



(86) Date de dépôt PCT/PCT Filing Date: 2014/07/07
(87) Date publication PCT/PCT Publication Date: 2015/01/15
(85) Entrée phase nationale/National Entry: 2015/12/24
(86) N° demande PCT/PCT Application No.: FR 2014/051741
(87) N° publication PCT/PCT Publication No.: 2015/004375
(30) Priorité/Priority: 2013/07/09 (FR1356738)

(51) Cl.Int./Int.Cl. *C22B 34/24* (2006.01)

(71) Demandeur/Applicant:
ERAMET, FR

(72) Inventeurs/Inventors:
DELVALEE, FLORENT, FR;
LACHAIZE, FATIMA, FR;
WEIGEL, VALERIE, FR

(74) Agent: ROBIC

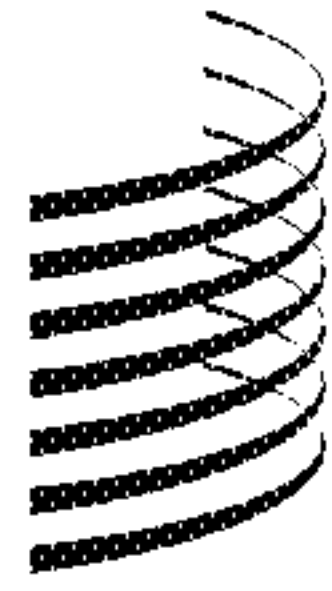
(54) Titre : PROCEDE DE PURIFICATION DU NIOBIUM ET/OU DU TANTALE
(54) Title: METHOD FOR PURIFYING NIOBIUM AND/TANTALUM

(57) **Abrégé/Abstract:**

La présente invention concerne un procédé de purification du niobium et/ou du tantale à partir d'un minerai ou d'un concentré de niobium et/ou tantale contenant du titane et/ou du fer, le procédé comprenant les étapes suivantes: a) conversion sodique d'un minerai ou concentré de niobium et/ou tantale contenant du titane et/ou du fer par ajout d'une solution de NaOH concentrée à une température comprise entre 50°C et 150°C; b) séparation solide/liquide et récupération du solide obtenu à l'étape a); c) lavage du solide récupéré à l'étape b) avec une solution aqueuse contenant au plus 30g/L de NaOH et récupération du solide lavé; d) ajout d'eau de façon à dissoudre le niobium et/ou tantale; e) séparation solide/liquide et récupération de la solution aqueuse contenant le niobium et/ou tantale obtenue à l'étape d); f) acidification de la solution aqueuse obtenue l'étape e) jusqu'à un pH compris entre 1 et 5, avantageusement entre 3 et 4, de façon à précipiter le niobium et/ou tantale; g) séparation solide/liquide et récupération du précipité de niobium et/ou tantale purifié obtenu à l'étape f).



(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(19) Organisation Mondiale de la
Propriété Intellectuelle
Bureau international(43) Date de la publication internationale
15 janvier 2015 (15.01.2015)

WIPO | PCT

(10) Numéro de publication internationale
WO 2015/004375 A1(51) Classification internationale des brevets :
C22B 34/24 (2006.01)(21) Numéro de la demande internationale :
PCT/FR2014/051741(22) Date de dépôt international :
7 juillet 2014 (07.07.2014)

(25) Langue de dépôt : français

(26) Langue de publication : français

(30) Données relatives à la priorité :
1356738 9 juillet 2013 (09.07.2013) FR(71) Déposant : ERAMET [FR/FR]; Tour Maine Montpar-
nasse, 33 avenue du Maine, F-75015 Paris (FR).(72) Inventeurs : DELVALEE, Florent; 38 bis, rue Raphaël,
F-92170 Vanves (FR). LACHAIZE, Fatima; 42, rue
Blaise Pascal, F-78320 Le Mesnil Saint Denis (FR). WEI-
GEL, Valérie; 8 bis, sente de la Côte Ronde, F-78310
Maurepas (FR).(74) Mandataires : MENDELSON, Isabelle et al.; Cabinet
Beau De Lomenie, 158 rue de l'Université, F-75340 PARIS
Cedex 07 (FR).(81) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre
de protection nationale disponible) : AE, AG, AL, AM,
AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY,
BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM,
DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT,
HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR,
KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME,
MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ,
OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA,
SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM,
TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM,
ZW.(84) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre
de protection régionale disponible) : ARIPO (BW, GH,
GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, SZ, TZ,
UG, ZM, ZW), eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ,
TM), européen (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK,
EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV,
MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM,
TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW,
KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Publiée :

— avec rapport de recherche internationale (Art. 21(3))

(54) Title : METHOD FOR PURIFYING NIOBIUM AND/TANTALUM

(54) Titre : PROCÉDÉ DE PURIFICATION DU NIOBIUM ET/OU DU TANTALE

(57) Abstract : The present invention relates to a method for purifying niobium and/tantalum from an ore or a concentrate of niobium and/tantalum containing titanium and/or iron, wherein the method includes the following steps: a) the sodium conversion of an ore or a concentrate of niobium and/tantalum containing titanium and/or iron by adding a concentrated NaOH solution at a temperature of 50°C to 150°C; b) the solid/liquid separation and recovery of the solid obtained in step a); c) washing the solid recovered in step b) using an aqueous solution containing at most 30g/L of NaOH and recovering the washed solid; d) adding water in order to dissolve the niobium and/tantalum; e) the solid/liquid separation and recovery of the aqueous solution containing the niobium and/tantalum obtained in step d); f) acidifying the aqueous solution obtained in step e) up to a pH of 1 to 5, advantageously between 3 and 4 in order to precipitate the niobium and/tantalum; and g) the solid/liquid separation and recovery of the purified precipitate of niobium and/tantalum obtained in step f).

(57) Abrégé : La présente invention concerne un procédé de purification du niobium et/ou du tantale à partir d'un minerai ou d'un concentré de niobium et/ou tantale contenant du titane et/ou du fer, le procédé comprenant les étapes suivantes: a) conversion sodique d'un minerai ou concentré de niobium et/ou tantale contenant du titane et/ou du fer par ajout d'une solution de NaOH concentrée à une température comprise entre 50°C et 150°C; b) séparation solide/liquide et récupération du solide obtenu à l'étape a); c) lavage du solide récupéré à l'étape b) avec une solution aqueuse contenant au plus 30g/L de NaOH et récupération du solide lavé; d) ajout d'eau de façon à dissoudre le niobium et/ou tantale; e) séparation solide/liquide et récupération de la solution aqueuse contenant le niobium et/ou tantale obtenue à l'étape d); f) acidification de la solution aqueuse obtenue l'étape e) jusqu'à un pH compris entre 1 et 5, avantageusement entre 3 et 4, de façon à précipiter le niobium et/ou tantale; g) séparation solide/liquide et récupération du précipité de niobium et/ou tantale purifié obtenu à l'étape f).

WO 2015/004375 A1

PROCEDE DE PURIFICATION DU NIOBIUM ET/OU DU TANTALE

La présente invention concerne la purification du niobium et/ou du tantale
5 contenu dans un minerai ou concentré. Elle concerne également l'obtention de
niobium et/ou tantale de pureté élevée avec un rendement élevé.

Le tantale et le niobium sont des métaux ayant une très grande résistance à la
chaleur et à la corrosion et qui sont utilisés industriellement de façon très large
10 dans des alliages métalliques. De plus, récemment, la demande en niobium
et/ou tantale pur a augmenté en raison de leur utilisation entre autres dans des
électrodes ou des composants optiques.

A l'état naturel, le niobium (Nb) et le tantale (Ta) sont souvent associés dans
des minéraux complexes, tels que le pyrochlore, la colombite, la tantalite, la
15 colombo-tantalite et la loparite. Les minerais ou concentrés de minerai
contenant ces minéraux sont susceptibles de renfermer également de l'uranium
et des terres rares, mais également du fer et du titane.

A ce jour, la production de niobium est principalement réalisée par un procédé
d'enrichissement par flottation de pyrochlore, combiné à un traitement
20 pyrométallurgique en four d'aluminothermie (Minerals Engineering, Volume 14,
Number 1, January 2001, pp 99-105 (7) : "Kinetics of Pyrochlore Flotation from
Araxa Mineral Deposits " par Oliveira J.F.; Saraiva S.M.; Pimenta J.S.; Oliveira
A.P.A. ; Mining Magazine, February 1982 : "Araxa niobium mine"). Des
alternatives à ce procédé, pour la production de niobium et de tantale,
25 consistent essentiellement en des procédés d'attaque par action d'acide
fluorhydrique, sur des concentrés portés par des phases minérales
chimiquement réfractaires, telles que la tantalite et la colombo-tantalite
("Extractive Metallurgy of Niobium (Chapter 2 : Sources and their treatment

procedures" par C.K. Gupta et A.K. Suri, CRC Press, London, pages 49-62)). Des procédés, qui n'ont pas recours à l'acide fluorhydrique, basés sur l'emploi d'acide sulfurique, ont également été décrits dans la littérature. Ils requièrent généralement un grillage acide ou sulfatant, combiné à une mise en solution du niobium et/ou du tantale dans un milieu très acide ($\text{H}_2\text{SO}_4 > 35 \%$ pds/pds) (US 3 087 809), ou dans un milieu contenant soit des acides carboxyliques (US 2 481 584), soit des ions ammonium (Tsvetnye Metally/non-ferrous metals, 1986, Vol. 27, n° 11, pages 61-62 : "Industrial tests and introduction of the sulphate extraction technology for the processing of low-grade tantalum-niobium concentrates", par A.I. Karpukhin, G.I. Il'ina, V.G. Kharlov, A.I. Usenko et Yu. G. Popov).

La demande de brevet WO 2012/093170 décrit également la lixiviation du minerai de pyrochlore, en particulier du minerai issu du gisement de Mabounié, situé au Gabon, par mise en solution quantitative des éléments de valeur (Nb, terres rares (TR), Ta et U). Le lixiviat obtenu contient non seulement du Nb et/ou du Ta mais également du fer, en particulier du fer ferrique (Fe III), de l'aluminium (Al), du titane (Ti) et des phosphates (P). Il est donc nécessaire de purifier le produit obtenu.

Différents procédés de purification sont décrits dans l'art antérieur.

Ainsi par exemple la demande de brevet FR2075933 décrit un procédé de récupération de niobium de pureté élevée à partir d'un concentré de niobium cuit avec l'acide sulfurique par traitement avec de l'ammoniaque ou un hydroxyde de métal alcalin à un pH supérieur à 7 et à une température supérieure à 25 °C, suivie d'un grillage du mélange ainsi obtenu et de sa lixiviation par de l'eau afin d'obtenir une solution contenant le niobium avant la précipitation des composés de niobium. Toutefois, pour effectuer le grillage d'une masse humide, il est nécessaire d'utiliser beaucoup d'énergie. Le procédé est donc coûteux industriellement parlant. En outre, pour éliminer le titane, il

est nécessaire de rajouter une étape supplémentaire de lixiviation sous pression atmosphérique dans des conditions réductrices.

Le brevet US2953453 décrit un procédé de récupération de niobium comprenant une étape de traitement de fusion à la soude du minerai de colombite ou de traitement avec de l'acide sulfurique ou avec de l'acide fluorhydrique. Le produit ainsi obtenu est sujet à différentes opérations de lixiviation afin d'éliminer les contaminants : tout d'abord un lavage à l'eau puis un lavage avec une solution d'hydroxyde de sodium à 1M avant une lixiviation acide réductrice (acide chlorhydrique ou nitrique et poudre de fer). C'est cette dernière lixiviation qui permet de supprimer le titane. Le produit obtenu est ensuite mis en contact avec de l'acide fluorhydrique pour récupérer Nb et Ta. Le procédé décrit est donc long et produit beaucoup d'effluents. En outre il est coûteux en énergie et il nécessite l'utilisation d'HF ce qui est cher et toxique.

Le brevet US3058825 décrit un procédé pour récupérer du niobium et du tantale à partir de minerais ou de concentré de minerai. Il utilise une lixiviation sous pression en milieu KOH concentré de colombite pour solubiliser les niobates et tantalates. Ils sont ensuite précipités par ajout d'un sel de sodium et lavés avec une solution sodique. Le précipité est éventuellement hydrolysé par une solution acide. Le problème est que les solutions de KOH ne sont pas recyclables et que le KOH est cher. En outre il est nécessaire de contrôler de façon stricte la quantité de KOH utilisée sous peine de former un sel insoluble.

Le brevet US4182744 décrit un procédé d'extraction de niobium et de tantale à partir de minerai de bario-pyrochlore par traitement avec du CaCl_2 aux environs de 1000 °C. Le calcio-pyrochlore ainsi formé est ensuite traité par fusion à la soude en présence d'un sel fluoré. La masse obtenue après refroidissement est broyée et lavée à l'eau avant d'être lavée à l'acide chlorhydrique à 2,5 mol/L. Ce procédé nécessite deux fusions ce qui est coûteux énergétiquement parlant.

La demande JP2004224619 décrit un procédé de purification d'oxyde de tantale ou de niobium de façon à le séparer de l'aluminium et du silicium présent par utilisation de soude à une concentration comprise entre 2 et 20 mol/L, à une température comprise entre 100 et 300 °C, avantageusement entre 150 et 250
5 °C, et une pression comprise entre 0,1 et 30 MPa. Toutefois ce procédé ne permet pas d'éliminer le titane ni le fer si celui-ci est présent dans le minerai initial. En outre la température et la pression préconisées sont très élevées ce qui est cher économiquement parlant.

Ainsi donc il est nécessaire de trouver un procédé permettant de purifier le
10 niobium et le tantale du fer et/ou du titane présents dans les minerai ou concentrés de minerai, sans utilisation de lixiviation réductrice qui nécessite une consommation importante de réactifs et rallonge le procédé, sans utilisation de fusion ce qui permettrait des économies d'énergie et sans utilisation de produits fluorés ou de KOH qui sont coûteux, toxiques et coûteux à éliminer.

15

Les inventeurs ont découvert de façon surprenante un tel procédé qui permettait d'obtenir du niobium et/ou du tantale purifié avec un bon rendement de purification.

20 La présente invention concerne donc un procédé de purification du niobium et/ou du tantale à partir d'un minerai ou d'un concentré de niobium et/ou tantale contenant du titane et/ou du fer, le procédé comprenant les étapes suivantes :

a) conversion sodique d'un minerai ou concentré de niobium et/ou tantale
25 contenant du titane et/ou du fer par ajout d'une solution de NaOH concentrée à une température comprise entre 50°C et 150°C (en effet au-delà de 150°C et en dessous de 50°C, les rendements chutent), avantageusement à une température comprise entre 90 et 130 °C ;

- b) séparation solide/liquide et récupération du solide obtenu à l'étape a) ;
- c) lavage du solide récupéré à l'étape b) avec une solution aqueuse contenant au plus 30g/L de NaOH et récupération du solide lavé ;
- d) ajout d'eau de façon à dissoudre le niobium et/ou tantale ;
- 5 e) séparation solide/liquide et récupération de la solution aqueuse contenant le niobium et/ou tantale obtenue à l'étape d);
- f) acidification de la solution aqueuse obtenue l'étape e) jusqu'à un pH compris entre 1 et 5, avantageusement entre 3 et 4, en particulier 4, de façon à précipiter le niobium et/ou tantale ;
- 10 g) séparation solide/liquide et récupération du précipité de niobium et/ou tantale purifié obtenu à l'étape f).

Le minerai ou concentré de niobium et/ou tantale traité selon l'invention peut bien évidemment consister en, respectivement, un mélange de minerais ou un mélange de concentrés. De surcroit, la matière première traitée peut aussi
15 consister en un mélange mixte minerai(s)/concentré(s), que l'homme du métier qualifie généralement aussi de minerai ou concentré selon ses teneurs en niobium/tantale. On comprend que l'invention concerne donc le traitement d'une matière première choisie parmi les minerais, les concentrés de niobium et/ou tantale et leurs mélanges, de façon avantageuse d'invention concerne le
20 traitement de concentré de niobium et/ou tantale, en particulier contenant entre 6 et 26% en masse de niobium et/ou tantale, plus particulièrement entre 6 et 25 % en masse niobium, avantageusement entre 8 et 24% en masse niobium, et entre 0 et 1 % en masse de tantale, avantageusement entre 0,1 et 0,5% en masse de tantale, encore plus particulièrement il contient uniquement
25 du niobium, en particulier il contient un mélange de tantale et niobium.

Le concentré de niobium et/ou tantale peut être de tout type. Il peut notamment s'agir d'un concentré minéralurgique, résultant d'un enrichissement

physique ou d'un concentré résultant d'un enrichissement chimique (tel un résidu de lixiviation).

Ainsi, selon une variante, le procédé de l'invention comprend, en amont de l'étape a), un enrichissement du minerai ou concentré de niobium et/ou tantale à traiter. Un tel enrichissement peut être un enrichissement physique basé sur toute méthode classique d'enrichissement physique d'un matériau solide, par exemple il peut consister en une séparation magnétique basse intensité (pour écarter la magnétique) ou en une flottation (du type flottation silice ou flottation apatite).

10 Le procédé décrit ci-dessus, pour la purification du niobium et/ou du tantale, convient pour traiter tout minerai ou concentré renfermant du niobium et/ou tantale. Ce minerai ou concentré se trouve sous forme solide. Il convient notamment pour traiter minerais et concentrés, le minerai en cause étant choisi parmi les minerais des groupes pyrochlore (de formule générale :
15 $A_2B_2O_6(O,OH,F)$ avec $A = U, TR, Na, Ca, Ba, Th, Bi$ (notamment) et $B = Nb, Ta, Ti, Fe$ (notamment)), colombite, tantalite, colombo-tantalite, loparite, euxenite, smarskite, perovskite, fergusonite et leurs mélanges. De tels minerais et concentrés contiennent du fer et/ou du titane. Avantageusement, il s'agit de minerai de pyrochlore ou de colombite ou de concentré de niobium et/ou
20 tantale issu de ces minerais. De façon avantageuse il s'agit de minerai de pyrochlore, en particulier du minerai issu du gisement de Mabounié, situé au Gabon, ou de concentré de niobium et/ou tantale obtenus à partir de ce minerai, de façon encore plus avantageuse de concentré de niobium et/ou tantale obtenus à partir de ce minerai.

25 En particulier ce minerai ou concentré de niobium et/ou tantale contient du fer et/ou du titane, plus particulièrement il contient entre 2 et 15 % en masse de titane, avantageusement entre 4 et 13% en masse, et/ou entre 5 et 10 % en masse de fer, encore plus particulièrement il contient du fer et du titane, de

façon plus particulière entre 2 et 15 % en masse de titane, avantageusement entre 4 et 13% en masse, et entre 5 et 10 % en masse de fer. Avantageusement le concentré ou minerai de niobium et/ou tantale de l'étape a) contient entre 6 et 26% en masse de niobium et/ou tantale (plus particulièrement entre 6 et 25 % en masse niobium, avantageusement entre 8 et 24% en masse niobium, et entre 0 et 1 % en masse de tantale, avantageusement entre 0,1 et 0,5% en masse de tantale), entre 2 et 15 % en masse de titane, avantageusement entre 4 et 13% en masse, et entre 5 et 10 % en masse de fer et son rendement de purification est d'au moins 55%, avantageusement d'au moins 60%, plus avantageusement d'au moins 65%, en particulier d'au moins 70 %.

En particulier le minerai ou concentré de niobium et/ou tantale contient en outre de l'aluminium, avantageusement en une teneur inférieure à 2 % en masse, du phosphore, avantageusement en une teneur comprise entre 3 et 12 % en masse, avantageusement entre 4 et 11% en masse, du zirconium, avantageusement en une teneur inférieure à 2 % en masse, du soufre, avantageusement en une teneur comprise entre 1 et 4 % en masse, du silicium, avantageusement en une teneur inférieure à 2 % en masse, et/ou des éléments radioactifs, en particulier U et/ou Th, avantageusement en une teneur inférieure à 1 % en masse chacun.

Dans un autre mode de réalisation particulier de la présente invention, le minerai ou concentré de niobium et/ou tantale a la composition suivante :

- Niobium (de 6 à 25 % massique, avantageusement de 8 à 24% massique)
- Tantale (de 0 à 1 % massique, avantageusement de 0,1 à 0,5% massique)
- Titane (de 2 à 15 % massique, avantageusement de 4 à 13% massique)

- Phosphore (de 3 à 12 % massique, avantageusement de 4 à 11% massique)
- Soufre (de 1 à 4 % massique)
- Fer (de 5 à 8 % massique)
- 5 - Aluminium (moins de 2 % massique)
- Zirconium (moins de 2 % massique)
- Silicium (moins de 2 % massique)
- éléments radioactifs, en particulier U et/ou Th (moins de 1 % massique chacun)

10 Dans un mode de réalisation avantageux de la présente invention, le niobium et/ou le tantale se trouve sous la forme d'oxyde, d'hydroxydes et/ou de phosphates dans le minerai ou concentré destiné à être purifié.

L'étape a) selon la présente invention consiste donc en la mise en suspension du minerai ou concentré de niobium et/ou tantale dans une solution aqueuse
15 concentrée de NaOH dans des conditions de température particulière pour récupérer un solide à l'étape b). L'étape a) de conversion sodique du procédé selon la présente invention permet la conversion du niobium et/ou tantale du minerai ou concentré de minerai solide sous forme de niobate et/ou tantalate, se trouvant également sous forme solide. Dans les conditions du procédé, le
20 niobium et/ou le tantale n'est pas soluble à la fin de l'étape a) dans la solution aqueuse de NaOH concentrée ce qui va permettre d'éliminer Al, P, S et Si qui se solubilisent dans la solution aqueuse de NaOH. En revanche, si une solution aqueuse de NaOH diluée est utilisée, une partie du niobium et/ou du tantale (en général entre 12 et 30 % en masse) se retrouve dans la solution aqueuse
25 et ne peut être récupérée, le procédé purification ayant ainsi un rendement peu élevé.

Dans un mode de réalisation avantageux, dans l'étape a) du procédé selon la présente invention, la solution de NaOH concentrée contient au moins 200 g/L de NaOH, avantageusement entre 200 et 500 g/L de NaOH, plus avantageusement entre 300 et 450 g/L, plus particulièrement entre 320 et 400 g/L.

Dans un autre mode de réalisation avantageux, la durée de l'étape a) procédé selon la présente invention est comprise entre 2 et 24 heures, avantageusement entre 2 et 18 heures, plus particulièrement entre 2 et 16 heures.

10 Dans encore un autre mode de réalisation avantageux, le ratio L/S de l'étape a) du procédé selon la présente invention est compris entre 3 et 50 L/kg, en particulier entre 5 et 50 L/kg, plus particulièrement entre 10 et 50 L/kg.

En particulier l'étape a) du procédé selon la présente invention est mise en œuvre sous agitation.

15 Dans un mode de réalisation avantageux, les étapes de séparation solide/liquide b) e) et g) du procédé selon la présente invention sont mises en œuvre par filtration, décantation ou centrifugation, en particulier par filtration ou centrifugation.

L'étape c) du procédé selon la présente invention permet d'éliminer
20 l'imprégnant du solide récupéré à l'étape b) et le restant des éléments solubles en milieu basique comme l'aluminium et le phosphore, si ces derniers sont présents dans le minerai ou le concentré de niobium et/ou tantale de départ. De façon avantageuse l'étape c) est mise en œuvre à une température comprise entre la température ambiante et 80 °C, de façon avantageuse à un
25 ratio L/S compris entre 5 et 15 L/kg, en particulier compris entre 8 et 11L/kg.

Dans un mode de réalisation avantageux du procédé selon la présente invention, dans l'étape c) la solution de NaOH diluée contient entre 3 et 30 g /L de NaOH, avantageusement entre 10 et 26 g/L de NaOH.

5 Dans un autre mode de réalisation avantageux, la solution de lavage utilisée ne contient pas de NaOH. Il s'agit donc uniquement d'eau. Dans ce cas avantageusement le volume d'eau utilisé est contrôlé et/ou l'étape c) est mise en œuvre à contre-courant. L'utilisation d'eau à contre-courant permet de diminuer au maximum la quantité de liquide de lavage utilisé et donc la quantité d'effluents générée.

10 Dans encore un mode de réalisation avantageux, l'étape c) est répétée plusieurs fois, en particulier au moins quatre fois.

L'étape d) du procédé selon la présente invention permet de dissoudre le niobium et/ou le tantale dans l'eau et de les séparer des insolubles tels que le titane, le fer, le zirconium et les éléments radioactifs si ceux-ci sont présents
15 dans le minerai ou le concentré de niobium et/ou tantale de départ. De façon avantageuse l'étape d) du procédé selon la présente invention est mise en œuvre à une température comprise entre la température ambiante et 90 °C, avantageusement à 40°C. Avantageusement la solution aqueuse obtenue à l'étape d) a un pH compris entre 11 et 13, de façon avantageuse il est de 11,5.

20 Une régulation de pH peut être mise en place lors de cette étape d), par exemple par ajout d'acide, tel que l'acide sulfurique, afin de garder un pH compris entre 11 et 13, de façon avantageuse un pH de 11,5.

Dans un mode de réalisation avantageux le ratio L/S de l'étape d) du procédé selon la présente invention est ≤ 200 L/kg, avantageusement compris entre 10
25 et 100 L/kg, de façon avantageuse entre 10 et 60 L/kg, en particulier entre 13 et 50 L/kg.

Dans un autre mode de réalisation avantageux, le solide n'est dissout que partiellement et l'étape d) est répétée, avantageusement jusqu'à deux fois supplémentaires, sur le solide récupéré à l'étape e) du procédé selon la présente invention, les solutions aqueuses obtenues à chaque étape e) étant
5 mélangées entre elles avant la mise en œuvre de l'étape f) selon la présente invention.

L'étape f) du procédé selon la présente invention permet de précipiter le niobium et/ou tantale sous forme d'acide niobique et/ou d'oxyde hydraté de tantale et/ou tantale afin de récupérer un solide purifié. Avantageusement
10 l'acide utilisé à l'étape f) est de l'acide choisi parmi l'acide sulfurique, l'acide chlorhydrique, l'acide nitrique ou leur mélange, avantageusement il s'agit de l'acide sulfurique.

Dans un autre mode de réalisation, le minerai ou concentré de niobium et/ou tantale de l'étape a) contient en outre de l'aluminium, du phosphore, du
15 zirconium, du soufre, du silicium et/ou des éléments radioactifs, tels qu'Uranium (U) et/ou thorium (Th), et le précipité de niobium et/ou tantale est quantitativement purifié de ces éléments, typiquement avec des rendements de purification supérieurs à 98%.

Le rendement de purification (rdt) répond à la formule suivante :

20
$$\text{rdt} = 100 \times (1 - (\text{teneur impureté du précipité final}) / (\text{teneur en impureté du concentré ou minerai de départ}) \times (\text{Teneur Nb et/ou Ta du concentré ou minerai de départ}) / (\text{Teneur Nb et/ou Ta du précipité final}))$$

Dans encore un autre mode de réalisation, le procédé selon la présente invention comprend une étape supplémentaire h) de lavage du précipité,
25 avantageusement avec de l'eau, et calcination du précipité lavé. Si nécessaire,

une étape supplémentaire peut être ajoutée afin de séparer le niobium et le tantale. Cette étape utilise des méthodes bien connues de l'homme du métier.

Dans un mode de réalisation particulier du procédé selon la présente invention, le concentré ou minéral de l'étape a) ne contient pas de tantale et on obtient à
5 l'étape g) un précipité de niobium purifié.

Dans encore un autre mode de réalisation particulier du procédé selon la présente invention, la solution de NaOH concentré obtenue après l'étape de séparation b) est recyclée, avantageusement après purification par cristallisation des impuretés à une température inférieure à 50°C,
10 avantageusement de 30°C. Les impuretés cristallisées sont par exemple le phosphate de sodium et le sulfate de sodium. Cette étape de cristallisation consiste en un refroidissement du filtrat de conversion sodique obtenue l'étape b) à une température inférieure à 50°C, avantageusement de 30°C. La solution ainsi obtenue, après cristallisation, est appauvrie en polluant mais encore
15 relativement riche en soude. Elle est donc réemployée en partie dans l'étape a) de conversion sodique du procédé selon la présente invention avec un appoint de soude fraîche concentrée pour ramener la concentration à la valeur voulue. Une partie est éliminée pour éviter l'accumulation d'éléments qui ne cristallisent pas.

20 Dans encore un autre mode de réalisation particulier, le procédé selon la présente invention comprend une étape préalable α), avant l'étape a), de lavage du concentré ou minéral avec une solution aqueuse de NaOH diluée de façon à éliminer le phosphore présent dans le concentré ou minéral et la solution de NaOH concentré obtenue après l'étape de séparation b) est
25 recyclée, avantageusement directement sans cristallisation. Comme dans le mode de réalisation précédent, seule une partie de la soude est réemployée dans l'étape a) de conversion sodique du procédé selon la présente invention

avec un appoint de soude fraîche concentrée pour ramener la concentration à la valeur voulue. Une partie est éliminée pour éviter l'accumulation d'éléments polluants.

5 L'invention sera mieux comprise à la lumière des exemples qui suivent et qui sont donnés à titre indicatif non limitatif.

Exemple 1 :

Un concentré de niobium/tantale de composition élémentaire massique suivante :

Fe	Al	P	Nb	Ta	Ti	S	Na	U	Th
7%	0,1%	8%	14%	0,3%	12%	3%	0,04%	0,001%	0,1%

10

est introduit dans une solution de soude à 330 g/L à raison de 10L/kg de solide. La suspension est chauffée à 110 °C pendant 18 h puis le solide est séparé du liquide par centrifugation. Le solide obtenu est lavé 4 fois à la soude à 26 g/L à raison de 10 L/kg de solide de départ puis le solide est partiellement dissout dans de l'eau à raison de 35 L/kg de solide de départ. Le solide restant est séparé du liquide par centrifugation et le solide est soumis à une nouvelle étape de dissolution à l'eau à raison de 35 L/Kg de solide de départ.

15

Les solutions de niobium obtenues contiennent les teneurs élémentaires suivantes (en g/L):

	Fe	Al	P	Nb	Ta	Ti	S	Na	U	Th
Mise en solution 1	0,007	0,001	0,01	0,6	0,02	0,004	0,01	1,00	<0,0005	<0,0005
Mise en solution 2	0,001	0,0001	0,0003	2,0	0,009	0,002	0,0002	0,76	<0,0005	<0,0005

que l'on peut précipiter quantitativement en ajoutant lentement ces solutions dans 3 fois leur volume d'une solution acide à pH=3 (acidifiée à l'acide sulfurique) en maintenant le pH par ajout d'acide sulfurique.

- Le niobium est récupéré à 76 % par ce procédé, avec une augmentation du rapport massique Nb/Ti qui passe de 1,2 dans le concentré de départ à plus de 100 dans les solutions de niobium.

Exemple 2

- 10 Un concentré de niobium/tantale de composition élémentaire massique suivante :

Fe	Al	P	Nb	Ta	Ti	S	Na	U	Th
5,5%	1,5%	5,3%	23%	0,4%	4,2%	2,4%	0,04%	0,001%	0,1%

- est introduit dans une solution de soude à 320 g/L à raison de 10 L/kg de solide. La suspension est chauffée à 110 °C pendant 18 h puis le solide est séparé du liquide par centrifugation. Le solide obtenu est lavé 4 fois à la soude à 26 g/L à raison de 10 L/kg de solide de départ puis le solide est partiellement dissout dans de l'eau à raison de 50 L/kg de solide de départ. Le solide restant est séparé du liquide par centrifugation et le solide est soumis à une nouvelle étape de dissolution à l'eau à raison de 50 L/Kg de solide de départ.

- 20 Les solutions de niobium obtenues contiennent les teneurs élémentaires suivantes (en g/L):

	Fe	Al	P	Nb	Ta	Ti	S	Na
Mise en solution 1	0,02	0,004	0,01	2,1	0,04	0,03	0,37	1,45
Mise en solution 2	0,06	0,003	0,01	1,9	0,04	0,06	0,009	0,65

que l'on peut précipiter quantitativement en ajoutant lentement ces solutions dans 3 fois leur volume d'une solution acide à pH=3 (acidifiée à l'acide sulfurique) en maintenant le pH par ajout d'acide sulfurique.

Le niobium est récupéré à 83 % par ce procédé, avec une augmentation du rapport massique Nb/Ti qui passe de 5 dans le concentré de départ à plus de 30 dans les solutions de niobium.

Exemple 3

- 10 Un concentré de niobium/tantale de composition élémentaire massique suivante :

Fe	Al	P	Nb	Ta	Ti	S	Na	U	Th
5,9%	0,3%	7,0%	13%	0,3%	11%	2,8%	0,055%	0,001%	0,1%

- est introduit dans une solution de soude à 350 g/L à raison de 12 L/kg de solide. La suspension est chauffée à 110 °C pendant 18 h puis le solide est séparé du liquide par centrifugation. Le solide obtenu est lavé 4 fois à la soude à 26 g/L à raison de 10 L/kg de solide de départ puis le solide est partiellement dissout dans de l'eau à raison de 50 L/kg de solide de départ. Le solide restant est séparé du liquide par centrifugation et le solide est soumis à une nouvelle étape de dissolution à l'eau à raison de 50 L/Kg de solide de départ.

- 20 Les solutions de niobium obtenues contiennent les teneurs élémentaires suivantes (en g/L):

	Fe	Al	P	Nb	Ta	Ti	S	Na
Mise en solution 1	0,004	0,0006	0,01	1,1	0,03	0,008	0,003	1,0
Mise en solution 2	0,1	0,001	0,00005	1,9	0,05	0,25	0,002	0,74

que l'on peut précipiter quantitativement en ajoutant lentement ces solutions dans 3 fois leur volume d'une solution acide à pH=3 (acidifiée à l'acide sulfurique) en maintenant le pH par ajout d'acide sulfurique.

Le niobium est récupéré à 80 % par ce procédé, avec une augmentation du rapport massique Nb/Ti qui passe de 1,2 dans le concentré de départ à plus de 140 dans la première solution de niobium.

Exemple 4 :

Un concentré de niobium/tantale de composition élémentaire massique suivante :

Fe	Al	P	Nb	Ta	Ti	S	Na	U	Th
7,4%	0,2%	11%	10%	0,2%	10%	1,7%	0,06%	0,001%	0,1%

est introduit dans une solution de soude à 400 g/L à raison de 50 L/kg de solide. La suspension est chauffée à 110 °C pendant 18 h puis le solide est séparé du liquide par centrifugation. Le solide obtenu est lavé 4 fois à la soude à 10 g/L à raison de 10 L/kg de solide de départ puis le solide est partiellement dissout dans de l'eau à raison de 50 L/kg de solide de départ. Le solide restant est séparé du liquide par centrifugation et le solide est soumis à deux nouvelles étapes de dissolution à l'eau/centrifugation à raison de 50 L/Kg de solide de départ.

Les solutions de niobium obtenues contiennent les teneurs élémentaires suivantes (en g/L):

	Fe	Al	P	Nb	Ta	Ti	S	Na
Mise en solution 1	0,002	0,0002	0,0006	1,55	0,035	0,0095	0,0002	0,84
Mise en solution 2	0,004	0,00004	0,00005	0,043	0,001	0,006	0,0001	0,11
Mise en solution 3	0,0085	0,00004	0,00002	0,012	0,0003	0,013	0,00005	0,048

La précipitation quantitative de la première mise en solution en ajoutant lentement cette solution dans 3 fois son volume d'une solution acide à pH=3 (acidifiée à l'acide sulfurique) et en maintenant le pH par ajout d'acide sulfurique permet de récupérer un solide blanc dont la composition est la

5 suivante (teneur massiques élémentaires sur solide non calciné) :

Fe	Al	P	Nb	Ta	Ti	S	Na
0,23%	0,011%	0,054%	52,4%	1,12%	0,58 %	2,05 %	0,06%

Le niobium est récupéré à 85 % par ce procédé, avec une augmentation du rapport massique Nb/Ti qui passe de 1,0 dans le concentré de départ à plus de

10 90 dans la première solution de niobium. Le rapport Nb/P passe de 1,0 à 970.

Exemple 5 :

Un concentré de niobium/tantale de composition élémentaire massique

15 suivante :

Fe	Al	P	Nb	Ta	Ti	S	Na	U	Th
7,5 %	0,3 %	11 %	8,7 %	0,15 %	10 %	1,5 %	0,14 %	0,001 %	0,1 %

est introduit dans une solution de soude à 340 g/L à raison de 11 L/kg de solide. La suspension est chauffée à 110 °C pendant 18 h puis le solide est

20 séparé du liquide par centrifugation. Le solide obtenu est lavé 4 fois à la soude à 10 g/L à raison de 310 L/kg de solide de départ puis le solide est partiellement dissout dans de l'eau à raison de 13 L/kg de solide de départ. Le solide restant est séparé du liquide par centrifugation et le solide est soumis à

une nouvelle étape de dissolution à l'eau à raison de 13 L/Kg de solide de départ.

Les solutions de niobium obtenues contiennent les teneurs élémentaires suivantes (en g/L):

5

	Fe	Al	P	Nb	Ta	Ti	S	Na
Mise en solution 1	0,0002	0,001	0,002	0,48	0,01	0,0005	0,002	1,2
Mise en solution 2	0,02	0,003	0,002	3,0	0,08	0,03	0,0007	1,2

que l'on peut précipiter quantitativement en ajoutant lentement ces solutions dans 3 fois leur volume d'une solution acide à pH=3 (acidifiée à l'acide sulfurique) en maintenant le pH par ajout d'acide sulfurique.

10 Le niobium est récupéré à 45 % par ce procédé (on aurait eu plus si on avait dissout une fois de plus), avec une augmentation du rapport massique Nb/Ti qui passe de 0,85 dans le concentré de départ à plus de 960 dans la première solution de niobium et 110 dans la seconde. On conserve donc une très bonne sélectivité vis-à-vis du titane.

15

Exemple 6 :

Un concentré de niobium/tantale de composition élémentaire massique suivante :

20

Fe	Al	P	Nb	Ta	Ti	S	Na
7 %	0,3 %	7 %	12 %	0,2 %	11 %	4 %	0,04 %

est introduit dans une solution de soude à 340g/L à raison de 10L/kg de solide. La suspension est chauffée à 90°C pendant 5h puis le solide est séparé du liquide par centrifugation. Le solide obtenu est lavé 4 fois à la soude à 26g/L à raison de 9L/kg de solide de départ puis le solide est partiellement dissous dans de l'eau à raison de 50L/kg de solide de départ. Le solide restant est séparé du liquide par centrifugation et le solide est soumis à une nouvelle étape de dissolution à l'eau à raison de 50L/Kg de solide de départ.

Les solutions de niobium obtenues contiennent les teneurs élémentaires suivantes (en g/L):

	Fe	Al	P	Nb	Ta	Ti	S	Na
Mise en solution 1	0,0004	0,0003	0,053	1,4	0,03	0,006	0,006	1,2
Mise en solution 2	0,001	0,0001	0,002	0,7	0,02	0,007	0,0002	0,31

Le niobium est récupéré à 65% par ce procédé, avec une augmentation du rapport massique Nb/Ti qui passe de 1,0 dans le concentré de départ à plus de 100 dans les solutions de niobium.

Exemple 7 :

Un concentré de niobium/tantale de composition élémentaire massique suivante :

Fe	Al	P	Nb	Ta	Ti	S	Na
8 %	0,3 %	11 %	11 %	0,3 %	11 %	0,8 %	0,04 %

est introduit dans une solution de soude à 400g/L à raison de 15L/kg de solide. La suspension est chauffée à 110°C pendant 10h puis le solide est séparé du

- liquide par filtration. Le solide obtenu est lavé 3 fois à la soude à 10g/L à raison de 10L/kg de solide de départ puis le solide est partiellement dissous dans de l'eau à raison de 50L/kg de solide de départ. Le solide restant est séparé du liquide par centrifugation et le solide est soumis à deux nouvelles étapes de
- 5 dissolution successives à l'eau à raison de 50L/Kg de solide de départ.

Les solutions de niobium obtenues contiennent les teneurs élémentaires suivantes (en g/L):

	Fe	Al	P	Nb	Ta	Ti	S	Na
Mise en solution 1	0,007	0,0001	0,002	2,5	0,05	0,017	0,0004	0,81
Mise en solution 2	0,095	0,0001	0,0002	0,18	0,003	0,1	0,0002	0,17
Mise en solution 3	0,004	0,0001	0,001	0,01	0,0003	0,005	0,0004	0,08

- 10 Le niobium est récupéré à 64% par ce procédé, avec une augmentation du rapport massique Nb/Ti qui passe de 1,0 dans le concentré de départ à plus de 100 dans la première solution de niobium.

Exemple 8

15

Un concentré de niobium/tantale de composition élémentaire massique suivante :

Fe	Al	P	Nb	Ta	Ti	S	Na
8 %	0,3 %	11 %	11 %	0,3 %	11 %	0,8 %	0,04 %

- 20 est introduit dans une solution de soude à 200g/L à raison de 15L/kg de solide. La suspension est chauffée à 130°C pendant 10h puis le solide est séparé du liquide par filtration. Le solide obtenu est lavé 3 fois à la soude à 10g/L à raison de 10L/kg de solide de départ puis le solide est partiellement dissous dans de

l'eau à raison de 50L/kg de solide de départ. Le solide restant est séparé du liquide par centrifugation et le solide est soumis à deux nouvelles étapes de dissolution successives à l'eau à raison de 50L/Kg de solide de départ.

Les solutions de niobium obtenues contiennent les teneurs élémentaires
5 suivantes (en g/L):

	Fe	Al	P	Nb	Ta	Ti	S	Na
Mise en solution 1	0,005	0,0002	0,013	1,7	0,04	0,017	0,0002	0,82
Mise en solution 2	0,044	0,008	0,005	0,11	0,003	0,005	0,002	0,14
Mise en solution 3	0,006	0,002	0,0002	0,02	0,0003	0,0009	0,006	0,08

Le niobium est récupéré à 57% par ce procédé, avec une augmentation du rapport massique Nb/Ti qui passe de 1,0 dans le concentré de départ à plus de
10 100 dans la première solution de niobium.

Exemple 9 :

Un concentré de niobium/tantale de composition élémentaire massique
suivante :

Fe	Al	P	Nb	Ta	Ti	S	Na
7 %	0,2 %	8 %	14 %	0,4 %	11 %	2 %	0,04 %

est introduit dans une solution de soude à 350g/L à raison de 10L/kg de solide. La suspension est chauffée à 90°C pendant 10h puis le solide est séparé du liquide par filtration. Le solide obtenu est lavé 3 fois à la soude à 26g/L à raison
20 de 10L/kg de solide de départ puis le solide est partiellement dissous dans de l'eau à raison de 50L/kg de solide de départ. Le solide restant est séparé du liquide par centrifugation et le solide est soumis à deux nouvelles étapes de dissolution successives à l'eau à raison de 50L/Kg de solide de départ.

Les solutions de niobium obtenues contiennent les teneurs élémentaires suivantes (en g/L):

	Fe	Al	P	Nb	Ta	Ti	S	Na
Mise en solution 1	0,003	0,0002	0,003	1,8	0,03	0,013	0,002	1,1
Mise en solution 2	0,052	0,0002	0,0002	0,96	0,02	0,1	0,002	0,4
Mise en solution 3	0,001	0,0002	0,0002	0,02	0,0001	0,0009	0,002	0,08

- 5 Le niobium est récupéré à 66% par ce procédé, avec une augmentation du rapport massique Nb/Ti qui passe de 1,3 dans le concentré de départ à plus de 130 dans la première solution de niobium.

Exemple 10

10

Un concentré de niobium et de tantale de composition suivante :

Fe	Nb	Ta	Ti	S	P	Th
8 %	12 %	0,3 %	11 %	2 %	12 %	0,2 %

- est introduit dans une solution de soude à 400 g/L à un taux de solide de 3,5
15 %. La suspension est chauffée à 110 °C pendant 8 h.

Le solide est ensuite séparé du liquide par filtration. Le solide obtenu est lavé 4 fois de suite par repulpage dans de la soude à 10 g/L à un taux de solide d'environ 100 g/L.

- Le solide obtenu est ensuite dissous partiellement dans l'eau à 40 °C à un taux
20 de solide de 1,9 % pendant 2 h. Le liquide est ensuite séparé du solide et ce dernier est lavé à l'eau pour éliminer l'imprégnant qui est récupéré avec l'autre phase liquide.

La phase liquide de composition suivante :

Fe	Nb	Ta	Ti	S	P	Na
0,6 mg/L	1,4 g/L	30 mg/L	3 mg/L	35 mg/L	1 mg/L	0,9 g/L

est introduite dans un grand volume d'eau acidifiée à pH=4 en maintenant le pH par ajout d'acide sulfurique à 1 mol/L.

Le solide est ensuite séparé du liquide et le solide est lavé à l'eau distillée.

5 Le solide à la composition suivante :

Fe	Al	Nb	Ta	Ti	S	P
0,1 %	0,01 %	59 %	1,3 %	0,2 %	0,1 %	0,07 %

Le filtrat de précipitation contient :

Fe	Nb	Ta	Ti	S	P	Na
> 0,05 mg/L	0,5 mg/L	>0,05 mg/L	>0,05 mg/L	650 mg/L	>0,05 mg/L	0,9 g/L

10

Exemple 11 : Exemples de précipitation selon l'étape f) du procédé selon l'invention:

Exemple 11-1

15

Une solution contenant :

Fe	Nb	Ta	Ti	S	P	Na
0,007 g/L	2,3 g/L	0,05 g/L	0,01	0,04 g/L	0,002 g/L	1,3 g/L

20

est introduite lentement dans trois fois son volume d'eau acidifiée à pH=4 par de l'acide chlorhydrique. Lors de l'ajout, on maintient le pH à la valeur de 4 par

ajout d'une solution d'acide chlorhydrique à 1 mol/L. Lorsque l'ajout de la solution de niobium est terminé, on sépare le liquide du solide par centrifugation. Après séchage à 115 °C, le solide à la composition massique suivante :

5

Fe	Nb	Ta	Ti	S	P	Cl
0,3 %	52 %	1,2 %	0,4 %	0,1 %	0,07 %	0,4 %

Le filtrat de précipitation a la composition suivante :

Fe	Nb	Ta	Ti	S	P	Na	Cl
0,04 mg/L	8,6 mg/L	0,22 mg/L	0,05 mg/L	9,9 mg/L	0,02 mg/L	0,28 g/L	4,99 g/L

10 Le rendement de précipitation du niobium est dans ces conditions de 98,5%.

Exemple 11-2

Une solution contenant :

Fe	Nb	Ta	Ti	S	P	Na
0,007 g/L	2,3 g/L	0,05 g/L	0,01	0,04 g/L	0,002	1,3

est introduite lentement dans trois fois son volume d'eau acidifiée à pH=4 par de l'acide nitrique. Lors de l'ajout, on maintient le pH à la valeur de 4 par ajout d'une solution d'acide nitrique à 1 mol/L. Lorsque l'ajout de la solution de niobium est terminé, on sépare le liquide du solide par centrifugation. Après séchage à 115 °C, le solide à la composition massique suivante :

15

Fe	Nb	Ta	Ti	S	P
0,2 %	54 %	1,2 %	0,4 %	0,1 %	0,05 %

20 Le filtrat de précipitation à la composition suivante :

Fe	Nb	Ta	Ti	S	P	Na
0,1 mg/L	0,4 mg/L	0,02 mg/L	0,02 mg/L	9,3 mg/L	0,05 mg/L	0,31 g/L

Le rendement de précipitation du niobium est dans ces conditions de 99,9%.

Exemple comparatif 1 : Concentration en soude faible

- 5 Un concentré de niobium/tantale de composition élémentaire massique suivante :

Fe	Al	P	Nb	Ta	Ti	S	Na	U	Th
8,0 %	0,2%	11%	11%	0,2%	9,8%	0,6%	0,06%	0,001%	0,1%

- est introduit dans une solution de soude diluée (de 10 à 100 g/L) à raison de 80 L/kg de solide. La suspension est chauffée à 90 °C pendant 1 h puis le solide
- 10 est séparé du liquide par centrifugation. La solution obtenue contient une partie du niobium, puis le solide est lavé à l'eau deux fois.

	10 g/L	20 g/L	50 g/L	100 g/L
Solubilisation Nb	12 %	20 %	21 %	29 %

- Ainsi lorsqu'on utilise une concentration de soude faible (10 à 100 g/L) avec de
- 15 faible durée de conversion (1h), le Nb n'est pas reprécipité mais reste partiellement soluble dans le filtrat de conversion. Ainsi on récupère entre 12 et 30 % du niobium dans le liquide avec l'intégralité ou presque du soufre et du phosphore.
- 20 En résumé, avec des concentrations faibles on perd une partie du Nb avec le phosphore.

REVENDICATIONS

1. Procédé de purification du niobium et/ou du tantale à partir d'un minéral ou d'un concentré de niobium et/ou tantale contenant du titane et/ou du fer, avantageusement d'un concentré de niobium et/ou tantale contenant du titane et/ou du fer, le procédé comprenant les étapes suivantes :
- 5 a) conversion sodique d'un minéral ou concentré de niobium et/ou tantale contenant du titane et/ou du fer par ajout d'une solution de NaOH concentrée à une température comprise entre 50°C et 150°C ;
- 10 b) séparation solide/liquide et récupération du solide obtenu à l'étape a) ;
- c) lavage du solide récupéré à l'étape b) avec une solution aqueuse contenant au plus 30g/L de NaOH et récupération du solide lavé ;
- d) ajout d'eau de façon à dissoudre le niobium et/ou tantale ;
- 15 e) séparation solide/liquide et récupération de la solution aqueuse contenant le niobium et/ou tantale obtenue à l'étape d) ;
- f) acidification de la solution aqueuse obtenue l'étape e) jusqu'à un pH compris entre 1 et 5, avantageusement entre 3 et 4, de façon à précipiter le niobium et/ou tantale ;
- 20 g) séparation solide/liquide et récupération du précipité de niobium et/ou tantale purifié obtenu à l'étape f).
2. Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce que dans l'étape a) la solution de NaOH concentrée contient au moins 200 g/L de NaOH, avantageusement entre 200 et 500 g /L de NaOH.
3. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 ou 2 caractérisé en ce
- 25 que la durée de l'étape a) est comprise entre 2 et 24 heures.

4. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3 caractérisé en ce que le ratio L/S de l'étape a) est compris entre 3 et 50 L/kg.
5. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4 caractérisé en ce que les étapes de séparation solide/liquide b), e) et g) sont mises en œuvre par
5 filtration, décantation ou centrifugation.
6. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5 caractérisé en ce que dans l'étape c) la solution de NaOH diluée contient entre 3 et 30 g /L de NaOH.
7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6 caractérisé en ce
10 que le ratio L/S de l'étape d) est ≤ 200 L/kg, avantageusement compris entre 10 et 100 L/kg.
8. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 7 caractérisé en ce que la solution aqueuse obtenue à l'étape d) a un pH compris entre 11 et 13, avantageusement il est de 11,5.
- 15 9. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 8 caractérisé en ce que l'acide utilisé à l'étape f) est de l'acide sulfurique.
10. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 9 caractérisé en ce que le niobium et/ou le tantale se trouve sous la forme d'oxyde, d'hydroxydes et/ou de phosphates dans le minerai ou concentré destiné à être purifié.
- 20 11. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 10 caractérisé en ce que le minerai ou concentré de niobium et/ou tantale de l'étape a) contient en outre de l'aluminium, du phosphore, du zirconium, du soufre, du silicium et/ou des éléments radioactifs et en ce que le précipité de niobium et/ou tantale est quantitativement purifié de ces éléments, typiquement avec des rendements de
25 purification supérieurs à 98%

12. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 11 caractérisé en ce qu'il comprend une étape supplémentaire h) de lavage du précipité, avantageusement avec de l'eau, et calcination du précipité lavé.

5 13. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 12 caractérisé en ce que le concentré ou minerai de niobium et/ou tantale de l'étape a) contient entre 6 et 26% en masse de niobium et/ou tantale, entre 2 et 15 % en masse de titane et entre 5 et 10 % en masse de fer et en ce que ce son rendement de purification est d'au moins 70 %.

10 14. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 13 caractérisé en ce que le concentré ou minerai de l'étape a) ne contient pas de tantale et en ce que l'on obtient à l'étape g) un précipité de niobium purifié.

15 15. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 14 caractérisé en ce que la solution de NaOH concentré obtenue après l'étape de séparation b) est recyclée, avantageusement après purification par cristallisation des impuretés à une température inférieure à 50°C, avantageusement de 30°C.

20 16. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 15 caractérisé en ce qu'il comprend une étape préalable i) avant l'étape α) de lavage du concentré ou minerai avec une solution aqueuse de NaOH diluée de façon à éliminer le phosphore présent dans le concentré ou minerai et en ce que la solution de NaOH concentré obtenue après l'étape de séparation b) est recyclée.