



NORGE

(12) **PATENT**

(19) NO

(11) **311227**

(13) B1

(51) Int Cl⁷ C 22 B 1/244, 1/243

Patentstyret

(21) Søknadsnr	19950401	(86) Int. inng. dag og søknadsnummer	1992.08.06. PCT/US92/06551
(22) Inng. dag	1995.02.03	(85) Videreføringssdag	1995.02.03
(24) Løpedag	1992.08.06	(30) Prioritet	Ingen
(41) Alm. tilgj.	1995.02.03		
(45) Meddelt dato	2001.10.29		

(71) Patenthaver	Akzo Nobel NV, Postbus 9300, NL-6800 SB Arnhem, NL
(72) Oppfinner	James Schmitt, Eveleth, MN, US
(74) Fullmektig	Bryns Zacco AS, 0106 Oslo

(54) **Benevnelse** Fremgangsmåte for agglomerering av partikkelformig materiale

(56) **Anførte publikasjoner** US 4863512

(57) **Sammendrag** Foreliggende oppfinnelse vedrører generelt en fremgangsmåte for agglomerering av partikkelformig materiale i nærvær av vann, som innbefatter blanding av det nevnte partikkelformige materialet med en bindemiddeleffektiv mengde av minst en vannoppløselig polymer, og en bindemiddelforbedrende effektiv mengde av kaustisk forbindelse, for å fremstille en blanding, og forming av blanding til agglomerater. Det er også beskrevet en bindemiddelsammensetning som er nyttig for agglomereringen av partikkelformig materiale i nærvær av vann, som innbefatter en bindemiddeleffektiv mengde av en vannoppløselig polymer og en bindemiddelforbedrende effektiv mengde av kaustisk forbindelse.

Foreliggende oppfinnelse vedrører en ny fremgangsmåte for agglomerering av partikkelformig materiale inneholdende jern i nærvær av vann, ved anvendelse av en bindemiddelsammensetning. Fremgangsmåten er spesielt nyttig for agglomerering av metalliske malmer, så som jernmalm.

Agglomerering anvendes kommersielt i industrigrener hvor materialer opptrer i en form som er for finfordelt for hensiktsmessig bearbeidelse eller håndtering. Følgelig foreligger det et behov for å oppgradere størrelsen, densiteten og/eller uniformiteten av finfordelte partikler for mer effektiv håndtering, bearbeidelse og utvinning. Agglomerering er spesielt nyttig innen metall-rafineringsindustrien, hvor konsentratmalmen som opptrer typisk er finfordelt.

Mange fremgangsmåter for agglomerering av partikler, spesielt metalliske partikler, er kjente innen teknikken. Innen gruveindustrien er det vanlig praksis å agglomerere eller pelletisere finmalt mineralmalmkonsentrat for å lette forsendelse av malmen. Etter at mineralmalmen er utvunnet blir den ofte våtmalt, selv om dette ikke alltid er tilfelle, og siktet for å fjerne store partikler som kan resirkuleres for ytterligere maling. Den siktede mineralmalmen er kjent innen teknikken som "konsentrat".

Etter sikting tilsettes et bindemiddel til det fuktete mineralmalmkonsentratet og bindemiddel/mineralmalmkompositten transporteres til en kuletrommel eller annen innretning for pelletisering av malmen. Bindemiddelet tjener til å holde eller binde mineralmalmen sammen inntil etter brenning. Etter kuletrommeloperasjonen dannes palleter, men de er fremdeles våte.

Disse våte pelletene betegnes vanligvis som "grønne pellets" eller "grønne kuler". Disse grønne pelletene transporteres

deretter til en ovn og oppvarmes i trinn til en sluttemperatur på ca. 1315°C.

I mange år var bentonitt-leire bindemiddelet som ble valgt ved pelletiseringsoperasjonene for mineralmalmkonsentrater. Anvendelse av bentonitt som et bindemiddel gir baller eller pelleter som har meget god våt og tørr styrke og tilveiebringer også en ønsket grad av fuktighetskontroll. Men anvendelsen av bentonitt har imidlertid også flere ulemper. For det første øker bentonitt silisiumoksydinnholdet av pelletene når malmpelletene brennes ved en temperatur på 1315°C eller høyere. Høyere mengder silisiumoksyd er ikke ønskelige, idet silisiumoksyd nedsetter effektiviteten av masovnsoperasjoner som anvendes ved smelting av malmen.

Anvendelsen av bentonitt for å danne pelleter av mineralmalmkonsentrater kan også tilsette alkaliforbindelser som er oksyder av f.eks. natrium og kalium. Nærværet av alkaliforbindelser i masovnen gjør at både pelletene og koksen dekomponerer og danner skabber på ovnsveggen, hvilket øker brenselforbruk og reduserer produktiviteten av smelteoperasjonen.

Organiske bindemidler har vist seg å være et attraktivt alternativ til bentonitt, fordi organiske bindemidler ikke øker silisiumoksydinnholdet av malmen og de gir fysikalske og mekaniske egenskaper til pelletene som er sammenlignbare med de som oppnås med bentonitt. Organiske bindemidler brennes videre ut under kulebrenneoperasjoner og forårsaker derved en økning i mikroporøsiteten av pelletene. Følgelig er porevolum og overflate/masseforholdet for de dannede pelletene, fremstilt ved anvendelse av organiske bindemidler, større enn verdien for pelleter fremstilt ved anvendelse av bentonitt. På grunn av det større overflatearealet og den forøkte permeabiliteten av pelletene, som fremstilles ved anvendelse av organiske bindemidler, er reduksjonen av metalliske

oksyder, så som jernoksyd, mer effektiv enn med pelleter fremstilt med bentonitt.

Eksempler på noen vanlig nevnte organiske bindemidler omfatter polyakrylat, polyakrylamid og kopolymerer derav, metakrylamid, polymetakrylamid, cellulosederivarer, så som alkalimetallsalter av karboksymetylcellulose og karboksymetylhydroksyetylcellulose, poly(etylenoksyd), guargummi, avfall fra meieriindustrien, stivelseser, dekstriner, trerelaterte produkter, alginater, pektiner og lignende.

US-patent nr. 4751259 beskriver sammensetninger for jernmalmagglomerering som innbefatter 10-45 vekt-% av en vann-i-olje-emulsjon av en vannoppløselig vinyladdisjonspolymer, 55-90 vekt-% av et polysakkarid, 0,001-10 vekt-% av et vannoppløselig overflateaktivt middel og 0-15 vekt-% boraks.

US-patent nr. 4948430 beskriver et bindemiddel for agglomerering av malm i nærvær av vann, som innbefatter 10-90 % av en vannoppløselig natriumkarboksymetylhydroksyetylcellulose og 10 til 90 % natriumkarbonat.

US-patent nr. 4288245 beskriver pelletisering av metalliske malmer, spesielt jernmalm, med karboksymetylcellulose og saltet av en svak syre.

US-patent nr. 4863512 vedrører et bindemiddel for metallholdige malmer som innbefatter et alkalimetallsalt av karboksymetylcellulose og natriumtripolyfosfat.

Europeisk patentpublikasjon nr. 0376713 beskriver en fremgangsmåte for fremstilling av pelleter av partikkelformig metallmalm, spesielt jernmalm. Fremgangsmåten innbefatter blanding av en vannoppløselig polymer med den partikkelformige metallmalmen og vann og pelletisering av blandingen. Den vannoppløselige polymeren kan være av en hvilken som helst typisk type, f.eks. naturlig, modifisert naturlig eller

syntetiske. Blandingen kan eventuelt innbefatte et pelletiseringshjelpemiddel som kan være natriumcitrat.

5 Organiske bindemiddelsammensetninger, så som de nevnte ovenfor, er imidlertid heller ikke uten ulemper. Selv om de er effektive bindemidler gir de generelt ikke tilstrekkelig tørr styrke til pelletene ved økonomisk akseptable anvendelsesnivåer. Det foreligger derfor et stadig behov for økonomiske bindemidler med forbedrede egenskaper.

10 Foreliggende oppfinnelse vedrører en fremgangsmåte for agglomerering av partikkelformig materiale inneholdende jern i nærvær av vann, som kjenneteges ved at den innbefatter blanding av det partikkelformige materialet med en bindemiddeleffektiv mengde av minst en vannoppløselig polymer valgt
15 fra gruppen bestående av modifiserte naturlige polymerer og syntetiske polymerer, og en bindemiddeleffektiv mengde av en kilde til hydroksydioner, valgt fra gruppen bestående av natriumhydroksyd, kaliumhydroksyd, ammonium-
20 hydroksyd eller blandinger derav, for å produsere en blanding, og forming av nevnte blanding til agglomerater, og tørking og brenning av agglomeratene.

Innenfor rammen av foreliggende oppfinnelse er det funnet at
25 tilsetningen av kaustisk forbindelse, enten i flytende eller pulverisert form, til mineralmalmen, som en integrert del av det organiske bindemiddelet eller som en separat enhet, uventet tilveiebringer en synergistisk effekt i pelletiseringsprosessen, som gir de resulterende pelletene overlegne
30 våtfall-tall (wet drop numbers) og tørr knusestyrke, sammenlignet med pelleter dannet uten anvendelsen av kaustisk forbindelse. Denne økningen i virkning oppnådd ved tilsetningen av kaustisk forbindelse gjør det mulig for brukeren effektivt å redusere mengden av organisk bindemiddel som er
35 påkrevet og derved i betydelig grad redusere de samlede bindemiddelkostnadene.

Betegnelsen "agglomerert" eller "agglomerering" som anvendt i forbindelse med foreliggende oppfinnelse skal bety bearbejdelsen av finfordelte materialer, enten de foreligger som pulver, støv, finbiter eller annen findelt form, for å danne pelleter, korn, briketter og lignende.

Det spesielle materialet som kan agglomereres ifølge foreliggende oppfinnelse kan være tilnærmet et hvilket som helst findelt materiale innbefattende metalliske mineraler eller malm. Den overveiende metallkomponenten i nevnte malm kan være jern, krom, kobber, nikkell, sink, bly, uran, bor og lignende. Blandinger av de ovenfor nevnte materialene eller hvilke som helst andre metaller som forekommer i fri eller molekylært kombinert materialtilstand som et minerale, eller en hvilken som helst kombinasjon av ovennevnte, eller andre metaller eller metallholdige malmer, som er i stand til pelletisering, kan agglomereres ifølge foreliggende oppfinnelse. Foreliggende oppfinnelse er spesielt velegnet for agglomerering av materialer inneholdende jern, innbefattende jernmalmsavsetninger, malmsavgang, kalde og varme finfraksjoner fra en sintringsprosess eller vandige jernmalmskonsentrater fra naturlige kilder eller utvunnet fra forskjellige prosesser. Jernmalm eller en hvilken som helst av en lang rekke av de følgende mineraler kan danne en del av materialet som skal agglomereres: takonitt, magnetitt, hematitt, limonitt, goetitt, sideritt, franklinitt, pyritt, kalkopyritt, kromitt, ilmenitt og lignende.

Mineraler som er forskjellige fra metalliske mineraler som kan agglomereres ifølge oppfinnelsen innbefatter fosfatbergart, talk, dolomitt, kalkstein og lignende. Andre materialer som kan agglomereres ifølge foreliggende oppfinnelse innbefatter gjødningsmiddelmaterialer, så som kaliumsulfat, kaliumklorid, dobbeltsulfater av kalium og magnesium; magnesiumoksyd, dyrefor, så som kalsiumfosfater, kjønrrøk, finpartikler av kull; katalysatorblandinger; glasstøpeblandinger; borater, wolframkarbid; ildfaste

"gunning"-blandinger, antimon, avløpsstøv fra f.eks. kraftanlegg, faste brennstoffer, så som kull, koks eller trekull, masovnfinpartikler og lignende.

5 Den (eller de) vannoppløselige polymerene som er nyttige ved foreliggende oppfinnelse innbefatter, men er ikke begrenset til:

- 10 (1) vannoppløselige naturlige polymerer, så som guar-gummi, stivelse, alginater, pektiner, xantangummi, avfall fra meieri-industrien, tre-relaterte produkter, ligning og lignende;
- 15 (2) modifiserte naturlige polymerer, så som guarderivater (f.eks. hydroksylpropylguar, karboksymetylguar, karboksymetylhydroksypropylguar), modifisert stivelse (f.eks. anionisk stivelse, kationisk stivelse), stivelsesderivater (f.eks. dekstrin) og cellulose-derivater, så som alkalimetallsalter av karboksymetylcellulose, hydroksyetylcellulose, hydroksypropylcellulose, karboksymetylhydroksyetylcellulose, metylcellulose, ligninderivater (f.eks. karboksymetylignin) og lignende; og/eller
- 20 (3) syntetiske polymerer (f.eks. polyakrylamider, så som delvis hydratiserte polyakrylamider; polyakrylater og kopolymerer derav; polyetylenoksyder og lignende). De
- 25 ovennevnte polymerene kan anvendes alene eller i forskjellige kombinasjoner av to eller flere polymerer. Vannoppløselige anioniske polymerer er en foretrukket klasse av polymerer som anvendes ifølge foreliggende oppfinnelse.

30

Fortrukne polymerer for anvendelse ved foreliggende oppfinnelse er alkalimetallsalter av karboksymetylcellulose. Et hvilket som helst i det vesentlige vannoppløselig alkalimetallsalt av karboksymetylcellulose kan anvendes ved foreliggende oppfinnelse. Natriumsalter er imidlertid foretrukket. Alkalimetallsalter av karboksymetylcellulose, mer spesielt natriumkarboksymetylcellulose, fremstilles

35

generelt fra alkalicellulose og det respektive alkalimetall-saltet av monokloreddiksyre. Cellulose som anvendes ved fremstillingen av natriumkarboksymetylcellulose er generelt avledet fra tremasse eller bomull-linters, men kan være avledet fra andre kilder, så som sukkerroemasse, bagasse, risskall, kli, mikrobisk avledet cellulose og avfallcellulose, (f.eks. opprevet papir). Natriumkarboksymetylcellulosen anvendt ved foreliggende oppfinnelse har generelt en substitusjonsgrad (gjennomsnittlig antall karboksymetyl-etergrupper pr. gjentakende anhydroglukosekjedeenheter av cellulosemolekylet) på fra ca. 0,4 til 1,5, mer foretrukket ca. 0,6 til ca. 0,9, og mest foretrukket ca. 0,7. Generelt er den gjennomsnittlige polymerisasjonsgraden av cellulosemassen fra ca. 50 til 4000. Polymerer som har en polymerisasjonsgrad i den høye delen av området er foretrukket. Det er mer foretrukket å anvende natriumkarboksymetylcellulose som har en Brookfield viskositet i en 1 % vandig oppløsning på mer enn 2000 cps ved 30 opm, spende nr. 4. Enda mer foretrukket er natriumkarboksymetylcellulose som har en Brookfield viskositet i en 1 5 vandig oppløsning på mer enn ca. 4000 cps ved 30 opm, spindel nr. 4.

En serie av kommersielt tilgjengelige bindemidler inneholdende natriumkarboksymetylcellulose, som er spesielt nyttige ved foreliggende oppfinnelse, markedsføres av Dreeland, Inc., Virginia, MN, Denver, CO og Akzo Chemicals of Amersfoort, Nederland, under varemerket "Peridur".

Den "effektivt bindende mengden av polymer" vil variere avhengig av tallrike faktorer som er kjente for fagmannen. Slike faktorer innbefatter, men er ikke begrenset til, typen av partikkelformig materiale som skal agglomereres eller pelletiseres, fuktighetsinnholdet av det partikkelformige materialet, partikkelstørrelsen, agglomereringsutstyret som anvendes og de ønskede egenskapene for sluttproduktet, f.eks. tørr styrke (knuse), falltall, pelletstørrelse og glatthet. Selv om denne angivelsen ikke er bindende vil en bindende

effektiv mengde polymer typisk være i området på mellom 0,01 til 1 vekt-%, basert på den tørre vekten av blandingen av partikkelformig materiale, polymer og kaustisk forbindelse. Fortrinnsvis er polymeren tilstede i et område på mellom 0,01
5 til 0,4 vekt-%, og mest foretrukket 0,04 %.

Slik betegnelsen her benyttes skal "kaustisk" betyr en hvilken som helst kilde for hydroksydioner (OH^-), innbefattende, men ikke begrenset til, natriumhydroksyd, kaliumhydroksyd, ammoniumhydroksyd, kalsiumhydroksyd, bariumhydroksyd, magnesiumhydroksyd, blandinger derav og lignende.
10 Natriumhydroksyd, vanlig kjent som kaustisk soda, er den mest foretrukne kaustiske forbindelsen.

En "bindemiddelforbedrende effektiv mengde av kaustisk forbindelse" avhenger av de samme faktorene som den bindemiddelleffektive mengden av polymer. Uten ønske om å være bundet til noen spesiell begrensning vil en bindemiddelleffektiv mengde av kaustisk forbindelse typisk være i området på mellom 0,004 til 0,15 vekt-%, basert på den tørre blandingen av partikkelformig materiale, polymer og kaustisk forbindelse. Fortrinnsvis er den kaustiske forbindelsen tilstede i området på mellom 0,01 til 0,04 vekt-%, og mest foretrukket på ca. 0,03 vekt-%.
20

Ifølge en annen utførelsesform omfatter foreliggende oppfinnelse en fremgangsmåte for agglomerering av partikkelformig materiale i nærvær av vann som innbefatter blanding av nevnte partikkelformig materiale med mellom 0,01 til 1 vekt-% av minst en vannopløselig polymer valgt fra hydroksyetylcellulose, alkalimetallsalter av karboksymetylcellulose, metylcellulose, metylhydroksyetylcellulose og blandinger derav, og 0,004 til 0,15 vekt-% av natriumhydroksyd for å fremstille en blanding, og forming av nevnte blanding til agglomerater.
30
35

Ifølge nok en utførelsesform omfatter foreliggende oppfinnelse en fremgangsmåte for agglomerering av jernmalm hvor nevnte malm blandes med mellom 0,01 til 0,4 vekt-% av et alkalimetallsalt av karboksymetylcellulose, fra 0,01 til 5 0,04 vekt-% natriumhydroksyd, og fra 0,02 til 0,5 vekt-% (basert på tørr malm) av soda, for å fremstille en blanding, og forming av den nevnte blanding til agglomerater.

I en foretrukket utførelsesform omfatter foreliggende 10 oppfinnelse en bindemiddelsammensetning som innbefatter mellom 10 til 95 vekt-% av en vannoppløselig polymer og mellom 2 til 50 vekt-% av kaustisk forbindelse (vekt-% bindemiddelsammensetning).

15 Ifølge en annen foretrukket utførelsesform omfatter foreliggende oppfinnelse en bindemiddelsammensetning som er nyttig for agglomereringen av jernmalm i nærvær av vann som omfatter mellom 45 til 95 vekt-% av et vannoppløselig alkalimetallsalt av karboksymetylcellulose og 10 til 40 vekt- 20 % natriumhydroksyd.

Ifølge nok en utførelsesform omfatter foreliggende oppfinnelse en bindemiddelsammensetning som innbefatter mellom 5 til 80 vekt-% av et alkalimetallsalt av karboksymetyl- 25 cellulose, mellom 10 og 35 vekt-% kaustisk forbindelse, og mellom 2 og 20 vekt-% av et salt av en svak syre, så som natriumcitrat eller soda.

Bindemiddelsammensetningen som benyttes i fremgangsmåten 30 ifølge foreliggende oppfinnelse kan også inneholde andre stoffer, f.eks. de som dannes som biprodukter ved fremstillingen av alkalimetallsaltet av karboksymetylcellulose, så som natriumklorid eller natriumglykolat, såvel som andre polysakkarider eller syntetiske vannoppløselige polymerer og 35 andre "uorganiske salter" (i mangel av en bedre betegnelse er natriumkarbonat, natriumcitrat o.l. her betegnet som "uorganiske salter"). Eksempler på polysakkarider innbefatter

f.eks. hydroksyetylcellulose, hydroksypropylcellulose, karboksymetylhydroksyetylcellulose, metylcellulose, hydroksypropylmetylcellulose, guar, hydroksypropylguar og sukkerroemasse og lignende. Eksempler på syntetiske vann-
5 oppløselige polymerer innbefatter delvis hydratisert polyakrylamid, polyvinylalkohol, styren/maleinsyreanhydridkopolymerer og polyakrylat og kopolymerer derav osv. Eksempler på uorganiske salter innbefatter f.eks. saltene beskrevet av Roorda i US-patent nr. 4288245 og 4597797, så
10 som natriumcitrat, soda og lignende.

Forholdene av polymer, f.eks. alkalimetallsalt av karboksymetylcellulose, kaustisk forbindelse og vann til partikkel-
formig materiale, f.eks. konsentrert malm, er avhengig av
15 forskjellige faktorer innbefattende den anvendte agglomereringsfremgangsmåten, materialet som skal agglomereres og de ønskede egenskapene for agglomeratene som skal fremstilles. En fagmann vil lett kunne bestemme de spesifikke mengdene som vil være mest egnede for individuelle forhold.
20 Pelletisering utføres generelt ved anvendelse av bindemiddelsammensetningen i en mengde på fra 0,0044 til 0,44 %, fortrinnsvis fra 0,022 % til 0,22 % (uttrykt ved vekt av den samlede tørre blandingen), av bindemiddelsammensetningen og 2 % til 20 %, fortrinnsvis 5 % til 15 % vann, uttrykt ved
25 vekt av den samlede tørre blandingen. I tillegg til bindemiddelsammensetningen kan leirer, så som bentonitt-leire, anvendes ved pelletisering. Den samlede mengden av disse leierene vil avhenge av brukerens mål, men vil generelt være mindre enn 0,22 %, basert på vekten av den samlede tørr
30 blandingen.

En hvilken som helst kjent fremgangsmåte for å danne tørre pelleter eller partikler kan anvendes for å fremstille agglomeratene ifølge foreliggende oppfinnelse. For eksempel
35 kan den konsentrerte malmen agglomereres til partikler eller agglomerater ved å rotere det konsentrert malmpulveret i en trommel eller på en skive med et bindemiddel og vann,

etterfulgt av tørking og brenning. Agglomerater kan også dannes ved brikettering, nodulisering eller spraytørking.

5 Tilsetningen av bestanddelen av bindemiddelsammensetningen kan utføres ved en hvilken som helst fremgangsmåte som er vanlig anvendt innen teknikken. For eksempel kan bindemiddelbestanddelene blandes som fast materiale med den konsentrerte malmen i tørr eller flytende form, eller som en emulsjon eller dispersjon. Videre kan de samtidig, suksessivt eller 10 skiftevis tilsettes til den konsentrerte malmen før eller under pelletiseringsbehandlingen. I en foretrukket fremgangsmåte sprayeres flytende kaustisk forbindelse på fuktig konsentrert malm, som oppnås fra den ovenfor nevnte separasjonsprosessen, som har vannet fjernet inntil ca. 10 vekt-%, 15 ved hjelp av f.eks. roterende sivfilter. Ved et tilstrekkelig punkt oppstrøm fra agglomereringstrommelen eller skiven påføres den polymere bindemiddelsammensetningen, slik at bindemiddelkomponentene og konsentrert malm blir godt blandet og tilstrekkelig hydratisert før de formes til grønne 20 pellets. Som ikke-begrensende områder bør vanninnholdet generelt være i området fra 4 til 30 vekt-%, basert på vekten av det tørre partikkelformige materialet, og mest foretrukket mellom 7 og 12 vekt-%.

25 Andre stoffer kan også eventuelt tilsettes til bindemiddelsammensetningen ifølge foreliggende oppfinnelse. For eksempel ved jernmalm-pelletiseringsoperasjoner kan små mengder flussmiddel, f.eks. kalkstein eller dolomitt, også tilsettes for å forbedre de mekaniske egenskapene av pelletene. 30 Flussmiddelet tjener også til å redusere støvnivået i herdeovnen når pelletene brennes. Olivin, serpentin, magnesium og lignende mineraler kan anvendes for å forbedre metallurgiske egenskaper av pelletene.

35 Tørking av de våte kulene og brenning av de resulterende tørre kulene kan utføres som ett kontinuerlig eller to separate trinn. De viktige faktorene er at kulene må være

tørr før brenning ettersom kulene vil nedbrytes eller sprekke opp dersom de brennes uten først å tørkes. Det er derfor foretrukket at kulene oppvarmes langsom til en temperatur på minst 1205°C, fortrinnsvis til minst 1315°C, og deretter brennes ved denne temperaturen. Ifølge en annen utførelsesform tørkes de ved lave temperaturer, fortrinnsvis ved oppvarming, eller alternativt under omgivende betingelser, og brennes deretter ved en temperatur på minst 1205°C, mer foretrukket 1315°C. Brenning utføres i et tidsrom som er tilstrekkelig til å binde de små partiklene i pelleter med nok styrke til å muliggjøre transportering og/eller ytterligere håndtering, generelt 15 minutter til 3 timer.

Pelletene som oppstår ved foreliggende fremgangsmåte er tørre, harde agglomerater som har størrelser som er egnede for f.eks. forsendelse, håndtering, sintring osv. Pelleter har generelt en gjennomsnittlig diameter på 0,64 cm til 2,54 cm, fortrinnsvis 1,27 cm. Pelletstørrelsen er generelt en funksjon av brukerens og operatorens preferanser, i større grad enn av bindingsevnen av sammensetningene ifølge oppfinnelsen, og i det vesentlige en hvilken som helst pelletstørrelse som er ønsket ved masovnoperasjoner og bergverksoperasjoner kan fremstilles.

Oppfinnelsen skal beskrives ytterligere ved hjelp av de følgende, ikke-begrensede eksemplene. For det formål å karakterisere de blandede agglomeratene gjøres det bruk av følgende fremgangsmåte og forsøksprotokoll.

Agglomeratdannelse

Denne prosessen ble påbegynt ved å plassere 2500 g (beregnet som tørrvekt) av jernmalkonsentrat (fuktighetsinnhold ca. 9 til 10 vekt-%) i en "Mullen Mixer" (modell nr. 1, Cincinnati Muller, fremstilt av National Engineering Co.).

Kaustisk forbindelse ble deretter sprayet jevnt på jernmalmen i flytende form, fortynnet fra enten en 10 normal oppløsning eller natriumhydroksyd-pellets (97 %), begge innkjøpt fra Fisher Scientific. Tilsatshastigheten for den fortynnede kaustiske forbindelsen ble omhyggelig overvåket og er i eksemplene angitt som pund tørr, kaustisk forbindelse tilsatt pr. long tonn tørt konsentrat. (#/LTDC).

Etter tilsetning av kaustisk forbindelse tilsettes deretter polymer til blanderen og sprayer jevnt over jernmalmkonsentratet. Dersom det ble anvendt en blanding av polymerer ble blandingen forblandet for hånd før tilsetning til sandblandemaskinen. Den fylte blanderen ble kjørt tre (3) minutter for å fordele polymeren jevnt. Den resulterende konsentratblanding ble siktet for å fjerne partikler mindre enn de som ble tilbakeholdt på en siktskjerm på 8 mesh.

En kuleskive (balling disc) fremstilt fra et flydekk (diameter ca. 40,6 cm) drevet ved hjelp av motor med en rotasjonshastighet på 60 opm ble anvendt for å produsere grønne kuler av konsentratblanding. Pellet-"kim" ble dannet ved å plassere en liten del av den siktede konsentratblanding i det roterende kuledannelsesdekket og tilsette atomisert vann for å initiere kimvekst. Etersom størrelsen av kimpelletene nærmet seg 40 mesh ble de fjernet fra kuledannelsesskiven og siktet. Kimpelletene med en størrelse mellom 4 og 6 mesh ble tilbakeholdt. Denne fremgangsmåten ble gjentatt om nødvendig inntil det var samlet 34 g kimpellets.

Ferdige grønne kuler ble fremstilt ved å plassere de 34 g av kimpellets av størrelse mellom 4 og 6 mesh i det roterende dekket av kuledannelsesskiven og tilsette en del av den gjenværende konsentratblanding fra sandblandemaskinen i løpet av en vekstperiode på 4 minutter. Atomisert vann ble om nødvendig tilsatt. Når den riktige størrelsen var oppnådd (-1,35 cm, +1,27 cm) ble tilsetningen av konsentratblanding avsluttet og pelletene fikk en avslutningsomrulling i 30

sekunder. De agglomererte pelletene ble fjernet fra skiven, siktet til $-1,35$ cm, $+1,27$ cm størrelse og lagret i en lufttett beholder inntil de ble undersøkt.

5 Forsøksprotokoll

Vått falltall ble bestemt ved gjentakende ganger og slippe to grupper på ti (10) pellets fra en høyde på $45,72$ cm til en stålplate inntil det kom til syne en sprekk på overflaten av hver pellet. Antallet fall påkrevet for å danne en sprekk på overflaten av hver pallet ble registrert. Et gjennomsnitt av alle 20 pellets ble tatt for å bestemme falltallet for hver agglomerert blanding.

15 Tørr knusestyrke ble bestemt ved å tørke tyve (20) pellets av hver agglomererte blanding for å måle fuktighetsinnholdet. De tørre pelletene ble deretter individuelt utsatt for en "Chatillon Spring Compression Tester, model LTCM" (område $11,34$ kg) ved en belastningshastighet på $0,254$ cm/sek. Den tørre styrken angitt for hver agglomererte blanding er det gjennomsnittlige oppsprekkingstrykket for de tyve pelletene.

De følgende prøvene demonstrerer fremgangsmåter og binde- midlene ifølge foreliggende oppfinnelse ved å anvende forskjellige polymerer i natriumhydroksyd og annet OH^- , som bindende midler for partikkelformig materiale, som er jernmalm med mindre annet er angitt.

Eksempel 1

30 I dette eksempelet ble det anvendt et rent natriumkarboksy- metylcellulose-(CMC)-polymerbindemiddel ("Peridur 300Z") med og uten tilsetning av kaustisk forbindelse. Tabell 1 nedenfor viser klart at virkningen av rene CMC-bindemiddelet forbedres i meget stor grad ved tilsetning av kaustisk forbindelse.

TABELL 1

	RENT CMC #/LTDC	NaOH #/LTDC	Fuktighet	Vått fall- tall	Tørr knusestyrke (kg)
5	1,0	---	9,9	8,2	2,4
	1,0	0,12	10,3	10,5	3,5
	1,0	0,24	10,1	11,1	4,8
10	1,0	1,2	10,0	9,5	5,4
	1,0	2,4	9,7	7,3	4,0
	1,0	4,0	9,2	5,6	3,6

= pund

15 LTDC = Long ton tørt konsentrat

Data fra tabell 1 viser klart at virkningen av ren CMC forbedres i stor grad ved tilsetning av NaOH. I dette tilfellet foreligger det et optimalt nivå av NaOH-tilsetning ved mellom ca. 0,24 til 1,2 #/LTDC. Når for store mengder kaustisk forbindelse tilsettes begynner det våte fallantallet å avta, sannsynligvis på grunn av nedbrytning av bindemiddel ved høyere pH-nivåer.

25 Eksempel 2

En teknisk kvalitet CMC inneholdende opp til ca. 25 % saltbiprodukter ("Peridur 200") ble også undersøkt med og uten tilsetning av kaustisk forbindelse. Tabell 2 nedenfor inneholder data.

TABELL 2

5	Teknisk kvalitet CMC #/LTDC	NaOH #/LTDC	Fuktighet	Vått fall- tall	Tørr knusestyrke (kg)
	0,90	---	10,2	6,6	0,8
	0,90	0,12	10,5	7,9	0,95
	0,90	0,24	10,4	8,5	1,45
10	0,90	1,2	10,1	8,9	3,4
	0,90	2,4	10,1	8,4	3,3

15 Dataene viser klart at tilsetning av kaustisk forbindelse i
 tor grad forbedrer virkningen av CMC av teknisk kvalitet. På
 samme måte som ren kvalitet CMC ifølge eksempel 1 foreligger
 det et optimalt nivå for tilsetning av kaustisk forbindelse
 hvor produktvirkningen når en toppverdi og som deretter
 langsomt nedbrytes utover disse optimale tilsetningsnivåene.

20 Eksempel 3

En CMC/sodakombinasjon ble anvendt med og uten tilsetning av
 av NaOH. CMC/sodakombinasjonen består av ca. 70 til 85 % CMC
 av teknisk kvalitet og 15-30 % soda. De oppnådde data er
 25 samlet i tabell 3 nedenfor.

30

35

TABELL 3

	Teknisk kvalitet CMC/soda knusing (pund)	Tilsetn. #/LTDC	NaOH #/LTDC	Fuktighet	Fallantall	Tørr knusestyrke (kg)
5	"Peridur" 2,15	1,06	---	10,0	7,1	1,7
	2,15	1,06	0,12	10,0	7,5	2,3
	2,15	1,06	0,24	10,2	9,0	2,6
	2,15	1,06	1,2	10,0	8,2	3,5
10	2,15	1,06	2,4	9,9	7,0	3,4
	"Peridur" 3,15	1,0	---	9,5	4,6	1,0
	3,15	1,0	0,24	9,7	5,4	2,4
	3,15	1,2	---	9,5	5,0	1,4
	3,15	1,2	0,24	9,7	6,4	3,3
15	"Peridur" 3,30	1,0	---	9,4	4,3	1,2
	3,30	1,0	0,24	9,6	4,7	2,4
	3,30	1,2	---	9,2	4,5	1,9
	3,30	1,2	0,24	9,6	6,1	3,0

20 *"Peridur 2,15", "Peridur 3,15" og "Peridur 3,30" er bindemiddelsammensetninger som er kommersielt tilgjengelige fra Dreeland, Inc., Virginia, MN, Denver CO og Akzo Chemicals, Amersfoort, Nederland.

25 Dataene viser klart at i hvert tilfelle med tilsetning av kaustisk forbindelse forekom det en forbedring i pelletkvalitet, sammenlignet med pelletene dannet uten tilsetning av kaustisk forbindelse.

Eksempel 4

30 I dette forsøket ble det undersøkt en serie av anioniske polymerer, innbefattende polymerer av polyakrylamid ("PL 1400"); POLYAKRYLAT ("FP 100"), CM GUAR karboksymetyldi-hydroksypropylcellulose (CMDHPC), karboksymetylhydroksyetylcellulose (CMHEC) og "Stabilose LV", en karboksymetylstivelse (CM-stivelse) med og uten tilsetning av kaustisk forbindelse.
35 Dataene er tabulert i tabell 4 nedenfor.

TABELL 4

	Produkt (pund)	Tilsetn. #/LTDC	NaOH #/LTDC	Fuktighet	Fallantall	Tørr krusestyrke (kg)
5	PAM ("PL 1400")	1,1	---	10,8	5,5	0,7
	PAM ("PL 1400")	1,1	0,24	11,3	6,9	0,9
	PAM ("PL 1400")	1,1	1,2	11,0	7,2	1,5
10	PAA ("FP 100")	1,0	---	9,1	2,9	1,1
	PAA ("FP 100")	1,0	1,2	9,3	2,9	2,4
	CM-GUAR	1,0	---	10,0	7,0	0,8
	CM-GUAR	1,0	0,12	10,2	8,8	1,0
	CM-GUAR	1,0	0,24	10,1	6,9	1,2
	CM-GUAR	1,0	0,43	9,9	7,7	1,4
15	CM-GUAR	1,0	0,72	9,9	3,2	1,0
	CM-GUAR	1,0	1,2	9,4	2,3	0,9
	CMDEPC	1,0	---	8,9	2,7	0,6
	CMDEPC	1,0	0,24	9,1	2,6	0,8
	CMHEC	1,0	---	9,2	3,6	0,6
20	CMHEC	1,0	0,24	9,6	4,2	1,1
	CMHEC	1,0	1,2	9,5	3,5	1,6
	CM-stivelse	2,0	---	9,7	3,3	1,5
	CM-stivelse	2,0	0,48	9,8	4,3	3,2

* "PL 1400" er et polyakrylamid som er kommersielt tilgjengelig fra Stockhausen, Inc.

* "FP 100" er et polyakrylamid kommersielt tilgjengelig fra Polyacryl Inc.

* "HP-8" fremstilles og selges av Hi-Tek Polymers

* "Guar 5200" er tilgjengelig gjennom Economy Mud Products.

Polyakrylamidet ("PL 1400"), polyakrylatet ("FP 100"), CMDHPC, CMHPC og CM-stivelse viste fordeler ved tilsetning av kaustisk forbindelse. Dette var ikke tilfelle med CM-guar. Små tilsetninger av kaustisk forbindelse forbedret i stor grad virkningen, imidlertid ble, når doseringen av kaustisk forbindelse ble forøket utover optimale nivåer, både våt og høy styrke ødelagt.

Eksempel 5

Ikke-ioniske polymerer er også overveid for anvendelse som bindemidler. Disse polymerene innbefatter, men er ikke
 5 begrenset til, hydroksetylcellulose (HEC), metylhydroksetylcellulose (Met. HEC), hydroksetylpropylcellulose (HPC), stivelse, dekstrin, guar ("Guar 5200") og hydroksetylpropylguar (HPG). Tilsetning av kaustisk forbindelse til disse bindemidlene ble også undersøkt og data er tabulert i tabell 5
 10 nedenfor.

TABELL 5

Polymer	Tilsetn. #/LTDC	NaOH #/LTDC	Fuktighet	Fallantall	Tørr knusestyrke (kg)
HEC	1,0	---	9,6	7,7	1,3
HEC	1,0	0,24	9,9	11,1	1,5
HEC	1,0	1,2	10,1	10,7	1,6
Met. HEC	1,0	---	9,7	5,9	1,9
Met. HEC	1,0	0,24	9,9	7,0	2,1
HPC	1,0	---	9,9	6,1	1,2
HPC	1,0	0,24	10,9	6,7	1,4
Stivelse	4,0	---	9,8	4,1	2,6
Stivelse	4,0	0,24	10,1	4,7	2,6
Dekstrin	4,0	---	8,5	2,5	2,2
Dekstrin	4,0	0,24	9,2	2,8	2,2
"Guar 5200"	1,0	---	10,7	4,6	0,8
"Guar 5200"	1,0	0,24	9,7	3,8	0,6
HPG (HP8)	1,0	---	11,3	7,7	0,9
HPG (HP8)	1,0	0,24	9,5	2,7	0,7

Dataene demonstrerer klart at alle de celluloseholdige forbindelsene viste en viss forbedring, selv om forbedringene
 35 ikke var så store som de som er observert med anioniske bindemidler.

Stivelses- og dekstrinbindemidlene som ble undersøkt viste ingen forbedring i vått falltall og tørr styrke.

Eksempel 6

5

For å bestemme om kaustisk forbindelse i seg selv kan bidra tilden tørre styrken av pelletter ved å danne egne bindemiddelbroer, ble jernmalm pelletisert ved bare å anvende kaustisk forbindelse. Dataene er sammenfattet i tabell 6

10 nedenfor.

TABELL 6

NaOH-tilsetning	Fuktighet	Fallantallet	Tørr styrke (kg)
-----	8,9	2,3	0,4
0,4 #/LTDC	9,2	2,6	0,7

15

20

Dataene viser at HaOH tilveiebringer en viss, men minimal bindingsvirkning når den anvendes alene.

Eksempel 7

25

Alle forutgående undersøkelser har bare anvendt HaOH som en kilde for OH^- -ioner. Foreliggende eksempel undersøker anvendelsen av andre metallhydroksyder med hensyn til synergistisk effekt. Resultatene er tabelert i tabell 7.

30

TABELL 7

"Peridur 300" #/LTDC	Hydroksyd-kilde	Tilsetning #/LTDC	Fuktighet	Fallantall	Tørr styrke (kg)
1,0	KOH	0,45	10,0	5,4	1,3
1,0	NH_4OH	1,46	10,0	6,4	1,5
1,0	$\text{Mg}(\text{OH})_2$	0,45	9,9	4,3	0,9
1,0	---	---	10,0	5,0	0,8

35

Med kaliumhydroksydet (KOH) og ammoniumhydroksydet (NH₄OH) ble det observert forbedringer, mest fremtredende i den tørre styrken. Dette var ikke tilfelle med magnesiumhydroksydet (Mg(OH)₂), som synes å nedbryte overflatebetingelsene på pelleten, og medførte at den grønne kulen ble ru og våt.

Resultatene observert med magnesiumhydroksydet var ikke uventede. Det er kjent at ethvert toverdige kation ville reagere med CMC og forårsake en reduksjon i viskositet og/eller virkning. NH₄⁺ og K⁺-ionene som oppstår fra de to andre hydroksydene er enverdige kationer og forårsaker ingen negative virkninger.

Selv om NaOH synes å fungere bedre enn andre metallhydroksyder synes både KOH og NH₄OH å vise en viss synergisme til bindingsmekanismen.

Eksempel 8

Alle forutgående eksempler har anvendt bare jernmal fra en takonitt-kilde fra Nord-Minnesota. Flere andre typer malmlegemer er meget forekommende, mest bemerkelsesverdig den jernglansen i Øst-Canada og magnetitt-malmene i Sverige. Forsøk ble utført ved anvendelse av en jernglansmalm fra IOC og en magnetitt-malm fra LKAB. Resultatene er tabelert i tabell 8 nedenfor.

TABELL 8

Malm	"Peridur 300" #/LTDC	NaOH #/LTDC	Fuktighet	Fallantall	Knusestyrke (kg)
IOC	1,0	---	8,8	8,1	1,2
IOC	1,0	0,24	9,0	9,4	1,8
LKAB	1,2	---	9,4	5,0	2,2
LKAB	1,2	0,24	9,5	7,2	3,2

Dataene viser klart at andre malmkilder demonstrerer samme type synergisme som vises av takonitt-malmkilden.

5 De foregående dataene demonstrerer klart de synergistiske resultatene ved foreliggende bindemiddelsammensetninger, hvilke understøtter patenterbarheten av foreliggende oppfinnelse.

10 De foregående eksemplene er presentert for å demonstrere den overraskende og uventede overlegenheten av foreliggende oppfinnelse sammenlignet med kjent teknologi, og eksemplene er ikke ment å begrense omfanget av de følgende kravene.

15

20

25

30

35

P a t e n t k r a v

1.

5 Fremgangsmåte for agglomerering av partikkelformig materiale
inneholdende jern i nærvær av vann, k a r a k t e r i -
s e r t v e d at den innbefatter blanding av det
partikkelformige materialet med en bindemiddeleffektiv mengde
av minst en vannoppløselig polymer valgt fra gruppen
bestående av modifiserte naturlige polymerer og syntetiske
10 polymerer, og en bindemiddelforberedende effektiv mengde av
en kilde til hydroksydioner, valgt fra gruppen bestående av
natriumhydroksyd, kaliumhydroksyd, ammoniumhydroksyd eller
blandinger derav, for å produsere en blanding, og forming av
nevnte blanding til agglomerater, og tørking og brenning av
15 agglomeratene.

2.

Fremgangsmåte ifølge krav 1, k a r a k t e r i s e r t
v e d at det partikkelformige materialet er jernmalm.

20

3.

Fremgangsmåte ifølge krav 1 eller 2, k a r a k t e r i -
s e r t v e d at den vannoppløselige polymeren er valgt
fra gruppen bestående av guarderivater, karboksymetylguar,
25 hydroksypropylguar, karboksymetylhydroksypropylguar,
modifisert stivelse, stivelsesderivater, karboksymetyl-
stivelse, pregelatinisert stivelse, polyakrylamider og
derivater derav, polyakrylater og kopolymerer derav,
polyetylenoksyder, cellulosederivater, karboksymetyl-
30 cellulose, hydroksyetylcellulose, karboksymetylhydroksyetyl-
cellulose, metylhydroksyetylcellulose, karboksymetyldi-
hydroksypropylcellulose, og blandinger derav.

4.

35 Fremgangsmåte ifølge et hvilket som helst av kravene 1-4,
k a r a k t e r i s e r t v e d at den vannoppløselige

polymeren er et alkalimetallsalt av karboksymetylcellulose og nevnte kolde til hydroksydioner er natriumhydroksyd.

5.

5 Fremgangsmåte ifølge et hvilket som helst av kravene 1-4, k a r a k t e r i s e r t v e d at den vannoppløselige polymeren i tillegg innbefatter et salt av en svak syre valgt fra gruppen bestående av soda, natriumcitrat og blandinger derav.

10

6.

Fremgangsmåte ifølge et hvilket som helst av kravene 1-5, k a r a k t e r i s e r t v e d at mengden av vannoppløselig polymer er mellom 0,01 vekt-% og 1 vekt-%, basert på tørrvekten av blandingen av partikkelformig materiale, 15 polymer og kilde til hydroksydioner.

7.

Fremgangsmåte ifølge et hvilket som helst av kravene 1-6, 20 k a r a k t e r i s e r t v e d at mengden av kilden til hydroksydioner er mellom 0,004 vekt-% til 0,15 vekt-%, basert på tørrvekten av blandingen av partikkelformig materiale, polymer og kilde til hydroksydioner.

25 8.

Fremgangsmåte ifølge krav 5, k a r a k t e r i s e r t v e d at jernmalmen er blandet med mellom 0,01 til 0,4 vekt-% av et alkalimetallsalt av karboksymetylcellulose, fra 0,01 til 0,04 vekt-% natriumhydroksyd, og fra 0,02 til 0,5 30 vekt-% soda, for å produsere blandingen til agglomerater.

35