

NORGE

[B] (11) **UTLEGNINGSSKRIFT** Nr. 129503



**STYRET
FOR DET INDUSTRIELLE
RETTSVERN**

(51) Int. Cl. B 01 j 1/00
F 27 b 15/10

(52) Kl. 12g-1/01
31a¹-15/10

(21) Patentsøknad nr. 3816/71

(22) Inngitt 15.10.1971

(23) Løpedag 15.10.1971

(41) Søknaden alment tilgjengelig fra 24.4.1972

(44) Søknaden utlagt og
utlegningsskrift utgitt 22.4.1974

(30) Prioritet begjært fra: 21.10.1970 USA,
nr. 82337

(71)(73) Wendell Earl Dunn, Jr.,
12 Trelawney Street, Woollahra,
New South Wales 2025, Australia.

(72) Søkeren.

(74) Tandbergs Patentkontor A-S

(54) Reaktor av tverrstrømstypen med fluidisert skikt.

Den foreliggende oppfinnelse angår en reaktor av tverrstrøms-
typen med fluidisert skikt for omsetning av titanjernmalm.

Kjemiske omsetninger mellom faste stoffer og gasser utføres
vanligvis i sjaktovner, kalsineringsovner eller mekanisk omrørte
ovner. Slike reaktorer har ulemper forbundet med forholdet mellom
partikkelstørrelse og reaksjonshastighet samt mellom temperatur og
korroderende atmosfære. Enkelte av disse problemer er blitt løst
ved hjelp av reaktorer med fluidisert skikt.

Når en utpreget grad av fjerning av en forurensning ønskes,
eller når omsetningen må gå til en meget høy grad, er det vanligvis
nødvendig å benytte en flertrinns reaktor med fluidisert skikt.
En fluidisert skiktprosess som krever flere trinn, som f.eks. opp-
kfr. kl. 40a-53/00

redning av ilmenitt ved hvilken fjerning av mer enn ca. 95% av jernet er ønskelig, omsettes ilmenitten trinnvis i flere trinn i hvilke gassen strømmes i motstrøm til strømmen av faste stoffer. En sådan reaksjon medfører ekstreme varmetap ved høye temperaturer, og gassfordelingen kompliseres av den korroderende virkning av reaksjons-gassene og medførte faste stoffer på mange materialer i apparaturen.

Fra U.S. patentskrift nr. 2371619 er en reaktor av tverrströmstypen med fluidisert skikt kjent, omfattende et langstrakt reaksjonskammer med et innløp ved sin ene ende for innføring av faste materiale som skal behandles, et utløp ved sin annen ende for det behandlede materiale, en skiktunderlagsplate med et flertall gassinnløp og et flertall separate gasskammer som står i forbindelse med det fluidiserte skikt ved hjelp av gassinnløpene. Gasskammerne tilføres gass fra et felles fordelingsrør.

Det har vist seg at det foreliggende apparat hvori anvendes tverrströmsvirkning mellom faste stoffer og gasser og innføring av reaktive gasser i rekkefølge, resulterer i forenklet gassfordeling, forbedret kontakt gass/fast stoff, forbedret separasjon av tilførselsstrømmer og produktstrømmer og redusert korrosjon selv ved høye reaksjonstemperaturer.

Den foreliggende oppfinnelse angår en reaktor av tverrströmstypen med fluidisert skikt for omsetning av titanjernmalm ved en temperatur på 700 - 1250°C med gasser inneholdende bl.a. carbonmonoxyd, klor og oxygen, hvor reaktoren omfatter et langstrakt reaksjonskammer med et innløp for det faste materiale ved den ene ende, et utløp for det behandlede materiale samt et gassutløp ved den andre ende, en skiktunderlagsplate med et flertall gassinnløp og et flertall separate gasskammer som står i forbindelse med det fluidiserte skikt ved hjelp av gassinnløpene, og reaktoren er særpreget ved at hvert gasskammer står i forbindelse med separate gasstilførselsrør slik at det til det fluidiserte materiale kan innledes carbonmonoxyd, klor eller oxygen eller en blanding av disse gasser sammen med fortynningsgasser i etterfølgende og vekselvise soner av skiktunderlagsplaten.

I den foreliggende reaktor kan titanjernmalm i rekkefølge og vekselvis omsettes ved 700 - 1250°C med carbonmonoxyd og klor, hvorved oppnås en hovedsakelig fullstendig omsetning av jernoxydet og andre metalloxyder som er forurensninger i malmen, med reduserte kostnader på grunn av forbedret kontakt mellom gass og fast stoff.

og nedsatt korrosjon.

Fig. 1 viser et aksialt tverrsnitt av en reaktor i henhold til den foreliggende oppfinnelse, i hvilken malm i rekkefølge omsettes med reaktantgasser som beskrevet i det følgende.

Fig. 1A er et aksialt tverrsnitt av en mottagertrakt som kan anvendes sammen med reaktoren i henhold til Fig. 1 i stedet for oppsamlingsanordningen for faste stoffer.

Fig. 2 er et aksialt tverrsnitt av en annen reaktor i henhold til den foreliggende oppfinnelse, i hvilken faste stoffer strømmer i skiktet under innvirkning av tyngdekraften.

Fig. 3 er et aksialt tverrsnitt av en annen reaktor i henhold til den foreliggende oppfinnelse, i hvilken flere kammere inneholdende bare én reaktiv gass er anordnet etter et kammer hvori blandede reaktive gasser tilføres.

Fig. 4 viser et tverrsnitt over reaktoren i henhold til Fig. 3 tatt langs linjen 2 - 2.

Som angitt ovenfor omfatter reaktoren i henhold til den foreliggende oppfinnelse et reaksjonskammer, en skiktunderlagsplate og et i separate gasskammere oppdelt trykkgasskammer. I den ene ende av reaksjonskammeret er et innløp for tilførsel av fast materiale og ved den andre ende to utløp for separat fjernelse av hhv. gass og behandlet fast materiale. Skiktunderlagsplaten bærer de fluidiserte faste materialer og har et flertall gassinnløp som står i forbindelse med de separate gasskammere, hvorved reaktive og fluidiserende gasser kan tilføres til reaksjonskammeret. Det henvises til Fig. 1 hvor malm tilføres reaktoren gjennom innløpet 2. Malmen bæres oppe av underlagsplaten 3 og danner et malmskikt 4. Underlagsplaten kan eksempelvis være en perforert plate eller en frittet plate. Underlagsplaten har et flertall gassinnløp 5, fortrinnsvis med en diameter på 0,79 - 2,36 mm. Malmen omrøres og fluidiseres av reaktantgassene som tilføres gjennom gassinnløpene via gasskammerne 6 og gasstilførselsledningene 7. Gassformige produkter som primært består av jernklorider, andre metallklorider, carbonmonoxyd og eventuelt fortynningsgasser trekkes ut fra reaktoren via gassutløpsrøret 8. Det faste produkt som hovedsakelig består av titandioxyd, holdes ved hjelp av en oppdemningsplate 9 som fortrinnsvis er 0,15 - 0,61 m høy, tilbake i reaktoren for å oppnå den ønskede dybde av skiktet, og produktet overføres ved overstrømning via utløpet 10 for behandlet

materiale til en lagringsanordning 11. Alternativt kan en mottagertrakt 12 som er vist i Fig. 1A, benyttes for å motta produktet og hvori det avkjøles. Trakten kan tømmes ved hjelp av en ventil 13, og produktet kan overføres til en magnetseparator (ikke vist) for å fjerne delvis oppredet malm inneholdende mer enn 1 vekt% Fe_2O_3 .

Fig. 2 viser en reaktor i henhold til den foreliggende oppfinnelse og som er lik reaktoren ifølge Fig. 1, men med den unntagelse at skiktunderlagsplaten 3 er anordnet således at det fluidiserte skikt 4 henimot utløpet 10 for behandlet materiale får en dybdegradient fra ca. 5,1 cm ved malminnløpet til ca. 61 cm ved utløpet for behandlet materiale, for derved å kunne opprede malmer med jevn gasstrømningshastighet. Reaksjonshastigheten ved oppredningen avtar når jerninnholdet avtar. Ved hjelp av reaktoren ifølge Fig. 2 overvinnes dette problem ved at reaktantgassene utsettes for en større mengde jern ved å øke skiktdybden.

Fig. 3 viser en reaktor i henhold til den foreliggende oppfinnelse, hvilken reaktor er lik reaktoren ifølge Fig. 1, men med den unntagelse at gasskammerne 6 for hver av de reaktive gasser er anordnet etter et enkelt kammer 14 i hvilket en blanding 15 av klor og carbonmonoxyd tilføres det fluidiserte skikt. Alternativt kan det siste kammer benyttes for å lede oxygen eller luft gjennom skiktet for å brenne av carbon som kan tilføres malmblandingen.

Fig. 4 viser et tverrsnitt av reaktoren ifølge Fig. 3 tatt langs linjen 2-2.

Titanjernmalm tilføres reaktoren i henhold til den foreliggende oppfinnelse gjennom et innløp og bæres på en perforert underlagsplate. Malmskiktet fluidiseres ved hjelp av strømmer av reaktive gasser, vekselvis henholdsvis carbonmonoxyd, deretter klor, deretter carbonmonoxyd, deretter klor etc., langs hele reaktorens lengde. Om ønsket kan ytterligere fortynningsgasser som f.eks. oxygen, luft, nitrogen eller overskuddcarbonmonoxyd benyttes sammen med de reaktive gasser for å holde malmskiktet i fluidisert tilstand og regulere temperaturen. Ved denne reaksjonsrekkefølge kan jerninnholdet i malmen reduseres til 0,2 vekt% eller derunder og hovedsakelig rent titandioxyd oppnås. I alminnelighet er tre carbonmonoxydbehandlings-klorerings-sykluser ønskelig for å oppnå en tilstrekkelig reduksjon av jerninnholdet i malmen, og flere enn 20 sykluser er sjelden nødvendig. Fortrinnsvis anvendes 4 til 12 sykluser.

Tilførselshastigheten for de reaktive gasser avpasses efter tilførselshastigheten for eventuelt anvendte fortynningsgasser således at malmen holdes i fluidisert tilstand. I tillegg reguleres tilførselshastigheten for de reaktive gasser således at mesteparten av gassene forbrukes ved omsetning i malmsskiktet. Avhengig av dybden av malmskiktet, som vanligvis er mellom 3 og 152 cm, er strømningshastigheten for carbonmonoxyd og klor vanligvis mellom 5,4 og 57 l pr. sekund. En foretrukken dybde av malmskiktet er 3 til 31 cm og en foretrukken strømningshastighet for reaktantgassene 5,4 til 35,4 l pr. sekund.

Bredden og lengden av reaktoren kan variere innen vide grenser. Eksempelvis kan bredden være 0,6 til 4,6 m eller større. Fortrinnsvis er bredden 1,5 til 3 m. Lengden kan også variere sterkt avhengig av antallet gasskammere som benyttes. Eksempelvis kan lengden være 1,5 til 9,1 m eller lengre, fortrinnsvis 3 - 6 m.

Tilbakeholdelsen av malm i reaktoren kan reguleres både ved hjelp av tilførselshastigheten, bredden og lengden av reaktoren og skiktdybden, idet den sistnevnte størrelse varierer i henhold til oppdemningsplatens høyde. Regulering av skiktdybden tillater variasjon av tilbakeholdelsen av enten gassene eller de faste stoffer ved økning eller minskning av skiktdybden ved produktenden. Skiktdybden trenger ikke å holdes konstant, og ved avskråning av underlagsplaten som vist i Fig. 2 kan hvilken som helst ende gjøres dypere med tilsvarende øket tilbakeholdelsestid i denne seksjon. Ved å benytte en underlagsplate med en annen utformning enn lineær kan tilbakeholdelsestiden i hvilken som helst seksjon av skiktet varieres.

Tilførselshastigheten for gassene beskrevet ovenfor gir vanligvis en strømningshastighet av varme gasser gjennom reaktoren på ca. 7,1 l pr. sekund, imidlertid lar lavere eller høyere hastigheter seg anvende.

Det er foretrukket at malmen som benyttes har en midlere partikkelstørrelse på minst 20 mesh og fortrinnsvis 90% av malmen en størrelse på 75 mesh. Imidlertid kan malm med større eller mindre partikkelstørrelse benyttes i reaktoren i henhold til den foreliggende oppfinnelse.

Reaktoren drives ved en temperatur i området fra 700°C til så meget som 1250°C. Det er foretrukket å holde maksimumstemperaturen på ca. 1150°C, og det mest foretrukne temperaturområde er mellom 950 og 1050°C.

Produktet i henhold til den foreliggende fremgangsmåte er hovedsakelig rent, jernoxydfritt titandioxyd. Titandioxydinnholdet i produktet er vanligvis 95%, beregnet på vektbasis, eller høyere, og jernoxydinnholdet er vanligvis 1,0 vekt% eller mindre. Produktet kan også inneholde små mengder tungmetalloxyder, i alminnelighet mindre enn 0,2 vekt%, hvor den resterende del er ikke-klorerbare silikater og lignende.

Reaktoren fremstilles av korrosjonsfaste materialer som er velkjente på området, f.eks. kvarts, et keramisk materiale som f.eks. ildfast sten eller lignende, og som fortrinnsvis er i stand til å motstå kontakt med klor, titantetraklorid, 2-verdig jernklorid, 3-verdig jernklorid, carbonmonoxyd og/eller oxygen ved så høye temperaturer som 1250°C. Andre deler av apparaturen er på samme måte fremstilt av materialer som er kjente som velegnede for den anvendelse de benyttes til i henhold til den foreliggende oppfinnelse. Eksempelvis oppdeles vanligvis trykkgasskammeret med de samme materialer som benyttes i reaktoren, og gassinnløpsrørene kan være fremstilt av et keramisk materiale eller et korrosjonsmotstandsdyktig materiale. Produktlagringstrakten kan være av et materiale som f.eks. keramisk materiale, betong eller metall.

Som ovenfor angitt er reaktoren i henhold til den foreliggende oppfinnelse velegnet for anvendelse ved oppredning av titanjernmalmer. Titandioxyd fremstilt ved hjelp av reaktoren i henhold til den foreliggende oppfinnelse er mindre porøst enn titandioxyd fremstilt ifølge tidligere kjente prosesser og inneholder en mindre mengde finstoff. Dette medfører et nedsatt tap av titaninnholdet for produktene fremstilt i reaktoren ifølge den foreliggende oppfinnelse sammenlignet med fremstilling i apparaturen i henhold til teknikkens stand.

Eksempel

Reaktoren ifølge Fig. 1 hadde oppdemningsplaten innstilt således at det ble dannet et skikt med en dybde på 30,5 cm, en lengde på 92 cm og en bredde på 2,75 m, og ble benyttet til oppredning av titanjernmalm fra Queensland, Australia, med følgende sammensetning i vekt%

TiO ₂	54%
FeO	21%
Fe ₂ O ₃	21%
inerte forbindelser og andre oxyder	rest

Malmen hadde følgende partikkelstørrelsesfordeling:

+ 60	mesh	0,04	vekt%
- 60 + 85	"	17,7	"
- 85 + 100	"	49,7	"
-100 + 120	"	21,4	"
-120	"	8,3	"

Reaktoren ble oppvarmet til 1000°C. Hastigheten for tilsetning av malmen, carbondioxyd og klor til reaktoren ble tilpasset slik at den tilsvarte en strømningshastighet gjennom det varme malmskikt på 7,1 liter pr. sekund.

Produktet inneholdt ca. 95 vekt% TiO₂ og 1,0 vekt% jernoxyd.

P a t e n t k r a v

1. Reaktor av tverrströmstypen med fluidisert skikt for omsetning av titanjernmalm ved en temperatur på 700 - 1250°C med gasser inneholdende bl.a. carbonmonoxyd, klor og oxygen, hvor reaktoren omfatter et langstrakt reaksjonskammer med et innløp (2) for det faste materiale ved den ene ende, et utløp (10) for det behandlede materiale samt et gassutløp (8) ved den andre ende, en skiktunderlagsplate (3) med et flertall gassinnløp (5) og et flertall separate gasskammere (6,14) som står i forbindelse med det fluidiserte skikt ved hjelp av gassinnløpene (5), k a r a k t e r i s e r t v e d at hvert gasskammer (6,14) står i forbindelse med separate gasstilførselsrør (7,15) slik at det til det fluidiserte materiale kan innledes carbonmonoxyd, klor eller oxygen eller en blanding av disse gasser sammen med fortynningsgasser i etterfølgende og vekselvise soner av skiktunderlagsplaten (3).

2. Reaktor ifølge krav 1, k a r a k t e r i s e r t v e d at den har 3-20 gasskammere.

129503

8

3. Reaktor ifølge krav 2, karakterisert ved at den har 4-12 gasskammere.
4. Reaktor ifølge krav 1-3, karakterisert ved at skiktunderlagsplaten er forsynt med en oppdemningsplate (9) ved hjelp av hvilken dybden av det fluidiserte skikt (4) kan reguleres.
5. Reaktor ifølge krav 1 - 4, karakterisert ved at skiktunderlagsplaten skråner for å gi et dypere skikt (4) ved utløpet (10) for det behandlede materiale.

(56) Anførte publikasjoner:

Svensk patent nr. 319745 (12g-1/01)
U.S. patent nr. 2371619 (266-21)

129503

FIG. 1

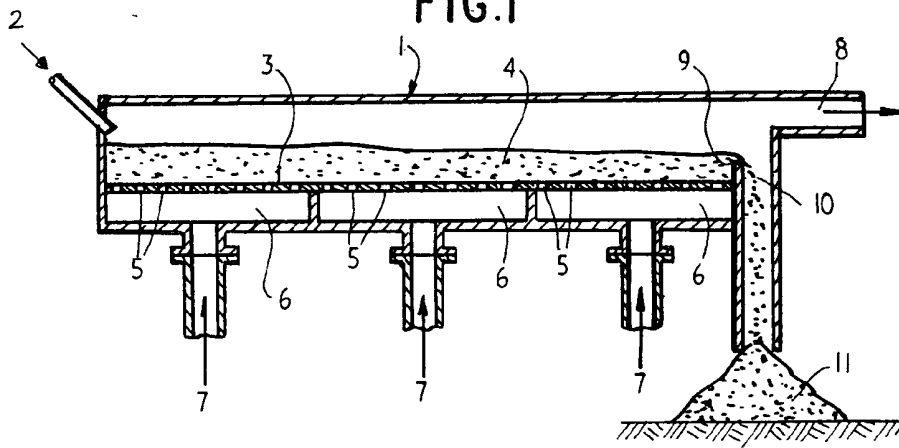


FIG. 2

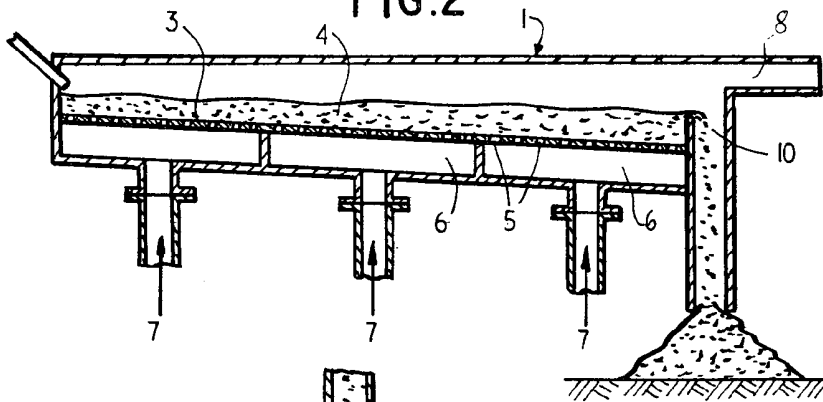
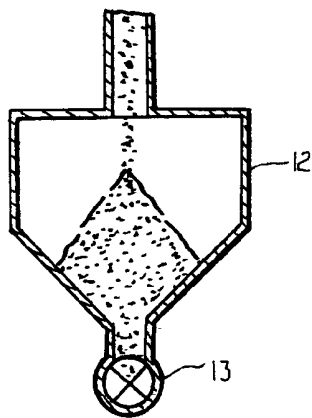


FIG. 1A



129503

FIG.3

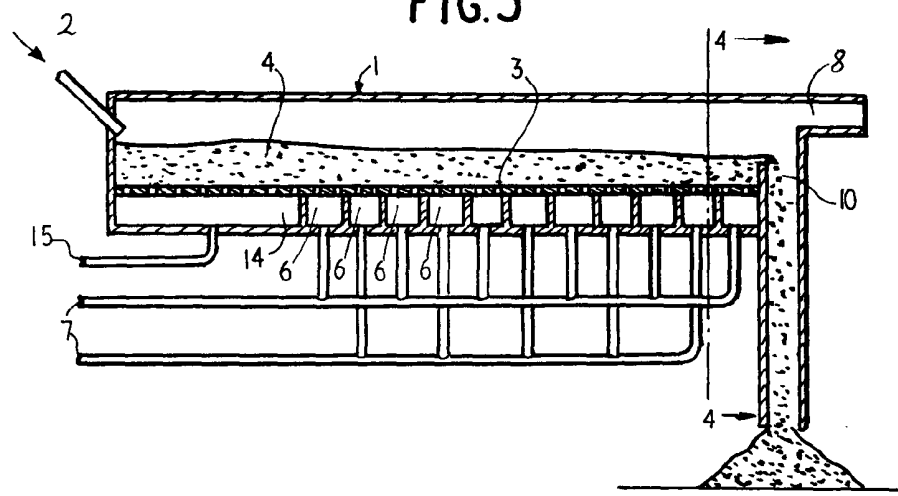


FIG.4

