

00-30114

Industria y Comercio

SUPERINTENDENCIA

Delegatura de propiedad Industrial

División de Nuevas Creaciones

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO
INVENTARIO

INVENTARIO
REGISTRO DE MARCAS
REGISTRO DE DISEÑOS INDUSTRIALES
REGISTRO DE PATENTES DE INVENCIÓN

Organización CSA Ltda.
Bogotá D.C.

SOLICITUD

PATENTE DE INVENCION

00-30114

EXPEDIENTE No.

54. TÍTULO Reducción de la capa fluidizada de finos de laterito con reducción de gases generados in situ. (Nuevo título folio 59)
(Nuevo folio 363)

51. CLASIFICACIÓN INTERNACIONAL C21B 13/00

71. SOLICITANTE Falconbridge Limiter

DOMICILIO Toronto, Ontario, Canada

74. APODERADO Jaime Eduardo Delgado

22. BOGOTÁ, D. C., Abril 26 2000

202037



DELEGATURA PROPIEDAD INDUSTRIAL

División de Nuevas Creaciones

SOLICITUD
PATENTE DE INVENCION

2000-30114

21. EXPEDIENTE No.

54. TITULO Reducción de la capa Fluidizada de fibras
de laterita con reducción de gases generados
in situ. (Nuevo título folio 59)
NUOVO TITULO FOLIO 363

51. CLASIFICACION INTERNACIONAL

C21B 13/00

71. SOLICITANTE

Telecombridge Limited

DOMICILIO

Toronto, Ontario, Canada

74. APODERADO

Jaime Eduardo Delgado V.

22. SANTAFE DE BOGOTA, D.C.

Abril 26/2000

20037

03

**SOLIC
PATE
INVENCIÓN**

Radicación : 03339114 00000000

Folios: 51

Fecha (AMD): 2023-04-26 16:59:43

Trámite : 032 PATENTES D 1 REGISTRO/ 411 PRESENTAC

Dependencia: 2020 DIVISION DE NUEVAS CREACIONES

DATOS DEL SOLICITANTE(71) Nombres y Apellidos o Razón Social FALCONBRIDGE LIMITED

00 30114

No. de Identificación _____

Representante Legal (Persona Jurídica) _____

País de Domicilio CANADADepartamento o Estado ONTARIODirección 95 Wellington Street West Suite 1200Ciudad TORONTO

Teléfono _____

DATOS DEL APODERADONombre JAIME EDUARDO DELGADO VILLEGASDirección y Domicilio Avenida 22 No. 37 - 31 Oficina 202Ciudad SANTAFE DE BOGOTA D.C. COLOMBIATeléfono 2444096 - 3690624 ***DATOS DEL INVENTOR**Nombre del Inventor(es) 1) SHONEWILLE, Ron - 4279 Marlene Court, Hanmer, Ontario, Canadá, P3P 1C9 *2) KAIURA, Gary, 6 Cranberry Lane, Aurora, Ontario, Canadá, L4G 5X8 *3) KOEHLER, Terrence 1162 Westshore Drive, Mississauga, Ontario, Canadá *L5E 3H8 *

Identificación _____

Dirección _____

Ciudad TORONTO, ONTARIO, CANADA

Teléfono _____

DATOS DE LA PATENTE DE INVENCIÓN(54) Título de la Invención **REDUCCIÓN DE LA CAPA FLUIDIZADA DE FINOS DE LATERITA CON REDUCCIÓN DE GASES GENERADOS IN SITU**PRIORIDAD REIVINDICADA SI * X * NO _____ TIPO DE PRIORIDAD ANDINA _____ UNIONISTA * X *
Convenio de París - Artículo 4 Literal c) Numeral 1)(33) País ESTADOS UNIDOS(32) Fecha Abril 26/1999 *(31) No. solicitud S/N 09/299,080

Para publicar a los 6 meses _____ 12 meses _____ 18 meses _____ a partir de la fecha de la presentación.

(51) CLASIFICACION INTERNACIONAL

C21B 13/00

2

~~18~~

Industria y Comercio
SUPERINTENDENCIA

SUPERINDUSTRIA Y COMERCIO

Radicacion : 00330114 00000000 Folios: 51
Fecha (AMD): 2000-04-26 16:59:43
Trasite : 032 PATENTES D 1 REGISTRO/ 411 PRESENTAC
Dependencia: 2020 DIVISION DE NUEVAS CREACIONES

NIT : 800170000-2

RECIBO OFICIAL DE CAJA : 26,264
FECHA : ABRIL 26 DE 2000

***** CONSIGNACION *****

DEPOSITANTE	TIPO PAGO	BANCO	SUCURSA	CUENTA	Nº. PAGO	VP. PAGO
MARIO DELGADO ECHEVERRY	CONSIGNACION	BANCO POPULAR	BOGOTA	050 00024-0	768420	762,000.00

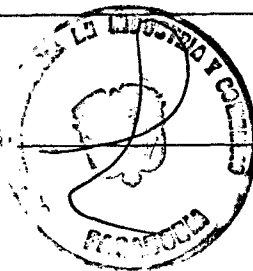
***** CONCEPTO *****

CANT.	CONCEPTO	TOTAL CONCEPTO
1	50000 01-01 SOLICITUDES	500,000.00
1	100000 01-01 SOLICITUDES DE PATENTE DE IN	100,000.00
	TOTAL :	600,000.00

SON: SEISCIENTOS CERO MIL PESOS

RESPONSABLE :

RECIBO DE CAJA APLICADO AL EXPEDIENTE N°



Carrera 13 No. 27-00 Pisos 5 y 10
Conmutador: 334 12 21
Fax: 281 31 25
Santa Fe de Bogotá, D.C., Colombia

RESUMEN CON EL OBJETO Y LA FINALIDAD DE LA PATENTE DE INVENCION

REDUCCIÓN DE LA CAPA FLUIDIZADA DE FINOS DE LATERITA CON
REDUCCIÓN DE GASES GENERADOS IN SITU

De acuerdo con el presente invento, se proporciona un método para la pre-reducción de un material que contiene óxido de hierro tal como el mineral de laterita de níquel, preferiblemente finos, dentro de un reactor con gases reductores generados *in situ*, mediante la combustión parcial de un agente reductor con el propósito de elaborar un producto de calcina en el reactor con un contenido bajo de carbono y un elevado grado de pre-reducción, donde el método comprende los siguientes pasos:

- Inyección de un gas oxidante dentro de una cámara del reactor, y la alimentación del material que contiene óxido de hierro y un agente reductor;
- conservación de una temperatura al interior de la cámara lo suficientemente elevada como para hacer una combustión parcial del agente reductor y proporcionar una atmósfera reductora con el fin de convertir el Fe_2O_3 en FeO ; y
- recuperar el producto de calcina reducido.

Preferiblemente, el agente reductor tiene un tamaño de partícula que va sustancialmente desde 20 μm hasta 400 μm . El gas oxidante es preferiblemente aire, aire enriquecido con oxígeno, oxígeno, CO_2 , vapor y sus mezclas, donde el aire es el gas más preferido por razones económicas obvias.

ANEXOS DE LA SOLICITUD

Certificado de Existencia y Representación Legal cuando el solicitante sea Persona Jurídica

Los poderes debidamente otorgados o mención de su protocolización ante la S.I.C.

Recibo de la Tasa respectiva X

Si se reivindica prioridad, el certificado respectivo (copia legalizada) X

Traducción oficial X

Capítulo descriptivo X

Dibujos, planos necesarios

Capítulo reivindicatorio X

Tarjeta archivo propietarios según formato X

Tarjeta archivo temático según formato X

Extracto para resumen o para publicación según formato X

Arte final 12 x 12 cms

SOLICITO LA CONCESION DE LA PATENTE DE INVENCION Y DECLARO QUE LA
INVENCION ES NUEVA Y DE MI PROPIEDAD

FIRMA

C.C. 19'270.955 DE BOGOTA

TP N° 43.308 DEL CST

**EXTRACTO PARA PUBLICACION
SOLICITUD DE PATENTE DE INVENCION**

(21) No. SOLICITUD	(51) INT.CL.:
(22) FECHA DE PRESENTACION 26-04-2000	(71) SOLICITANTE FALCONBRIDGE LIMITED
(30) PRIORIDAD:	
(31) No. DE SOLICITUD: S/N 09/299,080	(72) INVENTOR(ES) SHONEWILLE, RON KAIURA, GARY KOEHLER, TERRENCE
(32) FECHA DE PRESENTACION 26-04-1999	
(33) PAIS ESTADOS UNIDOS	(74) APODERADO JAIME EDUARDO DELGADO VILLEGAS

(54) TÍTULO:
REDUCCIÓN DE LA CAPA FLUIDIZADA DE FINOS DE LATERITA CON REDUCCIÓN DE GASES GENERADOS IN SITU

(57) RESUMEN

De acuerdo con el presente invento, se proporciona un método para la pre-reducción de un material que contiene óxido de hierro tal como el mineral de laterita de níquel, preferiblemente finos, dentro de un reactor con gases reductores generados *in situ*, mediante la combustión parcial de un agente reductor con el propósito de elaborar un producto de calcina en el reactor con un contenido bajo de carbono y un elevado grado de pre-reducción, donde el método comprende los siguientes pasos:

- Inyección de un gas oxidante dentro de una cámara del reactor, y la alimentación del material que contiene óxido de hierro y un agente reductor;
- conservación de una temperatura al interior de la cámara lo suficientemente elevada como para hacer una combustión parcial del agente reductor y proporcionar una atmósfera reductora con el fin de convertir el Fe_2O_3 en FeO ; y
- recuperar el producto de calcina reducido.

Preferiblemente, el agente reductor tiene un tamaño de partícula que va sustancialmente desde $20\ \mu\text{m}$ hasta $400\ \mu\text{m}$. El gas oxidante es preferiblemente aire, aire enriquecido con oxígeno, CO_2 , vapor y sus mezclas, donde el aire es el gas más preferido por razones económicas obvias.

TITLE

Fluidized bed reduction of laterite fines with reducing gases generated *in situ*

FIELD OF THE INVENTION

5 The present invention relates to a method for the pre-reduction of laterite fines in a bubbling fluidized bed reactor with reducing gases generated *in situ* by adding a reducing agent such as a carbonaceous material in the fluidized bed chamber, fluidizing the bed with a sub-stoichiometric quantity of oxygen, and maintaining a temperature sufficiently high to partially combust the reductant and generate a reducing atmosphere.

BACKGROUND OF THE INVENTION

10 Laterite ores used as a starting material for the production of nickel from smelting operations typically contain a significant fraction of particles greater than 10 cm in diameter as well as a significant fraction of particles less than 45 μm in diameter. Dealing with such a
15 wide size distribution is a complicated and troublesome task, and in spite of major efforts in attempting to overcome the difficulties associated therewith, conventional technologies like rotary kiln – electric furnace processing, are still compromised by the naturally occurring fines in the ore.

20 Pre-reduction is used in the pyrometallurgical treatment of nickel laterite ores to reduce the load placed on the nickel smelting furnace. This pre-reduction operation is for the specific purpose of removing oxygen present in the ore to yield a separate nickel enriched metal phase after smelting. The operating conditions and the amount of reducing agent

6
V6

provided in the reactor will depend on the ferronickel grade required and the composition of the ore used as starting material. This can be accomplished upstream of the furnace while the ore is in the solid state, or alternately, directly in the furnace during smelting. Although pre-reduction represents an additional step in the nickel smelting operation, it is beneficial
5 because it reduces the overall process energy cost, as well as the required furnace size, the required capacity of the furnace offgas system and the required power plant size.

Commercially, pre-reduction is typically in the range of 40 to 70% of the total reduction required to produce ferronickel. This usually includes reducing a substantial
10 portion of the iron from the ferric state to the ferrous state, some of the nickel oxide to metallic nickel, and a minor amount of the ferrous iron to metallic iron.

In rotary kiln pre-reduction, reducing gases can be generated *in situ* with coal. However, this typically limits the extent of pre-reduction to about 40% unless extremely long
15 residence times are utilized, or if the reduction is assisted with oil. In shaft furnace pre-reduction, oil is required as well as a dedicated external gasifier. The main constraint in using *in situ* gasification of coal is the carbon content of the product calcine. Currently, the carbon content of the calcine produced from existing commercial operations ranges from over 1% for oil fired shaft furnace and rotary kiln operations, to 3% for coal fired rotary kiln
20 operations. Alternative technologies such as those developed for the direct production of iron by solid state reduction provides carbon levels from 3 to 10% in the product. The necessity for a low carbon content in the product calcine is determined by the carbon requirements of the downstream smelting furnace. If the carbon content of the calcine is too high, it will lead

to excessive reduction in the smelting furnace, thus producing additional metallic iron and lowering the grade of the ferronickel product. The end result will be a ferronickel product that does not meet the product specification for nickel content. It is also well known that physical removal of carbon from the hot calcine to sufficiently low levels is not possible.

5

Traditionally, in fluidized bed pre-reduction processes, the reducing gas is generated externally from the fluidized bed reactor with the help of a dedicated gasifier. However, the concept of using the partial combustion of a carbonaceous material in a fluidized bed reactor for the *in situ* generation of reducing gases is also known, but little literature is available on specific experimental conditions and compound properties allowing optimal operation.

US 5,445,667 is concerned with a process for the reduction of iron ore in solid phase in a fluidized bed reactor. An excess of carbon in the form of coke or coal is added *in situ* in addition to oxygen, and the temperature is maintained higher than 850°C. It would appear that the conditions used, i.e., the CO/CO₂ ratio are such that the product obtained contains mainly metallic iron or iron carbide. The particle size of the iron oxide is up to 1 mm, and the CO/CO₂ ratio is between 2.3 and 4.0. There is a reference to the fact that the method of this patent could be used to treat other materials containing iron oxide, but this statement is not supported by any experimental evidence whatsoever. In addition, the carbon content of the final calcine is not specified, and the physical properties of the coke or coal are not mentioned, suggested or implied. In addition, this process is based on the partial conversion of metallic iron to iron carbide in a separate reactor to inhibit sticking. The

carbon content of iron carbide is 6.7%. This process also requires substantial preheating of the fluidizing air, preferably above 1000°C, or substitution of air with pure oxygen to enable sustaining the required operating temperature. Such a process cannot be applied to laterite containing materials because the extent of reduction is greater than that required for
5 ferronickel production and an equivalent nickel carbide species does not exist.

US 4,224,056 describes a process for the reduction of iron ore fines with a fluidized bed, wherein the ore is reduced simultaneously with the reducing gas production, i.e., generated *in situ*. The carbon-bearing particles are fluidized with the fluidizing gas to
10 form a bed of carbon-bearing particles in the reactor. The iron ores can be in various forms, including dust. Iron appears to be present in the metallic form in the calcine. The separation of carbon from the reduced product is claimed to take place directly in the reactor as a result of the difference in particle densities. The efficiency of this separation is very questionable, since the literature contains many examples of the high degree of vertical mixing in a
15 fluidized bed reactor. The patent also discusses the difficulty in maintaining the reactor temperature and suggests electrical heating and an external gasifier as means of achieving the system energy balance.

US 4,070,181 discloses a method for the reduction of finely divided metal oxides
20 like iron ores, the reduction being accomplished in a reactor with a large excess of carbonaceous material. In fact, the coal addition is approximately 50% that of the ore addition. Each component is supplied continuously in the reactor. The grain size of the iron oxide is lower than 1 mm and the grain size of the coal is lower than 3 mm. The

carbonaceous material can also be a liquid, such as oil. The temperature is preferably maintained between 800 and 1100°C in the reactor. The method can also be applied to the reduction of nickel oxide. The patent further states that the pre-reduced product containing coke proceeds to a final reduction stage. This reference is the basis of the first step in the Elred process that has been described in the literature, but was never commercialized. In fact, a paper authored by the inventor of the invention disclosed and claimed in US 4,070,181 states that the carbon content of the partially pre-reduced calcine contains about 26% carbon based on pilot plant tests (see Widdell et al. in *Iron and Steelmaker*, October 1981, pp. 219-224).

10

Pahlman et al. in *Mining Review*, October 1976, pp. 16-20, discloses a fluidized bed reduction roasting process applied to taconites, wherein carbonaceous fuels are partially combusted to supply heat and reductant requirements. The fact that the carbonaceous fuels are only partly combusted means that the resulting calcine will have a significant carbon content, i.e., around 6%, as calculated by the present inventors. The particle size of the carbonaceous material used is minus 8 plus 28 mesh, or 2.4 to 0.6 mm. The work is specifically directed at a partial reduction of iron ore, with the objective of reducing hematite to magnetite that could be concentrated by wet magnetic separation. Such procedure does not provide reducing conditions strong enough to reduce hematite to wustite and nickel oxide to metal and would therefore only provide up to 20% pre-reduction if applied to laterites.

20

A paper from Hirsch et al. presented at the first international conference on Circulating Fluidized Beds in Halifax, Nova Scotia, Canada in November 1985, generally

describes the fields of application of circulating fluidized beds in metallurgy. It is merely suggested in the paper that circulating fluidized beds can be used for the pre-reduction of lateritic nickel ores.

5 There is therefore a great need to develop an efficient method for the pre-reduction of lateritic ores that could overcome the drawbacks listed above and provide an optimized method. Such method should allow the production of calcine containing the lowest possible concentration of carbon to prevent excessive reduction in the subsequent smelting step, resulting in off-specification product ferronickel.

10

SUMMARY OF THE INVENTION

In accordance with the present invention, there is now provided a method for the pre-reduction of an iron oxide-containing material such as nickel laterite ore, preferably fines, in a reactor with reducing gases generated *in situ* by the partial combustion of a reducing agent to produce a reactor calcine product with a low carbon content and a high degree of pre-reduction, the method comprising the steps of:

15

- injecting an oxidizing gas into a chamber of the reactor, and feeding the iron oxide-containing material and a reducing agent;
- maintaining a temperature inside the chamber sufficiently high to partially combust the reducing agent and provide a reducing atmosphere to convert Fe_2O_3 to FeO ; and
- recovering the reduced calcine product .

20

Preferably, the reducing agent has a particle size of from substantially 20 μm to substantially 400 μm . The oxidizing gas is preferably air, oxygen-enriched air, oxygen, CO_2 , steam, and mixtures thereof, air being the most preferred gas for obvious economic reasons.

5 **DETAILED DESCRIPTION OF THE INVENTION**

The present invention is directed to a method for reduction of laterite fines in a reactor, preferably a bubbling fluidized bed, with reducing gases generated *in situ* by the partial combustion of carbonaceous materials like sub-bituminous coal. Although only partial combustion of the reducing agent occurs, the low content thereof in the calcine
10 product is due to the subsequent gasification and reduction mechanisms taking place during the process. Solid carbon reacts with CO_2 gas to generate CO, which in turn reduces iron and nickel oxides and regenerates CO_2 , which then reacts with solid carbon, and so on.

The present method is particularly useful since it avoids the necessity of an
15 external dedicated gasifier for generating carbon monoxide and hydrogen gases used in fluidized bed technology and permits the use of low cost reducing agents. The reduction and oxidation operations are therefore combined in a single reactor. When operating within the conditions according to the present method, it has been found that the bed discharge product, which represents the majority of the product, is essentially carbon free, i.e. it contains about
20 0.1% by weight of carbon. This is particularly advantageous because there is no excess carbon in the smelting furnace feed and enables the production of a wider range of product ferronickel grades, such as those with higher grades. Further, the offgas is very close to equilibrium with the calcine product, thus allowing minimum reducing agent addition to the

212

pre-reduction vessel, minimum residual carbon in calcine and minimum fuel value/volume in the offgas for recycling to the upstream calcination process. The offgas CO/CO₂ ratio can be between 0.3 and 2.0, although, it is preferred to operate as close as possible to the equilibrium value of 0.3. A most preferred range of operation would be between 0.3 and 0.75. With such
5 conditions, most of the iron in the calcine is in the form of wustite.

As the present new method for pre-reduction of laterite ore is preferably fines-based, the feed to the pre-reduction vessel may come from a fluidized bed calciner, and the product may be smelted in an electric arc furnace. The novel feature of the present method
10 for laterite pre-reduction is the generation of reducing gases *in situ* through the partial combustion, or gasification, under specific conditions with a carbonaceous material having specific physical properties.

To achieve such unexpected results, parameters such as operating temperature,
15 free space velocity, the volatility of the reducing agent, the reactivity of the reducing agent and its particle size must be tightly controlled to produce a reactor bed discharge calcine product containing about 0.1% by weight of carbon, and containing most of the iron in the form of wustite.

20 Examples of reactors suitable for the purpose of the present method include a bubbling fluidized bed, a circulating fluidized bed, a flash reactor or a multiple hearth furnace, the bubbling fluidized bed being the most preferred. These reactors may be combined to other devices, such as cyclones, to collect whatever calcine material is blown

13
A

out from the top of the reactor. The carbon content of such calcine material is generally around 2%. This material can be recycled to the reactor, or combined with the reactor discharge product, as long as the final carbon content of the combined material does not exceed the carbon requirements of the smelting vessel, typically between 1.0 and 1.5%.

5

Preferred parameters for the reagent and operating conditions

The reducing agent particle size is preferably in the range of about 20 to about 400 μm . The iron oxide-containing material particle size is preferably between 10 and 1500 μm . The volatility of the reducing agent is characterized by the volatile matter content of the coal, which is a measure of the quantity of hydrocarbons evolved upon heating the coal in an inert atmosphere. This characterization is carried out under conventional standard chemical methods well known in the field by anyone of ordinary skill in the art. As it will be seen in the examples below, a volatile matter content of 45% in the coal represents a most preferred embodiment. The coal volatility is preferably at least 25%, and there is no upper limit, although it is well known in the field that coal volatility seldom exceeds 50%. Also, the char resulting from the coal used should have a high reactivity towards CO_2 , preferably greater than 0.5%/min at 900°C. In the examples provided herein below, the coal tested in the pilot program had a char reactivity of 1.1%/min. However, a combination of a higher char reactivity/lower coal volatility or vice versa will suit the process, as both of these parameters determine the residual carbon content of the calcine.

20

The temperature should be high enough to allow partial combustion and gasification of the reducing agent, and reduction of the calcine, but not too high to prevent defluidization

due to calcine sticking. Typically, the temperature is kept between about 800 °C and about 1100°C. This is achieved by adequate preheating of the calcine feed material.

The free-space velocity (fsv) must be such that the residence time of the coal and the calcine inside the reactor is sufficient to ensure near complete conversion of Fe_2O_3 to FeO . The free-space velocity must therefore be sufficient to fully fluidize the bed, while not too high to ensure sufficient residence time for the fine particles prior to elutriation. Typically, the free-space velocity varies between 0.35 and 0.60 m/s.

In a preferred embodiment, a carbonaceous material like coal, lignite, natural gas, fuel oil and coal char are used as reducing agents, sub-bituminous coal being the most preferred.

Although the present method is particularly advantageous for saprolitic nickel laterite, the method can be applied to other iron oxide-containing feed materials, such as limonitic laterites, roasted sulphide concentrates (i.e. Ni, Cu, Pb, Zn, PGM, etc.), iron ore, chrome ore, titanium oxide ore, or mixtures thereof. The operating conditions for these other materials vary depending on the specific sticking temperature of the feed material. Further, the reducing agent/ore ratio and oxidizing gas/ore ratio are also a function of the chemical content of the feed material.

The following examples are provided to illustrate the present invention, and shall not be construed as limiting its scope.

15

Pilot scale testing

Pilot scale experiments were conducted under various experimental conditions. A 15 cm diameter continuously fed reactor was used for the tests. The test program included 8 individual sets of operating conditions. The feed material was nickel laterite ore, mainly sapprolite, previously milled in a semi-autogenous grinding (SAG) mill and calcined in a circulating fluidized bed reactor. The chemical and size analysis of the calcine feed to be pre-reduced is given in Table 1 below.

10

Table 1

Chemical and size analysis of the feed material to be pre-reduced

Calcine feed chemical analysis (dry wt%)	Calcine feed particle size analysis (cumulative)
3% NiO	99% < 500 μm
30% Fe ₂ O ₃	90% < 200 μm
42% SiO ₂	75% < 150 μm
20% MgO	55% < 100 μm
5% others	45% < 75 μm
< 0.2 % crystalline water	28% < 45 μm

The reducing agent used was a high volatile matter sub-bituminous coal containing about 6% moisture.

15

The operating parameters in the fluidized bed were:

- temperature of 900°C;
- as stated above, the maximum ore size is 500 μm , (maximum 1200 μm for Test 6);
- the coal used is sub-bituminous coal (45% volatile matter);
- the mean coal particle size is about 75 μm (20 μm for Test 2 and 200 μm for Test 3);
- 5 - the free space velocity is 0.5 m/s, (0.6 for Tests 7 and 8);
- the bed depth is 1.8 m (1.2 m for Test 4);
- air/coal ratio is about 10% of the stoichiometric air requirement for complete combustion.

The results obtained under these conditions appear in Table 2 below.

17

Table 2

Results of pilot scale experiments

5

Test #	Solid residence time (min)	Calcine feedrate (kg/hr)	Coal addition (% on calcine)	Air flowrate (NL/hr)	Fe ₂ O ₃ to Fe ₃ O ₄ (%)	Fe ₂ O ₃ to FeO (%)	NiO to Ni (%)	Total pre- reduction (%)	Offgas CO/CO ₂ (v/v)	C in calcine (%)
1	16	61	3.1	1.78	6	94	38	65	0.67	0.86
2	17	61	3.1	1.78	21	79	17	57	0.74	0.85
3	17	61	3.1	1.78	10	90	29	64	0.79	0.85
4	13	61	3.1	1.78	16	84	32	62	0.63	0.95
5	27	55	3.4	1.74	13	87	31	57	0.63	0.98
6	19	61	3.1	1.78	12	88	23	64	0.57	0.89
7	27	66	3.4	2.09	17	83	24	57	0.50	0.84
8	18	73	3.1	2.14	30	70	25	59	0.48	0.94

17

18
7
In a commercial method, this offgas can be used as fuel in the upstream calcination method. The bed product and cyclone underflow are similar with respect to the degree of reduction of the calcine. However, as outlined above, the bed discharge product contains substantially less carbon. Very little particle decrepitation took place during the
5 reduction, and the product calcine size analysis is similar to the feed size analysis given above.

While the invention has been described in connection with specific embodiments thereof, it will be understood that it is capable of further modifications and this application is
10 intended to cover any variations, uses or adaptations of the invention following, in general, the principles of the invention and including such departures from the present description as come within known or customary practice within the art to which the invention pertains, and as may be applied to the essential features hereinbefore set forth, and as follows in the scope of the appended claims.

4919

WHAT IS CLAIMED IS:

1. A method for the reduction of iron oxide-containing materials in a reactor to produce a low carbon calcine product, the method comprising the steps of:

- injecting an oxidizing gas into a chamber of the reactor, and feeding the iron oxide-
5 containing material and a reducing agent;
- maintaining a temperature inside the chamber sufficiently high to partially combust the reducing agent to provide a reducing atmosphere to convert Fe_2O_3 to FeO ; and
- recovering the reduced calcine product.

10 2. A method according to claim 1 wherein the carbon content of the composite product calcine is maintained between 0.1 and 2.0 percent by weight.

3. A method according to claim 1 wherein the reactor comprises a bubbling fluidized bed, a circulating fluidized bed, a flash reactor, or a multiple hearth furnace.

15 4. A method according to claim 1 wherein the reducing agent comprises a carbonaceous material.

5. A method according to claim 4 wherein the carbonaceous material comprises coal,
20 lignite, natural gas, fuel oil, coal char, coke or mixtures thereof.

2020

6. A method according to claim 4 wherein the temperature is maintained above the gasification temperature of the carbonaceous material but below the sticking temperature of the reduced calcine product.

5 7. A method according to claim 6 wherein the temperature is maintained between at least 800° C and not more than 1100°C by adequate preheating of the feed material.

8. A method according to claim 1 wherein the reducing agent possesses a sufficient combination of volatility, reactivity and fineness of particle size to promote substantial
10 gasification thereof.

9. A method according to claim 8 wherein the particle size ranges from substantially 20 to substantially 400 µm.

15 10. A method according to claim 1 wherein the CO/CO₂ ratio inside the chamber is maintained between 0.3 and 2.0 by adding the reducing agent.

11. A method according to claim 1 wherein the oxidizing gas comprises air, oxygen-enriched air, oxygen, CO₂, steam, or mixtures thereof.

20

12. A method according to claim 1 wherein the method is carried out in a bubbling fluidized bed in continuous manner under a free-space velocity sufficient to fluidize the bed.

21
A

13. A method according to claim 12 wherein the free-space velocity is comprised between substantially 0.35 to substantially 0.60 m/s.

14. A method according to claim 1 wherein the iron oxide-containing material
5 comprises saprolitic nickel laterite, limonitic laterites, roasted sulphide concentrates, iron ore, chrome ore, titanium oxide ore, or mixtures thereof.

15. A method for the reduction of nickel laterite in a fluidized bed reactor to produce a calcine product containing typically around 1% by weight of carbon, the method
10 comprising the steps of:

- injecting air as an oxidizing fluidizing gas in a fluidizing chamber of the reactor, and feeding the nickel laterite and a carbonaceous material, the carbonaceous material having a particle size of from substantially 20 to substantially 400 μm ;
- maintaining a temperature inside the chamber between 800 and 1100°C to partially combust
15 the carbonaceous material to provide a reducing atmosphere to convert Fe_2O_3 to FeO and NiO to metallic Ni ; and
- recovering the reduced bed discharge calcine product.

16. A method according to claim 15 wherein the fluidized bed reactor comprises a
20 bubbling fluidized bed.

17. A method according to claim 15 wherein the carbonaceous material comprises sub-bituminous coal.

18. A method according to claim 17 wherein the CO/CO₂ ratio inside the chamber is maintained between 0.3 and 2.0 by adding the sub-bituminous coal.

5 19. A method according to claim 15 wherein the method is carried out in a continuous manner under a free-space velocity of from substantially 0.35 to substantially 0.60 m/s.

23 17

ABSTRACT OF THE DISCLOSURE

The present invention is concerned with a method for the pre-reduction of laterite fines in a reactor, preferably a fluidized bed, with reducing gases generated *in situ* by adding
5 a reducing agent such as a carbonaceous material in the fluidized bed chamber, fluidizing the bed with an oxidizing gas and maintaining the reactor at a temperature sufficiently high to partially combust the coal and generate a reducing atmosphere. The reactor bed discharge calcine product has a carbon content of about 0.1%, and the composite reactor product has a carbon content lower than 2.0%.

24
25

REF: MDE&H-008-2000. La presente es Traducción Oficial de un documento presentado originalmente en inglés. Esta traducción es elaborada por Gabriel Rueda Chadid (Traductor Oficial).

TITULO

Reducción de la capa fluidizada de finos de laterita con reducción de gases generados in situ.

CAMPO DEL INVENTO

El presente invento se relaciona con un método para la reducción previa de finos de laterita en un reactor de capa fluidificada de burbujas con reducción de gases generados in situ mediante la adición de un agente reductor, que puede ser un material carbonaceo en el cámara de capas fluidificadas, de manera que se produzca la fluidificación de la capa con una cantidad subestoiquiométrica de oxígeno, conservando una temperatura suficientemente elevada como para lograr una combustión parcial del agente reductor y generar una atmósfera de reducción.

ANTECEDENTES DEL INVENTO

El mineral de laterita utilizado como material de inicio para la producción de níquel a partir de operaciones de fusión de metales, típicamente contienen una fracción significativa de partículas superior a los 10cm de diámetro, a la vez que una fracción significativa de partículas de un diámetro

25
12

inferior a 45 μm . El manejo de una distribución de este ancho es una tarea complicada y tediosa, y a pesar de los grandes esfuerzos que se hagan para tratar de sobreponerse a las dificultades que se relacionan con una labor de esta naturaleza, las tecnologías convencionales como las de los hornos rotatorios, los procesos en hornos eléctricos, son prácticas que se ven afectadas debido a la ocurrencia natural de finos en los minerales.

La pre-reducción es un método que se utiliza en el tratamiento pirometalúrgico del mineral de laterita de níquel para reducir la carga que se le coloca a la superficie de fusión del níquel. Esta operación de pre-reducción cumple con una tarea específica de remover el oxígeno que se encuentra presente en el mineral para lograr una fase del metal enriquecido con níquel por separado con posterioridad a la fusión del metal. Las condiciones operacionales y la cantidad del agente reductor que se suministra en el reactor dependerán del grado de ferroníquel que se requiera y de la composición del mineral que se emplee como material de iniciación del proceso. Lo anterior se puede lograr en un sentido ascendente del horno mientras que el mineral se encuentre todavía en su estado sólido, o bien en forma directa en el horno durante la fusión. Si bien la reducción representa un paso adicional en la operación de fusión del níquel, este es benéfico por cuanto reduce los costos generales de energía del proceso, al igual


GABRIEL RUEDA CHADID
TRADUCTOR OFICIAL
Resolución 5996 de Nov. 29/82
Ministerio de Justicia

que el tamaño requerido del horno, de la capacidad requerida del sistema de emanaciones de gas del horno y el tamaño de planta de poder que exijan estos trabajos.

Desde un punto de vista comercial, la pre-reducción se encuentra típicamente dentro de un rango de 40 a 70% de la reducción total requerida para producir el ferroníquel. Lo anterior por lo general influye en la reducción de una porción sustancial del hierro a partir del estado férrico hasta llegar a su estado ferroso, con cierta parte de óxido de níquel que se transforme en níquel metálico, y una cantidad mínima del hierro ferroso que se transforma en hierro metálico.

En la pre-reducción de horno rotatorio, los gases reductores se pueden generar *in situ* con carbón. Sin embargo, esto por lo general limita el grado de pre-reducción hasta un 40%, a menos que se utilicen tiempos de permanencia extremadamente prolongados, o si bien la reducción es asistida también se lograría este mismo resultado. En la pre-reducción con hornos de cuba, el aceite se requiere igualmente como gasificador externo dedicado. La limitación principal en la utilización de la gasificación *in situ* del carbón es el contenido de carbono de la calcina del producto. Corrientemente, el contenido de carbono de la calcina producida a partir de las operaciones comerciales existentes va desde más del 1% para el aceite que se encuentra en el horno de cuba y en las operaciones de los hornos rotatorios,

22
2X

hasta el 3% para las operaciones que se realizan en hornos rotatorios accionados por carbón. Las tecnologías alternas como aquellas desarrolladas para la producción directa del hierro mediante reducción del estado sólido proporciona niveles de carbono que van desde 3 hasta 10% en el producto. La necesidad de disponer de un contenido bajo de carbono en la calcina del producto se determina mediante los requerimientos de carbono del horno de fusión en sentido descendente. Si el contenido de carbono de la calcina es demasiado elevado, esto se traducirá en una excesiva reducción en el horno de fusión, produciendo de esta manera un hierro adicional y disminuyendo el grado del producto de ferroníquel. El resultado final será un producto de ferroníquel que no cumpla con las especificaciones del producto en cuanto a contenido de níquel. Igualmente se conoce muy bien que la remoción física del carbono a partir de la calcina caliente hasta alcanzar niveles suficientemente bajos no es una labor posible.

Tradicionalmente en los procesos de pre-reducción de capa fluidificada, el gas reductor se genera externamente a partir del reactor de capa fluidificada con la ayuda de un gasificador dedicado. Sin embargo, el concepto de utilizar la combustión parcial de un material carbonaceo en un reactor de capa fluidificada para la generación *in situ* de los gases reductores es también una práctica conocida, pero existe poca literatura que hable sobre condiciones experimentales específicas y sobre propiedades de los compuestos que permitan

28
2

lograr una óptima operación.

La patente US 5.445.667 versa sobre un proceso para la reducción del mineral de hierro en fase sólida dentro de un reactor de capa fluidificada. Se adiciona una cantidad excesiva de carbono en forma de coke o carbón *in situ* además del oxígeno, y la temperatura se conserva a un nivel superior a los 850°C. Todo para que las condiciones empleadas, es decir que la relación CO/CO₂ sean tales que el producto obtenido contenga principalmente hierro metálico o carburo de hierro. El tamaño de las partículas del óxido de hierro llega hasta a 1 mm, y la relación CO/CO₂ está entre 2.3 y 4.0. Existen referencias al hecho de que el método de esta patente podría utilizarse para tratar otros materiales que contengan óxido de hierro, pero esta afirmación no está sustentada por ninguna evidencia experimental. Además de lo anterior, el contenido de carbono de la calcina final no está especificado, y las propiedades físicas del coke o del carbón no se mencionan, como tampoco se sugieren ni se dan a entender de manera explícita. Por otra parte, este proceso se basa en la conversión parcial del hierro en forma de metal en carburo de hierro en un reactor por separado con el fin de inhibir la adherencia. El contenido de carbono del carburo de hierro es de 6.7%. Este proceso exige también un precalentamiento sustancial del aire para fluidificación, preferiblemente por encima de los 1000°C, o bien la sustitución del aire por

29
29

oxígeno puro con el fin de facilitar la permanencia de la temperatura operacional requerida. Un proceso de esta naturaleza no se le puede aplicar a las lateritas que contengan materiales por cuanto el grado de reducción es superior al requerido para la producción del ferroníquel y no existe una especie equivalente de carburo de níquel.

La patente US 4.224.056 describe un proceso para la reducción de los finos de mineral de hierro con capa fluidificada, donde el mineral se reduce simultáneamente con la producción reducida del gas, es decir hay una generación *in situ*. Las partículas que contienen carbono se fluidifican con el gas fluidificante hasta lograr una capa de partículas que contienen carbono dentro del reactor. El mineral del hierro puede presentarse en diversas formas, incluso en forma de polvo. El hierro parece que se encuentra presente en forma metálica en la calcina. La separación del carbono a partir del producto reducido según se reivindica tiene lugar directamente dentro del reactor como resultado de la diferencia en cuanto a densidades de partículas. La eficiencia de esta separación es muy cuestionable, puesto que la literatura contiene muchos ejemplos del elevado grado de mezclado vertical en un reactor de capa fluidificada. La patente analiza igualmente la dificultad para mantener la temperatura del reactor y sugiere calentamiento eléctrico y aplicación de un gasificador externo como un medio para lograr el equilibrio de la energía en el sistema.


GABRIEL RUEDA CHADID
TRADUCTOR OFICIAL
Resolución 5996 de Nov. 29/82
Ministerio de Justicia

30
D
M

La patente US 4.070.181 describe un método para la reducción de óxidos del metal finamente divididos como son el metal del hierro, de manera que la reducción se logre dentro de un reactor que tenga un gran exceso de material carbonaceo. En efecto, la adición de carbono es de aproximadamente el 50% de la adición del metal. Cada uno de los componentes se suministra de una manera continua dentro del reactor. El tamaño de gránulo del óxido de hierro es inferior a 1mm y el tamaño de gránulo del carbón es inferior a 3mm. El material carbonaceo también puede ser líquido como lo es el aceite. La temperatura se mantiene preferiblemente entre 800 y 1100°C en el reactor. El método aquí descrito también se puede aplicar para la reducción del óxido de níquel. La patente describe además que el producto previamente reducido que contiene coke avanza hasta alcanzar una etapa final de reducción. Esta referencia constituye la base del primer paso en el proceso del Elred que se ha descrito en la literatura existe, pero que nunca se ha comercializado. En realidad, un documento cuyo autor es el inventor de la nueva creación descrita y reivindicada en la patente US 4.070.181 manifiesta que el contenido de carbono de la calcina parcialmente pre-reducida contiene una cantidad aproximada del 26% de carbono basado en las pruebas de las plantas (consultar Widdell et al. in *Iron and Steelmaker*, October 1981, pp. 219-224).


GABRIEL RUEDA CHADID
TRADUCTOR OFICIAL
Resolución 5996 de Nov. 29/82
Ministerio de Justicia

31
/

Pahlman et al. en su obra *Mining Review*, Octubre 1976, pp 16-20 describe un proceso de tostado para la reducción fluidificada de capa que se aplica a las taconitas, donde los combustibles carbonaceos hacen una combustión parcial para aportar calor y cumplir con las exigencias del agente reductor. El hecho de que los combustibles carbonaceos hagan tan solo una combustión parcial significa que la calcina resultante tendrá un contenido significativo de carbono; que se ubica en un 6% aproximadamente según cálculos hechos por los autores del presente invento. El tamaño de partícula del material carbonaceo utilizado es de menos 8 más 28 en malla, o sea 2.4 hasta 0.6 mm. El trabajo se dirige específicamente a una reducción parcial del mineral de hierro, con el propósito de reducir la hematita a magnetita que pudiere encontrarse concentrada por separación magnética en condiciones de humedad. Este procedimiento no proporciona condiciones reductores lo suficientemente fuertes como para reducir la hematita a wustita y óxido de níquel a metal y por lo tanto aportaría tan solo un 20% como máximo de pre-reducción si se le aplica a las lateritas.

Un documento presentado por Hirsch et al. ante la primera conferencia internacional sobre Capas Fluidificadas Circulantes en Halifax, Nova Scotia, Canadá en Noviembre de 1985, describe en términos generales los campos de aplicación de las capas circulantes fluidificadas en metalurgia. Se sugiere simplemente en el documento que estas capas

GABRIEL RUEDA CHADID
TRADUCTOR OFICIAL
Resolución 5996 de Nov. 29/82
Ministerio de Justicia

32
N
3

fluidificadas circulantes se pueden emplear para la pre-reducción de los minerales de níquel de laterítica.

Existe por lo tanto una gran necesidad de desarrollar un método eficaz para la pre-reducción de los minerales lateríticos que pudiera compensar las limitaciones antes señaladas y proporcionar un método optimizado de trabajo. Este método permitiría la producción de calcina que contenga la concentración más baja posible de carbono con el fin de evitar la reducción excesiva en el paso posterior de fusión de los minerales, dando como resultado un ferroníquel por fuera de las especificaciones técnicas.

RESUMEN DEL INVENTO

De acuerdo con el presente invento, se proporciona un método para la pre-reducción de un material que contiene óxido de hierro tal como el mineral de laterita de níquel, preferiblemente finos, dentro de un reactor con gases reductores generados *in situ*, mediante la combustión parcial de un agente reductor con el propósito de elaborar un producto de calcina en el reactor con un contenido bajo de carbono y un elevado grado de pre-reducción, donde el método comprende los siguientes pasos:

- Inyección de un gas oxidante dentro de una cámara del reactor, y la alimentación del material que contiene óxido de hierro y un agente reductor;

33
M

- conservación de una temperatura al interior de la cámara lo suficientemente elevada como para hacer una combustión parcial del agente reductor y proporcionar una atmósfera reductora con el fin de convertir el Fe_2O_3 en FeO ; y
- recuperar el producto de calcina reducido.

Preferiblemente, el agente reductor tiene un tamaño de partícula que va sustancialmente desde 20 μm hasta 400 μm . El gas oxidante es preferiblemente aire, aire enriquecido con oxígeno, oxígeno, CO_2 , vapor y sus mezclas, donde el aire es el gas más preferido por razones económicas obvias.

DESCRIPCION DETALLADA DEL INVENTO

El presente invento se enfoca en un método para la reducción de finos de laterita dentro de un reactor, preferiblemente una capa fluidificada en burbujas, con gases reductores generados *in situ* mediante la combustión parcial de materiales carbonaceos como el carbón sub-bituminoso. Aun cuando la combustión parcial del agente reductor ocurre dentro del proceso, su bajo contenido en el producto de calcina se debe a la posterior gasificación y a los mecanismos de reducción que tienen lugar durante el proceso. El carbono sólido reacciona con el gas CO_2 para generar CO , que a su vez reduce el hierro y los óxidos de níquel y regenera el CO_2 , produciendo luego una reacción con el carbono sólido y así sucesivamente dentro de la cadena del proceso.


GABRIEL RUEDA CHADID
TRADUCTOR OFICIAL
Resolución 5996 de Nov. 29/82
Ministerio de Justicia

34
Mx

El presente método es particularmente útil puesto que evita la necesidad de disponer de un gasificador externo dedicado para la generación de monóxido de carbono y de gases de hidrógeno utilizados en la tecnología de capas fluidificadas, y ala vez permitiendo el uso de agentes reductores a bajo costo. La reducción y oxidación son operaciones que se combinan en un solo reactor. Cuando se trabaja de acuerdo con las condiciones establecidas en el presente método, el producto de descarga de la capa según se ha demostrado, que representa la mayor parte del producto, queda esencialmente libre de carbono; es decir, contiene aproximadamente 0.1% por peso de carbono. Lo anterior es particularmente benéfico por cuanto no existe una cantidad excesiva de carbono en la alimentación del horno de fusión y a la vez se permite la producción de una gama más amplia de grados de ferroníquel para el producto, tal como sucede con los grados más elevados. Por otro lado, las emanaciones del gas están muy cercanas al punto de equilibrio con respecto del producto de la calcina, permitiendo de esta manera una adición mínima del agente reductor al contenedor de pre-reducción, una cantidad residual mínima de carbono en la calcina y una relación mínima de combustible en cuanto a valor/volumen dentro de las emanaciones del gas para el reciclado dentro de un proceso de calcinación ascendente. La relación de producción de gas CO/CO_2 puede estar entre 0.3 y 2.0, aun cuando se prefiere que opere lo más cerca posible al valor de equilibrio que es de 0.3. Un rango de operación más preferido

podría estar entre 0.3 y 0.75. bajo estas circunstancias, la mayor parte del hierro en la calcina se presenta en forma de wustita.

Debido a que este nuevo método para la pre-reducción de la laterita se basa preferiblemente en finos, la alimentación que se le hace al recipiente de pre-reducción puede derivarse de un calcinador de capa fluidificado y el producto puede fusionarse en un horno de arco eléctrico. La característica novedosa del presente método para la pre-reducción de laterita es la generación de gases reductores *in situ* a través de la combustión parcial, o de la gasificación, bajo condiciones específicas con materiales carbonaceos que presente ciertas propiedades físicas específicas.

Para alcanzar tales resultados no esperados, ciertos parámetros como temperatura de operaciones, velocidad de espacio libre, volatilidad del agente reductor, reactividad del agente reductor y su tamaño de partículas deben controlarse estrictamente con el propósito de producir una calcina de descarga de capa de reactor que contenga aproximadamente 0.1% por peso de carbono, y que a la vez contenga la mayor parte del hierro en forma de wustita.

Entre los ejemplos de reactores adecuados para los propósitos del presente método están la capa fluidificada de burbujas, la capa fluidificada circulante, el reactor de flash

36
2/10

o un horno de hogar múltiple, donde el que más se prefiere es el sistema de capa fluidificada por burbujas. Estos reactores se pueden combinar con otros dispositivos o equipos, tales como ciclones, con el fin de recolectar cualquier material de calcina que sople desde la parte superior del reactor. El contenido de carbono de dicho material de calcina por lo general está en el 2%. Este material se puede reciclar al reactor, o bien combinarse con el producto de descarga del mismo, siempre y cuando que el contenido final de carbono del material combinado no sobrepase los requerimientos de carbono del recipiente de fusión, cuyo valor típico está entre 1.0 y 1.5%.

Parámetros preferidos para el reactivo y condiciones operacionales.

El tamaño de partícula del agente reductor se encuentra preferiblemente dentro del rango de 20 a 400 μm aproximadamente. El tamaño de las partículas del material que contiene óxido de hierro se ubica preferiblemente entre 10 y 1500 μm . La volatilidad del agente reductor se caracteriza por el contenido de materia volátil del carbón, que constituye una medición de la cantidad de hidrocarburos que evolucionan mediante el calentamiento del carbón en una atmósfera inerte. La anterior caracterización se lleva a cabo bajo métodos químicos convencionales y estandarizados que son bien conocidos dentro de este campo de la metalurgia por parte de


GABRIEL RUEDA CHADID
TRADUCTOR OFICIAL
Resolución 5996 de Nov. 29/82
Ministerio de Justicia

37
M

personas expertas en la materia. Como se podrá observar en los ejemplos que se describen a continuación, un contenido de materia volátil de 45% en el carbón representa un valor de la mayor preferencia. La volatilidad del carbón debe ser preferiblemente del 25% como mínimo, sin existir limite superior, aun cuando se sabe muy bien dentro de la metalurgia que la volatilidad del carbón muy pocas veces sobrepasa el 50%. Por otro lado, el calcinado que resulta a partir del carbón empleado debe tener una elevada reactividad hacia el CO_2 , preferiblemente superior a 0.5%/min a 900°C. En el ejemplo que se proporciona a continuación, el carbón probado en el programa piloto presentó una reactividad de calcina del orden de 1.1%/min. Sin embargo, una combinación de una reactividad más elevada de calcinado/volatilidad inferior de carbón o viceversa serán adecuados para el proceso, puesto que ambos parámetros determinan el contenido residual de carbono de la calcina.

La temperatura debe ser lo suficientemente elevada como para permitir la combustión y gasificación parciales del agente reductor, y también la reducción de la calcina, pero no demasiado elevada como para evitarla desfluidización debida a la adherencia de la calcina. Básicamente, la temperatura se conserva entre 800°C y 1100°C aproximadamente. Lo anterior se logra mediante un precalentamiento adecuado del material de alimentación de la calcina.


GABRIEL RUEDA CHADID
TRADUCTOR OFICIAL
Resolución 5996 de Nov 29/82
Ministerio de Justicia

La velocidad de espacio libre (fsv) debe ser tal que el tiempo residencia del carbón y de la calcina dentro del reactor sea suficiente para garantizar una conversión casi completa de Fe_2O_3 en FeO . Esta velocidad de espacio libre debe por lo tanto ser suficiente para fluidificar totalmente la capa, sin embargo no debe ser demasiado elevada como para garantizar un tiempo suficiente de residencia para las partículas finas antes de la elutriación. Básicamente, la velocidad de espacio libre varia entre 0.35 y 0.60 m/s.

En una presentación preferencial, un material carbonaceo como el carbón, lignita, gas natural, aceite para combustible y calcinados del carbón se utilizan como agentes reductores, donde el carbón sub-bituminoso es el que tiene mayor preferencia.

Si bien el presente método resulta particularmente ventajoso para la laterita de níquel saprolítico, el mismo se puede aplicar a los materiales de alimentación que contienen óxido de hierro, como las lateritas limoníticas, los concentrados de sulfuros tostados (por ejemplo, Ni, Cu, Pb, Zn, PGM, etc.), mineral de hierro, mineral de cromo, de óxido de titanio o sus mezclas. Las condiciones operacionales para estos otros materiales variaran según la temperatura específica de adherencia del material de alimentación. Por otra parte, la relación entre el agente reductor y el mineral y entre el gas oxidante y el mineral son también una función

del contenido químico del material de alimentación.

Los siguientes ejemplos se proporciona con el fin de ilustrar este invento, y no deben ser interpretados como limitantes en cuanto a su alcance.

Prueba de escala piloto

Los experimentos de escala piloto fueron realizados bajo diversas condiciones experimentales. Se utilizó un reactor de alimentación continua de 15 cm de diámetro para la realización de las pruebas. El programa consistió en 8 conjuntos individuales de condiciones operacionales. El material de alimentación fue el mineral de laterita de níquel, principalmente la saprolita, triturada previamente en un molino semi-autógeno (SAG) y calcinado en un reactor circulante de capa fluidificada. Los análisis químicos y de tamaño de la calcina alimentada para ser previamente reducida se pueden observar en la Tabla 1 a continuación.

Tabla 1

Análisis químico y de tamaño del material alimentado para la pre-reducción

Análisis químico de alimentación de la calcina (peso en seco %)	Análisis de tamaño de partícula de alimentación de la calcina (valores acumulados)
3% NiO	99% < 500 μ m
30%Fe ₂ O ₃	90% < 200 μ m

40
✓

42%SiO ₂	75% < 150 µm
20%MgO	55% < 100 µm
5% otros	45% < 75 µm
<0.2% agua cristalina	28% < 45 µm

El agente reductor utilizado fue un carbón sub-bituminoso de materia altamente volátil que contenía humedad aproximadamente al 6%.

Los parámetros operacionales en la capa fluidificada fueron los siguientes:

- temperatura de 900°C;
- según se indicó anteriormente, el tamaño máximo de mineral es de 500 µm (máximo 1200 µm para la Prueba 6);
- el carbón utilizado es el sub-bituminoso (materia volátil 45%);
- el tamaño medio de partícula del carbón es de aproximadamente 75 µm (20 µm para la Prueba 2 y 200 µm para la Prueba 3);
- la velocidad de espacio libre es de 0.5 m/s (0.6 para las Pruebas 7 y 8);
- la profundidad de capa es de 1.8 m (1.2 m para la Prueba 4);
- la relación aire/carbón es de aproximadamente 10% del

requerimiento de aire estequiométrico para lograr la combustión completa.

Los resultados obtenidos bajo las condiciones antes descritas aparecen en la Tabla 2 a continuación.


GABRIEL RUEDA CHADID
TRADUCTOR OFICIAL
Resolución 5996 de Nov. 29/82
Ministerio de Justicia

24

42

Tabla 2
Resultados de los experimentales escala piloto

Prueba #	Tiempo de residencia del sólido (min)	Promedio de alimentación de la calcina (kg/hr)	Adición de carbón (% sobre calcina)	Caudal de aire (NL/hr)	Fe ₂ O ₃ a Fe ₂ O ₄ (%)	Fe ₂ O ₃ a FeO(%)	NiO a Ni(%)	Pre-reducción total (%)	Emisión de gas CO/CO ₂ (v/v)	C en calcina (%)
1	16	61	3.1	1.78	6	94	38	65	0.67	0.86
2	17	61	3.1	1.78	21	79	17	57	0.74	0.85
3	17	61	3.1	1.78	10	90	29	64	0.79	0.85
4	13	61	3.1	1.78	16	84	32	62	0.63	0.95
5	27	55	3.4	1.74	13	87	31	57	0.63	0.98
6	19	61	3.1	1.78	12	88	23	64	0.57	0.89
7	27	66	3.4	2.09	17	83	24	57	0.50	0.84
8	18	73	3.1	2.14	30	70	25	59	0.48	0.94

W a
GABRIEL RUEDA CHADID
TRADUCTOR OFICIAL
Resolución 5996 de Nov. 29/32
Ministerio de Justicia

13
43

En un método comercial, esta emisión de gas se puede utilizar como combustible en el método de calcinación ascendente. El producto de la capa y el subflujo del ciclón son similares con respecto del grado de reducción de la calcina. Sin embargo, según se indico anteriormente, el producto de descarga de la capa contiene sustancialmente menos carbono. Se presento muy poca decrepitación de partículas durante la reducción, y el análisis de tamaño de calcina del producto es similar al análisis de tamaño de la alimentación que se proporcionó anteriormente. Si bien el invento se ha descrito en relación con sus presentaciones específicas, se entenderá que está en condiciones de modificaciones posteriores y esta aplicación está diseñada para cubrir cualquier variación, uso o adaptación del invento siempre y cuando se sigan en términos generales los principios del mismo y se incluyan las desviaciones que se hagan con respecto de la presente descripción, tal y como sucede en la práctica conocida y común dentro de esta ciencia a la cual pertenece el invento, y según pueda aplicarse a las características esenciales descritas con anterioridad en este mismo documento y según se sigue en el alcance de las reivindicaciones que aquí se presentan.


GABRIEL RUEDA CHADID
TRADUCTOR OFICIAL
Resolución 5996 de Nov. 29/82
Ministerio de Justicia

REIVINDICACIONES

1. Un método para la reducción de materiales que contiene óxido de hierro en un reactor, con el fin de obtener un producto de calcina con bajo contenido de carbono, donde el método comprende los siguientes pasos:

- inyección de un gas oxidante dentro de una cámara del reactor, y alimentación del material con contenido de óxido de hierro y agente reductor,
- mantenimiento de una temperatura por dentro de la cámara suficientemente alta para lograr la combustión parcial del agente reductor, con el fin de lograr una atmósfera reductora para convertir el Fe_2O_3 en FeO ; y
- recuperación del producto reducido de la calcina.

2. Un método de acuerdo con lo establecido en la reivindicación 1 donde el contenido de carbono de la calcina del producto compuesto se conserva entre 0.1 y 2.0 por ciento por peso.

3. Un método de acuerdo con lo establecido en la reivindicación 1 donde el reactor comprende una capa fluidificada burbujeante, una capa fluidificada circulante, un reactor de flash o un horno de múltiples hogares.

4. Un método de acuerdo con la reivindicación 1 donde el agente reductor comprende un material carbonaceo.

5. Un método de acuerdo con la reivindicación 4 donde el material carbonaceo está conformado por carbón, lignitia, gas natural, aceite combustible, calcinados del carbón, coke o sus mezclas.

6. Un método de acuerdo con la reivindicación 4 donde la temperatura se conserva por encima de la temperatura de gasificación del material carbonaceo, pero por debajo de la temperatura de adherencia del producto reducido de la calcina.

7. Un método de acuerdo con la reivindicación 6 donde la temperatura se mantiene entre 800°C como mínimo y no más de 1100°C por precalentamiento adecuado del material de alimentación.

8. Un método de acuerdo con la reivindicación 1 donde el agente reductor posee una combinación suficiente de volatilidad, reactividad y finesa de tamaño de partícula para promover su gasificación sustancial.

9. Un método de acuerdo con la reivindicación 8 donde el tamaño de partícula va desde 20 hasta 400 μm en forma sustancial.

Lu
GABRIEL RUEDA CHADID
TRADUCTOR OFICIAL
Resolución 5996 de Nov. 29/82
Ministerio de Justicia

46
286

10. Un método de acuerdo con la reivindicación 1 donde la relación CO/CO_2 dentro de la cámara se conserva entre 0.3 y 2.0 mediante la adición del agente reductor.

11. Un método de acuerdo con la reivindicación 1 donde el gas oxidante está conformado por aire, aire enriquecido por oxígeno, oxígeno, CO_2 , vapor o sus mezclas.

12. Un método de acuerdo con la reivindicación 1 donde el método se lleva a cabo en una capa fluidificada burbujeante en forma continua bajo una velocidad de espacio libre suficiente para fluidificar la capa.

13. Un método de acuerdo con la reivindicación 12 donde la velocidad de espacio libre está conformada por 0.35 hasta 0.60 m/s sustancialmente.

14. Un método de acuerdo con la reivindicación 1 donde el material que contiene óxido de hierro está conformado por laterita de níquel saprolítico, lateritas limoníticas, concentrados de sulfuro tostado, mineral de hierro, mineral de cromo, mineral de óxido de titanio o sus mezclas.

15. Un método para la reducción de la laterita de níquel en un reactor de capa fluidificada para obtener un producto de calcina que contenga típicamente 1% por peso de carbono aproximadamente, y donde el método comprende los siguientes

GABRIEL RUEDA CHADID
TRADUCTOR OFICIAL

Resolución 5996 de Nov. 29/82
Ministerio de Justicia

pasos:

- inyección de aire como gas oxidante fluidificante dentro de una cámara de fluidificación del reactor, y alimentación de la laterita de níquel y del material carbonaceo, donde este material carbonaceo tiene un tamaño de partícula que va desde 20 hasta 400 μm sustancialmente,
- conservación de una temperatura dentro de la cámara entre 800 y 1100°C para lograr una combustión parcial del material carbonaceo, con el fin de lograr una atmósfera reductora con el propósito de convertir el Fe_2O_3 en FeO y el NiO en Ni metálico; y
- recuperación del producto de calcina de descarga reducido de capa.

16. Un método de acuerdo con la reivindicación 15 donde el reactor de capa fluidificada comprende una capa fluidificada burbujeante.

17. Un método de acuerdo con la reivindicación 15 donde el material carbonaceo comprende carbón sub-bituminoso.

18. Un método de acuerdo con la reivindicación 17 donde la relación CO/CO_2 dentro de la cámara se conserva entre 0.3 y 2.0 mediante la adición del carbón sub-bituminoso.


GABRIEL RUEDA CHADID
TRADUCTOR OFICIAL
Resolución 5996 de Nov. 29/82
Ministerio de Justicia

19. Un método de acuerdo con la reivindicación 15 donde el mismo se lleva a cabo de manera continua bajo una velocidad de espacio libre que está entre 0.35 y 0.60 sustancialmente.

cy
GABRIEL RUEDA CHADID
TRADUCTOR OFICIAL
Resolución 5996 de Nov. 29/82
Ministerio de Justicia

49

RESUMEN DE LA DESCRIPCION DEL INVENTO

El presente invento trata sobre un método para la pre-reducción de los finos de laterita en un reactor, preferiblemente una tapa fluidificada, con gases reductores generados *in situ* mediante la adición de un agente reductor como un material carbonaceo en la cámara de la capa fluidificada, fluidificando la misma con un gas oxidante y conservando el reactor a una temperatura suficientemente elevada para hacer la combustión parcial del carbón y generar una atmósfera reductora. El producto de calcina de descarga de la capa del reactor tiene un contenido de carbono de aproximadamente 0.1% y el producto compuesto del reactor tiene un contenido de carbono inferior a 2.0%.

La anterior es Traducción Oficial de un documento presentado originalmente en inglés. Esta traducción fue realizada por **GABRIEL RUEDA CHADID (Traductor Oficial)**. Resolución 5996 del Minjusticia, por lo cual estampo mi Sello y Firmo.

Santafé de Bogotá D.C., Abril 25 del 2000.


GABRIEL RUEDA CHADID
TRADUCTOR OFICIAL
Resolución 5996 de Nov. 29/82
Ministerio de Justicia

REQUISITOS MINIMOS PARA ADMISION A TRAMITE

PATENTE DE INVENCION []

MODELO DE UTILIDAD []

- Nombre e identificación del Solicitante []
- Nombre e identificación del Inventor []
- Título o nombre de la Invención []
- Descripción []
- Reivindicaciones []
- Resumen []
- Comprobante de Pago []

COMPLETA []

INCOMPLETA []

DISEÑO INDUSTRIAL []

- Nombre e identificación del peticionario []
- Nombre e identificación del inventor o diseñador []
- Indicación del género de productos para los cuales debe utilizarse []
- Representación gráfica []
- Comprobante de pago []

COMPLETA []

INCOMPLETA []

Firma Responsable

Fecha: _____

DIVISION DE NUEVAS CREACIONES

PRIMER EXAMEN DE FORMA

EXPEDIENTE 00-030044

Practicado el examen jurídico de acuerdo con lo establecido en el art. 21 de la Decisión 344 se determinó que esta solicitud de **Patente de Invención**:

- SI []

NO [x]

NO APLICABLE []

Presentó los poderes necesarios en forma correcta (Decisión 344, art. 14-a).
- SI []

NO [x]

NO APLICABLE []

Acreditó, en forma correcta, la existencia y representación de la persona jurídica solicitante (art. 14-c de la Decisión 344; literal g) del art. 4 del Decreto 117/94).
- SI [x]

NO []

NO APLICABLE []

Presentó, en forma correcta el comprobante de pago por la tasa de presentación establecida (art. 13-f de la Decisión 344 y la Resolución 02 del 4 de enero del 2000).
- SI [x]

NO []

EXTEMPORANEAMENTE []

Reivindicó prioridad, dentro del plazo y de acuerdo con lo previsto en el Artículo 4 del Convenio de Paris.
- SI []

NO [x]

NO APLICABLE []

Presentó copia, certificada su conformidad por la Administración que recibió la solicitud de la cual reivindica prioridad, al momento de radicar la solicitud nacional.
- SI []

NO [x]

NO APLICABLE []

Presentó la traducción del capítulo reivindicatorio de la solicitud de la cual se reivindica prioridad (Art. 4, D-3 Convenio de París; Concepto: 5 de enero de 1999 S.I.C.).
- SI []

NO [x]

CUMPLE LOS REQUISITOS JURIDICOS

OBSERVACIONES JURIDICAS CONVENIO DE PARIS: En todo caso, deberá presentar copia certificada su conformidad por la Administración que recibió la solicitud de la cual reivindica prioridad, **en cualquier momento dentro del plazo de tres (3) meses**, contados a partir de la fecha de depósito de la solicitud posterior. La omisión de esta formalidad implicará la pérdida del derecho de prioridad.

En consecuencia, se conceptúa que esta solicitud:

- SI []

NO [X]

Se ajusta a los aspectos **FORMALES** indicados en la Decisión 344 y por tanto,
- SI []

NO [x]

Se recomienda **PUBLICAR** el extracto correspondiente.

Santafé de Bogotá, D.C., 27 de abril del 2000.

EXAMINADOR JURIDICO

52

Primer EXAMEN DE FORMA

Radicación no CG 30114

430.
2000/06/23

Concepto Técnico no 939 Clasificación Internacional de Patentes C21B 13/00

Practicado el examen de acuerdo a lo establecido en el Art. 21 de la Decisión 344 se determinó que esta solicitud de **Patente de Invención**:

- | | |
|--|--|
| SI ☒ NO ☐ | Contiene la identificación correcta del inventor (Art.8, Art.13-a). |
| SI ☒ NO ☐ | Contiene la identificación correcta del solicitante (Artículo 13-a). |
| SI ☒ NO ☐ | Contiene el resumen con el objeto y finalidad de la invención en forma correcta (Art.13-e). |
| SI ☒ NO ☐ | Contiene el título o nombre de la invención en forma correcta (Art.13-b). |
| SI ☒ NO ☐ | Contiene la descripción clara y completa de la invención (Art.13-c). |
| SI ☐ NO ☐ | Contiene los dibujos correctos (Art.14-c junto con el literal d) del Art. 4 del Dto. 117 del 94). |
| SI ☒ NO ☐ | Contiene las unidades de medida en el sistema exigido (Art.14-c junto con el Decreto 3464 del 26 de diciembre de 1980). |
| SI ☐ NO ☒ | Contiene una o más reivindicaciones, en forma correcta, que precisen la materia para la cual se solicita la protección mediante la patente (Art.13-d). |
| SI ☒ NO ☐ | Contiene el extracto de acuerdo con el literal c) del artículo 4 del Dto. 117 /94. |
| SI ☐ NO ☐ | Contiene el arte final del dibujo característico de acuerdo con el literal c) del artículo 4 y el artículo 27 del Dto. 117 /94. |
| SI ☒ NO ☐ | Contiene la tarjeta del Archivo Temático [formato P-104] en forma correcta (Art.14-c junto con el literal b) del artículo 4 del Dto. 117 /94). |
| SI ☒ NO ☐ | Contiene la tarjeta del Archivo de Propietarios [formato P-105] en forma correcta (Art.14-c junto con el literal b) del artículo 4 del Dto. 117 /94). |
| SI ☐ NO ☒ | CUMPLE LOS REQUISITOS TÉCNICOS |

OBSERVACIONES Y OTROS: SI ☒ NO ☐ ver hoja(s) anexa(s)

Santa Fe de Bogotá, D.C., 06 06 23

EXAMINADOR TÉCNICO
Código 202017

DIVISIÓN DE NUEVAS CREACIONES
PRIMER EXAMEN DE FORMA

CONCEPTO TÉCNICO N° 939

EXPEDIENTE N° 00-30114

IPC:C21B 13/00

Las siguientes son las observaciones que se desprenden del primer examen de forma:

Aclarar la expresión: "Calcina" que aparece en las reivindicaciones.

Examinador Técnico de Patentes

Código 202017

EXPEDIENTE 00-030114

AUTO 1222

430.
2000/06/29

LA JEFE DE LA DIVISION DE NUEVAS CREACIONES

DISPONE

ARTICULO PRIMERO: Reconocer personería al doctor XXXXX, como apoderado del solicitante, en los términos y para los efectos del poder conferido

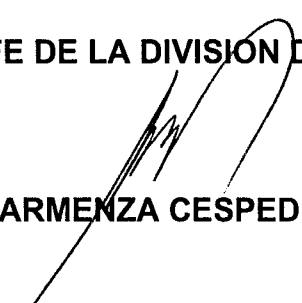
ARTICULO SEGUNDO: Conforme lo establece el artículo 22 de la Decisión 344 de la Comisión del Acuerdo de Cartagena, requiérese al solicitante, para que dentro del plazo de treinta (30) días hábiles siguientes a la fecha de notificación del auto, presente respuesta a las observaciones o complemente los antecedentes señalados en el examen de forma.

ARTICULO TERCERO: Notificar por estado el presente auto, advirtiéndole que contra el no procede recurso alguno en la vía gubernativa.

NOTIFIQUESE Y CUMPLASE

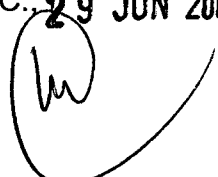
Dado en Santafé de Bogotá D.C., a los 27 JUN 2000

LA JEFE DE LA DIVISION DE NUEVAS CREACIONES,


ALIX CARMENZA CESPEDES DE VERGEL

NOTIFICADO POR ESTADO

Santafé de Bogotá D.C., 29 JUN 2000 notificado por anotación en estado de esta misma fecha.



VENCIMIENTO NOTIFICACION ESTADO

SOLICITO PRORROGA TERMINO SI _____ NO _____

VENCIMIENTO TERMINO PRORROGA