



(12) **DEMANDE DE BREVET EUROPEEN**

(21) Numéro de dépôt : **91420402.9**

(51) Int. Cl.⁵ : **A62D 3/00, C01B 7/19, C25C 3/08**

(22) Date de dépôt : **14.11.91**

(30) Priorité : **16.11.90 FR 9014825**

(43) Date de publication de la demande :
20.05.92 Bulletin 92/21

(84) Etats contractants désignés :
CH DE ES FR GB GR IT LI NL

(71) Demandeur : **ALUMINIUM PECHINEY**
Immeuble Balzac 10, place des Vosges La
Défense 5
F-92400 Courbevoie (FR)

(72) Inventeur : **Bontron, Jean-Claude**
Le Nopal - Parc St. Victoire
F-13100 Aix-en-Provence (FR)
Inventeur : **Personnet, Pierre-Bernard**
395 Rue Georges Clémenceau
F-73300 Saint-Jean-de-Maurienne (FR)
Inventeur : **Lamerant, Jean-Michel**
Rue de Versailles
F-13320 Bouc Bel Air (FR)

(74) Mandataire : **Vanlaer, Marcel et al**
PECHINEY 28, rue de Bonnel
F-69433 Lyon Cédex 3 (FR)

(54) **Procédé de traitement par voie humide de brasquages usés provenant de cuves d'électrolyse Hall-Héroult.**

(57) Le procédé de traitement des brasquages usés imprégnés de produits fluorés et de cyanures alcalins comportant un broyage des brasquages préalablement concassés en présence de chaux, la mise en suspension en milieu aqueux des produits ainsi broyés pour précipiter le flux sous forme de CaF_2 avec libération de soude, puis le chauffage de la suspension à une température $T > 140^\circ\text{C}$ en présence d'argile pour former après fixation de la soude libre des composés de synthèse insolubles du type feldspathoïde ou zéolite, enfin la séparation par filtration de la phase solide résultante qui peut être mise en décharge, de la phase liquide qui est recyclée pour former notamment une nouvelle suspension de brasquage broyé.

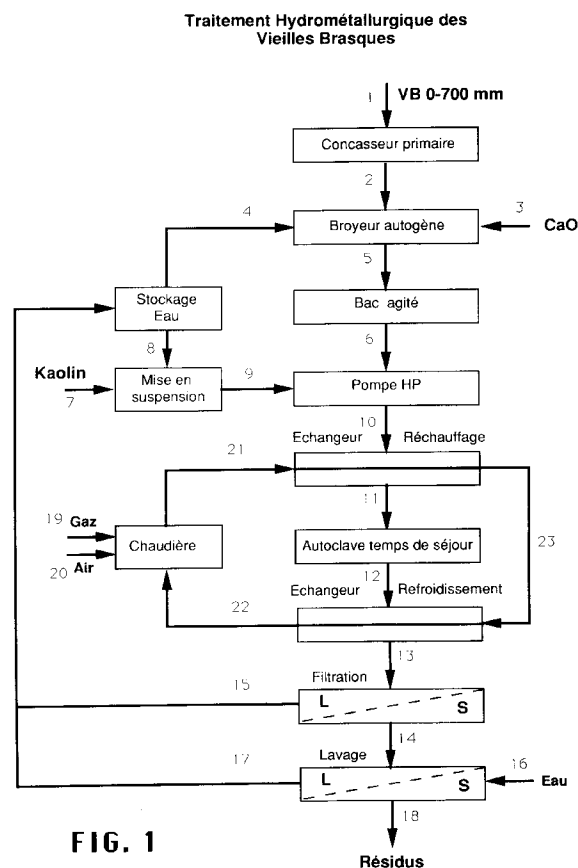


FIG. 1

DOMAINE TECHNIQUE DE L'INVENTION

L'invention concerne un procédé de traitement, par voie humide, de brasquages usés provenant notamment du démontage de cuves pour la production d'aluminium par électrolyse selon la technique Hall-Héroult. Il convient de rappeler qu'une usine de production d'aluminium de capacité 240000 t/an génère environ 4000 t/an de brasquages usés qui sont constitués par les blocs cathodiques carbonés, les joints et garnissages latéraux réalisés en pâte carbonée, mais également par l'ensemble des réfractaires et isolants disposés sur les parois latérales et le fond du caisson métallique formant la cuve d'électrolyse. Après usage, ces produits de garnissage sont fortement imprégnés de produits nocifs, tels que des fluorures sodiques ou sodo-alumineux solubles, et des cyanures qu'il faut insolubiliser ou détruire avant mise en décharge ou réutilisation.

ETAT DE LA TECHNIQUE

On connaît des procédés de traitement par voie thermique opérant généralement en lit fluidisé et basés soit sur une pyrohydrolyse à plus de 1000° C des brasquages usés selon US 4 065 551 Elkem, ou US 4 113 832 et US 4 116 809 Kaiser, soit sur une simple combustion à l'air ou en atmosphère oxydante des éléments carbonés, à une température d'environ 800° C, suffisante pour décomposer les cyanures sans provoquer de dégagement important des composés fluorés volatils... selon US 4 053 375 Reynolds ou selon l'article de L.C Blayden et S.G Epstein, Journal of Metals, Juillet 1984 page 24.

En fait tous les procédés et dispositifs utilisant la voie thermique sont limités dans leurs possibilités par la nature et la composition des brasquages à traiter. En effet, en raison de la fusion de certains composés eutectiques se formant au cours de la combustion, les particules de brasques ont une forte tendance à s'agglomérer. Il devient rapidement impossible d'éviter leur prise en masse et par suite d'entretenir un lit fluidisé, a fortiori un lit dense, si la combustion est réalisée par exemple en four tournant à temps de résidence important. Ce phénomène d'agglomération déjà sensible avec les charges de brasques constituées uniquement de produits carbonés est fortement accentué avec les charges contenant des oxydes réfractaires et notamment de la silice dont la teneur pondérale ne doit pas dépasser 3 ou 4%, comme il ressort de l'article de E.R Cutshall et L.O Daley, Journal of Metals, Novembre 1986, page 37 table II.

On connaît également des procédés de traitement de vieilles brasques par voie humide et notamment en milieu alcalin. Ces traitements consistent la plupart du temps en une lixiviation à la soude ou au carbonate de soude des brasquages carbonés préalablement triés et broyés en vue de solubiliser les composés fluorés sous forme de NaF et les composés alumineux sous forme d'aluminate de sodium soit pour valoriser séparément ces produits (US 4 113 831) soit pour les coprécipiter ensuite en présence de CO₂, à l'état de cryolithe (US 2 732 283-US 3 106 448). Ces formes de valorisation ne trouvent qu'un débouché limité aux sites de production d'aluminium avec surtout l'inconvénient, comme les procédés thermiques, de laisser sans solution le problème de l'insolubilisation avant stockage ou mise en décharge des résidus solides non carbonés.

L'insolubilisation des composés fluorés est plus facilement obtenue par lixiviation à la chaux des brasques broyées avec précipitation de CaF₂ et formation de soude qui passe en solution de même que certains composés contenant de l'alumine qui se transforme en AlO₂Na recyclable dans un procédé Bayer. Ainsi GB 2 056 425 réalise, après un broyage séparé des fractions carbonées et non carbonées, une valorisation distincte des produits insolubles après lixiviation à la chaux, avec notamment le recyclage des parties carbonées comme brasques et la récupération de CaF₂ comme source d'acide fluorhydrique. Si la critique précédente s'applique encore à ce type de procédé qui, bien que plus économique dans sa mise en oeuvre, reste tributaire des possibilités de recyclage des produits de lixiviation des seuls sites de production d'aluminium, il convient surtout de noter que l'insolubilisation des fluorures par précipitation à l'état de CaF₂ n'est jamais complète dès l'instant où la teneur en soude libre, produit de la réaction, devient suffisamment élevée pour réduire la solubilité des fluorures alcalins et notamment NaF dans la solution et par conséquent leur rendement de transformation en CaF₂. Ainsi l'on a pu détecter, lors des tests de contrôle d'insolubilisation par lixiviation des résidus insolubles, des teneurs en fluor sous forme de fluorures solubles pouvant atteindre jusqu'à 1% du poids des résidus interdisant toute mise en décharge des fractions non recyclées, en particulier la fraction non carbonée de ces résidus.

PROBLEME POSE

Sachant que les brasques usées contiennent des quantités importantes de dérivés fluorés (jusqu'à 200 kg de fluor contenu par tonne), des produits sodiques (jusqu'à 200 kg de Na contenu par tonne), des quantités non négligeables de cyanures (jusqu'à 10 kg par tonne) et que par ailleurs ces éléments nocifs pour l'environnement se retrouvent aussi bien dans la partie carbonée du garnissage interne de la cuve d'électrolyse que

dans la partie du briquetage silico-alumineux constituant le garnissage isolant thermique des cuves modernes, il s'est avéré nécessaire de concevoir un procédé industriel,

– capable de traiter dans des conditions économiques ces brasques usées quelle que soit leur composition et notamment leurs teneurs en silice et alumine.

5 – offrant toute sécurité pour l'environnement, c'est-à-dire assurant lors du traitement une décomposition totale des cyanures et une insolubilisation quasi complète des fluorures ainsi que des métaux alcalins liés.

OBJET DE L'INVENTION

10 Le procédé selon l'invention concerne un traitement d'insolubilisation par voie humide des brasquages usés en vue de leur stockage ou de leur mise en décharge. Ces brasquages de composition variable sont constitués de produits carbonés (30% à 50% en poids) mais aussi d'éléments réfractaires, généralement de type silico-alumineux, imprégnés de cyanures ($CN \leq 1\%$ en poids) de composés fluorés ($F \leq 20\%$) généralement alcalins, de sodium ($Na \leq 20\%$) principalement à l'état de NaF.

15 Plus précisément le procédé selon l'invention est un traitement par voie humide de brasquages usés, préalablement broyés, par attaque calcique en vue notamment d'insolubiliser à l'état de CaF_2 le fluor des composés d'imprégnation de ces brasquages caractérisé par les 3 étapes principales suivantes :

– on effectue un broyage, de préférence en milieu aqueux, des brasquages usés "tout venant" et préalablement concassés, en présence de chaux en quantité suffisante pour se combiner avec la totalité du fluor contenu, et l'on forme une suspension en milieu aqueux qui est maintenue sous agitation pendant un temps suffisant pour obtenir la précipitation sous forme de CaF_2 des fluorures alcalins avec libération de soude.

20 – On chauffe ensuite la suspension à une température $T > 140^\circ C$ en présence d'argile en quantité suffisante pour fixer la soude libre par formation d'un composé de synthèse insoluble, puis l'on refroidit la dite suspension,

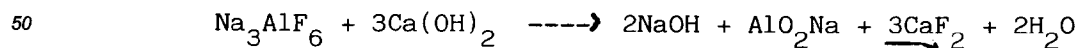
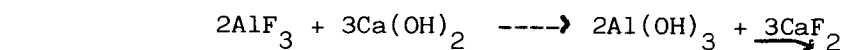
25 – on sépare le résidu solide, constitué par les éléments de brasquage non attaqués, le précipité de CaF_2 et le composé de synthèse insoluble, des eaux-mères et après lavage à l'eau le résidu est mis en décharge, alors que les eaux-mères et les eaux de lavage sont réunies pour être recyclées dans les deux premières étapes du procédé.

30 DESCRIPTION DE L'INVENTION

Le procédé selon l'invention repose sur le constat qu'il est possible de recombinaison, avec des produits d'addition peu coûteux et aisément disponibles, la quasi totalité du fluor des composés fluorés imprégnant les brasques usées ainsi que la soude libre produit de la réaction de caustification, pour former des composés insolubles facilement filtrables, alors que les composés restant solubles tels que les cyanures, généralement à l'état de cyanure de sodium, sont dissociés dans les conditions de température et de pression choisies pour réaliser ces réactions d'insolubilisation.

Pour atteindre ces résultats, il convient donc de respecter un certain nombre de conditions opératoires essentielles.

40 Ainsi les réactions de la chaux avec les principaux composés fluorés NaF, AlF_3 et Na_3AlF_6 conduisent systématiquement à la précipitation de CaF_2 comme par exemple :

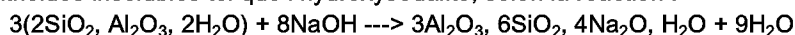


Il est nécessaire toutefois pour obtenir une précipitation quasi complète des ions fluor en CaF_2 d'utiliser un excès de chaux de 5 % à 25 % en poids par rapport aux quantités stoechiométriques.

55 Par ailleurs la soude libérée par l'attaque calcique des fluorures alcalins a tendance à réagir à chaud avec certains composés alumineux non solubles pour former de l'aluminate de sodium. Aussi est-il préférable de réaliser la lixiviation à la chaux à température $t < 80^\circ C$ et en milieu suffisamment dilué, de préférence avec une concentration en matière sèche inférieure à 500 g par litre de suspension.

Pour améliorer la cinétique des réactions qui s'effectuent donc à température relativement basse, il convient d'obtenir par broyage un grand état de division des brasquages préalablement concassés sous forme de blocs de dimension inférieure à 250 mm; de sorte que le mélange de particules de brasques et de chaux, une fois broyé, atteigne une granulométrie comprise entre 0 et 1 mm. Ce broyage est de préférence réalisé en milieu humide constitué par la liqueur recyclée issue du mélange des eaux-mères et des eaux de lavage, de sorte que CaF_2 précipité à la surface de grains de brasquages broyées est éliminé au fur et à mesure de sa formation évitant ainsi tout ralentissement ou blocage de la réaction au coeur des grains.

Dans l'étape suivante la fixation à chaud de la soude par une argile, pour former un composé de synthèse insoluble, est réalisée par exemple par de la kaolinite (2SiO_2 , Al_2O_3 , $2\text{H}_2\text{O}$) à l'état naturel de kaolin, avec formation de feldspathoïdes insolubles tel que l'hydroxysodalite, selon la réaction :



qui nécessite la mise en oeuvre d'au moins 2,42 kg de kaolinite par kg de soude libre.

La quantité de soude libre varie évidemment selon la composition chimique des brasquages et la proportion de brasques broyées dans la suspension. En pratique on règle l'ajout de kaolinite entre 0,12 et 0,20 kg par kg de suspension dont la composition pondérale, pour des teneurs en sodium dans les brasquages usés généralement comprises entre 10% et 15% en poids, varie dans les proportions suivantes :

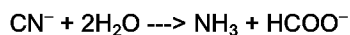
Brasquages broyés < 5 mm 20 à 30 %

Chaux éteinte 4 à 7 %

Eau ou liqueur recyclée 63 à 76 %

Outre la kaolinite il faut citer parmi les principales argiles utilisables l'illite et les smectites telles que la montmorillonite, la bentonite, qui par fixation de la soude libre conduisent à la formation d'un mélange de zéolites insolubles (l'analcime et la zéolite Na-Pt). D'une façon plus générale les mélanges ainsi formés sont des feldspathoïdes ou zéolites synthétiques.

A noter encore dans cette étape d'insolubilisation du sodium l'importance des temps de réaction compris entre 10 minutes et 4 heures et de préférence entre 30 minutes et 3 heures, mais surtout de la température de réaction qui doit être supérieure à 140°C et de préférence comprise entre 180°C et 250°C. L'augmentation de température favorise, d'une part la réaction dans le sens de la transformation de l'argile en composé de synthèse insoluble par fixation de soude libre, d'autre part la décomposition des cyanures par hydrolyse selon la réaction de base



L'augmentation de température favorise enfin la formation de précipités à texture "perméable" c'est-à-dire aisément filtrables et lavables.

On constate en effet dans l'étape finale de séparation par filtration du résidu solide des eaux-mères, l'excellente perméabilité du gâteau solide qui peut être lavé efficacement avec un volume d'eau relativement faible puisque le "wash ratio", c'est-à-dire le volume d'eau nécessaire au lavage rapporté au volume d'eau imprégnant le gâteau humide après essorage, est sensiblement voisin de 1. Après filtration et lavage, les eaux-mères et les eaux de lavage sont réunies pour former une liqueur faiblement alcaline qui est recyclée dans les deux premières étapes du procédé pour la préparation des suspension de brasques et de chaux d'une part et de kaolin d'autre part.

Le fait que le procédé ne génère aucun rejet liquide, puisqu'il perd un volume de liquide d'imprégnation dans le gâteau essoré équivalent au volume des eaux de lavage injectées, permet de s'affranchir du problème du stockage et du traitement spécifique des eaux de lavage excédentaires contenant les impuretés solubles. Dans le cas présent, la liqueur faiblement alcaline résultant de la réunion des eaux-mères et des eaux de lavage est donc entièrement recyclée.

Quant au résidu humide, il est soumis à un test de lixiviation selon la norme Française X 31-210 pour détermination des teneurs en cyanure, sodium et fluor; la teneur pondérale en CN devant rester inférieure à 0,01 % et la teneur en fluor devant rester inférieure à une limite qui varie, selon les normes nationales en vigueur, entre 0,05% et 0,3%.

Le tableau 1 ci-après résume les caractéristiques les plus significatives d'essais comparatifs de traitements en autoclave, pendant 3 heures, à des températures différentes 145°C, 180°C et 220°C de 3 échantillons de 2 kg d'une suspension de brasques broyées "tout venant" dont les teneurs en fluor et en sodium étaient respectivement de 10,1% et 14,9%. La composition pondérale des échantillons de 2 kg était de 0,47 kg de brasques de 0,1 kg de chaux éteinte et de 1,43 kg d'eau. La proportion de kaolin ajouté ensuite était de 0,15 kg par kg de suspension. La suspension après traitement en autoclave a été refroidie en dessous de 100°C et filtrée sous un vide de 500 mm Hg.

5

TABLEAU 1

10

15

20

25

30

35

40

N° Essai	1	2	3
Autoclavation T°C	145	180	220
Vitesse Filtration m/h	0,49	1,16	1,77
Wash ratio	1,9	1,5	1,4
Vitesse lavage m/h	0,58	1,1	1,43
Analyse filtrat Na ₂ O	22,1	11,4	5,3
g/l			
Liquueur Mère F	1,42	0,925	0,72
g/l			
Analyse filtrat Na ₂ O	11,6	7,6	3,6
g/l			
Eau lavage F	1,04	0,77	0,54
g/l			
Tonne résidu sec par			
m ² et par heure	0,13	0,21	0,29

45

On constate l'influence de l'augmentation de la température d'autoclavation, à la fois sur l'abaissement de la teneur en soude libre exprimée en Na₂O résultant d'un taux de transformation plus élevé en hydroxysodalite, à la fois sur l'accroissement des vitesses de filtration et de lavage et en définitive sur le tonnage de résidu à l'état sec qui peut être traité par m² de surface de filtration et par heure.

Dans le tableau 2 ci-après, sont rassemblés pour les trois mêmes essais, d'une part les résultats des contrôles de la répartition des polluants F et Na dans les résidus solides et dans les liqueurs recyclées (eaux-mères + eaux de lavage), d'autre part les résultats des tests de lixiviation sur résidus secs selon norme F.X31-210.

55

TABLEAU 2

5

10

15

20

25

30

35

N° ESSAI	1	2	3
TEMPERATURE ° C	145	180	220
Résidu F %	93,07	95,55	96,94
Liqueur F %	6,93	4,45	3,06
Résidu Na %	57,28	77,55	90,02
Liqueur Na %	42,72	22,45	9,98
Lixiviation résidu sec			
Teneur en éléments li-			
xiviables			
F %	0,11	0,09	0,1
Na %	0,17	0,18	0,18
CN %	0,01	0,01	0,01

40

Il se confirme que pour des températures d'autoclavation supérieures à 200°C les teneurs en fluor et surtout en sodium dans le résidu insoluble augmentent alors qu'à l'inverse elles décroissent dans la liqueur en raison notamment d'un meilleur taux de transformation en hydroxysodalite. Quant aux tests de lixiviation sur résidus secs ils sont satisfaisants en particulier en ce qui concerne les cyanures.

45

MISE EN OEUVRE DU PROCEDE

L'invention sera mieux comprise par la description de sa mise en oeuvre industrielle selon l'exemple ci-après et en faisant référence au schéma de procédé de la figure 1.

50

Trois tonnes de vieilles brasques venant du débrasquage à sec de cuves d'électrolyse de l'aluminium constituant un mélange tout-venant 1 (réfractaire silico alumineux + blocs carbonés) de granulométrie 0-700mm sont concassées donnant un produit 2 de granulométrie 0-250mm dont les teneurs en fluor, sodium, silicium et cyanures sont respectivement 9,2 %, 14,6 %, 11,1 % et 0,12 %.

55

On alimente alors un broyeur autogène simultanément avec le produit concassé 2 à raison de 1t/h, de la chaux vive 3 (granulométrie 0-10mm) à raison de 0,25 t/h, de la liqueur recyclée 4 à raison de 4,0m³ /h. Le broyeur autogène fonctionne en circuit fermé sur un crible à maille de 1 mm. La suspension obtenue 5 est stockée dans un bac agité pendant une durée moyenne de 1 heure.

Parallèlement, on prépare une suspension à 500g/l de kaolin brut 7 dans de la liqueur recyclée 8. Une pompe haute pression refoule sous 35 bars (3,5 MPa) le mélange des suspensions de vieilles brasques broyées

avec de la chaux soit 4,6 m³/h et de kaolin 9 soit 1,9 m³/h dans une installation de traitement sous pression qui comprend :

- un échangeur monotubulaire de réchauffage 11 où la suspension est portée à 220°C.
- Un autoclave de temps de séjour (1 heure) non chauffé et calorifugé 12.
- Un échangeur monotubulaire de refroidissement 13 où la suspension est refroidie à 100°C.

Un fluide caloporteur tourne en circuit fermé entre les deux échangeurs et une chaudière où un appoint d'énergie thermique est effectué 21, 22 et 23.

La suspension refroidie 13 est ensuite filtrée et le gâteau formé est lavé sur filtre à bande. Les eaux-mères 15 et les eaux de lavage 17 représentant un total de 5,5 m³/h sont réunies dans un bac de stockage pour former la liqueur recyclée 4 et 6. L'eau de lavage 16 soit 3,1 m³/heure compense la perte d'eau par imprégnation du résidu.

Le bilan des liquides et solides circulant au poste filtration lavage peut être résumé ainsi :

volume horaire entrant : suspension+eaux de lavage = 6,5 + 3,1 = 9,6 m³/h

volume horaire sortant : EM et Eaux Lavage+résidu humide=5,5+4,1 =9,6 m³/h.

A noter que le résidu humide a un poids total de 5,5 tonnes dont 3,1 tonnes d'eau.

Le contrôle de la répartition du fluor et du sodium dans le résidu et la liqueur (eaux-mères + eaux de lavage) indiquait :

Résidu F % : 97,2

Résidu Na % : 91,2

Liqueur F % : 2,8

Liqueur Na % : 8,8

Par ailleurs le test de lixiviation sur échantillons de résidus lavés et séchés à l'étuve a donné les résultats suivants :

F % : 0,09

Na % : 0,17

CN % : < 0,01

Ces résultats confirment l'efficacité de ce procédé d'insolubilisation et de piégeage des polluants, qui par ailleurs permet de traiter industriellement des quantités significatives (1,5 T/heure) de brasquages usés dans des conditions économiques tout à fait favorables compte tenu de la possibilité de s'affranchir de traitement spécifique des eaux de lavage qui sont intégralement recyclées, et de l'emploi de réactifs à bon marché, aisément disponibles, comme le kaolin et la chaux.

Revendications

1) Procédé de traitement par voie humide de brasquages usés, préalablement broyés, par attaque calcique en vue notamment d'insolubiliser à l'état de CaF₂ le fluor des composés d'imprégnation caractérisé par les trois étapes principales suivantes :

– On effectue un broyage des brasquages usés "tout venant" préalablement concassés, en présence de chaux en quantité suffisante pour se combiner avec la totalité du fluor contenu, et l'on forme une suspension en milieu aqueux qui est maintenue sous agitation pendant un temps suffisant pour obtenir la précipitation sous forme de CaF₂, avec libération de soude, des fluorures alcalins.

– On chauffe ensuite la suspension à une température T > 140° C, en présence d'argile en quantité suffisante pour fixer la soude libre par formation d'un composé de synthèse insoluble, puis l'on refroidit ladite suspension.

– On sépare le résidu solide, constitué par les éléments de brasquage non attaqués ainsi que par le précipité de CaF₂ et le composé de synthèse insoluble, des eaux-mères et après lavage à l'eau le résidu est mis en décharge alors que les eaux-mères et les eaux de lavage sont réunies pour être recyclées dans les deux premières étapes du procédé.

2) Procédé de traitement selon revendications 1 caractérisé en ce que les teneurs pondérales en cyanure, fluor et sodium dans les brasquages usés sont respectivement CN ≤ 1 %, F ≤ 20 %, Na ≤ 20 %.

3) Procédé de traitement selon la revendication 1, caractérisé en ce que la granulométrie des brasquages usés concassés est comprise entre 0 et 250 mm.

4) Procédé de traitement selon la revendication 1, caractérisé en ce que le mélange de particules de brasquages usés et de chaux après broyage a une granulométrie comprise entre 0 et 1 mm.

5) Procédé de traitement selon la revendication 1, caractérisé en ce que le broyage des brasquages usés et préalablement concassés, est effectué en milieu aqueux.

6) Procédé de traitement selon la revendication 1, caractérisé en ce que la quantité de chaux mise en oeuvre pour précipiter les ions fluor en CaF_2 est supérieure de 5 % à 25 % en poids à la quantité stoechiométrique.

7) Procédé de traitement selon l'une quelconque des revendications 1, 4, 5 ou 6, caractérisé en ce que la suspension est généralement constituée, en proportions pondérales, par 20 à 30 % de brasquages broyés de 4 à 7 % de chaux et de 63 à 76 % d'eau.

8) Procédé de traitement selon l'une quelconque des revendications 1 ou 7, caractérisé en ce que la température de la suspension, maintenue sous agitation après broyage, est inférieure à 80° C.

9) Procédé de traitement selon l'une quelconque des revendications 1, 7 ou 8 caractérisé en ce que l'argile ajoutée à la suspension est choisie dans le groupe de l'illite, de la kaolinite, des smectites.

10) Procédé de traitement selon la revendication 9, caractérisé en ce que la kaolinite (2SiO_2 , Al_2O_3 , $2\text{H}_2\text{O}$) à l'état naturel de kaolin, est ajoutée à la suspension dans la proportion pondérale de 0,12 à 0,20 kg par kg de kaolinite par kg de suspension.

11) Procédé de traitement selon la revendication 9 ou 10 caractérisé en ce que la quantité de kaolinite mise en oeuvre est au moins de 2,42 kg par kg de soude libre dans la suspension.

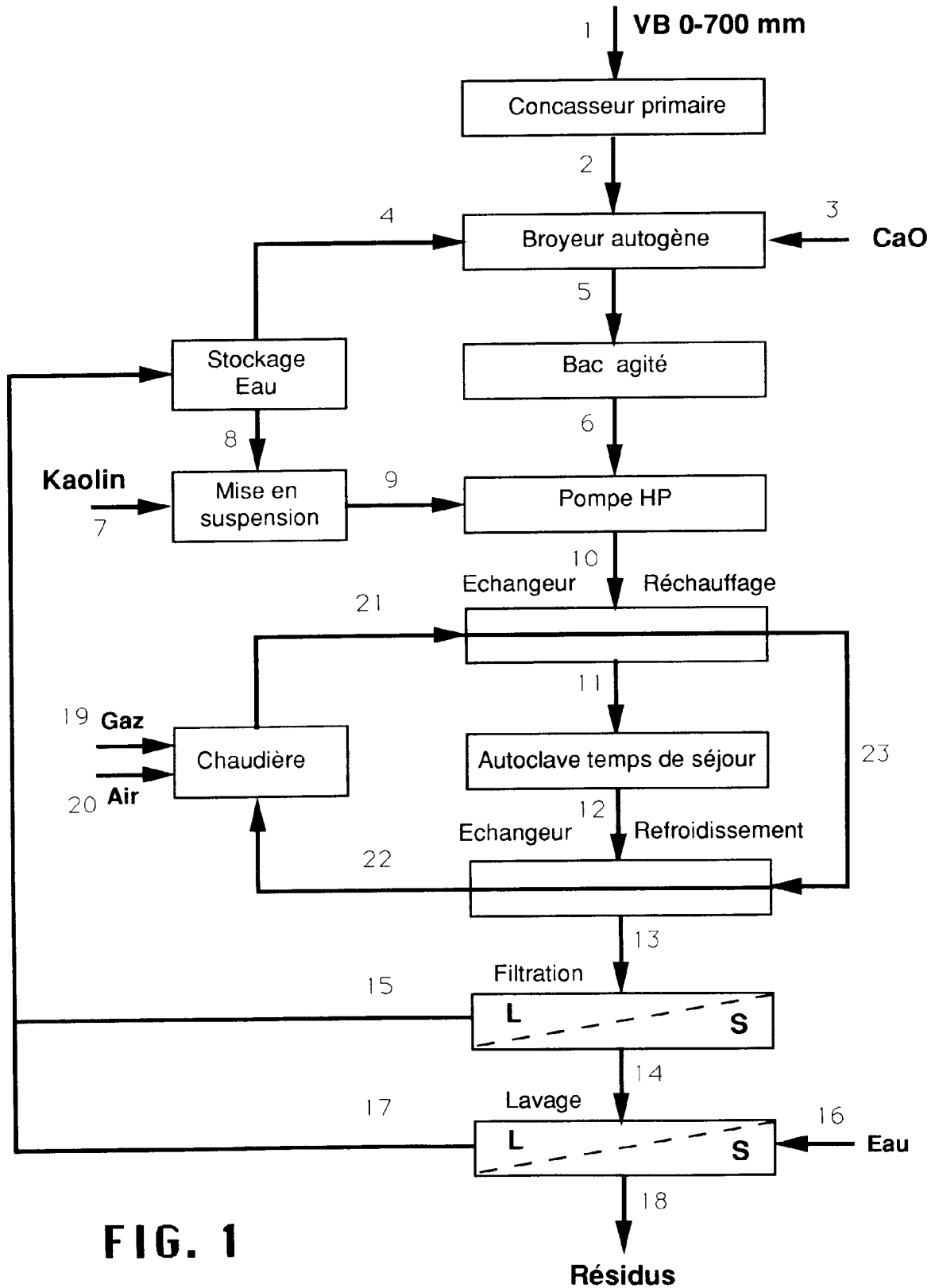
12) Procédé de traitement selon l'une quelconque des revendications 1 et 9 à 11, caractérisé en ce que la suspension additionnée de kaolin est chauffée à la température T de préférence comprise entre 180°C et 250°C.

13) Procédé de traitement selon l'une quelconque des revendications 1 et 9 à 12, caractérisé en ce que la suspension additionnée de kaolin est chauffée à la température T entre 10 minutes et 4 heures et de préférence entre 30 minutes et 3 heures.

14) Procédé de traitement selon la revendication 1, caractérisé en ce que le résidu solide est lavé avec un volume d'eau équivalent au volume d'eau d'imprégnation retenue dans ce résidu solide.

15) Procédé de traitement selon la revendication 1 ou 14, caractérisé en ce que les eaux-mères et les eaux de lavage sont réunies pour former une liqueur faiblement alcaline qui est recyclée dans les deux premières étapes du procédé pour former les suspensions de brasques et de chaux d'une part et de kaolin d'autre part.

Traitement Hydrométallurgique des Vieilles Brasques





Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numero de la demande

EP 91 42 0402

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl.5)
A	EP-A-0 117 761 (ALCAN INTERNATIONAL) * le document en entier *	1-3,6	A62D3/00 C01B7/19 C25C3/08
D,A	GB-A-2 056 425 (ALCAN R & D) * page 1, ligne 22 - ligne 33 * * page 2, ligne 35 - ligne 60 *	1-3,6	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.5)
			A62D C25C
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 12 FEVRIER 1992	Examineur FLETCHER A, S.
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant			

EPO FORM 1503 (01.82 (P0402))