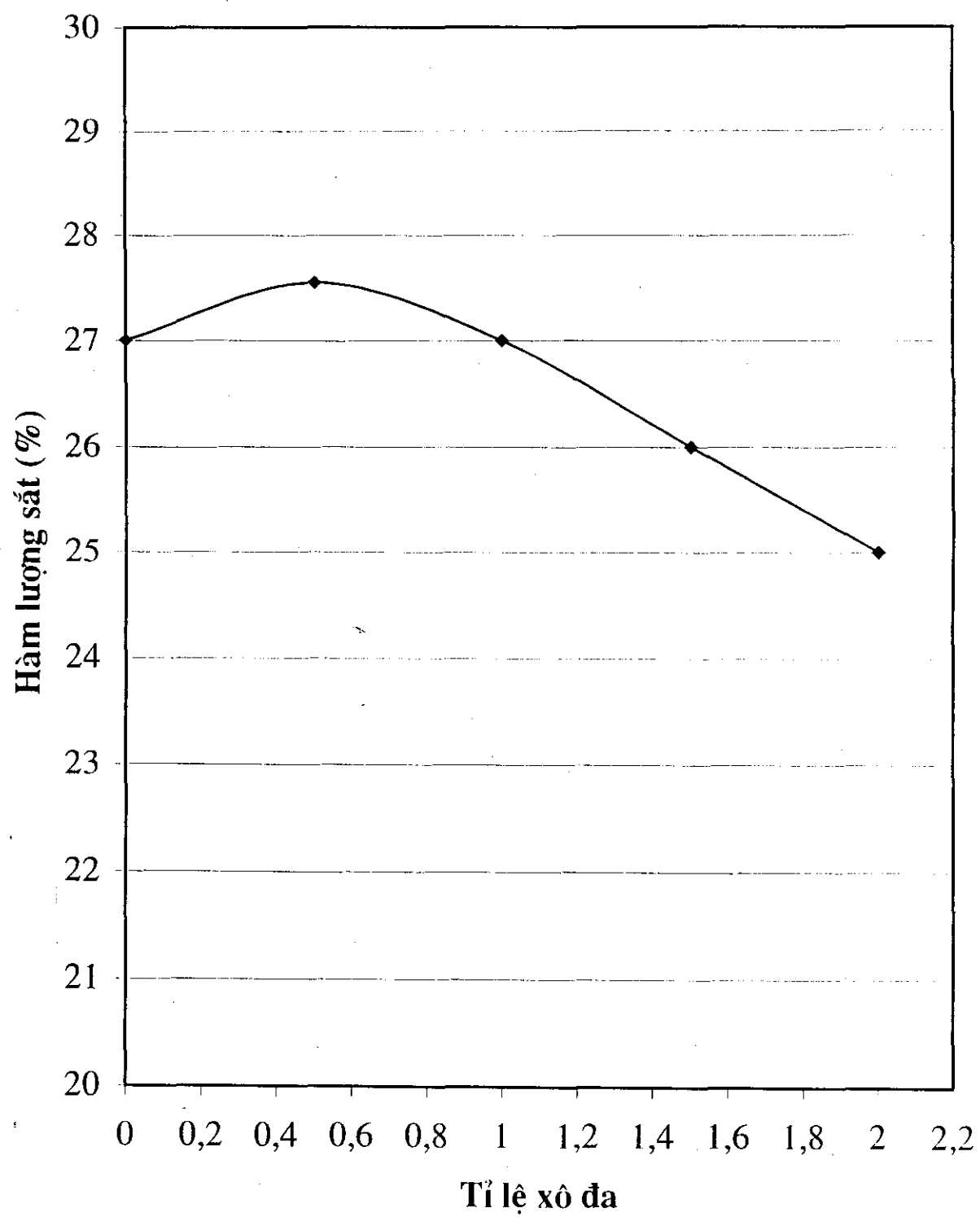
Fe	=	20 - 27 %
C	≤	0.2 %
S	≤	0,03 %
P	≤	0,03 %
TiO ₂	≥	54 %
FeO	=	7 - 9 %

Khảo sát tỉ lệ than (%): 6,6 ; 7 ; 8 ; 9 ; 10; 11; 12 ; 15 ; 16

+ Trong điều kiện :

- Nhiệt độ 1200°C
- Thời gian 150 phút
- Tỉ lệ xô đa 0,5 %
- Cỡ hạt than - 0,1mm

Hình 9 : Ảnh hưởng của tỉ lệ xô đa đến hàm lượng sắt



- Tỷ lệ nước giấy 10 %

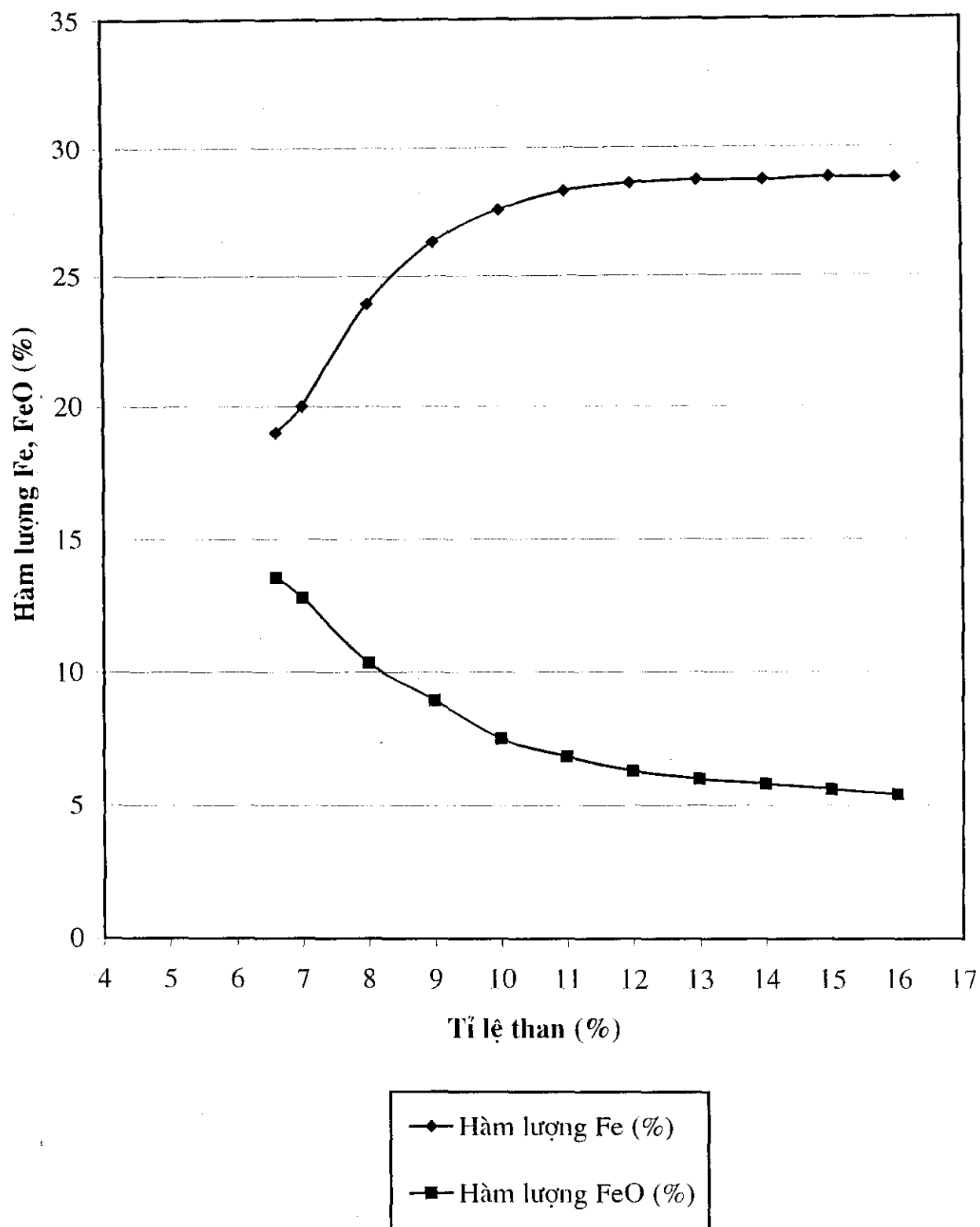
- Liệu ép bánh.

+ Kết quả thí nghiệm trình bày trên bảng 13 và các giản đồ hình : 10,11,12

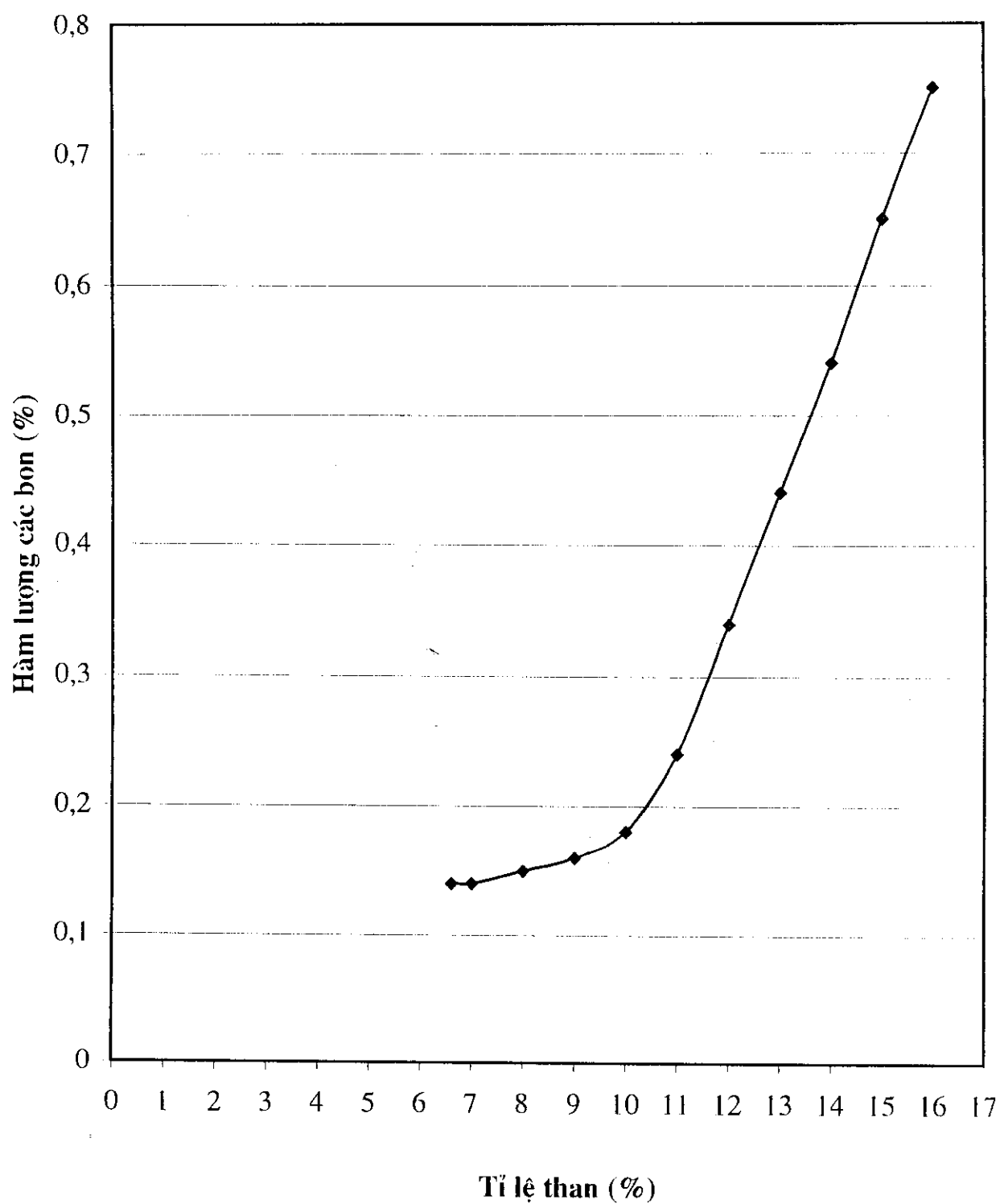
Bảng 13 : Ảnh hưởng của tỷ lệ than đến chất lượng thiêu phẩm

T.T	Tỷ lệ than(%)	Hàm lượng (%)					
		Fe	FeO	C	S	P	TiO ₂
1	6,6	19,00	13,54	0,14	0,038	0,025	58,0
2	7,0	20,00	12,80	0,14	0,040	0,020	58,2
3	8,0	23,90	10,34	0,15	0,045	0,020	60,1
4	9,0	26,30	8,94	0,16	0,050	0,025	60,1
5	10,0	27,55	7,50	0,18	0,058	0,025	60,2
6	11,0	28,30	6,84	0,24	0,072	0,025	60,1
7	12,0	28,60	6,30	0,34	0,094	0,025	60,3
8	13,0	28,70	6,00	0,44		0,020	60,1
9	14,0	28,70	5,80	0,54		0,020	61,4
10	15,0	28,80	5,60	0,65			
11	16,0	28,76	5,40	0,75			

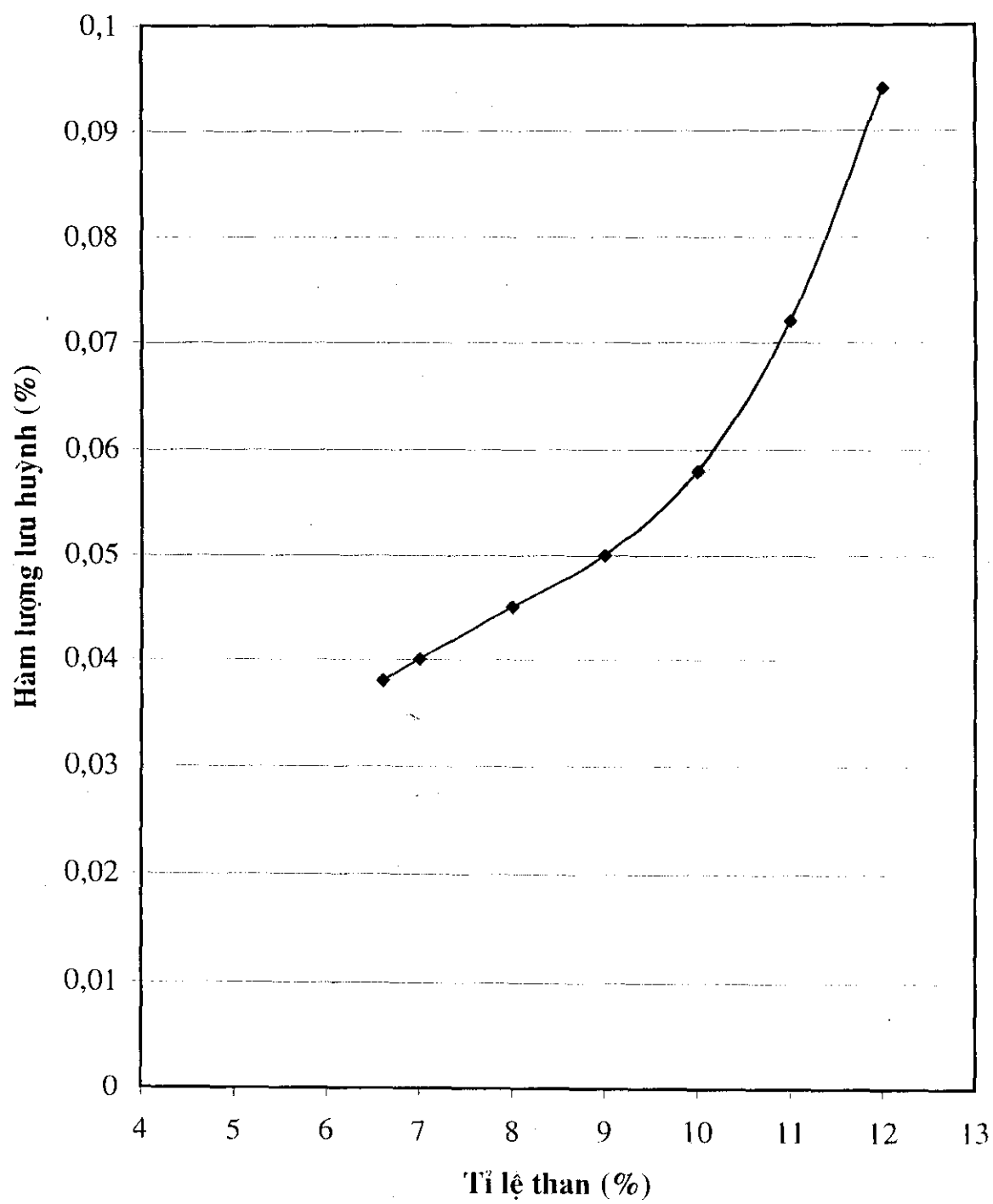
Hình 10 : Ảnh hưởng của tỉ lệ than đến chất lượng thiêu phẩm



Hình 11 : Ảnh hưởng của tỉ lệ than đến hàm lượng các bon



Hình 12 : Ảnh hưởng của tỉ lệ than đến hàm lượng lưu huỳnh



+ Từ giản đồ hình 10 cho thấy tăng tỉ lệ than hàm lượng Fe tăng còn hàm lượng FeO giảm, nghĩa là mức độ hoàn nguyên tăng. Điều này có thể giải thích : khi tăng than nghĩa là tăng lượng các bon cho các phản ứng hoàn nguyên (1), (2), (3), (4), do đó tăng được mức độ hoàn nguyên. Khi tỉ lệ than đã tăng tới 10% thì hàm lượng sắt kim loại tăng rất chậm, hàm lượng FeO giảm rất ít đó là do sắt đã được hoàn nguyên đại bộ phận, hàm lượng FeO còn lại không nhiều (7,5%) nghĩa là hoạt độ của FeO nhỏ hơn do đó khả năng hoàn nguyên kém hơn. Hơn nữa sản phẩm đã tạo dụng dịch rắn tương tự anôxôvít, nên khả năng hoàn nguyên FeO khó hơn.

Theo mục tiêu đề tài sản phẩm cần đạt $Fe = 20-27 \%$. $FeO \leq 7-9 \%$ cho nên chọn tỉ lệ than thích hợp : $9-10 \%$

+ Từ giản đồ hình 11 cho thấy tăng tỉ lệ than tới 10% hàm lượng các bon trong thiêu phẩm tăng, nhưng tăng chậm, khi tỉ lệ than chưa vượt quá 10% thì hàm lượng C trong thiêu phẩm tăng nhiều. Theo mục tiêu của đề tài cần nhận thiêu phẩm có hàm lượng $C \leq 0,2\%$ cho nên chọn tỷ lệ than thích hợp là $9\% - 10\%$.

Từ giản đồ hình 12 cho thấy khi tăng tỉ lệ than hàm lượng S trong thiêu phẩm tăng. Hàm lượng S thấp nhất chỉ đạt 0,038%.

Nhận xét chung :

Từ kết quả thí nghiệm trên bảng 13 và các giản đồ hình 10, 11, 12. Kết hợp với mục tiêu đề tài nhận được sản phẩm :

Fe	=	20 - 27 %
FeO	=	7 - 9 %
C	≤	0.2 %
S	≤	0,03 %
P	≤	0,03 %
TiO ₂	≥	54 %

Chọn tỉ lệ than thích hợp là $9-10\%$. ở điều kiện này hàm lượng S còn hơi cao : (0,05 - 0,058%). Tuy nhiên với chất lượng than antraxit Việt Nam thì đây là kết quả có thể chấp nhận được.

IV.2.1.9 Ảnh hưởng của loại than đến hàm lượng lưu huỳnh trong thiêu phẩm

Kết quả thí nghiệm bảng 13 chỉ ra rằng : tăng than, hàm lượng lưu huỳnh trong thiêu phẩm tăng, nghĩa là than hoàn nguyên cũng ảnh hưởng nhiều đến chất lượng thiêu phẩm.

Trong đề cương đề tài dự kiến dùng than antraxit làm chất hoàn nguyên nhưng với tỉ lệ than thích hợp thiêu phẩm nhận được có hàm lượng lưu huỳnh thấp nhất mới đạt 0,58% (còn cao hơn yêu cầu), vì vậy cần phải khảo sát một số loại than khác. Đã tiến hành thí nghiệm với các loại than :

- Than antraxit Quảng Ninh
- Than cốc Thái Nguyên
- Than mỡ Núi Hồng
- Than mỡ Trung Quốc
- Than củi

Kết quả thí nghiệm thiêu hoàn nguyên ở điều kiện thích hợp với từng loại than trình bày trên bảng 14.

Bảng14 : Ảnh hưởng của loại than đến hàm lượng lưu huỳnh trong thiêu phẩm

T.T	Than hoàn nguyên		Hàm lượng các nguyên tố trong thiêu phẩm (%)	
	Loại than	% S	Fe	S
1	Than mỡ Núi Hồng	1,0	27,92	0,14
2	Than cốc Thái Nguyên	0,83	27,36	0,11
3	Than antraxit Quảng Ninh	0,57	27,55	0,058
4	Than mỡ Trung Quốc	0,44	26,80	0,05
5	Than củi (15%)	0,05	27,92	0,043
6	Than củi (10%)	0,05	25,13	0,02

Từ kết quả thí nghiệm cho thấy:

- Hàm lượng S trong thiêu phẩm thay đổi phụ thuộc vào hàm lượng S trong than hoàn nguyên, nó giảm khi hàm lượng S trong than giảm, cụ thể nó giảm từ thí nghiệm 1 đến thí nghiệm 6.

Thiêu phẩm ứng với than antraxit Quảng Ninh và than mỡ TQ có hàm lượng S tương đối thấp, bằng 0,058% và 0,05%. Thiêu phẩm ứng với than củi có hàm lượng S rất thấp 0,02%. Như vậy than củi là chất hoàn nguyên tốt nhất, than antraxit và than mỡ Trung quốc do hàm lượng lưu huỳnh khá cao nên phải qua xử lý tuyển khoáng.

IV.2.1.10 Kết quả thí nghiệm tổng hợp các thông số thích hợp trong quy mô phòng thí nghiệm :

Đã tiến hành thí nghiệm thiêu hoàn nguyên dùng hai loại than : antraxit Quảng Ninh và than mỡ Trung Quốc trong điều kiện sau :

- Nhiệt độ 1200°C
- Thời gian 150 phút
- Tỷ lệ nước giấy 10%
- Liệu ép bánh
- Tỷ lệ xô đa 0,05%
- Cỡ hạt than - 0,1mm
- Tỷ lệ than 10; 11,5%

Tương ứng với than antraxit Quảng Ninh và than mỡ Trung quốc.

Kết quả thí nghiệm trình bày trên bảng 15

Bảng 15: Kết quả thí nghiệm tổng hợp các thông số thích hợp

Loại than	Hàm lượng các nguyên tố trong thiêu phẩm (%)						
	Fe	FeO	Fe ₂ O ₃	C	S	P	TiO ₂
Than-antraxit Quảng Ninh	27,55	7,5	1,5	0,18	0,058	0,025	60,2
Than mỡ Trung Quốc	26,88	8,9	1,8	0,08	0,05	0,025	59,2
Tiêu chuẩn STH7.20- TQ	20 - 27	7 - 9	-	≤ 0,2	≤ 0,03	≤ 0,03	≥ 54,0

Kết quả thí nghiệm cho thấy hàm lượng các nguyên tố trong cả hai trường hợp : than antraxit và than mỡ nói chung đều đạt tiêu chuẩn STH7.20 của Trung Quốc, riêng hàm lượng lưu huỳnh còn hơi cao. Tuy nhiên hàm lượng TiO₂ cao hơn của Trung Quốc nhiều.

IV.2.2. Kết quả thí nghiệm quy mô mở rộng :

Tiến hành thí nghiệm thiêu hoàn nguyên trong lò hộp đốt than. Thí nghiệm ở điều kiện thích hợp của quy mô phòng thí nghiệm, sau đó có điều chỉnh cho phù hợp với quy mô lò mở rộng. Tổng số lượng quặng đã thí nghiệm 40 kg . Mỗi thí nghiệm 4-12 kg.

+ Điều kiện thí nghiệm một mẻ :

- Nhiệt độ 1200 - 1250°C

- Thời gian giữ nhiệt 150 - 180 phút.

- Tỷ lệ xô đa 0,5%

- Liệu ép bánh, cỡ hạt than -0,1 mm .

- Tỷ lệ than 6,6 - 10 % và 8 - 12 % tương ứng với than antraxit Quảng Ninh và than mỡ Trung Quốc. Riêng thí nghiệm M8 đã dùng than antraxit qua tuyển, hàm lượng lưu huỳnh nhỏ bằng 0,26%.

- Để nguội tự nhiên. Thiêu phẩm nhận được đều qua tuyển từ (H = 400 Oe)

+ Kết quả thí nghiệm trình bày trên bảng 16.

Bảng 16 : Kết quả thí nghiệm quy mô mở rộng

Kí hiệu	Tỷ lệ than (%)			Hàm lượng các nguyên tố trong thiêu phẩm (%)							
	AT	TM	Tổng	TiO ₂	Fe	FeO	C	S			P
								VM	QH	ĐC	
M1	10,0	0	10,0	61	29,16	3,97	0,18	0,072	0,086		0,025
M2	9,0	0	9,0	61,2	27,95	6,84	0,13	0,070	0,083	0,12	0,02
M3	6,6	0	6,6	58,3	20,10	6,18	0,07	0,05			0,02
M4	0	12,0	12,0	58,55	26,52	4,72	0,05	0,06	0,061	0,07	0,022
M5	0	11,5	11,5	58,97	27,08	2,86	0,06	0,057		0,07	0,02
M6	0	10,0	10,0	58,98	25,76	1,81	0,06	0,04		0,04	0,02
M7	0	8,0	8,0	58,46	17,87	13,19	0,03	0,038			0,02
M8	9	0	9	61,2	29,87	3,4	0,03	0,01	0,01	0,01	0,02

AT : Than antraxit

TM : Than mỡ Trung Quốc

VM : Viện nghiên cứu Mỏ và Luyện kim phân tích

QH : Công ty que hàn Hữu nghị phân tích

ĐC : Trung tâm phân tích thí nghiệm địa chất phân tích

+ Từ kết quả cho thấy :

- Với cùng một tỷ lệ than hoàn nguyên, hàm lượng Fe kim loại của thí nghiệm quy mô mở rộng cao hơn quy mô phòng thí nghiệm; nghĩa là mức độ hoàn nguyên Fe cao hơn, điều kiện hoàn nguyên thuận lợi hơn. Đó là do khi đốt than gia nhiệt cho lò, đã duy trì môi trường hoàn nguyên có chứa khí CO.

- Khi dùng than mỡ TQ, hàm lượng S trong thiêu phẩm thấp hơn khi dùng than antraxit. Khi dùng than antraxit đã qua xử lý tuyển khoáng, do hàm lượng lưu huỳnh nhỏ (bằng 0,26 %) nên thí nghiệm M8 cho kết quả tốt nhất, hàm lượng các nguyên tố: TiO_2 , Fe, FeO, C, S, P đều đạt tiêu chuẩn STH7.20 Trung Quốc. Chọn điều kiện thiêu hoàn nguyên của thí nghiệm M8 là điều kiện thiêu tối ưu. Kết quả trên là cơ sở đáng tin cậy để tiến tới sản xuất inmenhit hoàn nguyên từ nguyên liệu Việt nam.

IV.3. Kết quả thí nghiệm tuyển từ

Mục tiêu của thí nghiệm tuyển từ là tách một phần tro than còn lại sau khi thiêu hoàn nguyên.

Đã dùng thiêu phẩm của thí nghiệm mở rộng để thí nghiệm tuyển từ. Đó là thiêu phẩm nhận được khi dùng than antraxit và than mỡ TQ làm chất hoàn nguyên (tương ứng tỉ lệ than 9% và 10%).

Đã thí nghiệm tuyển từ với cường độ từ trường 400 Oe. Kết quả thí nghiệm trình bày trên bảng 17

Bảng 17 : Kết quả thí nghiệm tuyển từ với $H = 400$ Oe

TT	Loại than hoàn nguyên	Tên sản phẩm	Khối lượng (g)	Thu hoạch (%)	Hàm lượng các nguyên tố (%)									Phân bố TiO_2 %
					TiO_2	Fe	FeO	C	S	P	SiO_2	≠	Σ	
1	AT	Phần có từ (M2)	1760	99,43	61,20	27,95	6,84	0,13	0,07	0,02	3,33	0,46	100	99,8
		Phần không từ	10	0,57	21,12	2,70	0,20	0,20	0,05	0,025	54,39	21,31	100	0,2
		Phần ban đầu	1770	100,00	60,98	27,80	6,30	0,13	0,07	0,025	3,62	1,07	100	100,00
2	TM	Phần có từ (M6)	1827	99,50	58,98	25,76	1,81	0,06	0,04	0,02	3,20	10,13	100	99,83
		Phần không từ	9	0,50	20,18	4,21	0,10	0,12	0,03	0,025	55,10	20,23	100	0,17
		Phần ban đầu	1836	100,00	58,79	25,65	1,79	0,06	0,04	0,02	3,46	10,19	100	100,00

+ Từ kết quả trên bảng 17 cho thấy rằng : Trong cả hai thí nghiệm đều cho kết quả tương đương nhau

- Phần có từ (được xem là sản phẩm tuyển) thu hoạch 99,43% và 99,5% có hàm lượng TiO_2 và sắt kim loại cao hơn mẫu đầu một chút, còn hàm lượng SiO_2 giảm hơn mẫu đầu

- Phần không từ, thu hoạch 0,57% và 0,5% có hàm lượng SiO_2 rất cao : 54,39% và 55,10%, còn hàm lượng TiO_2 và sắt kim loại rất thấp.

- Kết quả trên có thể giải thích như sau : hầu hết sắt ôxyt trong Inmenhit đã được hoàn nguyên thành sắt kim loại nên bị nhiễm từ mạnh, được chuyển hầu hết vào phần có từ. Do sắt kim loại vẫn còn ở trạng thái liên kết với TiO_2 , Ti_2O_3 , Ti_3O_5 nên Titan cũng đi theo sắt và chuyển vào phần có từ. Phần không từ chủ yếu là SiO_2 , một phần titan, một phần nhỏ sắt kim loại, thu hoạch nhỏ, có thể xem là sản phẩm thải.

- Phân bố TiO_2 vào phần có từ là 99,8% và 99,83%.

IV.4 Kết quả nghiên cứu thành phần khoáng của Inmenhit hoàn nguyên sau khi tuyển từ

Mẫu sản phẩm Inmenhit hoàn nguyên được nghiên cứu chụp ảnh kim tương và phân tích X- rây, so sánh với mẫu tiêu chuẩn của Trung Quốc.

IV.4.1 Chụp ảnh kim tương

Mục đích chụp ảnh kim tương là xác định được sắt hoàn nguyên tồn tại trong sản phẩm như thế nào. Để thực hiện được điều đó đã tiến hành chụp ảnh kim tương các mẫu quặng nguyên, mẫu quặng đã hoàn nguyên quy mô thí nghiệm mở rộng và tuyển từ, mẫu quặng đã hoàn nguyên sau khi hòa tan sắt, mẫu Inmenhit hoàn nguyên của Trung Quốc để so sánh đối chứng.

Kết quả chụp ảnh kim tương trình bày trên hình 13, 14, 15, 16, 17, 18, 19, 20

+ Kết quả cho thấy :

- Hình 13 là ảnh Inmenhit chưa hoàn nguyên, các hạt quặng có đường nét trên hình, rõ ràng.

- Hình 14 là ảnh quặng đã hoàn nguyên, các hạt quặng đã biến dạng hình thể, xuất hiện những lỗ xộp và đặc biệt đã xuất hiện những chấm vết sáng so với nền quặng. Đó là những hạt sắt đã được hoàn nguyên từ Inmenhit, chúng phân bố rải rác trong các hạt quặng Inmenhit.

- Hình 15 là quặng đã hoàn nguyên, trong hạt quặng có rất nhiều chấm trắng nhỏ là các hạt sắt được hoàn nguyên.

- Hình 16 là ảnh của mẫu đã chụp trên hình 15 nhưng đã được hòa tan sắt kim loại bằng dung dịch muối, chỉ làm tan sắt kim loại, không tan các sản phẩm còn lại. Do đó các chấm trắng trên hình 15 đã biến mất nhường cho nó là các vết chấm đen do sắt kim loại đã được hòa tan để lại.

Từ đây có thể khẳng định các hạt chấm trắng đó là các hạt sắt kim loại.

- Hình 17 Là ảnh mẫu Inmênhít hoàn nguyên của Trung Quốc, hình ảnh các hạt sắt kim loại cũng giống như mẫu của Việt Nam trình bày trên hình 15.

- Hình 18, 19, 20 là ảnh của mẫu Trung Quốc, Việt Nam (phóng đại 450 lần) cho thấy các chấm sáng trong các hạt quặng ở mẫu Việt Nam và Trung Quốc tương tự nhau. Ở hình 20 còn cho rõ hơn các hình ảnh của các hạt sắt mẫu sáng rất to ở bên trong và bên ngoài hạt quặng.

- Như vậy kết quả chụp ảnh kim tương cho thấy: quặng Inmênhít đã được hoàn nguyên, các hạt sắt được tạo thành tương đương mẫu chuẩn của Trung Quốc. Sắt kim loại đã tạo thành những hạt nhỏ phân tán trong hạt quặng Inmênhít có thể nhìn thấy được qua kính phóng đại 75 - 450 lần.

IV.4.2 Kết quả phân tích X - rây :

Để thấy rõ được thành phần khoáng của mẫu No2 (MR2) so sánh với mẫu Inmênhít hoàn nguyên tiêu chuẩn của Trung Quốc, đã tiến hành phân tích X-rây trên máy SIMENS D5000 thuộc trung tâm phân tích quang phổ Viện khoa học vật liệu - Trung tâm khoa học tự nhiên và công nghệ Quốc gia thực hiện.

Đã tiến hành phân tích mẫu quặng Inmênhít (ký hiệu I4), mẫu inmênhít hoàn nguyên (ký hiệu MR2), mẫu inmênhít hoàn nguyên của Trung Quốc (ký hiệu TQ).

Kết quả phân tích trình bày trên hình : 21, 22, 23, 24, 25.

- Giải đồ trên hình 21 cho thấy thành phần khoáng của quặng chủ yếu là Inmênhít có công thức FeTiO_3 , được đặc trưng bởi các vạch màu đỏ, ngoài ra còn phát hiện thấy $\text{Fe}_2\text{Ti}_3\text{O}_9$, $\text{FeO}(\text{OH})$, MnFe_2O_4 .

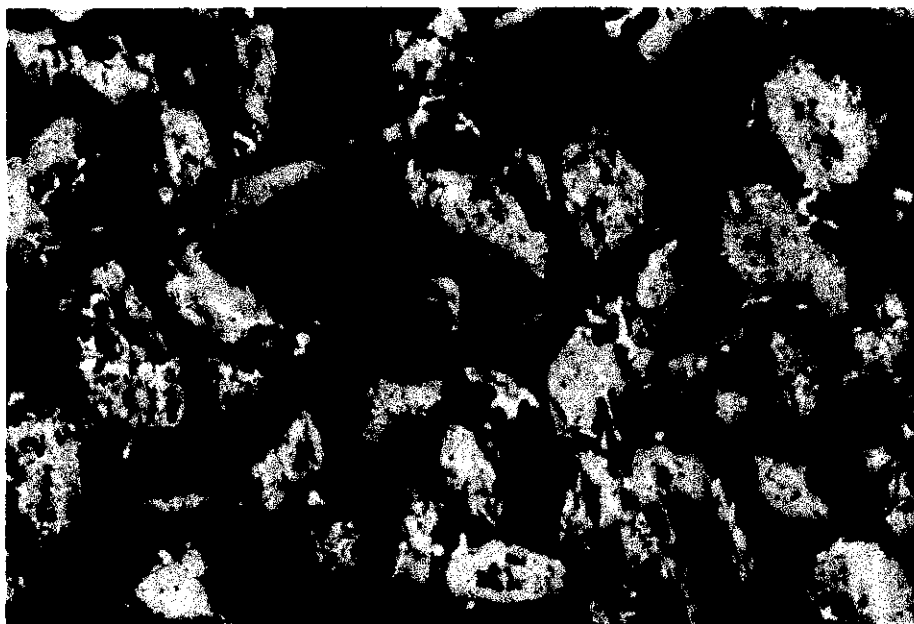
- Giải đồ trên hình 22 biểu thị cho mẫu quặng đã hoàn nguyên, các vạch đặc trưng cho Inmênhít (FeTiO_3), màu đỏ đã được thay thế bằng các vạch cũng màu đỏ, nhưng khác về vị trí và cường độ, đó là các vạch đặc trưng cho sắt kim loại.

- Giải đồ trên hình 23 biểu thị cho mẫu Inmênhít hoàn nguyên của Trung Quốc, các vạch đặc trưng cho sắt kim loại có cùng vị trí với mẫu MR2 của Việt Nam, và tương đương cường độ. Ngoài ra còn thấy xuất hiện những pha giống nhau giữa mẫu MR2 và mẫu TQ như : TiO_2 ở dạng Rutin, $\text{Fe}_3\text{Ti}_3\text{O}_{10}$.

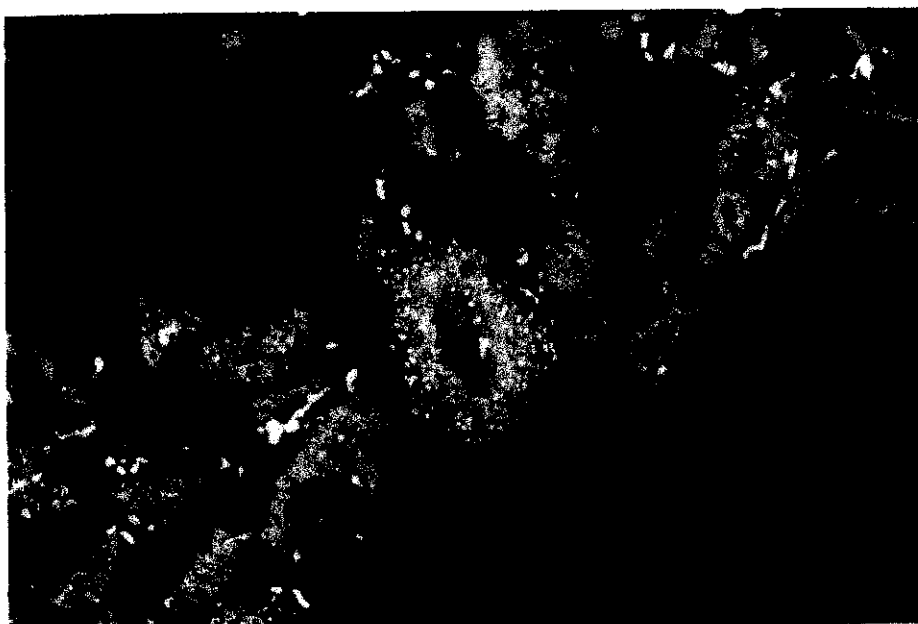
- Hai giản đồ trên hình 24 là giản đồ ghép từ hai giản đồ hình 22 và hình 23 để so sánh. Kết quả cho thấy hai giản đồ tương tự nhau.
- Giản đồ hình 25 là giản đồ biểu thị cho mẫu MR2.
- Như vậy có thể kết luận: Mẫu quặng Imênhít hoàn nguyên của Việt Nam MR2 có thành phần khoáng tương đương mẫu của Trung Quốc.



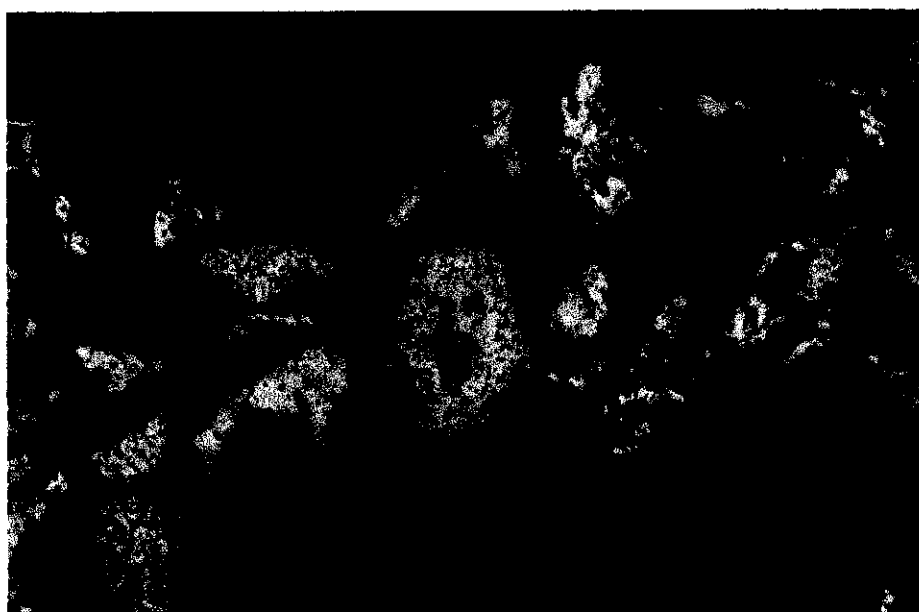
Hình 13: Ảnh kim tương quặng Imênhít Cẩm Xuyên : P.Đ.75L



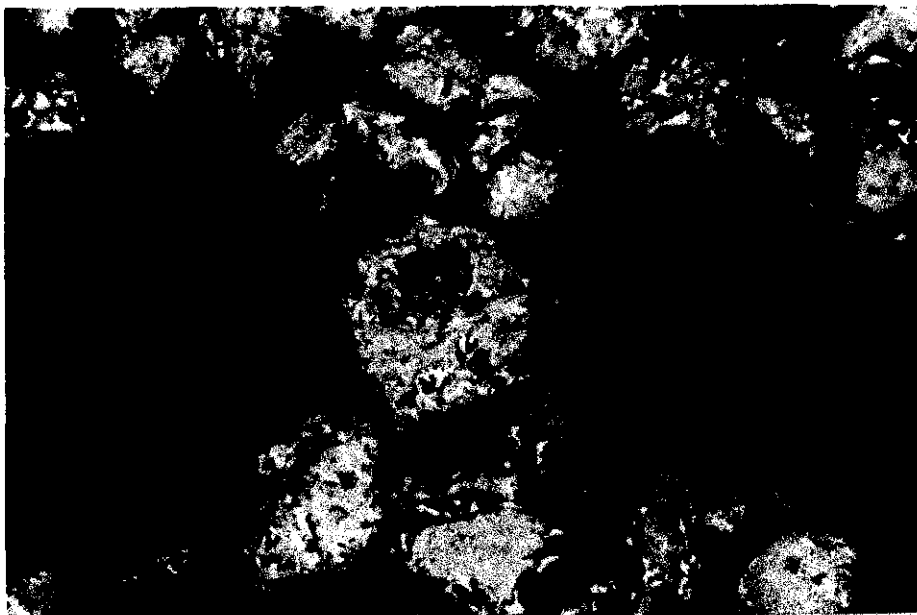
**Hình 14: Ảnh kim tương quặng Imênhít Cẩm Xuyên
đã hoàn nguyên (MR2): P.Đ.75L**



Hình 15: Ảnh kim tương quặng Imênhít Cẩm Xuyên đã hoàn nguyên (MR2) : P.Đ.75L



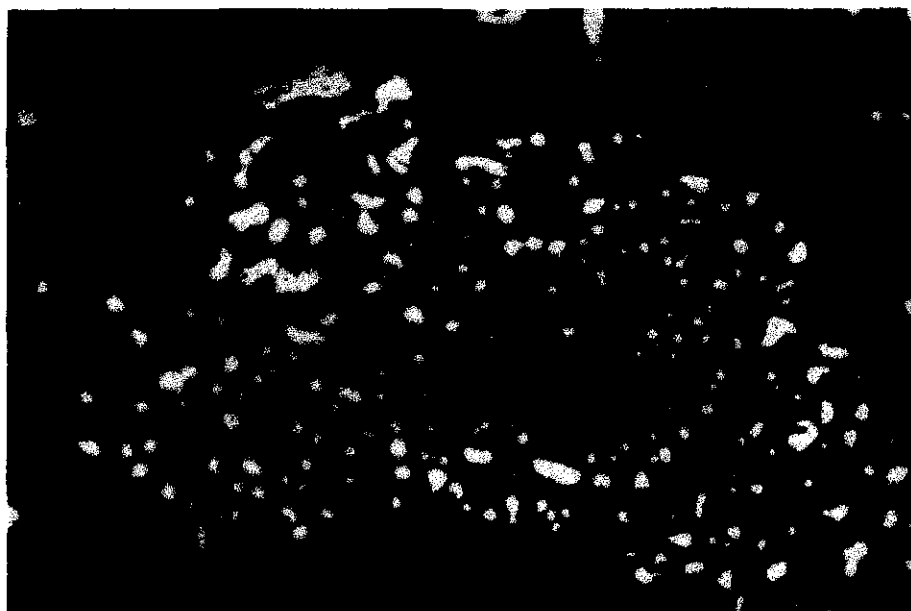
Hình 16: Ảnh kim tương mẫu Imênhít hoàn nguyên (MR2) sau khi hoà tách Fe kim loại PĐ.75L



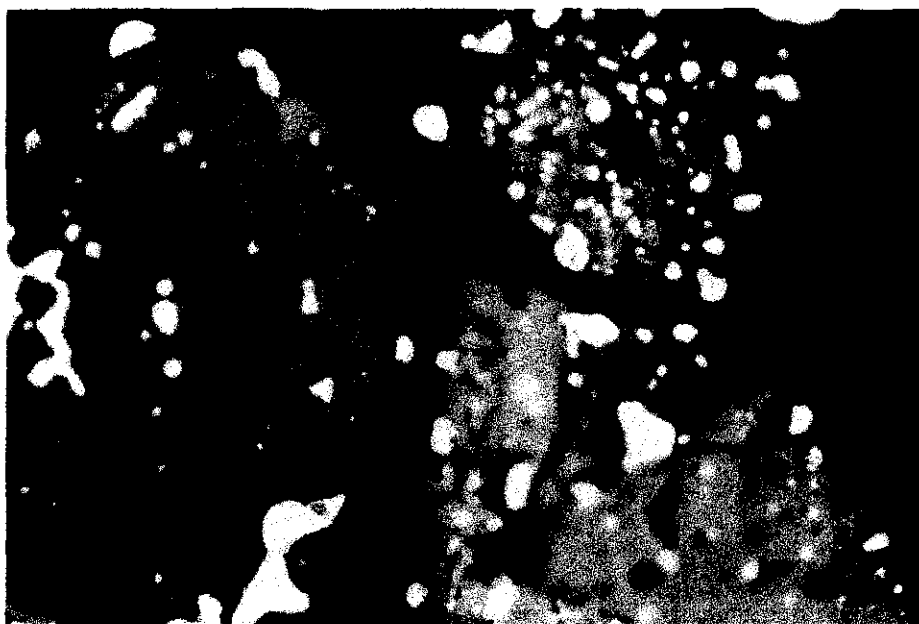
17: Ảnh kim tương mẫu Imênhít hoàn nguyên TQ : PĐ.75L



Hình 18: Ảnh kim tương Imênhít TQ hoàn nguyên : PĐ.450L

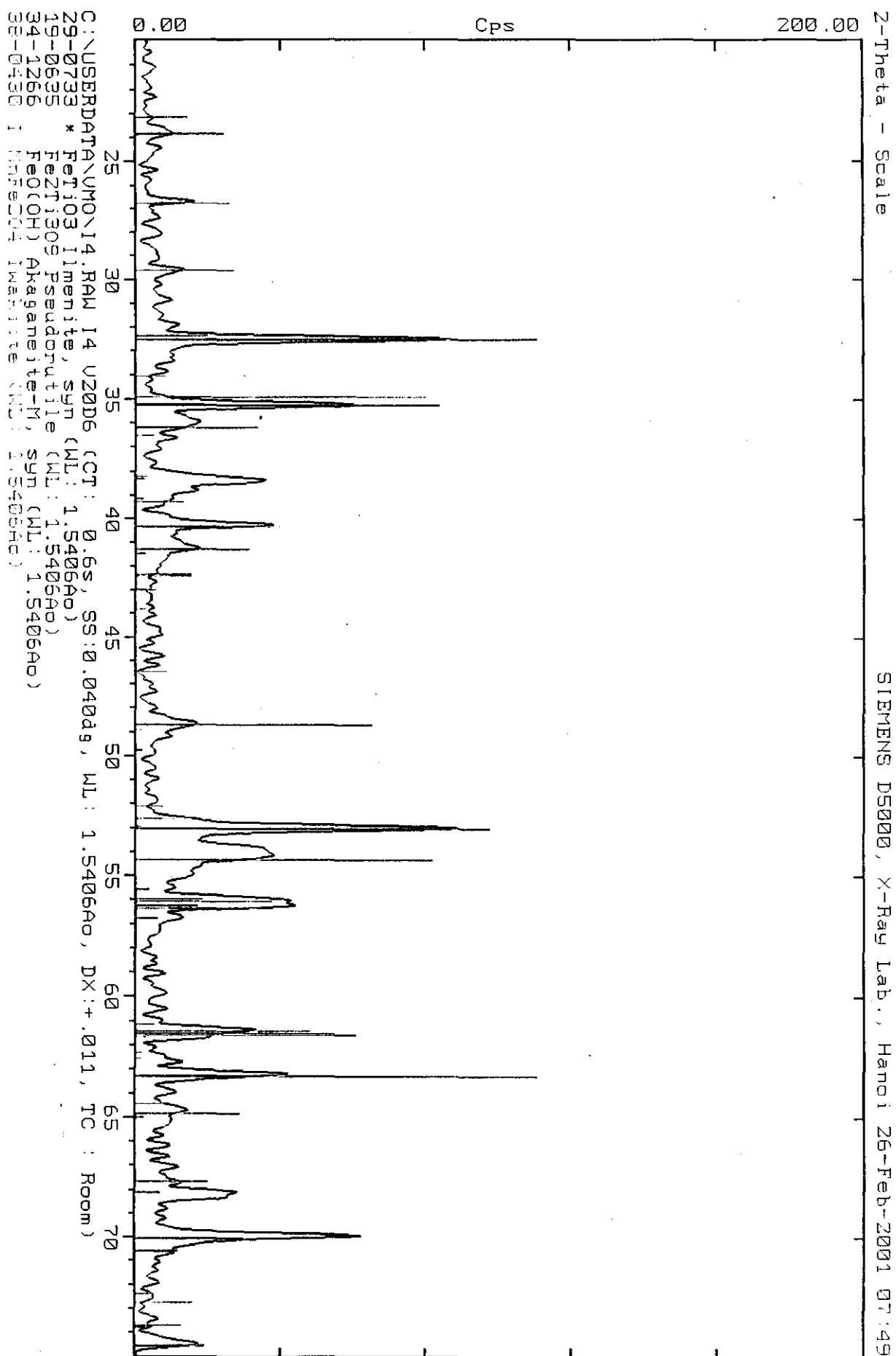


Hình 19: Ảnh kim tương mẫu Imênhit hoàn nguyên (MR2) : PĐ.450L

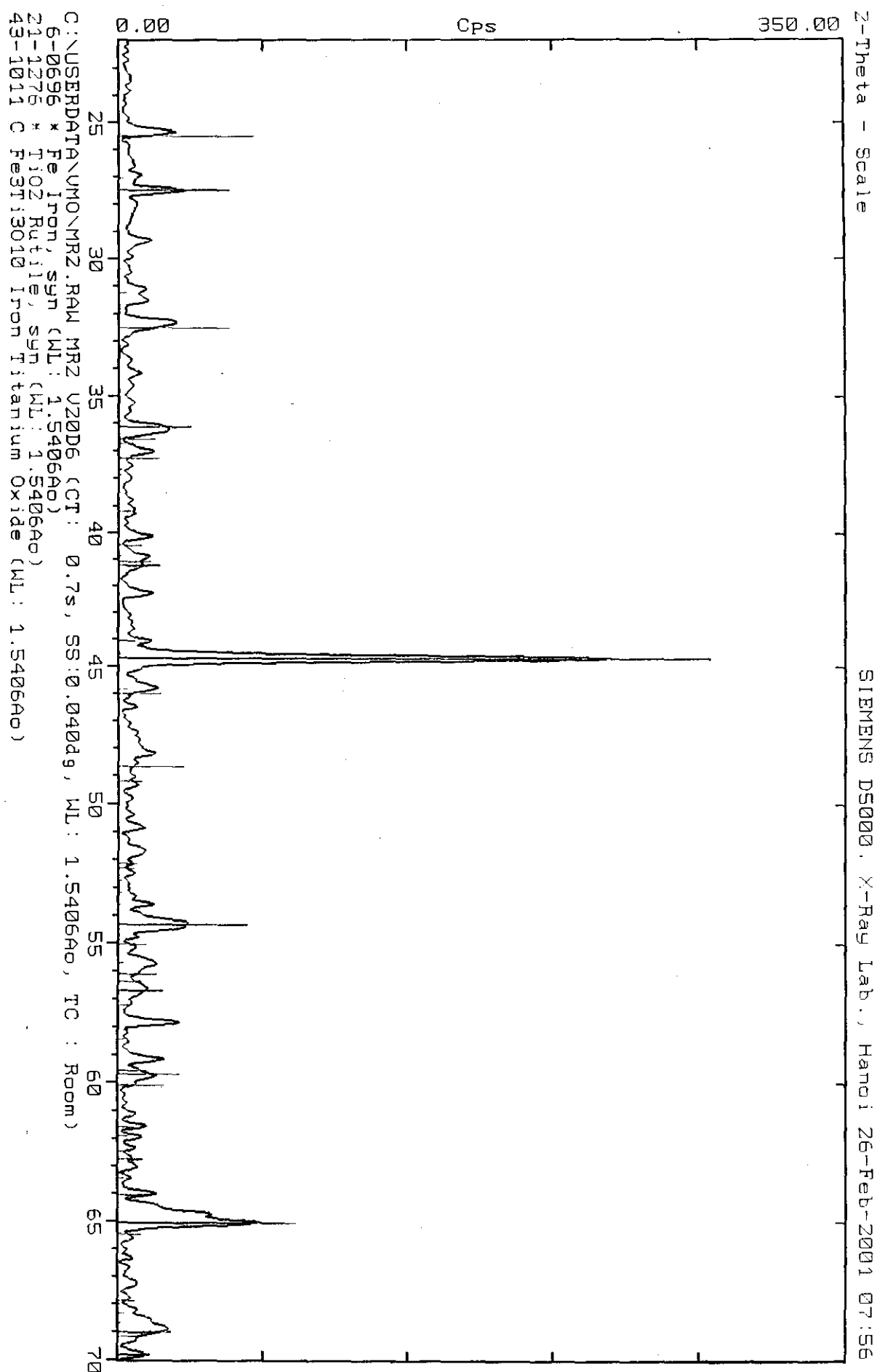


Hình 20: Ảnh kim tương mẫu Imênhit hoàn nguyên (MR2) : PĐ.450L

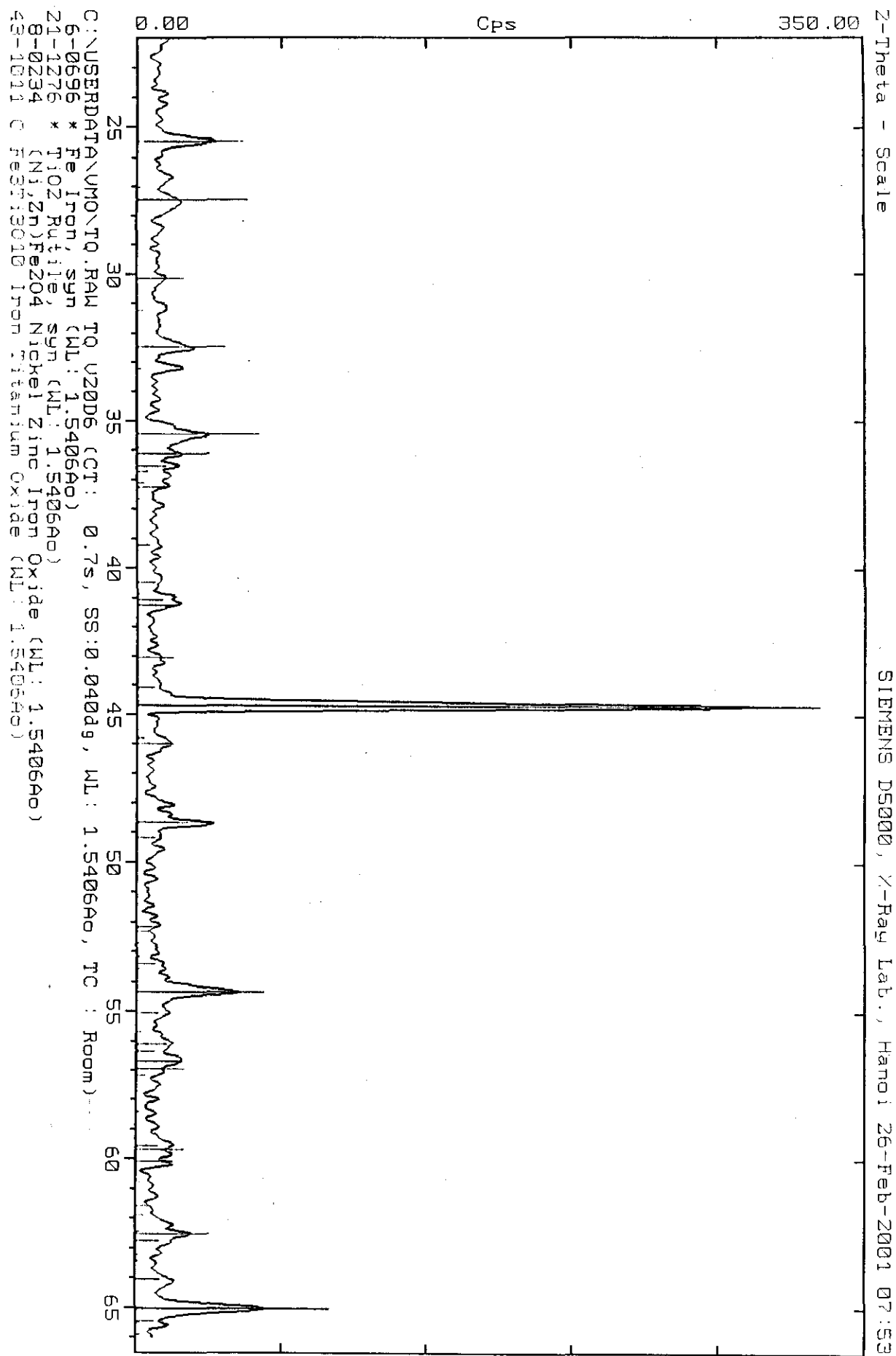
Hình 21 : Giải đồ phân tích X-Ray mẫu quặng tinh Inmênhit trước khi hoàn nguyên



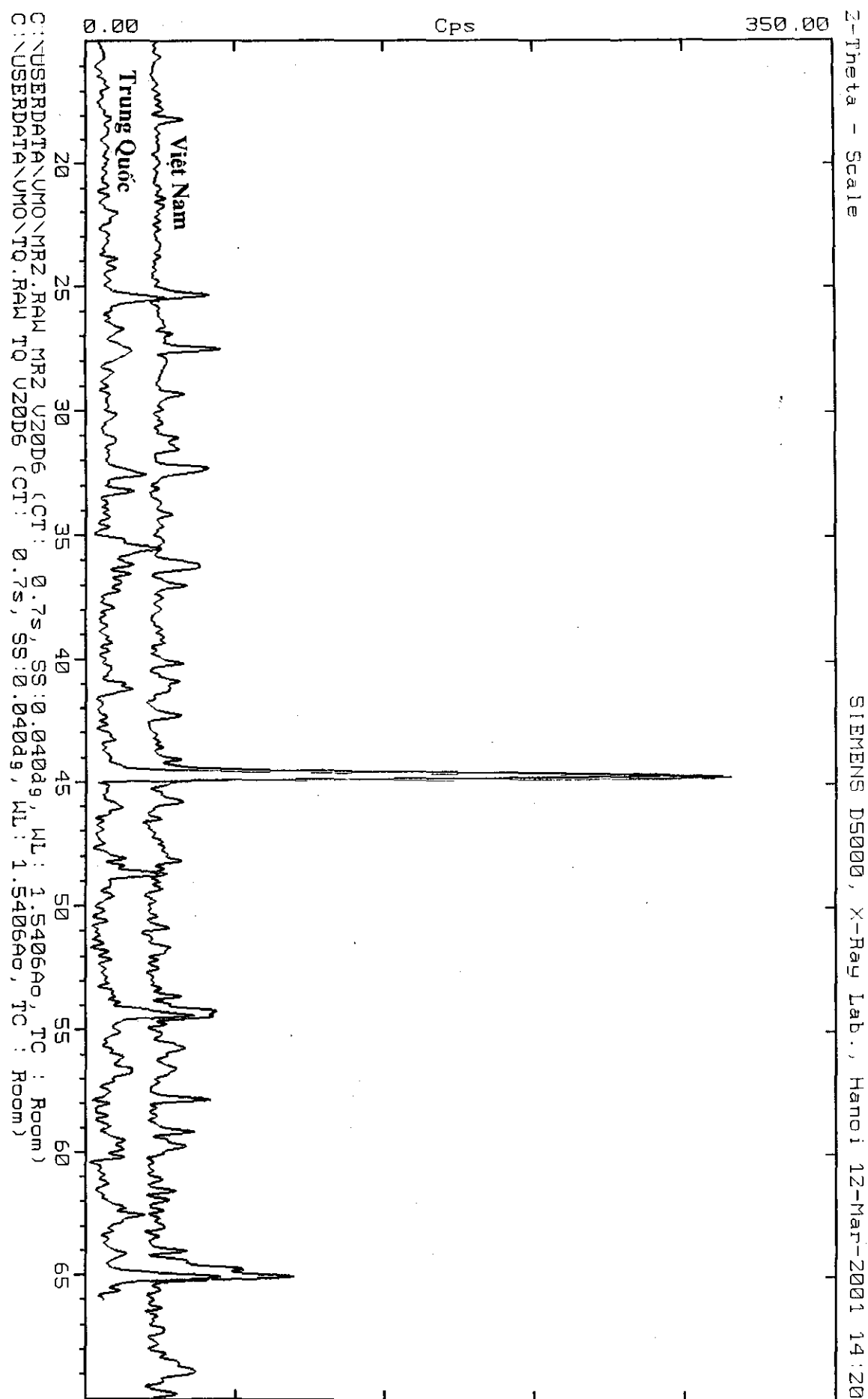
Hình 22 : Giải đồ phân tích X-Ray mẫu quặng tinh Inmênhit
sau khi hoàn nguyên (N_o 2)



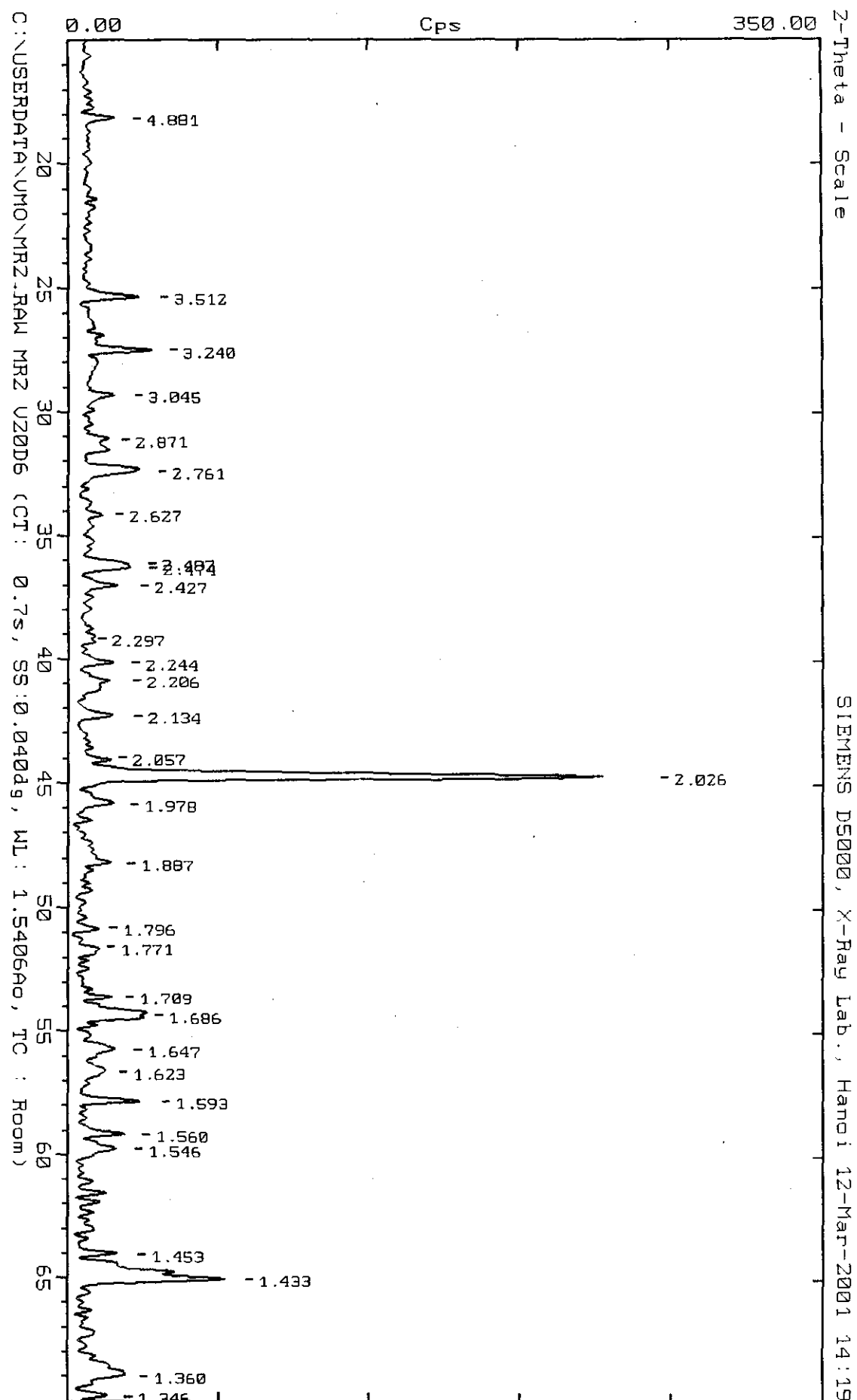
Hình 23 : Giảm đồ phân tích X-Ray mẫu quặng tinh Inmênhit hoàn nguyên của Trung Quốc



Hình 24 : Giải đồ phân tích X-Ray so sánh của Việt Nam và Trung Quốc



Hình 25 : Giải đồ phân tích X-Ray mẫu quặng Inmênhit hoàn nguyên (N_o 2)



IV.5 Kết quả phân tích thành phần cấp hạt :

Tiến hành phân tích thành phần cấp hạt mẫu sản phẩm MR2. Kết quả trình bày trên bảng 18

Bảng 18 : Thành phần cấp hạt của mẫu M2

TT	Cấp hạt (mm)	Thành phần cấp hạt (%)
1	+ 0,074 - 0,25	96,8
2	- 0,074	0,2

Như vậy thành phần cấp hạt đạt yêu cầu tiêu chuẩn STH7.20 của Trung Quốc.

IV.6 Kết quả dùng thử sản xuất que hàn điện :

Công ty que hàn Hữu nghị và xây lắp cơ khí Phú Thọ đã tiến hành dùng thử 5 mẫu sản phẩm Inmênhít hoàn nguyên quy mô thí nghiệm mở rộng để chế tạo que hàn điện, đó là các mẫu M1, M2, M4, M5, M6. Thành phần hóa học trình bày trên bảng 16

Các que hàn đó đã được dùng hàn thử. Kết quả kiểm nghiệm thành phần mối hàn trình bày trên bảng 19

Bảng 19 : Kết quả hàn thử nghiệm

Thành phần mối hàn	Các mối hàn thử nghiệm (%)	
	M 1-2	M 4-5-6
C	0,055	0,04
Mn	0,415	0,46
Si	0,272	0,30
S	0,034	0,035
P	0,035	0,025
Độ bền (σ_b - kg/mm ²)	49 - 50	49 - 50

+ Nhận xét kết quả dùng thử của Công ty que hàn Hữu Nghị Phú Thọ:

Thành phần hóa học mối hàn đạt chất lượng tốt, tương đương của TQ, tuy nhiên hàm lượng của lưu huỳnh hơi cao, mới đạt 0,034 - 0,035 (yêu cầu $\leq 0,03\%$).

Độ bền: 49 - 50 kg/mm²

Dễ hàn, xỉ bong, hồ quang ổn định.

Có thể dùng sản xuất thay thế Inmênhít hoàn nguyên của TQ.

IV.7 Dự kiến giá thành inmênhít hoàn nguyên (quy mô lò hộp đốt than)

Trên cơ sở kết quả thí nghiệm thiêu hoàn nguyên lò hộp đốt than đã dự kiến giá thành sản phẩm inmênhít hoàn nguyên, trình bày trên bảng 20.

Bảng 20 : Dự kiến chi phí sản xuất Inmênhít hoàn nguyên
(Tính cho 1 tấn)

TT	Các khoản chi phí	Đơn vị	Số lượng	Đơn giá (đồng)	Thành tiền (đồng)
1	Quặng Inmênhít 53% TiO ₂	Kg	1100	900	1.650.000
2	Xô đa công nghiệp	Kg	60	2500	150.000
3	Nước giấy	Kg	110	500	55.000
4	Than hoàn nguyên	Kg	110	900	99.000
5	Than đốt lò	Kg	100	500	50.000
6	Bao nung				50.000
7	Khấu hao lò				50.000
8	Công nung				130.000
9	Công đập tuyển từ				100.000
10	Các khoản khác				<u>26.000</u>
					2.360.000

Hiện nay giá inmênhít hoàn nguyên của Trung Quốc là 4 triệu/T

PHẦN V

KẾT LUẬN

Đề tài: "*Nghiên cứu công nghệ hoàn nguyên Inmenhít Việt nam tạo vật liệu bọc que hàn có chất lượng cao*" đã hoàn thành theo đăng ký đề tài mã số N273 ngày 14/4/2000.

Từ kết quả nghiên cứu có một số kết luận như sau :

1. Có thể sản xuất inmenhít hoàn nguyên từ nguyên liệu trong nước đạt chất lượng tiêu chuẩn STH7.20 (TQ). Sản phẩm này có thể thay thế sản phẩm Trung Quốc trong sản xuất que hàn điện.
2. Sơ đồ công nghệ được lựa chọn để sản xuất inmenhít hoàn nguyên là sơ đồ công nghệ hình 2. Các thông số kỹ thuật chủ yếu đã được xác định như sau:

+ Khâu thiêu hoàn nguyên :

- Nhiệt độ 1200-1250 °C
- Thời gian 150-180 phút
- Tỷ lệ nước giấy 10%
- Tỷ lệ than hoàn nguyên (Loại than antraxít qua tuyển có hàm lượng lưu huỳnh 0,26%) là 9%.
- Cỡ hạt than - 0,1mm
- Liệu ép bánh

+) Khâu tuyển từ: Cường độ từ trường 400 Oe

+) Dự kiến chi phí sản xuất inmenhít hoàn nguyên (qui mô lò hộp) là 1,7 triệu/T

3. Đề nghị áp dụng kết quả nghiên cứu cho một đơn vị sản xuất.

Để sản xuất có hiệu quả kinh tế cao cần phải lựa chọn được hệ thống thiết bị có đặc tính và qui mô thích hợp. Tuy đề tài chưa nghiên cứu bán công nghiệp nhưng theo nguồn tin thăm khảo, Trung Quốc đang sản xuất inmenhít hoàn nguyên đại trà, chủ yếu trong hệ thống lò tuy nèn đốt than, đôi khi trong lò ngọn lửa đảo. Ở nước ta hiện nay nhu cầu inmenhít hoàn nguyên chưa lớn (khoảng 1000T/năm) nên áp dụng hệ thống lò tuy nèn sẽ không hợp lý.

Vì vậy chúng ta có thể áp dụng hệ thống lò thiêu ngọn lửa đảo. Đây là hệ thống thiết bị có năng suất không cao như lò tuy nhen nhưng thích hợp với qui mô nhỏ bảo đảm được điều kiện thiêu hoàn nguyên inmênhít.

Dự kiến sơ bộ xưởng sản xuất inmênhít hoàn nguyên 1000 tấn/năm:

Xưởng bao gồm 4 bộ phận chính

1. Bộ phận chuẩn bị nguyên liệu

- Các kho để dự trữ nguyên liệu
- Máy đập, nghiền than
- Máy trộn liệu
- Máy ép bánh
- Lò sấy liệu

2. Bộ phận thiêu hoàn nguyên

- Hệ thống lò thiêu ngọn lửa đảo bao gồm: lò ngọn lửa đảo, hệ thống ống khói và quạt hút.
- Các bao nung

3. Bộ phận gia công sản phẩm:

- Máy đập hàm
- Máy đập trục
- Máy sàng phân cấp
- Máy tuyển từ

4. Bộ phận kiểm tra chất lượng sản phẩm

- Phòng hoá nghiệm kiểm tra hàm lượng các nguyên tố: TiO_2 , Fe, FeO, C, S, P

PHẦN VI

PHỤ LỤC

VIỆN N/C MỎ-LUYỆN KIM
PHÒNG PHÂN TÍCH HOÁ

CỘNG HOÀ XÃ HỘI CHỦ NGHĨA VIỆT NAM
Độc lập - Tự do - Hạnh phúc

PHIẾU KẾT QUẢ PHÂN TÍCH

NGƯỜI GỬI MẪU

A Hong A3

NGÀY GỬI MẪU

29-6-2000

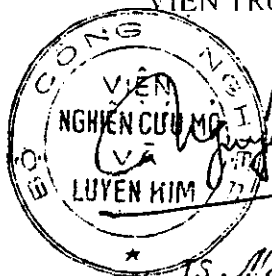
LOẠI MẪU

Thiếc I4

Ký hiệu mẫu	Hàm lượng %										
	TiO2	FeO	Fe2O3	Cr2O3	SiO2	Al2O3	CaO	P	C	S	Độ ẩm
Tinh quặng Ilmenit Cầm-xuyên	53,97	26,39	15,92	0,02	3,00	0,25	0,04	0,025	0,29	0,037	0,05

Hà - nội ngày 7... tháng 7... năm 2000

VIỆN TRƯỞNG



TS. Nguyễn Linh

TRƯỞNG PHÒNG PHÂN TÍCH

Trưởng Đình Kiều

PHIẾU KẾT QUẢ PHÂN TÍCH

NGƯỜI GỬI MẪU :

A Hông A3

NGÀY GỬI MẪU :

10 - 7 - 2000

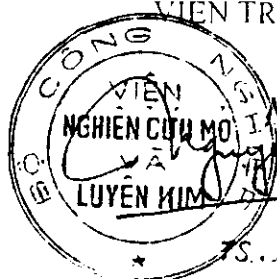
LOẠI MẪU :

Than và nước giấy

Ký hiệu mẫu	C	P	S	Chất bốc	Tro	Thành phần tro %				
						Al2O3	SiO2	Fe2O3	CaO	MgO
Than Quảng ninh	86,00	0,07%	0,49%	6,71	6,73	28,65	36,86	22,00	2,59	0,38
Than mỡ TQ	61,96	0,15%	0,44%	27,53	10,51	21,63	50,00	8,32	3,85	0,58
Nước giấy		103,5 mg/L	0,741 mg/L		10,8	12,10	54,41	0,50	Na2O	TiO2
									0,75	0,17

Hà - nội ngày 12 tháng 7 năm 2000

VIỆN TRƯỞNG



TS. Nguyễn Linh

TRƯỞNG PHÒNG PHÂN TÍCH

B. B. B.

Trưởng Phòng Phân Tích

KẾT QUẢ PHÂN TÍCH KHOÁNG VẬT

Mẫu số 4

TT	Tên khoáng vật	Công thức hoá học	Hàm lượng (%)
1	Ilmênite	FeTiO_3	91
2	Titanômagnetite	$(\text{Fe,Ti})_3\text{O}_4$	5
3	Lơcôxen	TiO_2	0,5
4	Rutile	TiO_2	0,5
5	Brukite	TiO_2	vh
6	Zircon	ZrSiO_4	vh
7	Garnete	$\text{R}_3\text{Al}_2(\text{SiO}_4)_3$	0,5
8	Storotite	$\text{Fe Al}_4(\text{SiO}_4)_2\text{O}_2(\text{OH})_2$	1
9	Silimanite	$\text{Al}(\text{AlSiO}_5)$	vh
10	Thạch anh	SiO_2	1,5
11	Hêmatite	Fe_2O_3	vh
12	Limônite	$\text{HFeO}_2 \cdot \text{aq}$	vh

Mô tả khoáng vật:

Ilmênite: Tập hợp dạng tấm, màu đen, bột đen, ánh kim, có từ tính từ mạnh đến yếu.

Titanômagnetite : Tập hợp dạng tấm, màu xám bột xám, có từ tính mạnh.

Hematite: Hạt dạng khối có màu nâu xám, bột màu nâu đ. có từ tính yếu.

Zircon: Tập hợp hạt lưỡng thấp có màu tím đến không màu, ánh thủy tinh, độ cứng cao.

Rutile: Dạng hạt hình trụ, màu đỏ, ánh bán kim.

Brukite: Hạt dạng tấm, độ mài góc cạnh tốt, màu nâu, ánh mờ

Lơcôxen: Tập hợp hạt dạng tấm, thường giả hình theo ilmênite. Màu xám đất bột trắng, không từ.

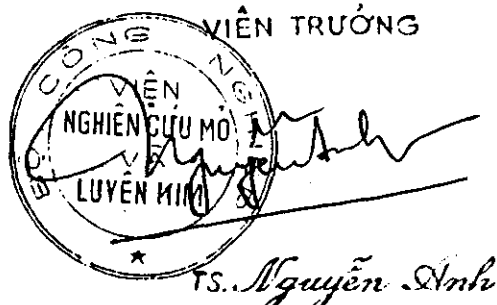
Garnete: Tồn tại những mảnh vỡ sắc cạnh có màu hồng ánh thủy tinh, độ cứng cao, tròn, bột không màu.

Storotite: Tồn tại dạng mảnh vỡ sắc cạnh, màu nâu. bên trong thường có các ẩn nhập màu đen của khoáng vật khác, ánh thủy tinh.

Silimanite : Tập hợp dạng khối, màu xám trắng, xám xanh, cát khai hoàn toàn, các mảnh cát khai có dạng hình kim, bột trắng.

Ngày tháng năm 2000

Người phân tích



A2
[Signature]

[Signature]
Ngô Đức Nhị

PHIẾU KẾT QUẢ PHÂN TÍCH

NGƯỜI GỬI MẪU :

A. Hồng A3

NGÀY GỬI MẪU :

4-12-2000

LOẠI MẪU :

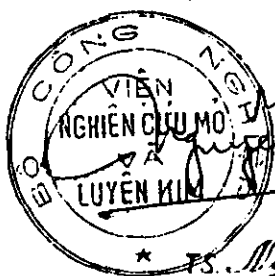
Thiếc bột hòa nước

KHM	HÀM LƯỢNG %						GHI CHÚ
	Fe	FeO	C	S	P	TiO ₂	
1	19,00	13,54	0,14	0,038	0,025	58,00	
2	20,00	12,80	0,14	0,040	0,020	58,20	
3	23,90	10,34	0,15	0,045	0,020	60,10	
4	26,30	8,94	0,16	0,050	0,025	60,10	
5	27,55	7,50	0,18	0,058	0,025	60,20	
6	28,30	6,84	0,24	0,072	0,025	60,10	
7	28,60	6,30	0,34	0,094	0,025	60,30	
8	28,70	6,00	0,44		0,020	60,10	
9	28,70	5,80	0,54		0,020	61,40	
10	28,80	5,60	0,65				
11	28,76	5,40	0,75				
12	26,88	8,90	0,08	0,05	0,025	59,2	Fe ₂ O ₃ =1,80

Hà - nội ngày 12 tháng 12 năm 2000

VIỆN TRƯỞNG

TRƯỞNG PHÒNG PHÂN TÍCH



TS. Nguyễn Anh

B. Hồng

Trưởng Phòng Phân Tích

PHIẾU KẾT QUẢ PHÂN TÍCH

NGƯỜI GỬI MẪU :

A Hồng A3 N273

NGÀY GỬI MẪU :

18.6.2001

LOẠI MẪU :

Ilmenit hỗn nguyên

KHM	HÀM LƯỢNG %						GHI CHÚ
	TiO2	Fe	FeO	C	P	S	
M-1	61,00	29,16	3,97	0,18	0,025	0,072	
M-2	61,20	27,95	6,84	0,13	0,02	0,070	
M-3	58,30	20,10	6,18	0,07	0,020	0,05	
M-4	58,55	26,52	4,72	0,05	0,022	0,06	
M-5	58,97	27,08	2,86	0,06	0,02	0,057	
M-6	58,98	25,76	1,81	0,06	0,02	0,04	
M-7	58,46	17,87	13,19	0,03	0,02	0,038	
M-8	61,20	29,87	3,40	0,03	0,02	0,01	

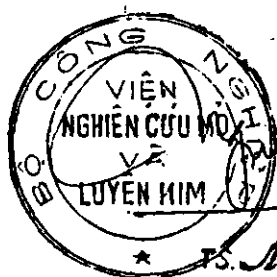
Hà - nội ngày 25 tháng 6 năm 2001

VIỆN TRƯỞNG

ve

TRƯỞNG PHÒNG PHÂN TÍCH

g



T. S. Nguyễn Anh

Trưởng Phòng Phân Tích

CỤC ĐỊA CHẤT VÀ KHOÁNG SẢN VIỆT NAM
Trung tâm
Phân tích Thí nghiệm Địa chất

CỘNG HÒA XÃ HỘI CHỦ NGHĨA VIỆT NAM
Độc lập - Tự do - Hạnh phúc
.....

Địa chỉ : Km 9 + 300 Đường Hà nội - Hà đông

☎ : 8 54 04 19 - 8 542254

Fax : 8 54 04 19

PHÒNG P.T.H.H. MẪU ĐỊA CHẤT

☎ : 8540418

**GIẤY CHỨNG NHẬN
KẾT QUẢ THỬ NGHIỆM**

Số : 158/KL 01

Số trang : 1

Người gửi mẫu: Viện Mỏ - Luyện kim

Phiếu giao mẫu phân tích số : VI - 01 IM 4

Ngày nhận mẫu: 20-6-2001

Loại mẫu : Ilmenhit

Số lượng mẫu: 6

Phương pháp phân tích: Hoá

Độ nhạy phương pháp : $10^{-2}\%$

Số lưu kết quả số: 4-00

Số TT	Số TN	Số hiệu mẫu	S (%)	Ghi chú
1	5	1	0.07	
2	6	7	0.07	
3	7	9	0.07	
4	8	10	0.04	
5	9	TQ	0.02	
6	10	MR2	0.12	

Ghi chú : 1.Kết quả thử nghiệm chỉ có giá trị cho các mẫu thử do khách hàng gửi tới.
2.Không được sao chép một phần kết quả này để sử dụng cho các mục đích khác nhau nếu chưa được sự đồng ý của Trung tâm PTTNĐC.

Người phân tích

Trưởng phòng phân tích

Phòng Kỹ thuật - Kế hoạch

Nhi

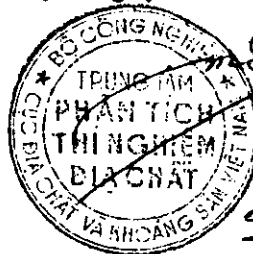
Lý Lê Cường

T. Quang

Nguyễn Thị Nhi

Lý Lê Cường

Hà nội, ngày 25 tháng 6 năm 2001



GIÁM ĐỐC

Dương Minh Đức

CỤC ĐỊA CHẤT VÀ KHOÁNG SẢN VIỆT NAM
Trung tâm
Phân tích Thí nghiệm Địa chất

CỘNG HÒA XÃ HỘI CHỦ NGHĨA VIỆT NAM
Độc lập - Tự do - Hạnh phúc

Địa chỉ : Km 9 + 300 Đường Hà nội - Hà đông
☎ : 04 8542254 Fax : 04 8540419
Phòng P.T.H.H mẫu Địa chất
☎ : 04 8540418

GIẤY CHỨNG NHẬN
KẾT QUẢ THỬ NGHIỆM

Số : 84/02KL.01
Số trang: 1

Người gửi mẫu: Viện Nghiên cứu Mô - Luyện kim
Phiếu giao mẫu phân tích số : 1X-01 IM 3
Loại mẫu : Quặng Ilmenhit
Ngày nhận mẫu: 13-9-01
Số lượng mẫu: 01
Phương pháp phân tích: Chuẩn độ
Độ nhạy (giới hạn phát hiện): $10^{-2}\%$
Số lưu kết quả phân tích của phòng phân tích số: 4-00

Số TT	Số hiệu mẫu	S (%)	Ghi chú
1	15 – Quặng Ilmenhit	0.01	

Ghi chú : - Kết quả thử nghiệm chỉ có giá trị cho các mẫu thử do khách hàng gửi tới.

Người phân tích

Phong

Đỗ Đình Phong

Trưởng phòng phân tích

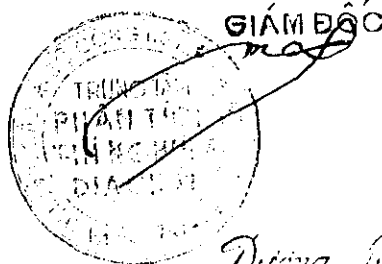
Lý Lê Cường

Lý Lê Cường

Phòng Kỹ thuật – Kế hoạch

T. Quang

Hà Nội, ngày 14 tháng 9 năm 2001



Dương Minh Đức

Phg. ~~gong~~ - phog ~~cong~~

PHIẾU BÁO KẾT QUẢ KIỂM TRA

BM.10.1.03

LẦN BII: 1

SỐ PHIẾU: 231 /KN

SỐ HỒ SƠ VT:

- Tên mẫu: 2 mi nhót KN KN
- Nơi cấp mẫu: A. hòng,
- Lô (mẫu): 01 mẫu

Ngày nhận: 2/10

Số TT	Chỉ tiêu	Đơn vị	Kết quả
	TiO ₂	%	59,2
	FeO	%	2
	C	%	0.23
	S	%	0.01
	P	%	0.028

Phiếu này chỉ đúng với mẫu đem kiểm tra:

Kết luận:

c > ct
các yếu tố không đạt

Nơi gửi:

QML + lưu

Cán bộ kiểm tra:

7



GIÁM ĐỐC

Lương Minh Hùng

Ngày 3 tháng 10 năm 2007

Phụ trách đơn vị:

Văn phòng tỉnh uỷ Phú thọ
CÔNG TY QUE HÀN HỮU NGHỊ
VÀ XÂY LẮP CƠ KHÍ

Cộng hoà xã hội chủ nghĩa Việt nam
Độc lập - Tự do - Hạnh phúc

=====oOo=====

Việt trì, ngày 1 tháng 10 năm 2001.

Kính gửi: Ông Cao Văn Hồng.

Trưởng phòng nghiên cứu luyện kim thuộc
Viện nghiên cứu mỏ luyện kim - Hà nội.

Công ty que hàn Hữu nghị và xây lắp cơ khí - Phú thọ thời gian vừa qua có phân tích một số mẫu Inmênhít hoàn nguyên do Viện nghiên cứu kết quả, phòng thí nghiệm của Công ty xác nhận thành phần hoá :

$FeO = 4,5 \div 6\%$.

$C = 0,2 \approx 0,4\%$.

$P = 0,03\% \div 0,031\%$

$S = 0,01 \div 0,03\%$.

Từ kết quả này chúng tôi đã đưa vào sản xuất thử que hàn. Thấy rằng các thành phần hoá của kim loại mỗi hàn đều đạt chỉ tiêu Công ty thấy loại Inmênhít do Viện thí nghiệm có thể đưa vào sản xuất hàng loạt. Chất lượng của nó đảm bảo cho sản xuất que hàn tốt.

CÔNG TY QUE HÀN HỮU NGHỊ & XLCK

Giám đốc



GIÁM ĐỐC

Dương Minh Ưng

TÀI LIỆU THAM KHẢO

1. Tạp chí công nghệ mỏ 4/2000

2. *Васютинский*

Титановые шлаки

издательство "Металлургия" Москва 1972

3. *В Д Гамата*

Металургия Титана издательство "Металлургия" Москва 1968

4. *В Д Гармата*

Титан

издательство "Металлургия" Москва 1983

5. *Е. и хазанов*

Титан и его сплавы

Академия наук ссср 1959

6. *Академия наук казанской ссср институт Металлургия и обогащения производство Тетрихлорида и двуокиси Титана Алмата 1978.*

Hà Nội, ngày 8 tháng 10 năm 2001

BÁO CÁO
THANH QUYẾT TOÁN NHIỆM VỤ BỘ GIAO

(Về việc giải trình kinh phí thực hiện đề tài "*Nghiên cứu công nghệ hoàn nguyên inmenit Việt Nam tạo vật liệu bọc que hàn có chất lượng cao*")

SỐ HIỆU ĐỀ TÀI : N273

- Thực hiện quyết định số 387/QĐ-CNCL ngày 17-3-200 của Bộ trưởng Bộ công nghiệp v/v giao nhiệm vụ kế hoạch khoa học công nghệ và môi trường năm 2000;

- Căn cứ hợp đồng nghiên cứu khoa học và phát triển công nghệ số 50/00/RD/HĐ-CNCL ngày 10 tháng 5 năm 2000 ký giữa Vụ QLCN và CLSP và Viện Nghiên cứu Mỏ và Luyện kim;

Viện nghiên cứu mỏ và luyện kim đã tiến hành thực hiện nhiệm vụ đề tài Bộ giao từ tháng 1 năm 2000 đến tháng 12/2000.

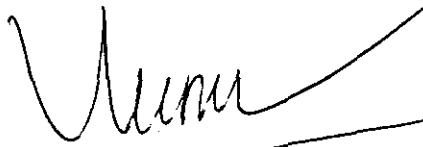
Trong quá trình thực hiện nhiệm vụ của Bộ, Viện đã chi phí như sau:

Mục lục NS	Nội dung	Kinh phí (10 ⁶ đ)		Ghi chú
		Công	Thành tiền	
102	Phu cấp chủ nhiệm		4,00	
109	Thanh toán dịch vụ công cộng		9,81	
110	Dịch tài liệu, in ấn tài liệu		1,00	
112	Hội thảo, hội nghị chuyên môn. Đánh giá nghiệm thu các cấp		8,00	
113	Công tác phí		2,0	
114	Thuê khoán chuyên môn		40,42	
117	Sửa chữa thường xuyên tài sản cố định		1,00	
118	Sửa chữa lớn tài sản cố định		1,00	
119	Chi phí, nguyên, nhiên, vật liệu		5,57	

Mục lục NS	Hạng mục	Kinh phí (10 ⁶ đ)		Ghi chú
		Công	Thành tiền	
134	Chi phí khác		4,50	
145	Mua sắm, thuê máy móc thiết bị		12,70	
	Cộng		90,00	

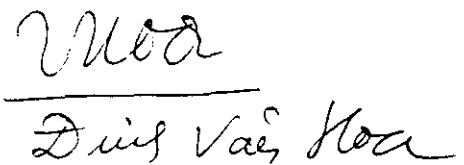
Tổng cộng kinh phí 90.000.000 đ (Chín mươi triệu đồng)

Người lập biểu

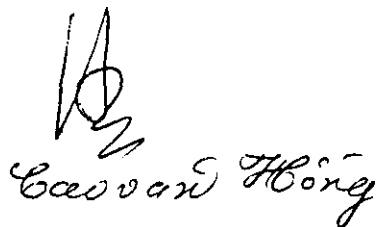


Dương Văn Lương

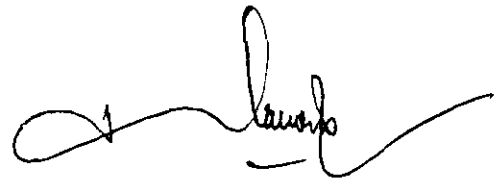
P. Trưởng phòng Kế hoạch - Đầu tư


Đinh Văn Hòa

Chủ nhiệm đề tài

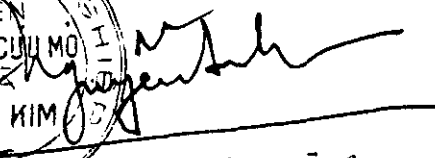

Cao Văn Hồng

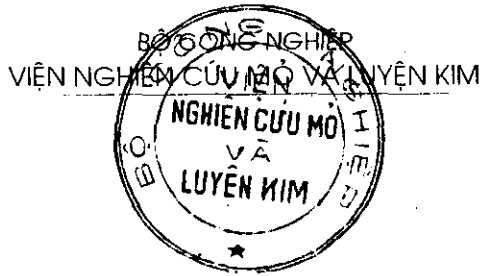
Trưởng phòng tài chính - kế toán



Hoàng Công Sơn

Viện trưởng



TS. Nguyễn Anh



CỘNG HÒA XÃ HỘI CHỦ NGHĨA VIỆT NAM

Độc lập - Tự do - Hạnh phúc

Hà Nội, ngày 28 tháng 8 năm 2001

BIÊN BẢN NGHIỆM THU NỘI BỘ ĐỀ TÀI KHCN - 2000

Đề tài "NGHIÊN CÔNG NGHỆ HOÀN NGUYÊN INMENTIT VIỆT NAM TẠO VẬT LIỆU BỌC QUE HÀN CÓ CHẤT LƯỢNG CAO"

Chủ nhiệm đề tài : KS. Cao Văn Hồng

I. Thành phần

Tiểu ban kỹ thuật thuộc Hội đồng KHCN Viện Nghiên cứu Mỏ và Luyện kim theo thông báo số :15/01-C3 ngày 15/8/2001 của Viện trưởng Viện Nghiên cứu Mỏ và Luyện kim gồm các đồng chí có tên sau:

- | | |
|-------------------------|-----------------|
| 1. TS. Nguyễn Anh | Trưởng Tiểu ban |
| 2. TS. Phạm Đăng Địch | UVTK |
| 3. TS. Lê Đăng Hoan | UVPB1 |
| 4. KS. Phạm Bá Kiêm | UVPB2 |
| 5. TS. Lê Gia Mô | UV |
| 6. KS. Nguyễn Trọng Thư | UV |
| 7. TS. Nguyễn Văn Chiến | UV |

Đại biểu dự có các đồng chí:

- | | |
|--------------------------|----------------------|
| 1.ThS. Hoàng Văn Khanh | PVT |
| 2. KS. Dương Xuân Hùng | TPKH-ĐT |
| 3. KS. Nguyễn Thanh Ngà | PPQLKH-CN |
| 4. KS. Nguyễn Đắc Ứng | CVQLKH-CN |
| 5. CN Hoàng Công Sơn | TPTC-KT |
| 6. KS. Trương Đình Kiều | TP hóa phân tích |
| 7. KS. Cao văn Hồng | CNĐT |
| 8. KS. Nguyễn Thị Nghiêm | CB thực hiện đề tài |
| 9. KS Ngô Ngọc Định | CB thực hiện đề tài. |

II. Nội dung

1. TS. Nguyễn Anh Trưởng tiểu ban chủ trì hội nghị.
2. KS. Cao văn Hồng CNĐT báo cáo quá trình thực hiện đề tài và nội dung, kết quả nghiên cứu đã đạt được (xem toàn văn báo cáo).
3. Các ủy viên phản biện TS. Lê Đăng Hoan -UVPB1 và KS. Phạm Bá Kiêm - UVPB2 đọc nhận xét đánh giá kết quả nghiên cứu của đề tài (xem toàn văn văn bản kèm theo).
4. Hội nghị trao đổi ý kiến và tiến hành nhận xét đánh giá kết quả nghiên cứu.

Những ý kiến chủ yếu tập trung vào các vấn đề sau đây:

+ Đây là đề tài đã đi đúng hướng, phục vụ nhu cầu sản xuất một sản phẩm mới ở trong nước. Trong suốt quá trình thực hiện đề tài đã có mối liên hệ chặt chẽ với cơ sở có nhu cầu là Công ty Que hàn Hữu nghị Phú Thọ.

+ Đề tài được thực hiện không những ở quy mô phòng thí nghiệm mà còn ở quy mô mở rộng tại một cơ sở sản xuất. Các số liệu thu thập được nhiều và đáng tin cậy.

+ Đề tài đã thực hiện được các nội dung cơ bản và mục tiêu đề ra.

+ Cần phải bổ sung vào báo cáo các chỉ tiêu cần thiết và viết hoàn chỉnh lại, ngắn gọn, nhưng phải đủ ý, nhất là những ý nhằm giải thích rõ những vấn đề chuyển tiếp và có liên quan.

5. Hội nghị nghe CNĐT tiếp thu ý kiến và giải trình thêm về những vấn đề hội nghị đã nêu.

III. Kết luận

Sau khi thảo luận, Trưởng tiểu ban đã kết luận:

1. Đề tài được thực hiện nghiêm túc theo đúng đề cương bao gồm các vấn đề quá trình tổ chức thực hiện, phương pháp nghiên cứu, nội dung, tư liệu, khối lượng phân tích lớn. Kết quả có tính thuyết phục. Các kết quả ở 2 quy mô PTN và quy mô mở rộng phù hợp nhau.

2. Đã đưa ra sơ đồ hoàn nguyên kiến nghị áp dụng vào sản xuất.

3. Sản phẩm của đề tài đạt yêu cầu sản phẩm của Trung Quốc, có thể thay thế. Tuy nhiên hàm lượng lưu huỳnh còn có chỗ cao.

4. Đã được cơ sở sản xuất dùng chế tạo thử thuốc bọc que hàn, qua đánh giá thấy chất lượng tốt.

5. Đã đưa ra được một số chỉ tiêu kỹ thuật theo lưu trình.

6. CNET cần lưu ý các vấn đề sau:

- Đi sâu hơn về lý thuyết để giải thích những vấn đề có liên quan.
- Tư duy sâu về khả năng ứng dụng sớm vào sản xuất các kết quả đạt được.
- Hoàn chỉnh báo cáo: bổ sung tổng quan tình hình nghiên cứu trong và ngoài nước, thông tin mới, vấn đề lý thuyết, sửa các lỗi.

Hội nghị nhất trí thông qua báo cáo.

Tiểu ban tiến hành bỏ phiếu đánh giá :

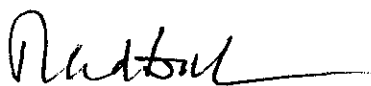
Kết quả bỏ phiếu:

- Xuất sắc : 1

- Khá : 6

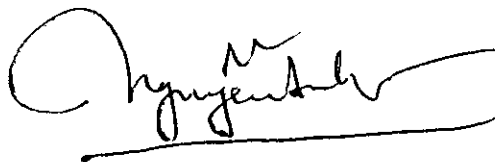
ĐỀ TÀI ĐẠT LOẠI KHÁ

THỦ KÝ TIỂU BAN



TS. Phạm Đăng Định

TRƯỞNG TIỂU BAN



TS. Nguyễn Anh

NHẬN XÉT BÁO CÁO KẾT QUẢ NGHIÊN CỨU ĐỀ TÀI

**Nghiên cứu công nghệ hoàn nguyên Inmenhit Việt nam
tạo vật liệu bọc que hàn có chất lượng cao**

**Người nhận xét: TS. Lê Đăng Hoan
Chủ nhiệm đề tài: Cao Văn Hồng**

1. Tóm tắt

Báo cáo kết quả nghiên cứu đề tài “Nghiên cứu công nghệ hoàn nguyên Inmenhit Việt nam tạo vật liệu bọc que hàn có chất lượng cao” là đề tài nghiên cứu công nghệ sản xuất vật liệu bọc que hàn dùng nguyên liệu Inmenhit Việt Nam.

Đề tài đã sử dụng Inmenhit Hà tĩnh (Cẩm Xuyên) than antraxit Quảng Ninh, nước giấy nhà máy giấy Hoàng Văn Thụ là những phụ gia sẵn có tại Việt Nam.

Đề tài đã tiến hành 2 bước: thí nghiệm trong phòng và thí nghiệm mở rộng.

Khâu chủ yếu các tác giả đi sâu nghiên cứu trong công nghệ là khâu hoàn nguyên và các chỉ tiêu công nghệ nghiên cứu cũng tập trung vào chỉ tiêu của khâu này (nhiệt độ thiêu, thời gian thiêu, tỷ lệ than, loại than, tỉ lệ ^{nước} giấy).

Kết quả cuối cùng của đề tài là đã đạt được những chỉ tiêu hợp lý cho quá trình hoàn nguyên quặng ilmenhit Cẩm Xuyên và đã nhận được sản phẩm quặng thiêu đáp ứng yêu cầu sản xuất vật liệu bọc hàn. Sản phẩm cũng đã được dùng thử tại công ty que hàn Hữu nghị và xây lắp cơ khí (tỉnh Phú Thọ) và được công ty đánh giá là đạt yêu cầu, có thể đưa vào sản xuất cho các loại que hàn thông dụng.

Báo cáo gồm 5 phần chính và một phần phụ lục, tổng cộng 56 trang có 19 bảng biểu và 25 hình vẽ và minh chứng.

2. Nhận xét

- Đây là một đề tài có tính ứng dụng cao, nhằm đáp ứng nhu cầu thực tế, thay thế vật liệu nhập khẩu hiện nay.
- Nội dung nghiên cứu để bám sát mục tiêu đề tài, việc lấy khâu hoàn nguyên để nghiên cứu chính và các chỉ tiêu cần nghiên cứu đã lựa chọn hợp lý.

Trước khi nghiên cứu các chỉ tiêu công nghệ, các tác giả cũng đã nghiên cứu thành phần vật chất, thành phần cơ học.

Nhìn chung thiết bị nghiên cứu đơn giản.

- Về phương pháp nghiên cứu: tác giả dùng phương pháp cổ điển và đã tiến hành 3 giai đoạn: trong phòng thí nghiệm, thí nghiệm mở rộng-thử nghiệm ứng dụng ở nhà máy, là phương pháp nghiên cứu ứng dụng hợp lý.
- Kết quả nghiên cứu: Kết quả đạt được của các tác giả là đáng tin cậy. Bằng các chỉ tiêu công nghệ do nghiên cứu xác định được (nhiệt độ 1200°C, thời gian 150 phút, tỷ lệ soda 0,5...), các tác giả đã nhận được sản phẩm tương ứng sản phẩm STH720

của Trung Quốc. Đây là một kết quả quan trọng nhất để mở đường cho việc sản xuất sản phẩm thay thế hàng nhập khẩu, nếu giá cả sản xuất hợp lý.

Nhìn chung kết quả nghiên cứu có thể áp dụng được vào thí nghiệm bán công nghiệp để sản xuất lớn.

Những vấn đề cần bổ sung:

- Tác giả cần nói rõ trong báo cáo : mục đích cuối cùng là sản xuất vật liệu bọc que hàn chứ không phải mục đích nghiên cứu hoàn nguyên quặng ilmenhit. Do vậy trong các đầu đề lớn cần có thêm mệnh đề “để sản xuất vật liệu bọc que hàn” (Ví dụ phần IV-2 (trang 7) có thể thay: Kết quả nghiên cứu thiêu hoàn nguyên quặng ilmenhit để nhận sản phẩm “bọc que hàn: “.....”)
- Cần phân tích rõ hơn quá trình thiêu oxy hoá trước (IV-2-1-6) vì đây là của khâu mà các yêu cầu của nó cũng tương tự quá trình thiêu hoàn nguyên.

Do vậy cần phân tích rõ hơn cái lợi và cái bất lợi khi áp dụng quá trình này thêm vào. Tuy ~~nhưng~~ khi thí nghiệm trong phòng, tác giả kết luận là có lợi, nhưng khi đưa sang thí nghiệm mở rộng tác giả lại không áp dụng. Do vậy phần thí nghiệm thiêu oxy hoá trước hầu như không cần thiết.

- Trong khi thí nghiệm các chỉ tiêu, tác giả chỉ chú ý đến hàm lượng Fe được hoàn nguyên mà chưa chú ý đến ảnh hưởng của các chỉ tiêu công nghệ đến sự hoàn nguyên ôxyt titan. Nếu không có nghiên cứu phần này, thì tác giả nên nói rõ hơn phần lý thuyết về tương quan ΔG_i .
- Phân phương pháp nghiên cứu nên giải thích thêm tiêu chuẩn đánh giá chỉ tiêu công nghệ là gì? Tại sao lại lấy lượng sắt được hoàn nguyên làm tiêu chuẩn đánh giá?

Về bố cục:

- Phần lý thuyết quá ngắn gọn và chưa nêu được sự gắn kết giữa nghiên cứu và ứng dụng (nghĩa là phải nêu cơ sở lý thuyết sản xuất sản phẩm vật liệu bọc que hàn chứ không phải là cơ sở lý thuyết chỉ riêng hoàn nguyên ilmenhit).

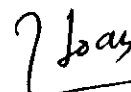
Phần III và phần IV nên hợp lại làm một. Nội dung và kết quả nghiên cứu.

Kết luận

Đề tài “Nghiên cứu công nghệ hoàn nguyên inmenhit Việt Nam tạo vật liệu bọc que hàn có chất lượng cao” đã hoàn thành nhiệm vụ là đã nghiên cứu tìm ra được các chỉ tiêu công nghệ để sản xuất vật liệu bọc que hàn có chất lượng thay thế hàng nhập khẩu của Trung Quốc.

Đề tài được đánh giá xuất sắc.

Hà Nội, ngày 19/8/2001



TS. Lê Đăng Hoan

**BẢN NHẬN XÉT BÁO CÁO KẾT QUẢ NGHIÊN CỨU ĐỀ TÀI:
"NGHIÊN CỨU CÔNG NGHỆ HOÀN NGUYÊN INMENIT VIỆT NAM
TẠO VẬT LIỆU BỌC QUE HÀN CÓ CHẤT LƯỢNG CAO"**

Chủ nhiệm đề tài : KS. Cao Văn Hồng

Người phản biện : KS. Phạm Bá Kiêm

Bản báo cáo gồm 58 trang, có phần mở đầu và 5 phần chính.

Phần mở đầu 1 trang.

Phần I. Tình hình nghiên cứu và sản xuất trong và ngoài nước 2 trang.

Phần II. Cơ sở lý thuyết của quá trình hoàn nguyên inmenit 3 trang.

Phần III. Phương pháp công nghệ, phương pháp nghiên cứu, thiết bị nghiên cứu, nguyên liệu dùng cho nghiên cứu 5 trang.

Phần IV. Kết quả nghiên cứu 40 trang từ trang 14 đến 53 có 17 trang hình vẽ.

Phần V. Kết luận gồm 2 trang.

Phần phụ lục 8 trang và 1 trang tài liệu tham khảo.

Mở đầu đã nêu được mục đích nghiên cứu của đề tài từ inmenit Cẩm Xuyên Hà Tĩnh, luyện hoàn nguyên để nhận được sản phẩm tương đương tiêu chuẩn STH7-20 của Trung Quốc ($\text{TiO}_2 \geq 54\%$, $\text{FeO} = 7,9\%$, $\text{Fe} = 20 - 27\%$, $\text{C} \leq 0,2\%$, $\text{P} \leq 0,03\%$, $\text{S} \leq 0,03\%$, cấp hạt - 0,25 mm).

Bản báo cáo có 25 hình trong đó có 1 sơ đồ công nghệ nghiên cứu, 6 giản đồ rơnghen, 9 ảnh kim tương, 6 giản đồ biểu diễn sự phụ thuộc của hàm lượng các nguyên tố trong sản phẩm vào các điều kiện nghiên cứu. Có 20 bảng biểu số liệu nghiên cứu.

Các tác giả đã nêu tình hình sản xuất của nước ngoài và đã xác định chỉ có Trung Quốc sản xuất inmenit hoàn nguyên để làm thuốc bọc que hàn và cho giá thành hạ.

Trong nước chưa có cơ quan nào nghiên cứu inmenit hoàn nguyên.

Phần II. Cơ sở lý thuyết của quá trình hoàn nguyên đã nêu các phản ứng xảy ra khi dùng than cacbon hoàn nguyên inmenit khử oxyt sắt và oxyt titan ở trạng thái rắn, đã xác định các yếu tố ảnh hưởng đến mức độ hoàn nguyên để chọn thiết bị nghiên cứu và các thông số kỹ thuật cần nghiên cứu như đề cương kỹ thuật đã xác định.

Phần III. Phương pháp công nghệ, phương pháp nghiên cứu, thiết bị nghiên cứu, nguyên liệu dùng cho nghiên cứu.

- Nêu sơ đồ công nghệ sẽ nghiên cứu.
- Nêu phương pháp nghiên cứu.
- Nêu thiết bị nghiên cứu trong phòng thí nghiệm.
- Nêu thiết bị nghiên cứu quy mô mở rộng.
- Nêu quy trình thí nghiệm, thứ tự tiến hành chuẩn bị liệu và tiến hành nghiên cứu.

- Nguyên liệu dùng cho nghiên cứu :

Inmenit Cẩm Xuyên TiO_2 53,9%, FeO 26,39%, Fe_2O_3 15,92%,
 $\text{P} \geq 0,025\%$, C 0,29%, $\text{S} \geq 0,037\%$ cấp hạt - 0,25 mm.

Chất hoàn nguyên: Than antraxit Quảng Ninh và than mỡ Trung Quốc.

Chất kết dính dùng nước giấy nhà máy giấy Hoàng Văn Thụ.

Chất phụ gia dùng xôđa công nghiệp.

Phần IV. Kết quả nghiên cứu

Bằng phương pháp phân tích khác nhau xác định thành phần hóa học, thành phần khoáng vật và phân tích kim tương mẫu inmenit nghiên cứu.

Phần IV.2. Kết quả nghiên cứu thiêu hoàn nguyên inmenit

Phần IV.2.1. Kết quả nghiên cứu quy mô phòng thí nghiệm

IV.2.1.1. Ảnh hưởng của nhiệt độ, khảo sát nhiệt độ từ 900, 930, 950, 1000, 1050, 1100, 1150, 1200, 1250, 1300 ở tỷ lệ than 10%, xôđa 0,5%, nước giấy 10%, độ hạt than - 0,01mm, liệu ép bánh, thời gian 150 phút.

Chọn nhiệt độ hoàn nguyên thích hợp 1200 °C.

IV.2.1.2. Ảnh hưởng của thời gian thiêu

Các điều kiện như trên, thời gian 15, 30, 60, 90, 120, 150, 180 phút. Rút ra thời gian thích hợp 150 phút.

IV.2.1.3. Ảnh hưởng của cỡ hạt than : rút ra cỡ hạt - 0,01mm là tốt nhất.

IV.2.1.4. Ảnh hưởng của tỷ lệ nước giấy - để đóng bánh tốt, chọn tỷ lệ 10%.

IV.2.1.6. Ảnh hưởng của thiêu oxy hóa trước: nung trước trong môi trường oxy hóa ở 1200 °C và thời gian 150 phút.

Inmenit sau khi thiêu oxy hóa có $\text{S} = 0,005\%$, P 0,02% và thiêu hoàn nguyên như các điều kiện nghiên cứu trên, đã thu được sản phẩm Fe 30,7%, C 0,18%, S 0,051%, P 0,025%.

IV.2.1.7. Ảnh hưởng của tỉ lệ xôđa : tỉ lệ xôđa 0,5% là hợp lý.

IV.2.1.8. Ảnh hưởng của tỉ lệ than đến hàm lượng Fe, FeO, hàm lượng C, hàm lượng S trong sản phẩm, đã rút ra tỉ lệ than 9 - 10% là thích hợp.

IV.2.1.9. Ảnh hưởng của các loại than đến hàm lượng S trong sản phẩm

Đã thí nghiệm với các loại than:

- Antraxit Quảng Ninh.
- Than cốc Thái Nguyên.
- Than mỡ Thái Nguyên.
- Than mỡ Trung Quốc.
- Than củi.

Tốt nhất là than củi S 0,043% và P 0,02%.

Thí nghiệm tổng hợp đã nhận được sản phẩm tương đương tiêu chuẩn của Trung Quốc, tuy nhiên hàm lượng S hơi cao 0,05% ($\leq 0,03\%$).

Đã thí nghiệm mở rộng mẻ từ 4 - 12 kg với các điều kiện nhiệt độ 1200 - 1250 °C, thời gian 150 - 180 phút. Tỉ lệ xôđa 0,5%, than antraxit 6,6 - 10 % và than mỡ Trung Quốc 8 - 12%, liệu ép bánh, cỡ hạt - 0,1mm. Chọn than antraxit tỉ lệ 9% và than mỡ Trung Quốc 10%. Chất lượng sản phẩm thu được tương đương kết quả trong phòng thí nghiệm.

Phần V. Kết luận

Rút ra các thông số nhiệt độ, thời gian, tỉ lệ xôđa, tỉ lệ than, cỡ hạt than, tỉ lệ nước giấy, liệu ép bánh cho nghiên cứu phòng thí nghiệm và quy mô mở rộng.

Nhận xét: Đề tài đã triển khai một khối lượng công việc rất lớn. Đã xác định đầy đủ các thông số công nghệ của quá trình thiêu hoàn nguyên inmenit như đề cương kỹ thuật đã đặt ra, sản phẩm nghiên cứu đã sử dụng thử tại Nhà máy Que hàn Hữu nghị Phú Thọ cho kết quả tốt, mặc dù hàm lượng S còn cao. Sản phẩm nghiên cứu có giá trị thực tiễn cao. Tuy nhiên chưa nêu được giá của inmenit hoàn nguyên của Trung Quốc và chi phí sản xuất inmenit hoàn nguyên của Việt Nam để so sánh.

Một số vấn đề cần lưu ý:

1. Bố cục của báo cáo nhiều đề mục, các đề mục dài.

Ví dụ phần I và II có thể gộp lại thành phần I: nghiên cứu lý thuyết hoặc là phần tổng quan, viết thêm lý thuyết chế tạo thuốc bọc que hàn.

Phần III của báo cáo gồm 4 đề mục có thể sửa lại: phương pháp nghiên cứu hoặc phương pháp thực nghiệm.

2. Quá trình nghiên cứu theo sơ đồ hình 2 vậy thì nghiên cứu ảnh hưởng thiêu oxy hóa trước là không theo sơ đồ đề nghị ban đầu ? Cần nói rõ mục đích của nghiên cứu thiêu oxy hóa trước.

3. Hình 2 sơ đồ nghiên cứu không nên để ở phần III mà sau khi nghiên cứu các thông số đề nghị sơ đồ công nghệ như hình 2 (có hoặc không có thiêu oxy hóa trước).

4. Inmenit ban đầu hàm lượng $S = 0,037\%$, sau khi thiêu oxy hóa $0,005\%$ thu được sản phẩm thiêu hoàn nguyên $S = 0,051\%$ trong lúc từ inmenit không thiêu oxy hóa sản phẩm thiêu $S = 0,05 - 0,058\%$ (lượng than dùng 10%) cho cả 2 loại vậy có mâu thuẫn gì không ? Đề nghị giải thích thêm. Trong phầ nghiên cứu mở rộng nung ở 1250°C có bị thiêu kết, bột liệu không ?

5. Hình 7 (trang 19) ảnh hưởng của nhiệt độ đến hằng số tốc độ phản ứng hoàn nguyên inmenit tác giả đo hay trích dẫn, nếu trích dẫn nên đưa tài liệu tham khảo.

6. Phần kết luận: dài quá, nên viết gọn lại, không đưa bảng 20 vào phần kết luận mà nên đưa vào ở phần thí nghiệm quy mô mở rộng (trang 36) để so sánh với sản phẩm của Trung Quốc.

7. Kết quả nghiên cứu của đề tài có ý nghĩa thực tiễn có thể áp dụng vào sản xuất, đề nghị chủ nhiệm đề tài kết hợp với Nhà máy Que hàn Hữu nghị Phú Thọ lập đăng ký dự án P sản xuất thử khoảng 1000 - 2000 tấn/năm tại Phú Thọ hoặc tại Viện.

Đề nghị công nhận các kết quả nghiên cứu, thông qua báo cáo.

8. Đánh giá đề tài đạt loại : ***Khá***

Hà Nội, ngày 18 tháng 8 năm 2001

Người phản biện



Phạm Bá Kiêm

BỘ CÔNG NGHIỆP

Số: **269/QĐ-CNCL**

CỘNG HÒA XÃ HỘI CHỦ NGHĨA VIỆT NAM
Độc lập - Tự do - Hạnh phúc

Hà Nội, ngày 19 tháng 11 năm 2001

QUYẾT ĐỊNH CỦA BỘ TRƯỞNG BỘ CÔNG NGHIỆP
Về việc thành lập Hội đồng khoa học công nghệ đánh giá, nghiệm thu đề tài nghiên cứu cấp Bộ do Viện Nghiên cứu Mỏ và Luyện kim thực hiện

BỘ TRƯỞNG BỘ CÔNG NGHIỆP

Căn cứ Nghị định 74/CP ngày 01/11/1995 của Chính phủ về chức năng, nhiệm vụ, quyền hạn, và tổ chức bộ máy Bộ Công nghiệp;

Căn cứ Quyết định số 282/QĐ ngày 20/8/1980 của Chủ nhiệm Ủy ban Khoa học và Kỹ thuật Nhà nước (nay là Bộ Khoa học, Công nghệ và Môi trường) quy định thể thức đánh giá, nghiệm thu các công trình khoa học công nghệ;

Căn cứ Quyết định số 387/QĐ-CNCL ngày 17/3/2000 của Bộ Công nghiệp về việc giao nhiệm vụ khoa học công nghệ năm 2000;

Xét đề nghị của Viện trưởng Viện Nghiên cứu Mỏ và Luyện kim về việc đánh giá, nghiệm thu kết quả nghiên cứu đề tài;

Với sự đồng ý tham gia của các cán bộ khoa học ngoài Bộ Công nghiệp;

Theo đề nghị của Vụ trưởng Vụ Quản lý Công nghệ và Chất lượng sản phẩm,

QUYẾT ĐỊNH

Điều 1. Thành lập Hội đồng khoa học công nghệ cấp Bộ (danh sách kèm theo) để đánh giá kết quả nghiên cứu đề tài "Nghiên cứu công nghệ hoàn nguyên inmenhit Việt Nam tạo vật liệu bọc que hàn có chất lượng cao" do Viện Nghiên cứu Mỏ và Luyện kim chủ trì thực hiện.

Điều 2. Hội đồng có nhiệm vụ đánh giá, nghiệm thu kết quả nghiên cứu của đề tài theo quy định hiện hành.

Hội đồng tự giải thể sau khi hoàn thành nhiệm vụ.

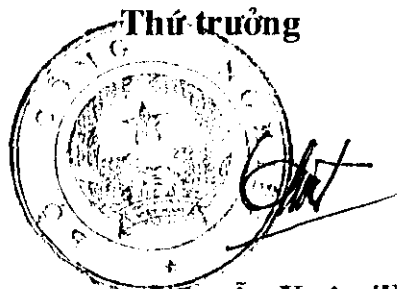
Điều 3. Chánh Văn phòng Bộ, Vụ trưởng Vụ Quản lý Công nghệ và Chất lượng sản phẩm, Viện trưởng Viện Nghiên cứu Mỏ và Luyện kim và các thành viên của Hội đồng có trách nhiệm thi hành Quyết định này./.

KT. BỘ TRƯỞNG BỘ CÔNG NGHIỆP

Thứ trưởng

Nơi nhận:

- Như Điều 3,
- Lưu VP, CNCL.



Nguyễn Xuân Thuý

DANH SÁCH

Thành viên của Hội đồng khoa học công nghệ cấp Bộ
(Kèm theo Quyết định số **2690**/QĐ-CNCL ngày 19/11/2001)

TT	Họ và tên	Nơi công tác	Chức danh
1	TS. Đinh Văn Thành	PVT, Vụ Quản lý Công nghệ và Chất lượng sản phẩm -Bộ Công nghiệp	Chủ tịch Hội đồng
2	TS. Nguyễn Huy Hoàn	CV, Vụ Quản lý Công nghệ và Chất lượng sản phẩm -Bộ Công nghiệp	Ủy viên thư ký
3	TS. Nguyễn Văn Ban	Tổng Công ty Khoáng sản Việt Nam	Ủy viên Phản biện 1
4	PGS.TS. Phạm Kim Đĩnh	Trường Đại học Bách khoa Hà Nội	Ủy viên Phản biện 2
5	ThS. Chu Đức Khải	CV, Vụ Quản lý Công nghệ và Chất lượng sản phẩm -Bộ Công nghiệp	Ủy viên
6	PGS.TS. Lê Xuân Khuông	Trường Đại học Bách khoa Hà Nội	Ủy viên
7	TS. Nguyễn Anh	Viện trưởng, Viện Nghiên cứu Mỏ và Luyện kim	Ủy viên