

**NORGE**



**STYRET  
FOR DET INDUSTRIELLE  
RETTSVERN**

## **Utlegningskrift nr. 128495**

Int. Cl. C 22 b 23/00 Kl. 40a-23/00

Patentsøknad nr. 2544/71 Inngitt 2.7.1971

Løpedag -

Søknaden alment tilgjengelig fra 10.1.1972

Søknaden utlagt og utlegningskrift utgitt 26.11.1973

Prioritet begjært fra: 7.7.1970 Storbritannia,  
nr. 32965/70

International Nickel Limited,  
Thames House, Millbank, London S.W.1,  
Storbritannia.

Oppfinner: Henry Ronald Forman, 749 Clydach Road,  
Ynystawe, Swansea, Wales.

Fullmektig: Siv.ing. Sigrun E. Græsbøll.

Fremgangsmåte for fremstilling av nikkel  
ved termisk dekomponering av nikkelkarbonyl,  
samt apparat for fremgangsmåtens utførelse.

I Mond-prosessen for fremstilling av nikkel ved  
dannelse og etterfølgende dekomponering av nikkelkarbonyl brin-  
ges karbonylet i et dekomponeringsapparat i kontakt med nikkel-  
pellets opphetet til en temperatur over karbonylets dekomponere-  
ringstemperatur. Nikkelet utfelles på nevnte pellets, som sir-  
kulerer, og når de er tilstrekkelig store, fraskilles de og  
fjernes som produkt.

Patentsøkerne har i sitt britiske patent nr. 620 287 beskrevet en modifikasjon av denne fremgangsmåte som er  
særlig egnet for karbonyl-inneholdende gasser som inneholder 4 %  
eller mer av nikkelkarbonyl, hvilke gasser har en tendens til å  
avsette karbon hvis de kommer i kontakt med nikkelpellets ved  
høye temperaturer. Ved denne modifikasjon forvarmes nikkelpelle-

128495

tene og bringes til å strømme i motstrøm til den karbonyl-inneholdende gass, og den opprinnelige sammensetning av karbonylet, strømhastigheten av gassen og utgangstemperaturen i pelletene koreguleres for å eliminere karbonavsetningen helt eller i det vesentlige fullstendig. Ved utførelsen av prosessen avkjøles de forvarmede pellets gradvis av den endoterme reaksjon med karbonylet som strømmer i motstrøm til dem, slik at de varmeste pellets som trer inn i dekomponeringsapparatet bare kommer i kontakt med gassene med lavest konsentrasjon.

I det nevnte patent beskrives dekomponeringen slik at denne utføres for å dekomponere nikkelpkarbonylet fullstendig, og en del av det resulterende nikkelfrie karbonmonoksyd fjernes til et punkt i pelletenes bane utenfor det sted hvor den karbonyl-inneholdende gass først kommer i kontakt med pelletene, for å bygge opp et mottrykk til å motvirke enhver tendens til at karbonylet føres ut fra reaksjonskammeret sammen med pellets, istedenfor å strømme i den motsatte retning.

Hvis pelletene forvarmes til en tilstrekkelig høy temperatur til å sikre at hele mengden av karbonyl i gassen som føres inn i reaksjonskammeret dekomponeres, så vil det foreligge en tendens til at en del av pelletene vil bli overopphetet, slik at selv ved de lave konsentrasjoner ved hvilke gassen kommer i kontakt med de varmeste pelletene, vil en del av karbonylet dekomponeres så at det dannes karbon.

I henhold til fremgangsmåten ifølge foreliggende oppfinnelse begrenses forurensningen av pelletene med karbon til et minimum ved at i det minste 95 volumprosent og mindre enn 100 volumprosent av gassen fra reaksjonskammeret føres ut av kammeret mens gassen fremdeles inneholder minst  $3 \text{ g/m}^3$  av nikkelpkarbonyl, nikkelpkarbonylet i den gjenværende gass dekomponeres og i alt vesentlig karbonyl-fri gass føres ut fra reaksjonskammeret ved pelletinnløpet og føres tilbake til reaksjonskammeret ved et punkt i pelletenes bane utenfor det sted hvor den karbonylinneholdende gass først kommer i kontakt med pelletene, for å tilveiebringe et mottrykk i denne bane.

For oppnåelse av en effektiv drift av prosessen bør mengden av ikke-dekomponert karbonyl i gassene som forlater reaksjonskammeret, være så liten som mulig, og i praksis bør nikkelpinnholdet i gassene være  $3 - 6 \text{ g/m}^3$  og særlig fordelaktig  $3 - 5 \text{ g/m}^3$ . En foretrukken utførelsesform av foreliggende fremgangsmåte går ut på at 97 - 99 % av den karbonylinneholdende gass føres ut fra reaksjonskammeret.

Det er å foretrekke å anvende et vertikalt dekomponerings-

apparat og de forvarmede pellets føres inn i reaksjonskammeret ved toppen og beveges nedover under innvirkning av tyngdekraften og fjernes fra kammerets bunn.

Reaksjonskammeret har hensiktsmessig en sylindrisk hoveddel og et snevrere halsparti i midten av toppen gjennom hvilket pellets trer inn. Under bruk er denne hals full av pellets, mens den sylindriske del ikke er fullstendig fylt, idet overflaten av massen av pellets i sylinderdelen skråner nedover og utover fra forbindelsen mellom halspartiet og hoveddelen, slik at det blir tilbake et gassrom rundt sylinderens skulderparti. Den karbonyl-inneholdende gass innføres i den nedre del av kammeret og passerer oppover gjennom massen av pellets og i det vesentlige all gassen føres ut gjennom utløp som fører fra gassrommet i skulderpartiet mens den fremdeles inneholder noe ikke-dekomponert karbonyl. Det gjenværende karbonyl i en hvilken som helst liten mengde av gassen som diffunderer oppover gjennom halsen i reaksjonskammeret, dekomponeres av varme pellets som trer inn i halspartiet fra forvarmeren.

I praksis skal temperaturen av disse pellets være 200 til 250°C, f.eks. ca. 220°C. Under passeringen ned gjennom reaksjonskammeret til det nivå ved hvilket hovedmengden av gassene føres bort taper pelletene lite varme. Etter som de passerer ned i reaksjonskammeret, avkjøles pelletene ved den endoterme dekomponering av karbonylet og pelletene forlater kammeret ved 170 til 210°C, f.eks. ved ca. 180°C.

Generelt vil den karbonyl-inneholdende gass som føres til reaksjonskammeret, være karbonmonoksyd som inneholder minst 4 volumprosent nikkelkarbonyl, dvs. 100 g/m<sup>3</sup> nikkel som nikkelkarbonyl. De høyeste gjennomgangshastigheter og den høyeste totaleffektivitet oppnås ved å anvende karbonmonoksyd som inneholder, basert pr. volum, fra 5 til 20% nikkelkarbonyl (125-500 g/m<sup>3</sup> nikkel som karbonyl), og høyere karbonylinnhold, f.eks. opp til 40 volumprosent nikkelkarbonyl kan anvendes.

Alle karbonylkonsentrasjoner som det henvises til i denne beskrivelse, er ved 15°C og atmosfærisk trykk.

Skjønt gassene som diffunderer eller strømmer oppover gjennom pelletene i halsen til reaksjonskammeret, ikke utsettes for meget høyere temperaturer enn hovedmengden av gassene, så er strømningshastigheten eller diffusjonshastigheten så lav at det er tilstrekkelig tid til at det finner sted en faktisk fullstendig dekomponering av det gjenværende karbonyl i gassen.

Den karbonyl-frie gass føres fortrinnsvis bort gjennom en samlebeholder som er anbragt umiddelbart over dekomponeringsapparatets halsparti, gassen komprimeres og føres tilbake til bunnen av dekomponeringsapparatet under det punkt ved hvilket de karbonyl-inneholdende gasser innføres.

En foretrukket utførelsesform av oppfinnelsen skal i det følgende beskrives i forbindelse med et eksempel under henvisning til de medfølgende skjematiske tegninger, hvor:

fig. 1 er et skjematisk snitt av den øvre del av et fullstendig karbonyl-dekomponeringsapparat, og

fig. 2 er et snitt av den nedre del av dekomponeringsapparatet.

Som vist på figurene omfatter apparatet en pellet-forvarmer 1, montert oventil og forbundet over et pellet-oppsamlingskammer 2 til et reaksjonskar 3 som har et utløpsrør 4, som fører til et oppsamlingshus 5 som er en del av en fullstendig omsluttet paternosterelevator 6 som er anordnet for å samle opp nikkelpellets som kommer fra reaksjonskammeret gjennom utløpsrøret 4 og føre den til toppen av apparatet og tømme dem gjennom et rør 7 inn i en pellets-beholder 8 over forvarmeren 1.

Nikkelpellets fra beholderen 8 beveger seg nedover ved en temperatur av ca.  $180^{\circ}\text{C}$  gjennom de vertikale rør 9 i forvarmeren og opphetes til ca.  $220^{\circ}\text{C}$  ved hjelp av hete gasser som sirkulerer gjennom opphetningskappen 10 som omgir rørene fra et innløp 11 til et utløp 12. Pellets som tømmes ut fra røret 7 inn i beholderen har størrelser som varierer fra meget små kimpartikler til ca. 1 cm størrelse, og de større pellets søker å skille seg ut til yttersiden av massen i beholderen og å bevege seg nedover i de ytre rør til forvarmeren.

Fra bunnen av rørene 9 føres pelletene inn i et kjeglestumpformet samle-kammer 2, hvis vegger har en vinkel på ca.  $23^{\circ}$  i forhold til vertikalen. Montert inne i kammeret er det en ledeplate 13 utformet som en hul, omvendt  $90^{\circ}$  konus eller kjegle som tjener til å forsinke bevegelsen av pellets nedover til de indre rør av forvarmeren. Ledeplassen 13 og de innover hellende vegger av samle-karet samvirker for å lede de små pellets fra de indre rør av forvarmeren utover, og de større pellets fra de ytre rør innover, så at de blir blandet sammen og passerer gjennom den ringformede åpning 14 i toppen av dekomponeringsapparatet 3. Denne åpning har en bredde av ca. 5 cm.

Et rør 15 fører fra det indre av den koniske ledeplate 13 over en kompressor 16 til et gassinnløp 17 ved toppen av utløps-

røret i dekomponeringsapparatet, og tre i like avstander fra hverandre anordnede utløpsrør 18 fører fra samlekarer til et hjelpe- eller reservepellets-oppsamlingskar 35 over magnetiske ventiler 19 som normalt er lukket. Bare ett av rørene 18 og én av ventilene 19 er vist på tegningen. Et utløpsrør 34 fører fra reservetappebeholderen 35 til en trakt 24.

En blanding av karbonmonoksyd og 10-12 volumprosent av nikkelskarbonyl innføres i den nedre del av reaksjonsbeholderen gjennom med vannkapper utstyrte innløpsrør 20 hvorav bare ett er vist, hvilke rør har utvidede ender som munner nedover i massen av pellets. Denne anordning minsker trykkforskjellen ved enden av røret og det dannes et gassrom under enden av røret når pelletmassen beveger seg nedover langs røret. Gass fra innløpene 20 passerer oppover gjennom massen av hete pellets, hvilke dekomponerer nikkelskarbonylet så at det dannes nikkel som utfelles på pelletene og bevirker at disse vokser. Samtidig avkjøles pelletene av den endoterme reaksjon, så at gassen gradvis kommer i kontakt med varmere pellets når dens karbonylinnhold minsker. I det minste 95 volumprosent av gassen, som fremdeles inneholder ca. 0,15 % av udekomponert karbonyl, fjernes gjennom utløpsrørene 21 som står i forbindelse med det ringformede gassrom 22 som dannes rundt skulderen eller avsatsen til reaksjonsbeholderen når pelletene beveger seg nedover fra bunnen av halsen 36 til beholderen.

Utløpsrørene 21 er forsynt med vannkapper for å hindre dekomponering av karbonylet og de er glatte på innsiden for å bringe gassens turbulens til et minimum inntil den er avkjølt til under dekomponeringstemperaturen. Reaksjonskammeret er også omgitt av en vannkappe 23 gjennom hvilken sirkulerer et vann av 90°C for å hindre dekomponering av karbonylet og dannelsen av et nikkelsjikt på beholderveggen. Overraskende nok fører dette til små varmetap fra pelletmassen, da strømmen av pellets er i det vesentlige laminær.

Den gjenværende lille mengde av gasser beveges med en meget lav overflatehastighet oppover gjennom halsen til beholderen, hvor den kommer i kontakt med de varmeste pellets fra forvarmeren. Dette dekomponerer den gjenværende lille mengde av nikkelskarbonyl og den resulterende i alt vesentlig karbonyl-frie karbonmonoksydgass føres ut gjennom røret 15 fra rommet under kjeglepartiet 13 sammen med karbonmonoksyd som har passert ned gjennom forvarmeren. Gassen som fulgte sistnevnte bane utgjør hovedmengden av gass som er ført bort fra rommet under kjeglen eller konusen 13, og strømmen

av denne gass nedover gjennom den ringformede åpning 14 tilveiebringer et mottrykk som medvirker til å hindre at gassen diffunderer oppover fra reaksjonskaret. Gass som er ført bort fra den hule konus blir komprimert av kompressoren 16 og ført tilbake gjennom innløpet 17 til toppen av utløpsrøret 4. Trykket av gassen og dimensjonene av utløpsrøret er slik at mottrykket hindrer at karbonyl-inneholdende gasser fra innløpene 20 kan passere gjennom utløpsrøret sammen med pelletene. Gass som innføres ved 17 stiger opp gjennom elevatorsjakten og nedover igjen gjennom pelletbeholderen og forvarmeren og tilbake til den hule kjegle 13.

Strømningshastigheten av pellets gjennom systemet reguleres ved hjelp av sluseventilen (ikke vist på tegningen) ved bunnen av utløpsrøret 4.

Pellets som forlater utløpsrøret faller ned i en trakt 24 gjennom hvilken de passerer over en åpning 25 på en hellende plate 26 som fører til bunnen av paternosterhuset.

For å hindre blokkering av paternostersystemet av pelletmassen som samles opp ved bunnen av samlekarer i tilfelle av at heisen eller paternostersystemet stanser, må hellingen av platen 26 være tilstrekkelig stor for å muliggjøre at små eller uregelmessig formede pellets glir nedover, men helningen eller skråningen må ikke være så stor at paternosterhuset blir tilstoppet hvis elevatorinnretningen stanser. I praksis har man funnet at en helling på  $28^{\circ}$  til horisontalen er tilfredsstillende. Åpningen 25 er slik anordnet at pellets hoper seg opp på platen 26 og blokkerer åpningen hvis paternosterheisen stanser. Trakten 24 vil da normalt fylle seg med pellets inntil utløpet fra utløpsrøret er blokkert.

Efter som pelletene har beveget seg gjentatte ganger gjennom dekomponeringsapparatet så vokser de gradvis i størrelse ved at nikkel utfelles på dem, og pellets som har vokst til en forutbestemt størrelse fraskilles ved at de større pellets, men vesentlig ikke små pellets strømmes fra den koniske haug 27 ved toppen av beholderen og over en dam 28, og langs en skrueformet renne 29 og et utløpsrør 30 til en sikt 31. Pellets med for liten størrelse som har strømmet over dammen, passerer gjennom sikten og føres tilbake til sirkulasjonen gjennom røret 32, mens pellets som har vokst tilstrekkelig passerer over sikten til en trakt 33 hvorfra de periodisk fjernes. For å oppnå en stabil og kontinuerlig drift, må hastigheten med hvilken nikkel fjernes fra sirkulasjon som fullvoksne pellets

naturligvis være den samme som nikkelutfeltningshastigheten på pelletene i reaksjonskammeret. Selv om en ensartet opphetning og radial blanding av pellets i henhold til oppfinnelsen i høy grad mevirker til oppnåelsen av en stabil drift, er det også videre viktig å sikre at aktive kimpartikler, dvs. partikler som er tilstrekkelig store til å virke som vekstkimer, ikke blir inkorporert i eksisterende pellets eller blåst ut fra reaksjonskammeret med utløpsgassene, innføres i det samme antall som produktpelletene som fjernes. Hvis det derfor ikke blir dannet en tilstrekkelig mengde av aktive kimpartikler under prosessen ved foreliggende pellets som går itu, eller på annen måte, må man tilsette et tilstrekkelig antall av tilleggspartikler, og på den annen side må hvis det foreligger for mange smittepartikler i sirkulasjon overskuddet av disse fjernes, f.eks. ved en ytterligere sikteprosess.

#### P a t e n t k r a v :

1. Fremgangsmåte for fremstilling av nikkel ved termisk dekomponering av nikkelkarbonyl, ved hvilken nikkelpellets forvarmes til en temperatur over dekomponeringstemperaturen for karbonylet og bringes til å strøomme gjennom et reaksjonskammer i motstrøm til en strøm av gass som inneholder nikkelkarbonyl, hvorved nikkelkarbonylet dekomponeres til metallisk nikkel på pelletene, k a r a k t e r i s e r t ved at i det minste 95 volumprosent og mindre enn 100 volumprosent av gassen føres ut fra reaksjonskammeret mens gassen fremdeles inneholder minst 3 g/m<sup>3</sup> av nikkel som nikkelkarbonyl, nikkelkarbonylet i den gjenværende gass dekomponeres og i alt vesentlig karbonyl-fri gass føres ut fra reaksjonskammeret ved pelletinnløpet og føres tilbake til reaksjonskammeret ved et punkt i pelletenes bane utenfor det sted hvor den karbonylinneholdende gass først kommer i kontakt med pelletene, for å tilveiebringe et mottrykk i denne bane.
2. Fremgangsmåte som angitt i krav 1, k a r a k t e r i s e r t ved at den karbonyl-inneholdende gass som føres ut fra reaksjonskammeret inneholder fra 3 til 6 g/m<sup>3</sup> nikkel som nikkelkarbonyl.

128495

3. Fremgangsmåte som angitt i et av de foregående krav, k a r a k t e r i s e r t ved at 97 - 99 % av den karbonylinneholdende gass føres ut fra reaksjonskammeret.

4. Dekomponeringsapparat for nikkelpellets for utførelse av fremgangsmåten ifølge et av de foregående krav, omfattende et vertikalt reaksjonskammer (3) gjennom hvilket nikkelpellets bevegges nedover under tyngdekraftens virkning, hvilket kammer (3) er utstyrt med et pelletinnløp (14) fra en forvarmer (1) ved toppen, et pelletutløp (4) ved bunnen og et innløp (20) for den karbonylinneholdende gass i kammerets nedre del ovenfor pelletutløpet (4), k a r a k t e r i s e r t ved at et utløp (21) for karbonylinneholdende gass er anordnet ovenfor gassinnløpet (20), men nedenfor pelletinnløpet (14), og at et utløp (15) for karbonylfri gass ved pelletinnløpet (14) er forbundet via en kompressor (16) med et innløp (17) for karbonylfri gass nedenfor innløpet (20) for den karbonylinneholdende gass.

5. Dekomponeringsapparat i henhold til krav 4, k a r a k t e r i s e r t ved at utløpet (21) for karbonylinneholdende gass er anordnet på skulderpartiet som dannes av forbindelsen mellom halspartiet (36) av reaksjonskammeret og selve reaksjonskammeret (3).

6. Dekomponeringsapparat i henhold til et av kravene 4 og 5, k a r a k t e r i s e r t ved at utløpet (15) for karbonylfri gass kommuniserer med rommet under en konisk ledeplate (13) montert med spissen oppover i halspartiet (36) til reaksjonskammeret (3).

Anførte publikasjoner:

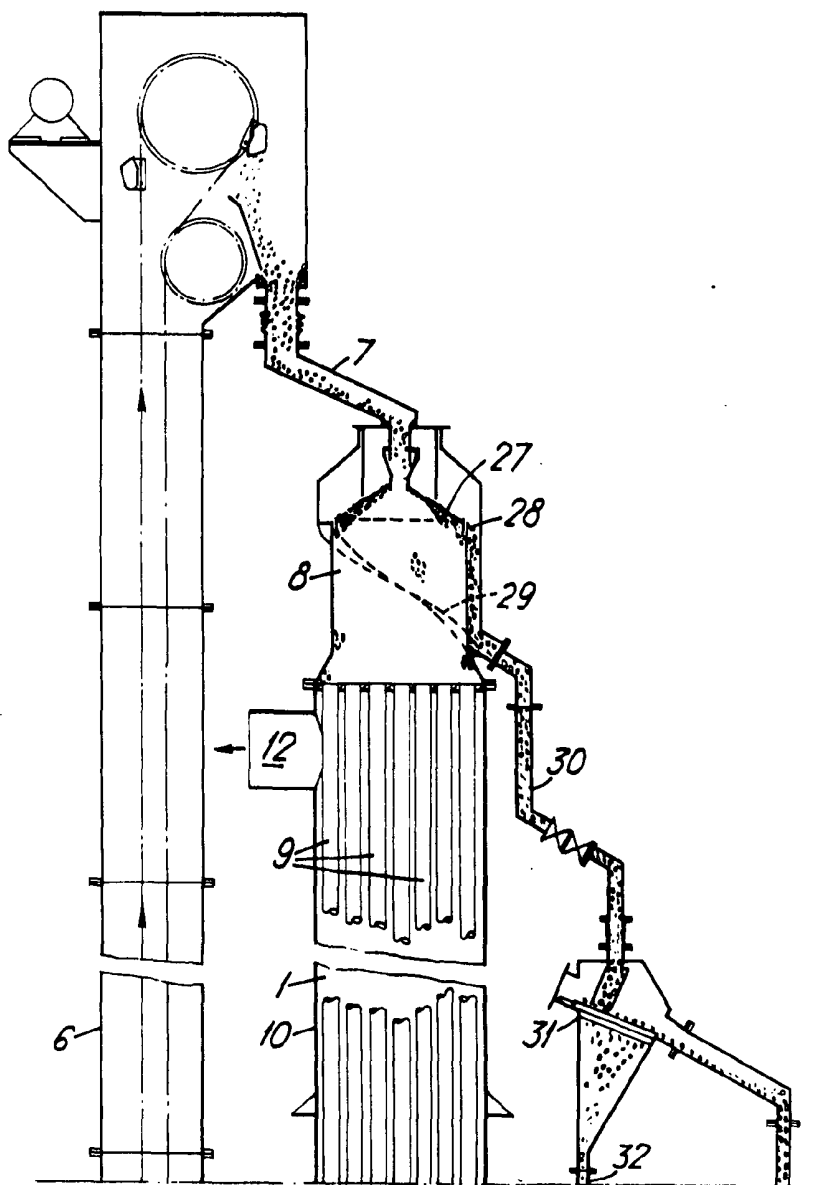
Britisk patent nr. 620287

Joseph R. Boldt, Electrowinning of Nickel, s. 378



128495

*Fig. 1.*



128495

*Fig. 2.*

