

NORGE



STYRET  
FOR DET INDUSTRIELLE  
RETTSVERN

## Utlegningsskrift nr. 116995

Int. Cl. C 22 b 9/02 Kl. 40a-9/02

Patentsøknad nr. 155.026 Inngitt 6.X 1964

Løpedag -

Søknaden alment tilgjengelig fra 1.VII 1968

Søknaden utlagt og utlegningsskrift utgitt 16.VI 1969

Prioritet begjært fra: 7.X-63 Rhodesia og  
Nyasaland, nr. 63/561

---

Hilux Holdings Soci t  Anonyme,  
1 Place de la Gare, Luxembourg.

Oppfinner: Noel Plint, 3 Oppenheimer Avenue,  
Nchanga, Zambia.

Fullmektig: Siv. ing. Erling Quande.

Fremgangsm te til utvinning av metaller fra  
deres oksydiske malmer.

Foreliggende oppfinnelse ang r utvinning av metaller fra  
deres oksydiske malmer ved "seigringsprosessen".

Selve "seigringsprosessen" er kjent og er tidligere be-  
skrevet hovedsakelig i forbindelse med utvinning av kobber fra  
dets malmer, f.eks. i britisk patent 250.991. Det er imidlertid  
kjent at de fleste metaller vil seigre n r betingelsene er riktige.

Ved seigringsprosessen oppvarmes det metallholdige materiale  
til en h y temperatur under smeltepunktet for det metall som skal  
utvinnes, blandes s  med reagenser best ende av et reduksjons-  
middel og halogen eller en halogenforbindelse, vanligvis natrium-  
klorid, i en inert eller reduserende atmosf re, hvorp  seigrings-  
reaksjonen foreg r og metaller seigrer. Derp  utvinnes det  
seigrede metall direkte eller etter litt maling, ved en passende  
Kfr. kl. 40a-15/14

fremgangsmåte som skumflotasjon eller luting.

Den publiserte litteratur (jfr. f.eks. U.S. Bureau of Mines Report No. 646 av september, 1960) om seigringsprosessen som utført på kobber, foreslår at den grunnleggende kjemi ved prosessen bygger på reduksjonen av kobberforbindelser i gass- eller dampfase av carbon med halogen som det forflyktigende middel. Denne teori støttes av det forhold av forsøk på å utføre prosessen i et fluidisert skikt mislyktes. Den gasstrøm som er nødvendig for å fluidisere og oppvarme chargen, feier bort flyktige forbindelser for de er istand til å spaltes på det carbonholdige materiale. Av denne grunn har tidligere forskere foreslått å utføre fremgangsmåten i roterovner, omrøringsovner eller sjaktovner (med pelletisert påamatning).

Det bør merkes at prosessen noen ganger ble utført i to trinn: det første bestående i oppvarming av chargen og det annet i tilsetning av reagenser til den oppvarmede charge, men det ble her ikke arbeidet i reaktorer med fluidisert skikt. Det bør merkes at oppvarming i fluidisert skikt er tidligere kjent, f.eks. fra US patent nr. 2.394.710, men ikke i forbindelse med seigringsprosessen.

Ved de kjente fremgangsmåter anvendes en relativt stor mengde reagenser, særlig halogenmateriale, Et mål ved foreliggende oppfinnelse er å fremskaffe en fremgangsmåte ved hvilken mindre halogenmateriale anvendes.

Den korteste, tidligere anvendte reaksjonstid, dvs. tiden mellom tilsetningen av reagenser og avslutning av seigringsreaksjonen, er av størrelsesordenen 18 min. Ved den foreliggende oppfinnelse har det overraskende vist seg at reaksjonstiden kan reduseres til så lavt som mellom 2 og 10 min.

Ifølge britisk patent nr. 387.713 tilføres kobbermalm til en ovn av "Herreshoff"-typen og oppvarmes gradvis til en temperatur av 650°C i motstrøm til varmestrømmen i ovnen. Mens malmen befinner seg i ovnen, tilsettes reaksjonsmidler i form av natriumklorid og trekull til malmen i en mengde av 0,5% vanlig salt og 1% trekull. Reaksjonsblandingen mates så inn i et seigringskammer hvor den gis en oppholdstid av 1-2 timer.

Ved foreliggende fremgangsmåte benyttes også et oppvarmnings-trinn fulgt av et seigringskammer. Oppvarmningstrinnet utgjøres

imidlertid av et enkelt fluidisert lag. Når laget først er blitt stabilisert slik at jevn drift av dette er blitt sikret, oppvarmes malmen plutselig, og det anvendes følgelig ingen gradvis oppvarming av malmen. Fra det fluidiserte lag bringes malmen til å strøme over i et seigringskammer hvor reaksjonsmidlene settes til malmen. Det kan ved foreliggende fremgangsmåte anvendes en langt mindre tilsetningmengde av reaksjonsmidler og en langt kortere oppholdstid i seigringskammeret enn ved fremgangsmåten ifølge britisk patent nr. 387.713. Foreliggende fremgangsmåte gjør det også mulig å oppnå for seigringsreaksjonen langt mer realistiske temperaturer enn den kjente fremgangsmåte.

Foreliggende fremgangsmåte til utvinning av metaller fra deres oksydiske malmer ved hvilken malmen inneholdende oksyder av et metall som er istand til å seigre, forvarmes til en forutbestemt temperatur under metallens smeltepunkt, derefter blandes med et alkalimetallhalogenid og carbonholdig reduksjonsmiddel under utelukkelse av atmosfærisk luft og tilføres et seigringskammer hvor metallet utskilles fra malmen ved seigring, er særpreget ved at malmen oppvarmes i et fluidisert lag i nærvær av carbon til en forutbestemt temperatur på i og for seg kjent vis, og at det således oppvarmede materiale bringes til å strøme over fra det fluidiserte lag inn i et seigringskammer og til å bevege seg gjennom dette som et kontinuerlig sammenpakket lag med en forutbestemt hastighet, idet alkalimetallhalogenid og carbonholdig materiale tilsettes ved toppen av det sammenpakkede lag.

På denne måte erholdes ifølge oppfinnelsen de velkjente fordeler ved opphetning i fluidiserte lag ved seigringsprosessen. Der er imidlertid større fordeler:

- a) mindre mengder reagenser er nødvendige enn ved de kjente måter ved utførelse av seigringsprosessen, og
- b) reaksjonstiden reduseres overraskende til en tid som er så kort som mellom 2 og 10 min., hvilket bevirker at det i et anlegg av en gitt størrelse kan behandles mer materiale, eller at en gitt mengde materiale kan behandles i et anlegg av mindre størrelse.

Apparatet som anvendes ved foreliggende fremgangsmåte består i en fluidisert-lag-reaktor innbefattende et reaktorrom, anordning for å føre fluidisert gass gjennom dette rom, anordning

for å mate nedknuste partikler inn i reaktorrommet, anordning for å trekke av nedknuste partikler fra rommet og et utløp for bortføring av fluidiseringsgass, et sylindrisk kar i toppen av hvilket der påmates fra avtrekningsanordningen og hvis bunnende kontrolleres ved en anordning som tillater en begrenset utstrømning fra karet, og anordning for påmatning av reagenser til toppen av karet.

Oppfinnelsen skal forklares videre under henvisning til de medfølgende tegninger hvor

Fig.1 viser skjematisk, delvis i snitt, et apparat for utførelse av foreliggende fremgangsmåte og

Fig.2 viser skjematisk en modifisert utførelsesform av et apparat.

I fig. 1 består utstyret av en sylindrisk fluidisert-lag reaktor. Der er en gass-fordelingskasse 3 under bunnen 4 i reaktoren, og bunnen 4 gjennomtrenges av passende dyser 5. Et sentralt standrør 6 rager gjennom bunnen og gass-fordelingsboksen opp til under nivået 7 som er beregnet på fluidiserte faste stoffer i reaktorrommet 8.

Fluidiserte reaktorer av den angjeldende type er kjente og trenger ingen videre utdypning.

Der er påmatningsinnløp 9 og 10 for påmatning av malm og kull til reaktorrommet 8. Et annet innløp 11 mater alkalimetallhalogenid og kull til toppen av standrøret 6. En egnet avløpskontrollmekanisme 12 er anbragt ved bunnen av standrøret 6. Kontrollmekanismer av denne type er velkjente og kan ha en rekke forskjellige former såsom en plog og plate, eller en plate med variabel avstand på en transportsnekke.

Mekanismen 12 regulerer strømmen av materiale fra røret 6.

En eller flere sykloner som kan være isolert på passende måte, er anbragt enten utenfor reaktorrommet eller inne i det frie rom over nivået 7. På tegningen er vist en syklon 13 utenfor reaktoren, men underløpet fra syklonen 13 er bragt til å strømme inn i toppen av standrøret 6.

Ved drift mates kobbermalm inn i reaktorrommet ved hjelp av påmatningsinnløpet 9. Pulverisert kull mates ved anordninger til påmatningsinnløpet 10. Det således dannede lag fluidiseres først og bringes til den nødvendige temperatur ved vanlige fremgangsmåter. Deretter tilsettes malm og brensel kontinuerlig med en

passende hastighet. Oppvarmet malm strømmer over og inn i og samler seg i standrøret 6 hvor den suppleres av avløpet fra sykklonen 13. Dessuten mates også natriumklorid og mere kull til toppen av standrøret 6 ved hjelp av materøret 11.

I standrøret 6 dannes et mer eller mindre sammenpakket lag eller en plugg av overløpet fra det fluidiserte lag. Når mekanismen 12 arbeider og bevirker at materialet utføres med mellomrom eller kontinuerlig fra standrøret 6, beveger laget seg gradvis nedover.

Virkningene er da at malm innføres i reaktorrommet 8, oppvarmes til en på forhånd bestemt temperatur i dette rom, og passerer så under forseglede betingelser som et sammenpakket lag hvortil reagenser er blitt tilsatt, ned igjennom standrøret 6.

De viktige resultater som følger av anvendelsen av apparatet i fig. 1 er som følger:

- (a) Malmen kan oppvarmes til den optimale temperatur for den virkelige reaksjon begynner.
- (b) Skulle noen kobbersulfider være tilstede i malmen, overføres disse til oksydet i det fluidiserte lag.
- (c) Skjønt forbrenningsgasser ikke helt stenges ute fra pluggen eller det sammenpakkelede lag, holdes volumet pr. enhet masse av malmen på et minimum. Dette har i praksis ikke vist noen uheldige resultater.
- (d) Oppholdstiden av malmen i den virkelige reaksjonsone (standrøret) kan holdes så lang eller så kort som nødvendig for å få optimale resultater ved en gitt malm.
- (e) Anordningen er fleksibel, idet arbeidsbetingelsene kan forandres til å passe forskjellige typer av malmer, forskjellige konsentrasjoner av kobber osv.

Videre behøver i det minste den øvre del av standrøret 6 ikke å være isolert i større utstrekning, og innholdet av røret 6 står i indirekte varmeutvekslingsforhold til materialet i reaktorrommet 8 slik at den eksoterme seigringsprosess kan bidra til varmen for oppvarming av malmen. I praksis har det imidlertid vist seg at en anordning som den i fig. 1 skaper konstruksjonsmessige og driftsmessige problemer.

Av disse grunner er apparatet i fig. 2 blitt konstruert.

I fig. 2 er der en fluidisert lagreaktor 20 av en hvilken

som helst egnet type. I det indre av reaktoren er der ingen hindringer. Reaktoren 20 påmates malm og kull gjennom innløpene 21 og 22. Oppvarmet materiale fra reaktoren 20 strømmer over i to utvendige, vertikale kar 23 som hvert kontrolleres av en kontrollmekanisme 12 av den ovenfor nevnte type. Hvert kar 23 har innløp 24 for kull og salt (natriumklorid).

Avløpssgassen fra reaktoren 20 går gjennom syklonene 25, og underløpet fra syklonene mates til karene 23. Om nødvendig kan gass fra syklonene 25 ledes gjennom andre sykloner for å utvinne faste partikler som kan ha passert gjennom syklonene 25. Disse partikler kan føres sammen med underløpet fra hovedsyklonene.

Driften av apparatet i fig. 2 er praktisk talt lik den for apparatet i fig. 1.

Produktene fra apparatene beskrevet ovenfor føres ut og avkjøles på kjent vis for å hindre unødig oksydasjon av det utskilte kobber. Produktet kan underkastes en lett maling og føres så gjennom flotasjonsceller på vanlig vis i seigringsprosessen.

Apparatet vist i fig. 1 har vært anvendt på malmer av forskjellig sammensetning og som inneholdt mellom 1,6 og 3,5% kobber. Så snart det fluidiserte lag var i drift, ble malm matet inn i reaktorrommet i en mengde av mellom 340 og 417 kg/time. Brenselskull ble innført i laget i en mengde av 69 kg pr. tonn påmatning eller 28,2 kg/time. Mellom 3,4 og 4,0 m<sup>3</sup> luft pr. minutt ved 20°C og 0,893 kg/cm<sup>2</sup> ble anvendt. Temperaturen midt i laget var ca. 830°C.

Uttømningsplogen og platen ved bunnen av standrøret ble bragt til å arbeide med mellomrom på mellom 60 og 95 sekunder for å gi en oppholdstid på 2 minutter eller litt mere. Tilsetningen av natriumklorid varierte fra mellom 0,07 og 0,11 vekt% av nettopåmatningen til standrøret. Kull ble tilført til standrøret i en mengde av ikke over 0,3 vekt% av nettopåmatningen. De beste resultater ble oppnådd med 0,2%.

Med de ovenfor angitte tall fikk man en tilfredsstillende utvinning av kobberet i det påfølgende flotasjonstrinn. Gjennomsnittlig ble 92,67% av kobberet i malmen utvunnet.

P a t e n t k r a v

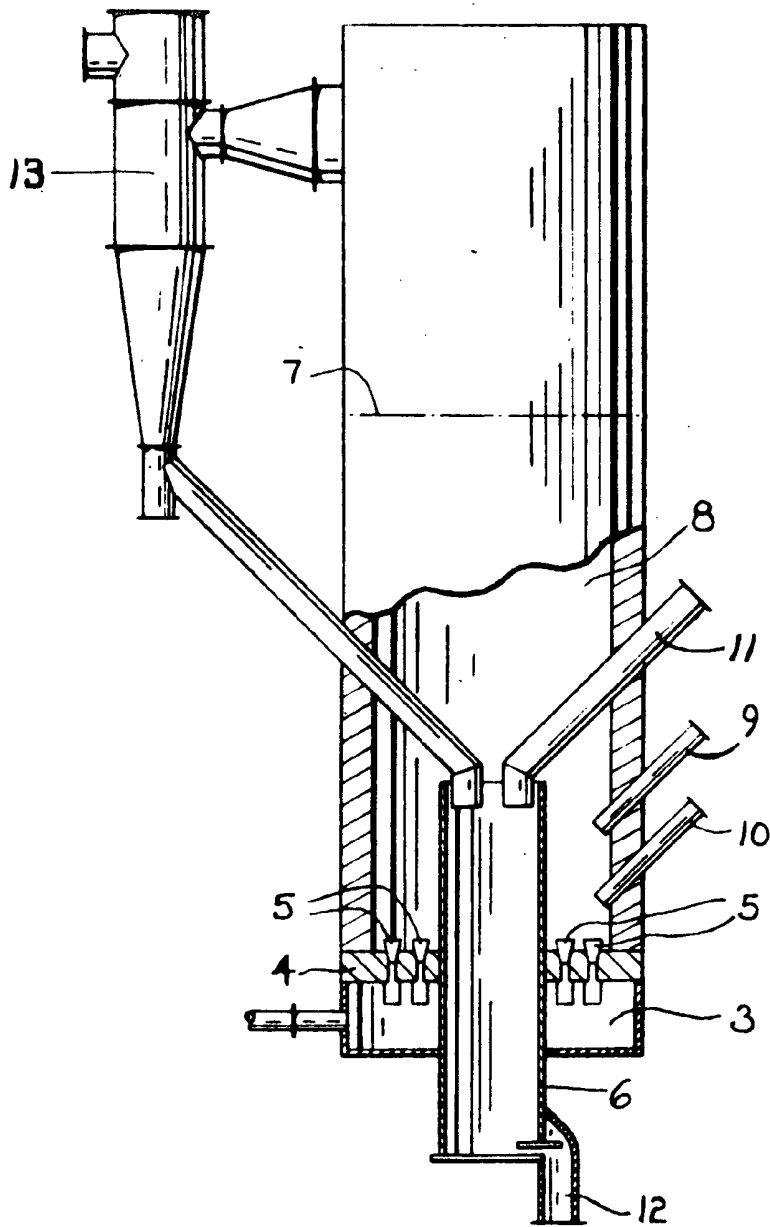
Frengangsmåte til utvinning av metaller fra deres oksydiske malmer ved hvilken malmer inneholdende oksyder av et metall som er istand til å seigre, forvarmes til en forutbestemt temperatur under metallens smeltepunkt, derefter blandes med et alkali-metallhalogenid og carbonholdig reduksjonsmiddel under utelukkelse av atmosfærisk luft og tilføres et seigringskammer hvor metallet utskilles fra malmen ved seigring , k a r a k t e r i s e r t v e d at malmen oppvarmes i et fluidisert lag i nærvær av carbon til en forutbestemt temperatur på i og for seg kjent vis, og at det således oppvarmede materiale bringes til å strömme over fra det fluidiserte lag inn i et seigringskammer og til å bevege seg gjennom dette som et kontinuerlig sammenpakket lag med en forutbestemt hastighet, idet alkalimetallhalogenid og carbonholdig materiale tilsettes ved toppen av det sammenpakkede lag.

## Anførte publikasjoner:

Tysk utl. skrift nr. 1.117.881

U.S. patent nr. 1.679.337, 1.865.153, 2.909.423, 2.909.424

FIG. 1.



116995

FIG. 2.

