

Geachte mevrouw, heer,

5 Ons bedrijf levert chemicaliën, bezit transportondernemingen en doet onderzoek. Wij hebben op het gebied van het verwerken van ijzererts vindingen gedaan en willen gaarne dat die geotrooieerd worden.

10 IJzererts wordt gewonnen in ijzerertsmijnen. IJzererts is in de regel verontreinigd en wordt daarom aan zuiveringsstappen onderworpen waarna ijzerertspoeder resulteert. Dit poeder heeft een deeltjesgrootte in het traject van ongeveer 20 tot 50 micron en bestaat voor > 95 gew.% uit ijzeroxide en voor het overige uit restverontreinigingen zoals alumina, silica, fosfaten enz.

15 Dit poeder is ongeschikt voor bulktransport en het is daarom gebruikelijk het poeder te agglomereren en de agglomeraten te verhitten om ze te harden. Geharde agglomeraten noemt men pellets: ronde tot nagenoeg ronde, harde bolletjes met een diameter van ongeveer 8 tot 12 mm.

Een bekend agglomeratie- of bindmiddel is bentoniet. Bentoniet is een natuurlijke, in water zwellbare, anorganische klei die silica en alumina bevat.

20 Agglomeratie vindt plaats in agglomerertrommels: roteerbare houders - in de regel conisch of cilindrisch - wier rotatie-as een hoek van 55-65° met de horizontaal maakt. In de draaiende trommel worden het ijzerertspoeder en poedervormig bindmiddel met water in aanraking gebracht onder zodanige omstandigheden dat een vochtig, niet te nat en ook niet te droog, agglomererend mengsel ontstaat. Na verloop van tijd hebben de agglomeraten de gewenste grootte bereikt. Men isoleert ze en verhit ze gedurende ongeveer 30-45 minuten bij ongeveer 1200°C om ze te harden. De aldus bereide pellets zijn gereed voor transport per trein, vrachtwagen en schip naar de reductielocatie.

30 Aan het gebruik van bentoniet kleven evenwel nadelen. Een daarvan is dat een relatief grote hoeveelheid nodig is om een goede pellethardheid te verkrijgen. Andere nadelen zijn dat de kwaliteit van bentoniet varieert al naar gelang de vindplaats, dat niet alle kwaliteiten bruikbaar zijn en dat de voorraden van de bruikbare kwaliteiten afnemen.

35 Gevonden is dat aan deze nadelen tegemoet wordt gekomen door het bentoniet geheel of gedeeltelijk te vervangen door een bij kamertemperatuur vast organisch materiaal met dien verstande dat zwelbaarheid in water behouden blijft. Goede resultaten hebben wij bereikt met

- bentoniet gemengd met natriumcarbonaat, en
- het natriumzout van carboxymethylcellulose (NaCMC).

40 NaCMC is een polysacchariderivaat dat, net als bentoniet, in water zwellbaar is. Bij gebruik van een mengsel van bentoniet en natriumcarbonaat dient de gewichtsverhouding bentoniet:natriumcarbonaat altijd in het traject van 60:40 - 40:60 te liggen.

45 De hoeveelheid te gebruiken bindmiddel bedraagt veelal 0.5 - 1.0 gew.%, betrokken op het gewicht van het ijzererts.

Deze gewichtsaanduidingen hebben betrekking op de watervrije materialen.

Eveneens kritisch is de grootte van de bindmiddeldeeltes, dit in verband met een goede verdeling tijdens de agglomeratie. De deeltes moeten kleiner zijn dan 50 micron. Bij voorkeur hebben zij een grootte in het traject van 5 - 40 micron. De deeltesgrootte wordt bepaald met behulp van een Malvern Mastersizer 2000<sup>®</sup>.

- 5 De hoeveelheid water tijdens de agglomeratie bedraagt gewoonlijk 5 - 15 gew.% betrokken op het totaalgewicht van het agglomererende mengsel.

Na beëindiging van de agglomeratie worden de agglomeraten langs gebruikelijk weg bij ongeveer 1200°C gehard. De pellets zijn geschikt voor transport.

- 10 Nader onderzoek bracht aan het licht dat bij het gebruik van NaCMC de hardheid van de pellets kan worden vergroot door een deel van het NaCMC te vervangen door een natriumzout van een C<sub>1</sub>-C<sub>3</sub> zuur. Voorbeelden van zulke natriumzouten zijn

natriumcarbonaat, natriumacetaat en natriumpropionaat. Ook hier is de

- 15 gewichtsverhouding kritisch. De gewichtsverhouding NaCMC:natriumzout van een

C<sub>1</sub>-C<sub>3</sub> zuur dient - op basis van de watervrije materialen - altijd in het traject van

- 60:40 - 40:60 te liggen. En ook hier geldt dat de grootte van de bindmiddeldeeltes, bepaald met behulp van een Malvern Mastersizer<sup>®</sup>, kleiner dan 50 micron moet zijn

en bij voorkeur in het traject van 5 - 40 micron ligt, dat de hoeveelheid bindmiddel in het algemeen 0.5 - 1.0 gew.% betrokken op droog ijzererts poeder bedraagt, en dat de

- 20 hoeveelheid water tijdens de agglomeratie gewoonlijk 5 - 15 gew.% berekend op het totaalgewicht bedraagt.

Onder omstandigheden kunnen zich naast ijzererts poeder, bindmiddel en water geringe hoeveelheden additieven in het mengsel bevinden. In zo'n geval kan de hoeveelheid water aanpassing behoeven, zoals de vakman weet.

- 25

Ook op reductiegebied hebben wij interessante waarnemingen gedaan. Ter inleiding het volgende.

Voor de reductie tot ijzermetaal - of staal, dat hieronder ook als ijzer of ijzermetaal zal worden aangeduid - zijn in de praktijk twee processen van belang: het klassieke

- 30

hoogovenproces en het directreductie-proces. In het hoogovenproces worden de ijzerertspellets gesmolten. De smelttemperatuur bedraagt ongeveer 1600°C. Het ijzererts wordt in gesmolten toestand bij zo'n 1650°C met een reducerend gas, zoals waterstof, behandeld. Nadat de reductie voltooid is wordt het vloeibare ijzer afgelaten en onder afkoeling tot pijpen, platen enz. gevormd.

- 35

Het hoogovenproces is grootschalig en vereist grote kapitaalinvesteringen. De laatste jaren is de behoefte gegroeid om ijzer op kleinere schaal te produceren.

Hierin voorziet het directreductie-proces. De voordelen zijn: minder grote kapitaalinvesteringen en het dichterbij de eindverbruiker brengen van de productie.

- 40

Het directreductie-proces omvat in feite twee stappen. In de eerste stap worden de ijzerertspellets met een reducerend gas, zoals waterstof, tot ijzer gereduceerd. Echter, dit gebeurt niet in gesmolten, maar in vaste toestand. Gebruikelijke temperaturen zijn 800°-850°C. Het eindproduct is dan ook nog steeds in de vorm van de oorspronkelijke pellets, alleen zijn het pellets van ijzer en niet meer van ijzererts (ijzeroxide). De

- 45

ijzerpellets verschillen van de ijzerertspellets hierin dat de oorspronkelijk aan het ijzer gebonden zuurstof is weggereageerd en metallisch ijzer is overgebleven. Men noemt het product directreductie-ijzerpellets ofwel DRI-pellets.

- 50

In de tweede stap worden deze DRI-pellets in lichtboogsmeltovens gesmolten, waarna het vloeibare ijzer wordt afgelaten en onder afkoeling tot pijpen, platen enz. gevormd. De twee stappen kunnen op verschillende locaties worden uitgevoerd. DRI-pellets kunnen prima per trein, vrachtwagen en boot worden getransporteerd.

5

Onze vinding op reductiegebied nu is van belang voor de eerste stap van het directreductie-proces, het bereiden van DRI-pellets. Want bij de bereiding van DRI-pellets kleeft er nóg een bezwaar aan het gebruik van bentoniet, te weten de lange tijd die nodig is om hiermee bereide ijzerertspellets te reduceren tot DRI-pellets.

10

Gevonden is dat bij de directreductie van ijzerertspellets die bereid zijn met onze nieuwe bindmiddelen minder tijd benodigd is om DRI-pellets te maken dan bij de directreductie van ijzerertspellets bereid met bentoniet.

Wij denken dat deze reductietijdverkorting als volgt kan worden verklaard. Tijdens de verhittingen, eerst bij het harden, daarna tijdens de reductie, blijft het bentoniet intact.

15

Wel verliest het zijn water, waardoor de pellet enige porositeit verkrijgt. Onze bindmiddelen, daarentegen, zijn tenminste gedeeltelijk organisch en zullen dus tijdens de verhittingen ook nog tenminste gedeeltelijk ontlede en verdwijnen. Hierdoor ontstaat een grotere porositeit dan bij bentoniet met als gevolg een grotere toegankelijkheid voor het reducerende gas tot het inwendige van de pellet, resulterend

20

in kortere reductietijden.

Wellicht ten overvloede: dit porositeitsaspect speelt in het hoogovenproces hoe dan ook geen rol omdat daarin de reductie in gesmolten toestand plaatsvindt.

25

Van groot praktisch belang is voorts de constatering dat onze bindmiddelen voor zover het de mengsels betreft - het bovenbeschreven mengsel van bentoniet en natriumcarbonaat en het bovenbeschreven mengsel van NaCMC en een natriumzout van een C<sub>1</sub>-C<sub>3</sub> zuur - goed houdbaar zijn. Wij overwegen dan ook om ze als zodanig te verhandelen, bij voorkeur verpakt in luchtdicht afgesloten drums van 250 liter.

30

Het bereiden van de mengsels kan in gebruikelijke inrichtingen voor het mengen van vaste stoffen plaatsvinden.

Niettemin hebben wij geconstateerd dat het mengen van de droge samenstellende componenten regelmatig leidt tot bindmiddeldeeltes waarvan het oppervlak tamelijk ruw is. Het gevolg hiervan is een toename van de storingsgevoeligheid bij het doseren van de deeltes aan de agglomeretrommel.

35

Wij hebben gevonden dat wanneer de menging van de componenten niet droog, maar in een hooggeconcentreerde slurry in een polaire organische vloeistof wordt uitgevoerd de storingsgevoeligheid bij het doseren afneemt. Uit vergelijkend microscopisch onderzoek blijkt dat het oppervlak van aldus bereide

40

bindmiddeldeeltes gemiddeld genomen minder ruw is.

Goede resultaten verkrijgt men met slurries waarvan het gehalte aan vaste stof, berekend op het totale gewicht van de slurry, 70-80 gew.% bedraagt. Na menging worden de deeltes van de vloeistof gescheiden en geïsoleerd.

45

Geschikte polaire organische vloeistoffen zijn primaire alifatische alcoholen met 6 tot 10 koolstofatomen.

50

### Voorbeeld 1

8 kg ijzerertspoeder (30-45 micron) werd in een agglomerertrommel geagglomereerd met de bindmiddelen vermeld in onderstaande tabel. De inrichting omvatte een cilindrische houder (1 m diameter) die roteerde met een snelheid van 25 rpm. De hoeveelheid bindmiddel bedroeg 0.8 gew.% betrokken op droog ijzerertspoeder, de grootte van de bindmiddeldeeltjes was tussen 5 en 15 micron, en de hoeveelheid water tijdens de agglomeratie bedroeg, al naar gelang het bindmiddel, tussen 8 en 10 gew.%, berekend op het totaalgewicht. Na agglomeratie (27 min.) en harding (30 min. bij 1200°C) werden de ijzerertspellets (9-11 mm diameter) op hardheid getest middels hun valgetal. Het valgetal geeft aan hoe vaak een pellet vanaf een hoogte van 150 cm op een vlakke granieten ondergrond kan vallen zonder te breken of anderszins scheuren te vertonen. Een valgetal < 10 betekent dat de pellet in de praktijk voor transportdoeleinden niet bruikbaar is. Hoe hoger het valgetal, hoe beter de kwaliteit van de pellet.

Bindmiddel	Valgetal
Bentoniet (vergelijking V1)	7
Bentoniet:natriumcarbonaat 50:50 (w/w)*	12
NaCMC	12
NaCMC:natriumcarbonaat 50:50 (w/w)*	15
NaCMC:natriumacetaat 50:50 (w/w)*	15

\* Drooggemengd

In een andere vergelijking met bentoniet, V2, werd vastgesteld dat om een valgetal van 12 te behalen het nodig was om 1.1 gew.% bentoniet berekend op droog ijzerertspoeder te gebruiken. De hoeveelheid water in dit experiment bedroeg 11 gew.% betrokken op het totaalgewicht. De overige condities waren gelijk aan die van vergelijking V1.

### Voorbeeld 2

De pellets uit voorbeeld 1 werden aan directreductie onderworpen ter bereiding van DRI-pellets. Reductie vond plaats bij 825°C met waterstof. De gemeten reductietijden staan in onderstaande tabel vermeld.

Bindmiddel	Reductietijd in uren
Bentoniet (vergelijking V1)	5.0
Bentoniet:natriumcarbonaat 50:50 (w/w)	3.6
NaCMC	4.0
NaCMC:natriumcarbonaat 50:50 (w/w)	3.1
NaCMC:natriumacetaat 50:50 (w/w)	3.1

De reductietijd van de pellets uit vergelijking V2, die met 1.1 gew.% bentoniet waren bereid, bedroeg eveneens 5.0 uur.

-----  
Bij een vluchtig literatuuronderzoek kwam u de volgende twee publicaties **D1** en **D2** op het spoor.  
-----

5

**OPDRACHT:** Van u wordt verwacht een set conclusies en een daaraan aangepaste beschrijving op te stellen. De conclusies en beschrijving dienen aan de vereisten van de Rijsoctrooiwet 1995 te voldoen. Met name dienen de conclusies betrekking te hebben op materie die nieuw is en op uitvinderswerkzaamheid berust. Mocht er sprake zijn van niet-eenheid-van-uitvinding, dan dient u die bevinding te motiveren. U hoeft niet een tweede set conclusies in te dienen, maar dient wel duidelijk aan te geven welke materie de eventueel tweede uitvinding vormt.

10

### *Van ijzerertspoeder via pellets tot staal*

Het bulktransport van ijzerertspoeder vanaf de ijzerertsmijn naar de plaats waar reductie plaatsvindt vereist dat het poeder op de een of andere manier wordt  
 5 behandeld om stuiven en daarmee gepaard gaande problemen tegen te gaan. Een veelgebruikte methode is agglomereren gevolgd door harding bij verhoogde temperatuur waarbij bentoniet als agglomeratie- of bindmiddel wordt toegepast. Gevonden is dat het gebruik van natriumcarboxymethylcellulose (NaCMC) als  
 10 agglomeratie- of bindmiddel voordelen biedt. Men kan met minder bindmiddel toe om dezelfde hardheid te behalen en bij het bereiden van DRI-pellets blijkt de reductietijd te kunnen worden bekort.

Ijzerertspellets werden als volgt bereid.  
 8 kg ijzerertspoeder (30-45 micron) werd in een agglomereretrommel geagglomereerd  
 15 hetzij met bentoniet hetzij met NaCMC. De inrichting omvatte een cilindrische houder (1 m diameter) die roteerde met een snelheid van 25 rpm. De hoeveelheid bindmiddel betrokken op droog ijzerertspoeder, en de hoeveelheid water berekend op het totaalgewicht staan vermeld in onderstaande tabel. De grootte van de  
 20 bindmiddeldeeltjes was tussen 5 en 15 micron (bepaald met een Malvern Mastersizer 2000<sup>®</sup>). Na agglomeratie gedurende 27 minuten werden de agglomeraten gedurende 30 min. bij 1200°C gehard. De diameter van de pellets bedroeg 9-11 mm. De valgetallen (vanaf 150 cm hoogte) staan ook in de tabel vermeld.

Beide soorten pellets werden tot staal verwerkt in een directreductie-proces. De eerste  
 25 stap hiervan werd uitgevoerd bij 825°C met behulp van waterstof. De reductietijden staan eveneens in de tabel vermeld.

Bindmiddel	Bindmiddel (gew.%)	Water (gew.%)	Valgetal	Reductietijd (uren)
Bentoniet	1.1	11	12	5.0
NaCMC	0.8	8.7	12	4.0

De aldus verkregen DRI-pellets werden in een lichtboogsmeltoven tot staal verwerkt.  
 30

Beide soorten ijzerertspellets werden ook in een klassiek hoogovenproces tot staal verwerkt.

Alle vier experimenten resulteerden in staal van dezelfde kwaliteit.  
 35 Ook in de chemische samenstellingen werden geen verschillen waargenomen. Uit dit laatste blijkt dus dat het vervangen van bentoniet door NaCMC in ieder geval niet van invloed is op de laatste fase van de ijzer/staalbereiding waarin onder meer vaste stoffen, zoals alumina, silica, fosfaten enz., van het gesmolten ijzer/staal worden afgescheiden.  
 40

XXXXX

### *Van ijzererts tot hoogovenstaal*

- 5 Staalbereiding begint bij het winnen van ijzererts. Het ijzerertspoeder wordt geagglomereerd, de pellets worden naar een hoogoven getransporteerd en aldaar verwerkt.
- Tot nu toe wordt voor de agglomeratie op grote schaal bentoniet als bindmiddel gebruikt. De bruikbare voorraden daarvan worden schaarser en wij stellen een alternatief voor om de afhankelijkheid van bentoniet te verminderen.
- 10 16 kg ijzerertspoeder (30-45 micron) werd geagglomereerd met een 1:1 (w/w) mengsel van bentoniet en natriumcarbonaat. De hoeveelheid bindmiddel bedroeg 0.8 gew.% betrokken op droog ijzerertspoeder. De grootte van de bindmiddeldeeltjes was tussen 5 en 15 micron (bepaald met een Malvern Mastersizer 2000<sup>®</sup>) en de
- 15 hoeveelheid water tijdens de agglomeratie bedroeg 8.7 gew.% berekend op het totaalgewicht. Na agglomeratie werden de agglomeraten 30 min. bij 1200°C gehard. Het valgetal van de pellets, die een diameter van 9-11 mm hadden, bedroeg 12.
- 20 De pellets werden in een hoogovenproces tot staal verwerkt. De kwaliteit en samenstelling van het staal weken niet af van die van staal verkregen met bentoniet als bindmiddel.
- 25 Het blijkt dus dat bentoniet deels kan worden vervangen door een goedkoper en in onbeperkte mate beschikbaar materiaal zonder dat aan de kwaliteit van het staal hoeft te worden ingeboet. De afhankelijkheid van bentoniet wordt hiermee dus verminderd.

XXXXX