



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 101890500 A

(43) 申请公布日 2010. 11. 24

(21) 申请号 201010226138. 5

(22) 申请日 2010. 07. 14

(71) 申请人 安泰科技股份有限公司

地址 100081 北京市海淀区学院南路 76 号

(72) 发明人 王凡 杨军军 高春阳 郭辉进
安永涛 陈利军 刘文涛 房立海
宋以常 李辉 李生勇 胡斌

(74) 专利代理机构 北京华谊知识产权代理有限公司 11207

代理人 吕中强

(51) Int. Cl.

B22F 3/16 (2006. 01)

B22F 5/00 (2006. 01)

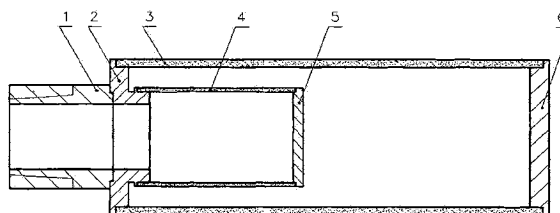
权利要求书 2 页 说明书 5 页 附图 2 页

(54) 发明名称

一种双层烧结金属粉末滤芯的制备方法

(57) 摘要

一种双层烧结金属粉末滤芯的制备方法,属于粉末冶金制品领域。双层滤芯是由尺寸较大的外层滤芯内套尺寸较小的内层滤芯构成的。外层滤芯的孔隙较小,起过滤作用;内层滤芯的孔隙较大,起保护作用。外层滤芯主要采用等静压/粉末轧制成形与真空/氢气高温烧结的方法制备,其平均孔隙为 1-20 μm,孔隙率为 25%-40%;内层滤芯主要采用等静压/粉末轧制成形与真空/氢气高温烧结的方法制备,其平均孔隙为 20-50 μm,孔隙率为 30%-50%。双层金属滤芯具有过滤精度高、强度大、再生性能好、使用寿命长,运行安全可靠等优点,适用于高温气固分离场合,在石油化工、能源环保等领域具有良好的应用前景。



1. 一种双层烧结金属粉末滤芯的制备方法,其特征在于:该粉末滤芯是由外径较大的外层滤芯内套外径较小的内层滤芯构成的复合式管状滤芯,外层滤芯尺寸为 $d \times l \times \delta = \phi(30-400) \times (100-5000) \times (2-5)\text{mm}$,平均孔隙为 $1-20 \mu\text{m}$;内层滤芯尺寸为 $d \times l \times \delta = \phi(25-350) \times (100-4000) \times (1-3)\text{mm}$,平均孔隙为 $20-50 \mu\text{m}$;其中 d 为外径、 l 为长度、 δ 为壁厚。

2. 根据权利要求 1 所述的双层烧结金属粉末滤芯的制备方法,其特征在于:材质为不锈钢 316、316L、304、304L、310S、904L、Inconel 合金、Monel 合金、FeCrAl 合金、 Fe_3Al 金属间化合物中任一种。

3. 根据权利要求 1 所述的双层烧结金属粉末滤芯的制备方法,其特征在于外层滤芯的制备工艺步骤为:

1) 粉末筛分:

将粉末进行筛分定级,粉末粒度为 $-100+500$ 目;

2) 等静压 / 粉末轧制成形:

将一定粒度的粉末原料以松装比重 $2.0-2.8\text{g}/\text{cm}^3$,填入相应的管状模具,在振动台上振实,再采用冷等静压机直接成形或粉末轧制,成形压力为 $100-300\text{MPa}$,保压时间为 $10-30\text{min}$,粉末轧制成形压力 $20-60\text{t}$;

3) 真空 / 氢气高温烧结:

采用真空 / 氢气高温烧结炉,对脱模后的生坯进行烧结,烧结温度为 $1100-1350^\circ\text{C}$,保温时间为 $1-4$ 小时,真空度 $< 9.0 \times 10^{-3}$ 托。

4. 根据权利要求 1 所述的双层烧结金属粉末滤芯的制备方法,其特征在于内层滤芯的制备工艺为步骤为:

1) 粉末筛分:

将粉末进行筛分定级,粉末粒度为 $-40+200$ 目;

2) 混料:

在一定粒度的粉末原料中加入 $2-15\%$ 的造孔剂,造孔剂为尿素或碳酸氢铵,然后在混料机中混合均匀;

3) 轧制 / 等静压成形:

采用粉末轧机或等静压机,将均匀混合后的原料轧制成形或等静压成形,粉末轧制成形压力为 $20-50\text{t}$,等静压成形压力为 $100-260\text{MPa}$,保压时间为 $10-30\text{min}$;

4) 低温烘烤、真空高温烧结:

将轧制后的板状生坯在空气循环烘箱中加热以脱除造孔剂,加热温度为 $150-350^\circ\text{C}$ 。然后将其装入真空高温烧结炉中进行烧结,烧结温度为 $1200-1400^\circ\text{C}$,保温时间为 $2-5$ 小时,真空度 $< 9.0 \times 10^{-3}$ 托。

5) 卷管、焊接

采用卷管机,将烧结后的粉轧板卷制成管状,再采用氩弧焊工艺进行纵缝焊接。

5. 根据权利要求 3 所述双层烧结金属粉末滤芯的制备方法,其特征在于:外层滤芯孔隙率为 $25\%-40\%$,渗透率为 $(0.5-5) \times 10^{-4}\text{L}/\text{cm}^2 \cdot \text{Pa} \cdot \text{min}$ 。

6. 根据权利要求 4 所述双层烧结金属粉末滤芯的制备方法,其特征在于:内层滤芯孔隙率为 $30\%-50\%$,渗透率为 $(0.5-5) \times 10^{-3}\text{L}/\text{cm}^2 \cdot \text{Pa} \cdot \text{min}$ 。

7. 根据权利要求 1 双层烧结金属粉末滤芯的制备方法,其特征在于:外层滤芯与内层滤芯的过滤介质或反吹气体的流通量应相同,双层烧结金属粉末滤芯的制备方法以尽量减少过滤介质或反吹气体在两层滤芯之间的流通阻力。

8. 根据权利要求 1 所述的双层烧结金属粉末滤芯的制备方法,其特征在于:外层滤芯与内层滤芯采用氩弧焊接工艺进行连接,焊接电流为 10-60A,焊接速度为 2-10mm/min。

9. 根据权利要求 1 所述的双层烧结金属粉末滤芯的制备方法,其特征在于:滤芯与管板的连接方式为螺纹接头、直通管、文丘里或拉乌尔喉管中的任一种。

一种双层烧结金属粉末滤芯的制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于粉末冶金制品领域,具体涉及一种新型的双层烧结金属粉末滤芯的制备方法及其在石油化工行业的应用,特别是作为高精度过滤元件在高温气固分离领域中的除尘净化及阻燃防爆等方面的应用。

背景技术

[0002] 随着经济的发展,对环境保护的要求越来越高。机动车尾气排放物是造成城市环境污染的重要原因之一,为了减少机动车尾气中硫化物的排放量,对汽油中的含硫量控制得更为严格,汽油吸附催化脱硫技术可以将汽油中的硫含量降低到 10ppm 以下,具有良好的发展前景。

[0003] 气固分离过滤器是汽油吸附催化脱硫中的关键设备,而过滤器的核心部件是金属粉末滤芯,其作用是将反应器中完成吸附催化反应的汽油油气中的固体颗粒拦截下来,让油气通过,保证汽油产品质量及催化剂的循环使用。由于过滤器的工作温度高(441℃),系统压力大(> 2.5MPa),待过滤的油气处理量大,所含固体颗粒的浓度高、粒度细小(平均粒径为 2 μm 左右),因此对金属粉末滤芯的孔径、渗透性及机械性能等方面的要求很高,滤芯应具有高精度、大通量、高强度、耐热性好等特性。同时,由于环境介质为石油气与氢气,一旦滤芯泄漏,将严重影响汽油产品质量,甚至引起反应器起火甚至爆炸,因此滤芯还应具有阻燃防爆等自保护的自保护的特性。而双层烧结金属粉末滤芯的外层滤芯的孔径较小,具有高精度的过滤作用,可去除石油气中的细小固体颗粒,从而得到高质量的汽油产品;内层滤芯在成套过滤器中的个别外层滤芯破损时,可有效阻止细小颗粒物进入最终产品,保持生产的连续进行,同时内层滤芯可防止石油气与氢气的倒窜,并阻止火焰的扩散和传播。因此双层烧结金属粉末滤芯完全可以满足吸附催化脱硫工艺的应用需求。

[0004] 除了在石化工业中的高温反应气体之外,双层烧结金属滤芯在其他涉及高温含尘气体直接净化除尘和应用的领域,如能源工业中煤的整体气化联合循环发电技术的高温煤气、煤化工中粉煤气化技术的高温合成气等,也有广泛的应用前景。

[0005] 目前,烧结金属粉末滤芯大多采用粉末冶金工艺进行制备,其常规工艺流程为:粉末预处理→成形→烧结→焊接等后处理。目前报道的主要是单层烧结金属粉末滤芯的制备方法,而对于双层烧结金属滤芯的设计及具体制备方法则很少涉及。

发明内容

[0006] 本发明的目的是针对石油化工行业中的含尘高温反应气体特别是吸附催化脱硫工艺中的石油气的除尘净化及阻燃防爆,提供一种兼具过滤与自保护功能的新型金属粉末滤芯及其制备方法。

[0007] 根据上述目的,本发明设计了双层烧结金属粉末滤芯,其特点在于:该粉末滤芯是由外径较大的外层滤芯内套外径较小的内层滤芯构成的复合式管状滤芯。外层滤芯尺寸为 $d \times l \times \delta = \phi(30-400) \times (100-5000) \times (2-5)\text{mm}$,平均孔隙为 1-20 μm;内层滤芯尺寸为

$d \times l \times \delta = \phi (25-350) \times (100-4000) \times (1-3) \text{mm}$, 平均孔隙为 $20-50 \mu\text{m}$; 其中 d 为外径、 l 为长度、 δ 为壁厚。外层滤芯孔隙较小, 起过滤作用; 内层滤芯孔隙较大, 起保护作用。对于同一种过滤介质, 外层滤芯与内层滤芯的流通量应大致相同, 以尽量减少过滤介质在两层滤芯之间的流通阻力。

[0008] 根据双层烧结金属粉末滤芯的设计理念, 本发明还阐述了外层与内层滤芯的具体制备方法。对于外层滤芯, 其制备工艺步骤为:

[0009] 1) 粉末筛分

[0010] 将粉末进行筛分定级, 粉末粒度为 $-100+500$ 目;

[0011] 2) 等静压 / 粉末轧制成型

[0012] 将一定粒度的粉末原料以松装比重 $2.0-2.8 \text{g/cm}^3$, 填入相应的管状模具, 在振动台上振实, 再采用冷等静压机直接成型, 成型压力为 $100-300 \text{MPa}$, 保压时间为 $10-30 \text{min}$ 。粉末轧制成形压力 $20-60 \text{t}$;

[0013] 3) 真空 / 氢气高温烧结

[0014] 采用真空高温烧结炉, 对脱模后的生坯进行烧结, 烧结温度为 $1100-1350^\circ\text{C}$, 保温时间为 $1-4$ 小时, 真空度 $< 9.0 \times 10^{-3}$ 托。

[0015] 对于内层滤芯, 其制备工艺步骤为:

[0016] 1) 粉末筛分

[0017] 将粉末进行筛分定级, 粉末粒度为 $-40+200$ 目;

[0018] 2) 混料

[0019] 在一定粒度的粉末原料中加入 $2-15\%$ 的造孔剂, 造孔剂为尿素或碳酸氢铵, 然后在混料机中混合均匀;

[0020] 3) 轧制成形 / 等静压成形

[0021] 采用粉末轧机, 将均匀混合后的原料轧制成形, 轧制压力为 $20-50 \text{t}$ 。等静压成形压力为 $100-260 \text{MPa}$, 保压时间为 $10-30 \text{min}$ 。

[0022] 4) 低温烘烤、真空高温烧结

[0023] 将轧制后的板状生坯在空气循环烘箱中加热以脱除造孔剂, 加热温度为 $150-350^\circ\text{C}$ 。然后将其装入真空高温烧结炉中进行烧结, 烧结温度为 $1200-1400^\circ\text{C}$, 保温时间为 $1-5$ 小时, 真空度 $< 9.0 \times 10^{-3}$ 托。

[0024] 5) 卷管、焊接

[0025] 采用卷管机, 将烧结后的粉轧板卷制成管状, 再采用氩弧焊工艺进行纵缝焊接。

[0026] 在分别制备外层滤芯与内层滤芯之后, 再采用采用氩弧焊接工艺将外层与内层滤芯进行连接。最后在外层滤芯上焊接连接件、顶盖与底盖, 连接件可以为螺纹接头、直通管、文丘里、拉乌尔喉管中的任一种。

[0027] 通过上述工艺步骤, 完成了一支完整的烧结金属粉末滤芯的制备。

[0028] 与单层金属粉末滤芯相比, 本发明制备的双层烧结金属粉末滤芯, 不但具有高精度、大通量、高强度、再生性能优异等特点, 而且还具有自保护功能, 可以保证吸附催化脱硫装置的长期安全稳定运行。这种新型滤芯适用于高温气固分离场合, 在石油化工、能源环保等领域具有良好的应用前景。

附图说明：

[0029] 图 1 双层烧结金属粉末滤芯的结构示意图。

[0030] 1——连接头 2——顶盖 3——外层滤芯 4——内层滤芯 5——小底盖

[0031] 6——大底盖

[0032] 图 2 双层烧结金属粉末滤芯的应用现场采样评价装置示意图。

[0033] 图 3 双层烧结金属粉末滤芯的压差与时间关系曲线。

具体实施方式

[0034] 实施例 1

[0035] 根据图 1 所示的结构,分别制备外层与内层滤芯,然后将二者进行连接,制备双层烧结金属粉末滤芯。

[0036] 外层滤芯采用等静压工艺制备。根据外层滤芯的结构形式,设计相应的管状模具。将 316L 不锈钢金属粉末原料进行筛分定级,粒度为 $-100+200$ 目;粉末原料以松装比重 $2.3\text{g}/\text{cm}^3$,填入相应的管状模具,在振动台上振实,再采用冷等静压机直接成型,成型压力为 200MPa,保压时间为 10min;采用真空高温烧结炉,对脱模后的生坯进行烧结,烧结温度为 1250°C ,保温时间为 3 小时,真空度 5.0×10^{-3} 托。所制备的外层管式滤芯外径为长度为 800mm,外径 $\phi 50\text{mm}$,壁厚 3.5mm。

[0037] 内层滤芯采用粉末轧制工艺制备。将粉末进行筛分定级,粉末粒度为 $-40+100$ 目;在一定粒度的粉末原料中加入 6%的造孔剂,造孔剂为碳酸氢铵,然后在混料机中混合均匀;采用粉末轧机,将均匀混合后的原料轧制成形,轧制压力为 25t。将轧制后的板状生坯在空气循环烘箱中加热以脱除造孔剂,加热温度为 300°C 。然后将其装入真空高温烧结炉中进行烧结,烧结温度为 1280°C ,保温时间为 3 小时,真空度 5.0×10^{-3} 托。所制备的内层管式滤芯外径为长度为 200mm,外径 $\phi 30\text{mm}$ 壁厚 2mm。

[0038] 再采用氩弧焊接工艺将外层与内层滤芯进行连接。最后在外层滤芯上焊接螺纹接头、顶盖与底盖,焊接工艺为:焊接电流 50A,焊接速度 8mm/min。

[0039] 所制备的双层烧结金属粉末滤芯的综合性能见附表 1。

[0040] 实施例 2

[0041] 根据图 1 所示的结构,分别制备外层与内层滤芯,然后将二者进行连接,制备双层烧结金属粉末滤芯。

[0042] 外层滤芯采用等静压工艺制备。根据外层滤芯的结构形式,设计相应的管状模具。将 316L 不锈钢金属粉末原料进行筛分定级,粒度为 $-100+200$ 目;粉末原料以松装比重 $2.6\text{g}/\text{cm}^3$,填入相应的管状模具,在振动台上振实,再采用冷等静压机直接成型,成型压力为 180MPa,保压时间为 10min;采用真空高温烧结炉,对脱模后的生坯进行烧结,烧结温度为 1230°C ,保温时间为 4 小时,真空度 5.0×10^{-3} 托。所制备的外层管式滤芯外径为长度为 700mm,外径 $\phi 50\text{mm}$,壁厚 4mm。

[0043] 内层滤芯采用粉末轧制工艺制备。将粉末进行筛分定级,粉末粒度为 $-40+100$ 目;在一定粒度的粉末原料中加入 8%的造孔剂,造孔剂为尿素,然后在混料机中混合均匀;采用粉末轧机,将均匀混合后的原料轧制成形,轧制压力为 30t。将轧制后的板状生坯在空气循环烘箱中加热以脱除造孔剂,加热温度为 300°C 。然后将其装入真空高温烧结炉中进行烧

结, 烧结温度为 1320℃, 保温时间为 3 小时, 真空度 5.0×10^{-3} 托。所制备的内层管式滤芯外径为长度为 180mm, 外径 $\phi 40$ mm, 壁厚 2mm。

[0044] 再采用采用氩弧焊接工艺将外层与内层滤芯进行连接。最后在外层滤芯上焊接螺纹接头、顶盖与底盖, 焊接工艺为: 焊接电流 50A, 焊接速度 8mm/min。

[0045] 将所制备的双层烧结金属粉末滤芯在汽油脱硫工艺进行现场应用, 为了评价过滤效果(过滤精度、过滤效率、流通量等), 采用高精度采样器(过滤精度 $0.1 \mu\text{m}$) 进行现场采样评价实验, 附图 2 为采样装置示意图。通过采样评价实验并结合现场中控数据, 得到了双层烧结金属粉末滤芯的现场实际应用时的过滤性能, 如附表 2 所示。从中可见, 滤芯具有优异的过滤精度和过滤效率。

[0046] 所制备的双层烧结金属粉末滤芯从 2009 年 3 月开始在汽油吸附催化工艺进行现场应用, 目前已经安全平稳运行了 1 年多时间, 完全达到了设计要求。

[0047] 实施例 3

[0048] 根据图 1 所示的结构, 分别制备外层与内层滤芯, 然后将二者进行连接, 制备双层烧结金属粉末滤芯。

[0049] 外层滤芯采用等静压工艺制备。根据外层滤芯的结构形式, 设计相应的管状模具。将 316L 不锈钢金属粉末原料进行筛分定级, 粒度为 $-150+350$ 目; 粉末原料以松装比重 $2.5\text{g}/\text{cm}^3$, 填入相应的管状模具, 在振动台上振实, 再采用冷等静压机直接成型, 成型压力为 220MPa, 保压时间为 10min; 采用真空高温烧结炉, 对脱模后的生坯进行烧结, 烧结温度为 1230℃, 保温时间为 4 小时, 真空度 5.0×10^{-3} 托。所制备的外层管式滤芯外径为长度为 2.7m, 外径 $\phi 60$ mm, 壁厚 3mm。

[0050] 内层滤芯采用粉末轧制工艺制备。将粉末进行筛分定级, 粉末粒度为 $-40+120$ 目; 在一定粒度的粉末原料中加入 10% 的造孔剂, 造孔剂为尿素, 然后在混料机中混合均匀; 采用粉末轧机, 将均匀混合后的原料轧制成形, 轧制压力为 30t。将轧制后的板状生坯在空气循环烘箱中加热以脱除造孔剂, 加热温度为 300℃。然后将其装入真空高温烧结炉中进行烧结, 烧结温度为 1320℃, 保温时间为 3 小时, 真空度 5.0×10^{-3} 托。所制备的内层管式滤芯外径为长度为 800mm, 外径 $\phi 30$ mm, 壁厚 1.8mm。

[0051] 再采用采用氩弧焊接工艺将外层与内层滤芯进行连接。最后在外层滤芯上焊接拉乌尔喉管、顶盖与底盖, 焊接工艺为: 焊接电流 60A, 焊接速度 8mm/min。

[0052] 所制备的双层烧结金属粉末滤芯已经在吸附催化脱硫工艺现场进行安装应用, 附图 3 为双层烧结金属粉末滤芯的现场应用时的压差与时间关系曲线, 图中表明, 双层烧结金属粉末滤芯最大压差不超过 20KPa, 具有良好的反吹再生性能, 完全可以满足工艺现场的生产需求。

[0053] 表 1 双层烧结金属粉末滤芯的综合性能

[0054]

滤芯种类	平均孔隙 (μm)	渗透率 ($\text{L}/\text{min} \cdot \text{cm}^2 \cdot \text{Pa}$)	孔隙率 (%)	压溃强度 (MPa)
外层滤芯	8-12	$1.5-3 \times 10^{-4}$	33-38	170-220
内层滤芯	25-35	$1-3 \times 10^{-3}$	38-45	70-120

[0055] 表 2 双层烧结金属粉末滤芯的现场过滤性能

性能指标	流通量 (t)	过滤精度(μm)	过滤效率(%)
数值	140	1.0	99.99

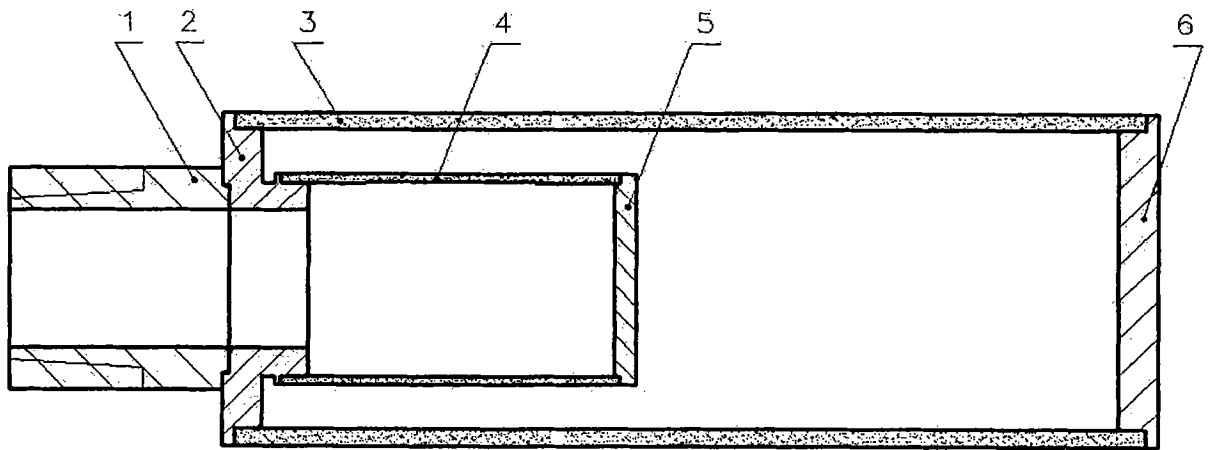


图 1

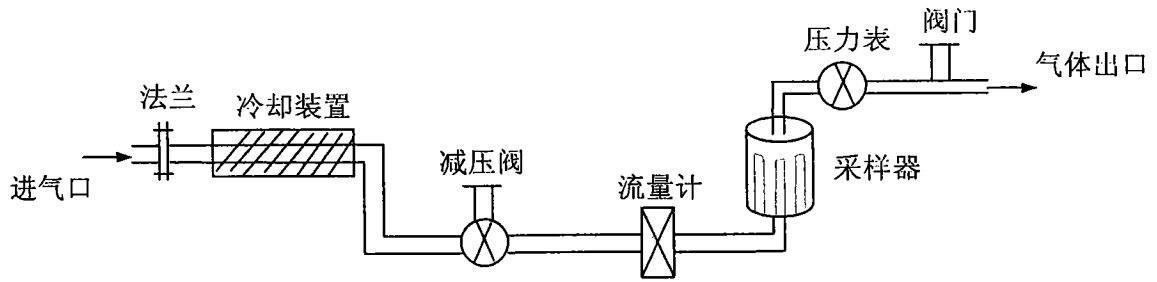


图 2

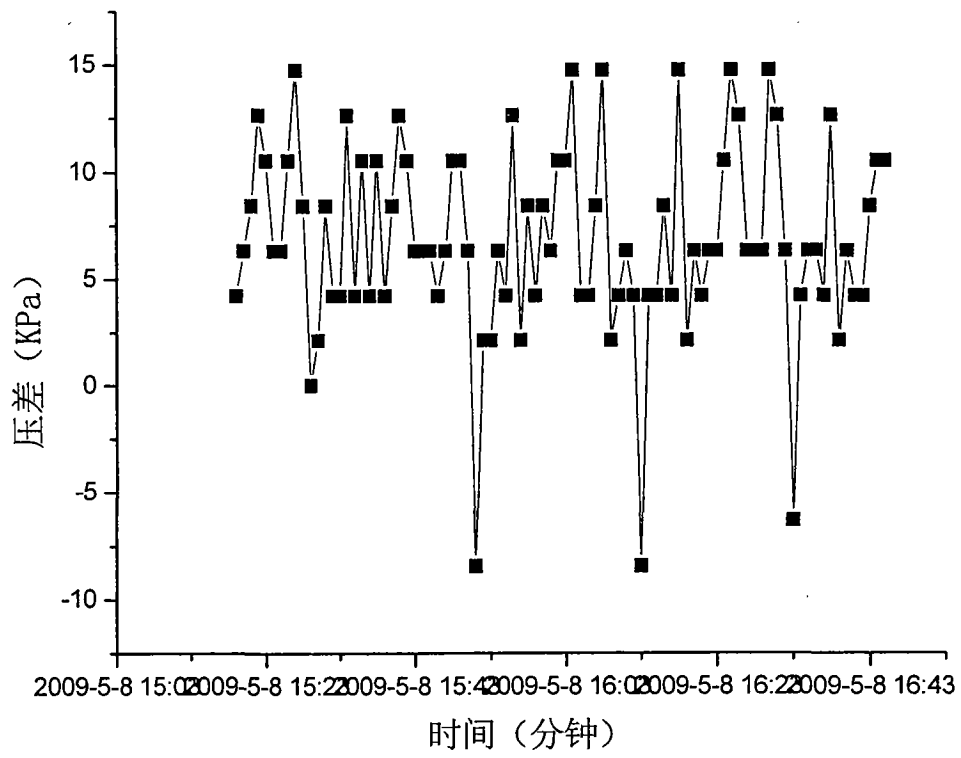


图 3