



[B] (11) **KUULUTUSJULKAISU** 78124
UTLÄGGNINGSSKRIFT

C (45) Patenti- ja rekisterihallitus
Patentti- ja rekisterihallitus 12.06.1989

(51) Kv.lk.4/Int.Cl.4 C 22 B 13/06

SUOMI-FINLAND

(FI)

Patentti- ja rekisterihallitus
Patent- och registerstyrelsen

(21) Patentihakemus - Patentansökning 850430
(22) Hakemispäivä - Ansökningsdag 01.02.85
(23) Alkupäivä - Giltighetsdag 01.02.85
(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig 04.08.85
(44) Nähtäväksipanon ja kuul.julkaisun pvm. -
Ansökan utlagd och utl.skriften publicerad 28.02.89
(86) Kv. hakemus - Int. ansökan
(32)(33)(31) Pyydetty etuoikeus - Begärd prioritet 03.02.84
Ranska-Frankrike(FR) 8401740 Toteennäytetty-Styrkt

- (71) Societe Miniere et Metallurgique de Penarroya, Tour Maine-Montparnasse,
33, avenue du Maine, Paris, Ranska-Frankrike(FR)
(72) Georges Althabegoity, Versailles, Benoit Bied-Charreton, Douai,
Ranska-Frankrike(FR)
(74) Oy Jalo Ant-Wuorinen Ab
(54) Menetelmä lyijyn puhdistamiseksi - Förfarande för rening av bly

(57) Tiivistelmä:

Keksintö liittyy menetelmään raakalyijyn jatkuvaksi puhdistamiseksi jäähdytystä käyttämällä. Tämän menetelmän mukaisesti lisätään nestemäistä raakalyijyä lämpötilasäädettyyn kattilaan, joka sisältää nestemäistä lyijymetallia alle noin 500°C:een lämpötilassa, ja sekoitetaan, ja pinnalle kerääntyvä jauhemainen aines otetaan talteen.

giaan.

(57) Sammandrag:

Uppfinningen hänför sig till ett förfarande för att kontinuerligt rena råbly genom användning av kylning.

Enligt denna process införs flytande råbly i en temperaturstyrd kittel som innehåller flytande blymetall vid en temperatur av under ca 500°C, och omröres, och det på ytan ackumulerade pulverformiga materialet tillvaratas.

Tämän keksinnön kohteena on uusi menetelmä epäpuhtaan lyijyn tai "raakalyijyn", kuten sitä usein kutsutaan, jatkuvaksi puhdistamiseksi jäähdytystä käyttämällä.

Tarkemmin sanottuna se kohdistuu menetelmään, jossa sanostusta raakalyijystä poistetaan kuparia jatkuvasti.

Raakalyijy käsitellään yleensä pelkistysuunissa kuten vesivaippauunissa tai kiertouunissa tai käyttäen ISP (Imperial Smelting)-prosesseja, ja se poistetaan näistä uuneista noin 1000°C:een lämpötilassa.

Tässä lämpötilassa ovat hyvin monet metallit tai metalloiddit lyijyliuoksia. Näihin metalleihin, metalloideihin tai yhdisteisiin kuuluvat Cu_2S , PbS , Cu , As , Sb , Sn , jne.

Alalla on hyvin tunnettua, että lyijy voidaan puhdistaa jäähdyttämällä, koska noin 500-600°C:ssa näiden alkuaineiden tai yhdisteiden liukoisuus lyijyyn laskee nopeasti, ja pinnalle kerääntyy tietty määrä kiinteitä yhdisteitä.

Nämä epäpuhtaudet voidaan poistaa kuorimalla ja saada puhtaampaa lyijyä. Tällä menetelmällä on kuitenkin hyvin paljon haittoja, koska se voidaan suorittaa ainoastaan ei-jatkuvana. Pinnalle muodostuu käytännössä paakkuja, jotka on vaikea kuoria ja poistaa. Jopa pastamaisia tuotteita muodostuu, ja nämä tekevät automaattisen talteenoton mahdollottomaksi.

Tämä ongelma on ollut olemassa jo hyvin kauan aikaa. Useita uusia menetelmiä on kokeiltu. Näistä vain yhtä on käytetty teollisessa mittakaavassa Port Piriessä. Tämän menetelmän mukaisesti muodostetaan lämpötilagradientti toisaalta pinnan, lyijyn vapauttamien yhdisteiden pitämiseksi

nestetilassa, ja toisaalta itse lyijyn välille, tämän vapautumisen helpottamiseksi.

5 Tämä menetelmä on tehnyt mahdolliseksi lyijyn jatkuvan puhdistamisen, mutta siltä puuttuu suurelta osalta joustavuus, koska rikin, arseenin ja kuparin väliset suhteet on pidettävä tietyissä rajoissa, samalla kun arseenipitoisuus on pidettävä melko matalalla tasolla. Tätä menetelmää ei sen takia voi soveltaa lyijymalmeihin, joissa ei ole tiettyjä määriä kuparia, rikkiä ja arseenia.

10 Tämän vuoksi hakijayhtiö on pyrkinyt aikaansaamaan uuden menetelmän, joka sallisi jatkuvan toiminnan kupari- ja arseenipitoisuudesta riippumatta.

15 Tämä tarkoitus on tämän keksinnön mukaisesti saavutettu käyttämällä menetelmää raakalyijyn jatkuvaksi puhdistamiseksi jäähtytystä käyttämällä, jossa sanottu nestemäinen raakalyijy, jonka lämpötila on noin 1000°C , lisätään lämpötilasäädettyyn kattilaan, joka sisältää nestemäistä lyijymetallia alle noin 500°C :n lämpötilassa, ja sekoitetaan, ja että pinnalle kerääntyvä jauhemainen aines otetaan tal-
20 teen.

Käytännössä on osoitettu, että kun raakalyijy jäähdytetään nopeasti 1000°C :n lämpötilasta alle 500°C :n lämpötilaan, saadaan jauhemainen, juokseva, ei-tarttuva ja ei-pastamainen tuote, joka voidaan helposti poistaa sulan lyijykylvyn pin-
25 nalta.

Tähän keksintöön johtaneiden tutkimusten kuluessa on osoitettu, että sekoituksen suhteen on täytettävä tietyt ehdot. Sitten sekoitustoimenpiteiden tulee käsittää kaksi komponenttia, kehäkomponentti ja radiaalinen eli konvektiokomponentti. Jäl-
30 kimmäinen, joka vastaa alaspäinliikettä pitkin astian akselia pohjaa kohti, pohjaa pitkin kohti astian kehää ja sitten ylöspäin seinämiä pitkin ja lopuksi kylvyn pinnalla kehältä koh-

ti keskusta, on hyvin tärkeä lämmön vaihtamiseksi puhdistettavan lyijyn ja astian seinämien välillä ja matalan lämpötilagradientin ylläpitämiseksi.

5 Toinen komponentti, kehäkomponentti, näyttelee myös osaa matalan lämpötilagradientin ylläpitämiseksi, koska suuri lineaarinen kehänopeus synnyttää pyörreliikkeitä, jotka tuloksena lämmönvaihtoista, joita ne edistävät lyijy/astiavälipinnan ja sanotussa astiassa enemmän sisäpuolella olevan lyijyn välillä, varmistavat lyijykylvylle tietynasteisen
10 lämmön tasaisuuden. Hyvin tuloksia voidaan saavuttaa valitsemalla kehänopeus, joka on välillä 0,5-5 metriä sekunnissa.

Eri syistä ja varsinkin lyijyn uudelleenhapettumisen välttämiseksi kylvyn pinnalla konvektiokomponentin nopeus astian pystyseinämien läheisyydessä valitaan edullisesti siten, et-
15 tä se on pienempi kuin kehänopeus, ja suositeltavasti 0,1-0,5 kertaa jälkimmäinen.

Näiden kahden komponentin yhdistelmästä tuloksena oleva nopeus astian pohjan ja seinämien läheisyydessä on sellainen, että lämpötilaero astian seinämän ja tästä seinämästä 5
20 senttimetrin päässä olevan lyijyn välillä on edullisesti enintään 20°C , ja suositeltavasti enintään 10°C . Nämä komponentit voidaan synnyttää esimerkiksi kahdentyyppisellä sekoi-
tuspotkurilla, konvektiokomponentti turbiinisekoittimella, jonka halkaisija on vähemmän kuin puolet astian halkaisijas-
25 ta, ja kehäkomponentti yhdellä tai useammalla olennaisesti pystylapaisella potkurilla.

Kattilan lämpötila on lisäksi pidettävä hyvin täsmällisesti valitussa arvossa, ts. alempana kuin 500°C , ja tämä säätö-
30 prosessi on suoritettava alle 20°C :n toleranssilla. Lämpötila ei käytännössä saa olla liian korkea, koska tämä synnyttäisi edellä kuvattuja pastamaisia tuotteita tai suuria paakkuja.

Lisäksi on vältettävä lyijyn jähmettymistä reunoille. Tästä syystä hakijan on ollut suunniteltava ja käytettävä erikoislaitetta, joka mahdollistaa menetelmän helpon toteuttamisen.

- 5 Oheiseen kuvaan viitaten tähän laitteeseen raakalyijyn puhdistamiseksi kuuluu kattila 1, jota ympäröi eristemateriaali 3, jolloin eristemateriaalin 3 ja kattilan 1 väliin on muodostettu tila 2 ilman kierron mahdollistamiseksi tässä tilassa kattilan jäähdyttämiseksi, jolloin sanottu ilma tuodaan kanavasta 4 ja poistetaan kattilan yläosassa olevasta renkaamuotoisesta aukosta 5, eristemateriaalin ollessa peitetty käämityksellä 6, joka mahdollistaa kattilan kuumentamisen induktiolla. Tätä menetelmää käyttämällä on mahdollista siirtä jäähdytysvaiheesta kuumennusvaiheeseen ja päinvastoin vähemmässä kuin yhdessä sekunnissa.
- 10 Valittu eristemateriaali on suositeltavasti tuote, jota myydään kauppanimellä "Microtherme", tai koostumukseltaan vastaava, jonka lämmönjohtavuusarvo on vähemmän kuin 0,05 ja suositeltavasti vähemmän kuin 0,03 kcal/m/h/°C, 500°C:n keskilämpötilalle.
- 20 Käytössä tämä laite sallii lämmön johtumisen kattilan seinämien kautta samalla ylläpitäen hyvin pientä lämpötilagradienttia sen sisällä ilman tai jonkun muun sopivan nesteen tai kaasun kierrätyksen avulla, kun taas siinä tapauksessa, että lämpötila kattilassa putoaa liian nopeasti tai ulkoseinämän
- 25 ja kylvyn välinen lämpötilagradientti on liian suuri, on mahdollista lisätä nopeasti suuri määrä lämpöä käyttämällä sanotua käämitystä, joka toimii induktiolla.

- Kattila on varustettava myös laitteella jauhemaisen kuonan poistamiseksi. Tämä laite voidaan valita kaikista jo tunnetuista laitteista, jotka toimivat sanotuissa lämpötiloissa.
- 30 Näihin kuuluvat esimerkiksi pneumaattiset imurit, pyörät, kauhat, jne.

Tämä kuonanpoistovaihe voidaan suorittaa kahdella eri tavalla: joko suoraan jäähdytyskattilassa tai toisessa sarjaankytketyssä astiassa. Kun kyseessä on jatkuvasti toimiva laitos, on astioiden järjestäminen sarjaan edullista.

- 5 Lyijyn puhdistamista voidaan jatkaa kuonan poistamisen jälkeen toistamalla samat toimenpiteet ensimmäisen kanssa identtisessä systeemissä, mutta lämpötilassa, joka on tarkasti säädetty ($\pm 5^{\circ}\text{C}$) ja suositeltavasti $\pm 2^{\circ}\text{C}$) arvoon, joka on valittu väliltä $320\text{--}340^{\circ}\text{C}$. Tietyissä tapauksissa tämä
- 10 toiminta voidaan edullisesti suorittaa lisäämällä yhdisteitä, jotka voivat tuottaa rikkiä kuten esimerkiksi pyriittejä ja alkuainerikkiä itsessään.

- On myöskin mahdollista lisätä mitä tahansa yhdistettä, joka pystyy muodostamaan yhdessä kuparin kanssa sulamispisteeltään korkeita lyijyn liukenemattomia aineita, ts. joiden
- 15 sulamispiste on olennaisesti korkeampi kuin puhdistettavana olevan lyijyn.

Patenttivaatimukset:

1. Menetelmä raakalyijyn jatkuvaksi puhdistamiseksi jäähdystystä käyttämällä, t u n n e t t u siitä, että sanottu nestemäinen raakalyijy, jonka lämpötila on noin 1000 °C, lisätään lämpötilasäädettyyn kattilaan, joka sisältää nestemäistä lyijymetallia alle noin 500 °C:n lämpötilassa, ja sekoitetaan, ja että pinnalle kerääntyvä jauhemainen aine otetaan talteen.
2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että sekoittaminen suoritetaan siten, että astian seinämän ja 5 senttimetrin päässä seinämästä sijaitsevan lyijyn välinen lämpötilaero on vähemmän kuin 20 °C.
3. Patenttivaatimuksien 1 tai 2 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että kattilassa olevan lyijyn lämpötila pidetään ennaltamäärätyssä arvossa alle 20 °C:n toleranssilalla.
4. Jonkin patenttivaatimuksista 1-3 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että lyijylle, jolle on suoritettu ensimmäinen puhdistusvaihe, suoritetaan lisäpuhdistusvaihe, jossa sanottu nestemäinen raakalyijy lisätään lämpötilasäädettyyn kattilaan, joka sisältää nestemäistä lyijymetallia 320 ja 340 °C:n välillä olevassa lämpötilassa (kaksi merkitsevää numeroa) ja sekoitetaan, ja että pinnalle kerääntyvä jauhemainen aine otetaan talteen.
5. Patenttivaatimuksen 4 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että toisen puhdistusvaiheen aikana lisätään rikkiä tuottamaan pysyviä yhdisteitä.
6. Laite raakalyijyn puhdistamiseksi, t u n n e t t u siitä, että siihen kuuluu eristemateriaalilla (3) ympäröity kattila

(1), jolloin eristemateriaalin (3) ja kattilan (1) väliin on muodostettu tila (2) siten, että se sallii ilman kierrätyksen tässä tilassa kattilan jäähdyttämiseksi, jolloin sanottu ilma tuodaan kanavasta (4) ja poistetaan kattilan yläosassa olevasta renkaanmuotoisesta aukosta (5), eristemateriaalin (3) ollessa peitetty käämillä (6), joka mahdollistaa kattilan kuumentamisen induktiolla.

7. Patenttivaatimuksen 6 mukainen laite, t u n n e t t u siitä, että se on myös varustettu kuonanpoistolaitteella, joka on valittu ryhmästä, johon kuuluu pneumaattiset imurit, pyörät ja kauhat.

8. Patenttivaatimuksen 6 tai 7 mukainen laite, t u n n e t t u siitä, että kattila on kytketty toiseen kattilaan, jossa tapahtuu erotus, ja joka itse on varustettu kuonanpoistojärjestelmällä.

Patentkrav:

1. Förfarande för kontinuerlig rening av råbly genom användning av nedkylning, k ä n n e t e c k n a t därav, att nämnda flytande råbly, vars temperatur är cirka 1000°C, tillsättes en temperaturreglerad kittel, vilken innehåller flytande blymetall med en temperatur under cirka 500°C, och omblandas, och att det på ytan ackumulerade pulverformiga materialet tillvaratas.

2. Förfarande enligt patentkravet 1, k ä n n e t e c k n a t därav, att omblandningen utföres så, att temperaturskillnaden mellan kärlets vägg och det på 5 centimeters avstånd från väggen belägna blyet är mindre än 20°C.

3. Förfarande enligt patentkravet 1 eller 2, k ä n n e - t e c k n a t därav, att temperaturen på blyet i kitteln hålles vid ett på förhand bestämt värde med en tolerans under 20°C.

4. Förfarande enligt något av patentkraven 1-3, k ä n n e - t e c k n a t därav, att för bly, för vilket ett första reningsskede har utförts, utförs ett ytterligare reningsskede, vid vilket nämnda flytande råbly tillförs en temperaturreglerad kittel, vilken innehåller flytande blymetall vid en temperatur mellan 320 och 340°C (två signifikanta siffror) och omblandas, och att det på ytan ackumulerade pulverformiga materialet tillvaratas.

5. Förfarande enligt patentkravet 4, k ä n n e t e c k n a t därav, att under det andra reningsskedet tillsättes svavel för att producera beständiga föreningar.

6. Anordning för rening av råbly, k ä n n e t e c k n a d därav, att till den hör en med isoleringsmaterial (3) omgiven kittel (1), varvid det mellan isoleringsmaterialet (3) och kitteln (1) är bildat ett utrymme (2) så, att det tillåter cirkulation av luft i detta utrymme för kylning av kitteln, varvid nämnda luft leds från en kanal (4) och leds bort via en ringformig öppning (5) i kittelns övre parti, varvid isoleringsmaterialet 3 är täckt med en lindning (6), vilken möjliggör upphettning av kitteln genom induktion.

7. Anordning enligt patentkravet 6, k ä n n e t e c k n a d därav, att den också är försedd med en avslaggningsanordning, vilken är vald ur en grupp, till vilken hör pneumatiska sugare, hjul och skopor.

8. Anordning enligt patentkravet 6 eller 7, k ä n n e - t e c k n a d därav, att kitteln är kopplad till en annan kittel, i vilken avskiljningen sker, och vilken själv är försedd med ett avslaggningsystem.

Viitejulkaisuja-Anförda publikationer

Patenttijulkaisuja:-Patentskrifter: Suomi-Finland(FI) 70 051 (C 22 B 13/06).

78124

FIGURE UNIQUE

