



MINISTERE DES AFFAIRES ECONOMIQUES

NUMERO DE PUBLICATION : 1013560A7

NUMERO DE DEPOT : 2001/0701

Classif. Internat. :

Date de délivrance le : 05 Mars 2002

Le Ministre des Affaires Economiques,

Vu la loi du 28 Mars 1984 sur les brevets d'invention, notamment l'article 22;

Vu l'arrêté royal du 2 Décembre 1986 relatif à la demande, à la délivrance et au maintien en vigueur des brevets d'invention, notamment l'article 28;

Vu le procès verbal dressé le 31 Octobre 2001 à 14H25 à l'Office de la Propriété Industrielle

ARRETE:

ARTICLE 1.- Il est délivré à : TMG TUNGSTEN - MOLYBDENUM GROUP AG
Am Schrägen Weg 14, FL-9490 VADUZ(LIECHTENSTEIN)

représenté(e)(s) par : SCHMITZ Yvon, GEVERS & VANDER HAEGHEN, Rue de Livourne 7, -
B 1060 BRUXELLES.

un brevet d'invention d'une durée de 6 ans, sous réserve du paiement des taxes annuelles, pour : PROCEDE DE TRAITEMENT DES DECHETS GRANULEUX DE TUNGSTENE.

ARTICLE 2.- Ce brevet est délivré sans examen préalable de la brevetabilité de l'invention, sans garantie du mérite de l'invention ou de l'exactitude de la description de celle-ci et aux risques et périls du(des) demandeurs(s).

Bruxelles, le 05 Mars 2002
PAR DELEGATION SPECIALE :

L. VENTIS
CONCERNÉ

PROCEDE DE TRAITEMENT DES DECHETS GRANULEUX DE TUNGSTENE

L'invention concerne le domaine de la métallurgie des métaux non ferreux, notamment, le traitement des déchets granuleux de tungstène, et peut être réalisée par les entreprises de traitement des métaux non ferreux.

Divers types de sous-produits contiennent une quantité importante de tungstène. Il s'agit des déchets d'aciers au tungstène, des déchets d'alliages durs, de la poussière produite lors de l'affûtage d'outils en alliages durs.

Il existe plusieurs procédés de traitement des déchets de tungstène.

On connaît un procédé de traitement des déchets de matériaux en alliages durs contenant du tungstène et du cobalt, à l'aide des acides chlorhydrique, nitrique ou sulfurique qui se réalise en deux phases et comporte un recuit oxydant entre les phases ce qui permet d'obtenir un dépôt de cobalt et de tungstène (RU 2025519).

On connaît un procédé d'extraction du tungstène à partir des chutes de tungstène selon lequel les chutes sont d'abord soumises à un traitement préliminaire sous une température de 600 à 800 °C, puis à la fusion avec l'addition de sels de sodium. Les chutes une fois fondues, on y ajoute des déchets de fils de tungstène et du nitrate de sodium, ensuite, on refroidit le bain fondu, on le dissout dans l'eau et on obtient du tungstate de sodium (KR9610813).

Le procédé le plus proche de celui qui est proposé, est décrit dans l'ouvrage de A.N.Zelikman « Tungstène », 1978, p. 88. Ce procédé prévoit la réunion par fusion des déchets de tungstène avec du salpêtre sous une température de 800 à 900 °C, l'obtention du bain fondu, le refroidissement, le broyage, la dissolution du bain refroidi broyé dans l'eau, la lixiviation, la filtration et le lavage et, enfin, l'obtention du tungstate de sodium et du gâteau de filtration du cobalt.

Au cours du chauffage des déchets et du salpêtre ce dernier fond et entre en réaction violente avec le tungstène. Il se forme alors un mélange poussière-gaz-air à base d'oxydes d'azote où les déchets en poudre se trouvent en état de suspension. Tout cela est, généralement, rejeté dans l'atmosphère ce qui nuit à l'environnement.

L'invention a pour objectif de créer un procédé technologique de traitement des déchets granuleux de tungstène, caractérisé par des performances écologiques améliorées grâce, notamment, à l'élimination de la pollution de l'environnement et à la création d'un cycle de production fermé et capable de fournir un rendement d'au moins 95 %.

L'objectif fixé s'obtient grâce au fait que selon le procédé de traitement des déchets granuleux de tungstène qui prévoit la réunion par fusion des déchets avec du salpêtre, l'obtention du bain fondu et d'un mélange poussière-gaz-air à base d'oxydes d'azote, le refroidissement des matières fondues, leur dissolution dans l'eau, la lixiviation, la filtration et le lavage avec l'obtention du tungstate de sodium et du gâteau de filtration du cobalt, on sépare le mélange poussière-gaz-air et les matières fondues, on extrait la poussière du mélange, on renouvelle la lixiviation de la poussière et, définitivement, on obtient un mélange poussière-gaz-air à teneur en oxydes d'azote (NO et NO_3) de 15 à 25 % de la masse du mélange, on en dégage les oxydes d'azote et on les réduit à l'azote pur.

D'autre part, l'objectif fixé est atteint grâce au fait que la réduction des oxydes d'azote s'effectue sous une température de 800 à 1200 °C en présence de gaz naturel, la fusion s'effectue sous une température de 800 à 1000 °C, et la solution obtenue après le lavage est retournée à la phase de dissolution et/ou de lixiviation.

La fig. 1 présente un schéma de réalisation du procédé proposé.

Le procédé se réalise comme suit.

La fusion des déchets de tungstène est réalisée dans des fours à réverbère à chauffage par gaz (1 et 2). On met sur la sole du four représentant un bain et revêtu de briques réfractaires, une petite quantité de déchets de tungstène mélangés avec du salpêtre. Le processus de fusion des déchets est maintenu par des additions périodiques dans le bain fondu de déchets de tungstène et du salpêtre. La fonte s'effectue sous une température de 800 à 1000 °C.

La proportion du salpêtre aux déchets est proche de la proportion stoechiométrique ou la dépasse quelque peu et est réglée, entre autres, en fonction de la composition requise du mélange gaz-air dont la teneur en oxydes d'azote constitue 15 à 25 %. Grâce à cette composition le mélange gaz-air peut être utilisé en totalité, les pertes en moyens et temps étant réduites au minimum.

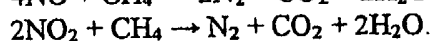
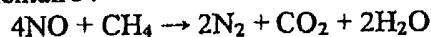
Dès qu'on obtient la quantité requise de matière fondue dans le bain du four on la refroidit à l'eau. Lors de ce refroidissement il se forme dans la matière fondue une structure déséquilibrée, la matière se fragilise et se dissout facilement dans l'eau sans qu'il soit nécessaire de la broyer comme le préconise le procédé connu.

La matière fondue se déverse par gravité dans un réacteur à eau chaude (3) équipé d'un mélangeur, et s'y dissout. Il se forme une solution où le tungstène est présent sous l'aspect de tungstate de sodium (Na_2WO_4), et un dépôt contenant du cobalt et d'autres métaux, commence à se précipiter.

La solution de tungstate de sodium ainsi obtenue aboutit à un collecteur (4) d'où elle est transvasée dans un filtre-presse à cadre pour une filtration de contrôle, pompée ensuite dans des réservoirs-collecteurs (6) pour être soumise définitivement à un traitement selon le procédé existant en hydrométallurgie avec l'obtention d'anhydride tungstique. Le dépôt dur obtenu – gâteau de filtration – est mis dans des conteneurs (7) et livré aux utilisateurs du gâteau de filtration pour l'extraction du cobalt.

Le procédé proposé de traitement des déchets de tungstène nécessite l'épuration et la décontamination des rejets gazeux contenant des oxydes d'azote. Le mélange poussière-gaz-air venant du four à fondre, comporte des produits de rejet – la poussière – qui doivent être séparés avant l'utilisation des oxydes d'azote. On utilise à cet effet des cyclones (8) et des épurateurs de gaz à ajutage spécial.

Le mélange gaz-air débarrassé de poussières et contenant des oxydes d'azote de 15 à 25 % de volume massique, est mis dans un four spécial (9). Cette teneur en oxydes est optimale pour la « combustion » dans la flamme produite par le gaz naturel. En cas d'excès de gaz, les oxydes d'azote se réduisent à l'azote élémentaire :



Pour assurer la réalisation des réactions chimiques en conformité avec les équations citées, la température dans la chambre de combustion est maintenue au niveau de 800 à 1200 °C.

Le four de combustion des oxydes d'azote comporte deux éléments : brûleur et chambre de combustion-réacteur.

La poussière arrive au collecteur de poussières (10) d'où elle acheminée vers le réacteur (2) à la phase de lixiviation.

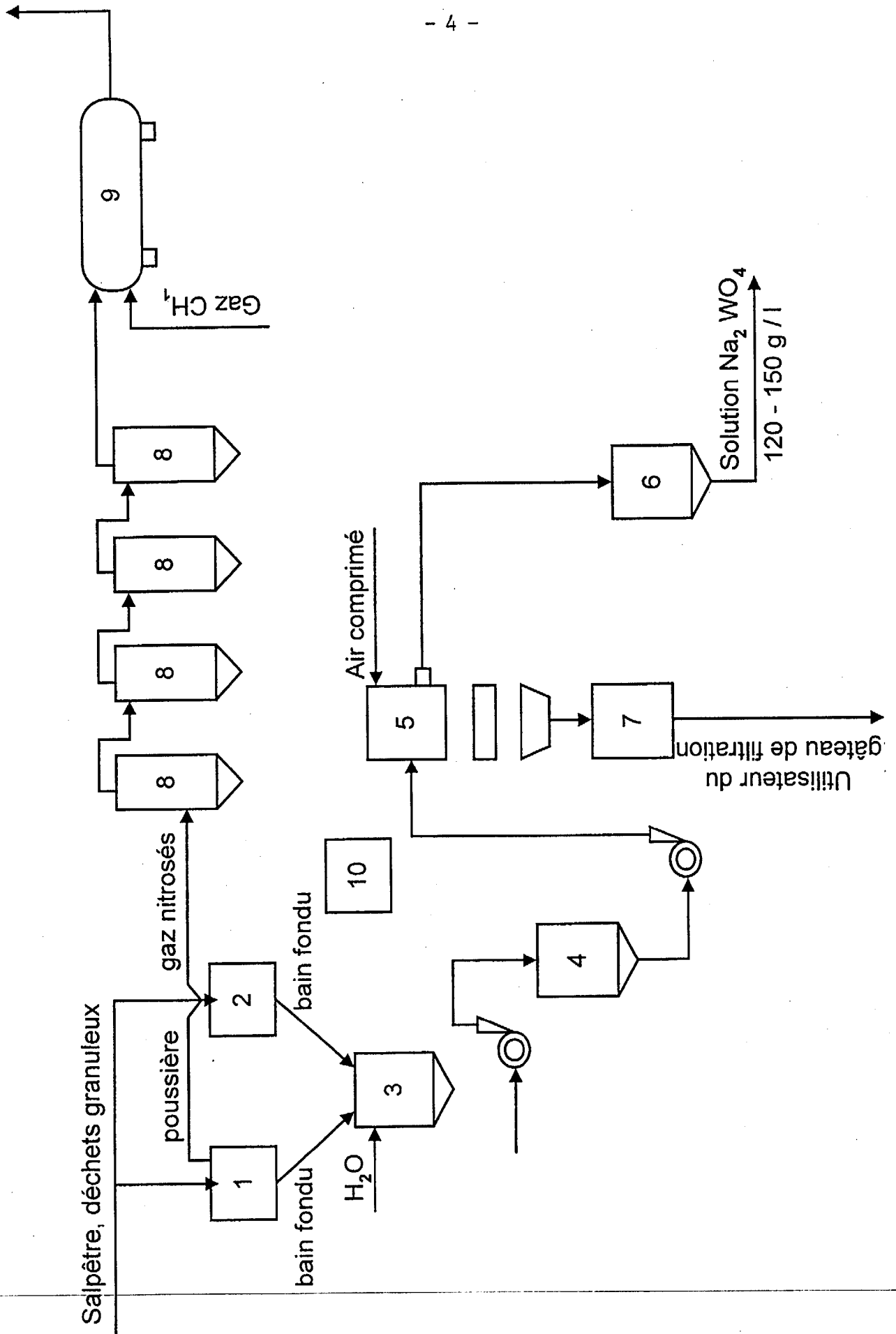
Le procédé proposé de traitement des déchets granuleux de tungstène permet pour un rendement d'au moins 95 % d'améliorer les performances écologiques et d'éliminer la pollution de l'environnement.

Revendications

1. Procédé de traitement des déchets granuleux de tungstène comportant la réunion par fusion des déchets avec du salpêtre, l'obtention du bain fondu et du mélange poussière-gaz-air à base d'oxydes d'azote, le refroidissement des matières fondues, leur dissolution dans l'eau, la lixiviation, la filtration et le lavage et, enfin, l'obtention du tungstate de sodium et du gâteau de filtration du cobalt, caractérisé par ce qu'on sépare le mélange poussière-gaz-air des matières fondues, on en dégage la poussière, on la fait repasser par la phase de lixiviation ce qui permet d'obtenir un mélange poussière-gaz-air contenant des oxydes d'azote en quantité de 15 à 25 % du volume massique du mélange, d'en dégager les oxydes d'azote et de les réduire à l'azote pur.
2. Procédé de traitement selon l'une quelconque des revendications 1 ou 2 caractérisé par ce que la réduction des oxydes d'azote s'effectue sous une température de 800 à 1200 °C en présence de gaz naturel.
3. Procédé de traitement selon l'une quelconque des revendications 1 à 3 caractérisé par ce que la fusion s'effectue sous une température de 800 à 1000 °C.
4. Procédé de traitement selon l'une quelconque des revendications 1 à 3 caractérisé par ce qu'après le lavage la solution de lavage est retournée à la phase de dissolution et/ou de lixiviation.

2001/0701

- 4 -



ABREGE
PROCEDE DE TRAITEMENT DES DECHETS GRANULEUX DE TUNGSTENE

L'invention concerne le domaine de la métallurgie des métaux non ferreux, notamment, le traitement des déchets de tungstène, et peut être réalisée par les entreprises de traitement des métaux non ferreux. L'invention a pour objectif de créer un procédé technologique de traitement des déchets granuleux de tungstène, caractérisé par des performances écologiques améliorées grâce, notamment, à l'élimination de la pollution de l'environnement et à la création d'un cycle de production fermé, et capable de fournir un rendement d'au moins 95 %. Le procédé de traitement des déchets granuleux de tungstène prévoit la réunion par fusion des déchets avec du salpêtre sous une température de 800 à 1000 °C, l'obtention du bain fondu et d'un mélange poussière-gaz-air à base d'oxydes d'azote, le refroidissement des matières fondues et leur dissolution dans l'eau, leur lixiviation, filtration et lavage avec l'obtention du tungstate de sodium et du gâteau de filtration du cobalt. Par ailleurs, on sépare le mélange poussière-gaz-air des matières fondues, on en dégage la poussière et on la fait repasser par la phase de lixiviation. En ce qui concerne le mélange poussière-gaz-air obtenu, on en extrait les oxydes d'azote et on les réduit à l'azote pur.