

A1

**DEMANDE  
DE BREVET D'INVENTION**

(21)

**N° 79 24323**

(54) Condenseur pour la séparation des substances solides contenues dans les mélanges vapeurs-gaz et les pulpes formés lors de la fabrication de métaux des terres rares par chloration.

(51) Classification internationale (Int. Cl.<sup>3</sup>). B 01 D 5/00; C 01 G 23/02; C 22 B 34/12.

(22) Date de dépôt..... 28 septembre 1979.

(33) (32) (31) Priorité revendiquée :

(41) Date de la mise à la disposition du  
public de la demande..... B.O.P.I. — « Listes » n° 15 du 10-4-1981.

(71) Déposant : ZAPOROZHSKY TITANO-MAGNIEVY KOMBINAT et VSESOJUZNY NAUCHNO-  
ISSLEDOVATELSKY I PROEKTNY INSTITUT TITANA, résidant en URSS.

(72) Invention de : V. N. Kalmykov, V. A. Musiiko, L. P. Khlopkov, S. I. Gashenko, A. A. Rogatkin,  
G. I. Silakov et V. F. Shipilov.

(73) Titulaire : *Idem* (71)

(74) Mandataire : Cabinet Z. Weinstein,  
20, av. de Friedland, 75008 Paris.

La présente invention concerne la métallurgie et plus précisément la fabrication des métaux des terres rares par chloration, et a notamment pour objet un condenseur pour la séparation des substances solides se trouvant dans des mélanges  
5 vapeurs-gaz et dans des pulpes. Le condenseur faisant l'objet de l'invention peut être appliqué notamment dans la fabrication de titane par chloration.

Dans la fabrication des métaux des terres rares par chloration, on obtient un mélange vapeurs-gaz à haute température, contenant  
10 des vapeurs de chlorures, par exemple de titane, d'aluminium, de silicium, de manganèse, etc., et entraînant des particules de matière première non chlorée, ainsi que des pulpes de deux genres : une pulpe se présentant sous la forme d'une suspension de substances solides, principalement de chlorures, déposés dans un  
15 mélange de chlorures liquides, et une pulpe obtenue au cours de l'épuration des chlorures liquides. La seconde de ces pulpes contient des constituants de valeur séparés des chlorures liquides, par exemple du vanadium, du tantale, du niobium, et des constituants employés pour l'épuration des chlorures liquides, par exemple du  
20 cuivre.

On connaît un condenseur pour la séparation des substances solides du mélange vapeurs-gaz et des pulpes se formant lors de la fabrication des métaux des terres rares par chloruration, se présentant sous la forme d'un corps cylindrique vertical à fond  
25 conique. Le corps est partagé par une cloison verticale n'atteignant pas le fond conique, ce qui forme une cavité en U à l'intérieur du condenseur.

A la partie supérieure de l'une des branches de la cavité en U (sa branche d'entrée), il y a des tubulures pour l'admission  
30 du mélange vapeurs-gaz et de la pulpe, et à la partie supérieure de la seconde branche de la cavité en U il y a une tubulure pour la sortie du mélange vapeurs-gaz débarrassé des substances solides. A la partie inférieure du fond conique du corps est montée une tubulure pour le soutirage des substances solides.

35 Quand le condenseur connu est utilisé dans la fabrication du titane, le mélange vapeurs-gaz admis dans la branche d'entrée de

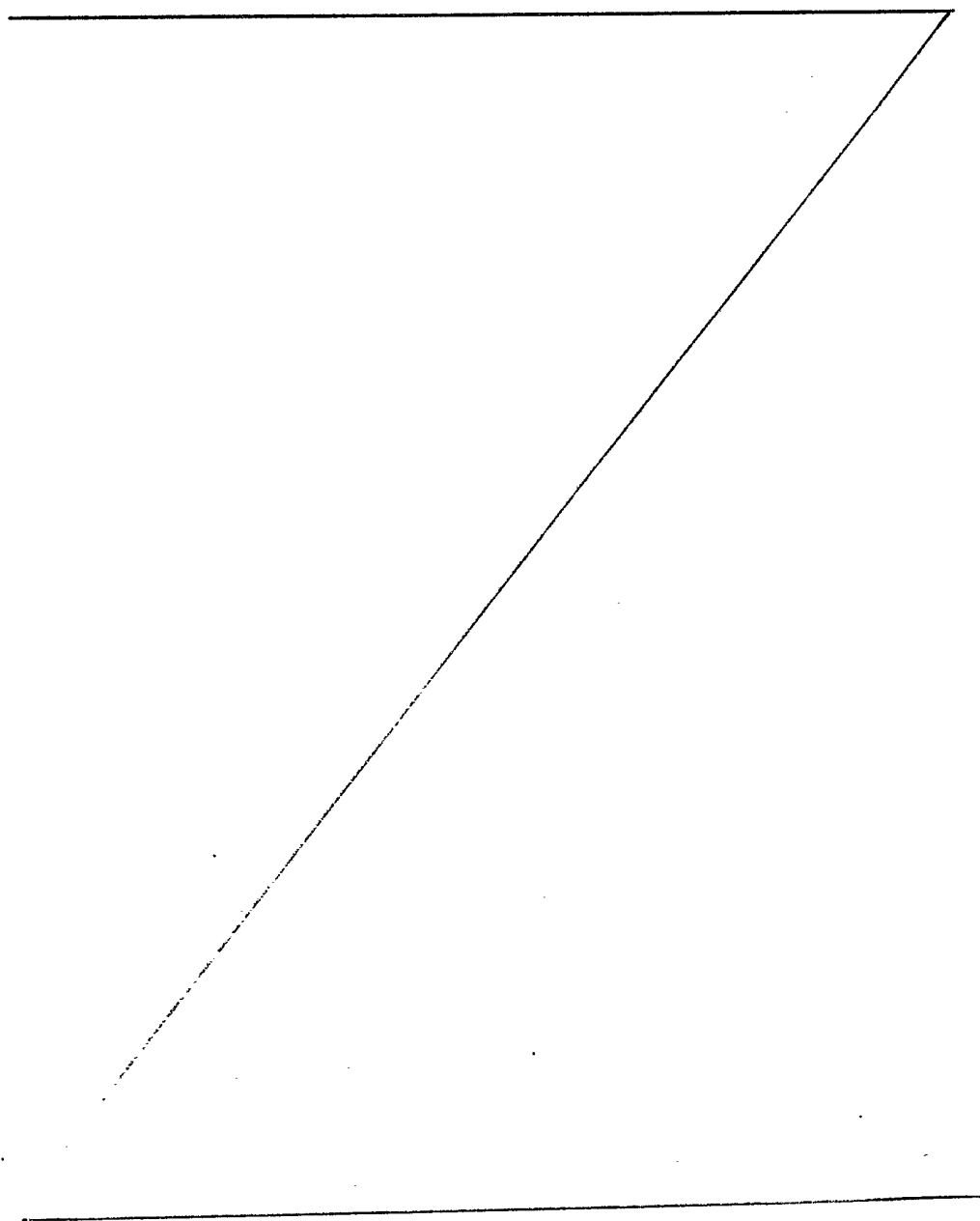
la cavité en U du condenseur a une température de 700 à 1000°C et entraîne des particules de matière première non chlorée. Le mélange vapeurs-gaz cède une partie de sa chaleur au milieu ambiant (à l'air) à travers les parois extérieures du corps. Une certaine partie du mélange vapeurs-gaz, à savoir, les chlorures de fer, de calcium, de manganèse, etc., se transforment en substances solides. Quand la veine de mélange vapeurs-gaz change de direction en contournant la cloison, les substances solides à partir du mélange vapeurs-gaz sont rejetées par la force centrifuge sur le fond conique du corps ; elles sont ensuite soutirées à travers la tubulure de ce fond. Le mélange vapeurs-gaz se condense partiellement sur les parois froides et la cloison du corps du condenseur, et les substances solides se déposent partiellement sur les parois et la cloison en y formant un garnissage qui s'oppose à l'extraction de la chaleur. Quand l'épaisseur du garnissage dépasse 30 mm, l'extraction de la chaleur se trouve fortement réduite et le rendement du condenseur diminue de 1,5 à 2 fois. Pour débarrasser les parois du garnissage, on débranche le condenseur du circuit de condensation. Ces arrêts du condenseur abaissent le rendement du circuit de condensation. Le processus de nettoyage est lié à de grandes dépenses de main d'oeuvre pour des travaux manuels dans des conditions pénibles. La pollution des postes de travail par la poussière et les gaz augmente, ce qui abaisse la productivité totale du travail.

La pulpe obtenue lors de la fabrication des métaux des terres rares est injectée dans le condenseur, dans la veine de mélange vapeurs-gaz, à travers une tubulure d'admission de la pulpe.

La partie liquide de la pulpe est évaporée par la chaleur fournie par le mélange vapeurs-gaz et, en association avec ce mélange, sort du condenseur. Les constituants solides de la pulpe se déposent sur le fond conique du condenseur et en sont soutirés à travers la tubulure de soutirage des substances solides.

Toutefois, le condenseur connu n'est avantageux que pour le traitement des pulpes ne contenant pas de constituants solides de valeur. Dans le cas contraire, ces constituants se mélangent

- aux autres substances solides séparées dans le condenseur et sont perdues, car leur extraction des poussières obtenues dans le condenseur est coûteuse et désavantageuse. Pour cette raison, le traitement des pulpes contenant des
- 5 constituants solides de valeur doit être exécuté dans des fours et des dispositifs spéciaux.



Afin que toute la pulpe s'évapore, il convient de l'injecter dans le condenseur par petites doses, en la pulvérisant d'une manière sûre, ce qui est difficile à réaliser. Dans le cas contraire, le chlorure liquide mouille la poussière déposée sur le fond du condenseur et le soutirage de cette poussière devient difficile.

En outre, l'évaporation du liquide de la pulpe s'accompagne d'une évaporation de substances qui polluent le mélange vapeurs-gaz par des impuretés nuisibles qui doivent ensuite être de nouveau éliminées.

On s'est donc proposé de créer un condenseur pour la séparation des substances solides du mélange vapeurs-gaz et des pulpes se formant lors de la fabrication des métaux des terres rares par chloration, qui assurerait le traitement de tous genres de pulpes grâce à la chaleur du mélange vapeurs-gaz, le soutirage des substances solides contenant les constituants de valeur s'effectuant séparément des autres chlorures solides.

Ce problème est résolu du fait que le condenseur pour la séparation des substances solides du mélange vapeurs-gaz et des pulpes se formant lors de la fabrication des métaux des terres rares par chloration, du type comprenant un corps cylindrique vertical avec un fond conique et une cloison transversale verticale fixée à l'intérieur dudit corps et n'atteignant pas ledit fond, de sorte que l'espace intérieur du corps cylindrique se présente sous la forme d'une cavité en U, des tubulures pour l'admission du mélange vapeurs-gaz et de la pulpe, montées à la partie supérieure de la branche d'entrée de la cavité en U, une tubulure pour la sortie du mélange vapeurs-gaz débarrassé des substances solides, montée à la partie supérieure de la branche de sortie de la cavité en U, ainsi qu'une tubulure pour le soutirage des substances solides, montée à la partie inférieure du fond conique, est caractérisé, suivant l'invention, en ce que la cloison transversale est constituée par deux saillies verticales intérieures prévues sur la paroi du corps cylindrique et par un tambour vertical tournant adjacent à ces saillies par sa surface extérieure, ce tambour étant doté d'une tubulure pour l'admission

sur sa paroi intérieure de la pulpe contenant les métaux des terres rares, d'un dispositif pour la répartition de la pulpe admise sur sa paroi intérieure et pour le nettoyage de cette paroi, ainsi que d'une tubulure pour le soutirage des substances solides à la partie inférieure dudit tambour et d'un moyen pour l'évacuation des vapeurs se trouvant dans celui-ci, la tubulure pour l'admission de la pulpe, située sur la branche d'entrée de la cavité en U, étant orientée vers la surface extérieure du tambour tournant.

Le condenseur ainsi réalisé permet d'utiliser la chaleur du mélange vapeurs-gaz pour l'évaporation séparée de la pulpe contenant des métaux des terres rares, et de la pulpe ne contenant pas de tels constituants, en assurant en même temps la collecte séparée des constituants solides séparés de ces pulpes, ce qui permet d'utiliser les substances solides contenant des métaux des terres rares séparées de la pulpe pour en extraire le vanadium, le tantale et d'autres métaux rares. L'évaporation séparée des pulpes permet d'évacuer les vapeurs contenant des substances de valeur, non seulement conjointement avec le mélange vapeurs-gaz débarrassé des particules solides, mais aussi séparément.

Etant donné que la pulpe admise sur la paroi du tambour tournant se répartit sur cette paroi en un film mince, la surface d'évaporation de la pulpe s'accroît, d'où un accroissement du rendement de tout le circuit de condensation.

Le dispositif pour la répartition de la pulpe admise sur la paroi intérieure du tambour et pour le nettoyage de cette paroi peut être constitué par des brosses verticales fixes, montées à l'intérieur du tambour et contactant sa paroi intérieure suivant des génératrices de celle-ci.

De telles brosses, tout en étant de conception simple, répartissent bien la pulpe sur la paroi du tambour tournant et nettoient efficacement sa surface en la débarrassant de la couche solide séchée.

Le dispositif pour la répartition de la pulpe admise sur la paroi intérieure du tambour et pour le nettoyage de cette paroi

peut aussi être constitué par des brosses fixées sur les spires d'une vis d'Archimède montée à l'intérieur du tambour. L'avantage d'une telle solution constructive consiste en ce que le dispositif, en répartissant la pulpe, peut la retenir plus longtemps à la partie supérieure, plus chaude, du tambour tournant, ce qui accélère l'évaporation.

Il est souhaitable de monter sur les arêtes longitudinales des saillies intérieures, adjacentes à la surface extérieure du tambour, des couteaux pour la répartition de la pulpe et le nettoyage de cette surface du tambour.

Dans le condenseur conforme à l'invention, la plus grande partie de la chaleur du mélange vapeurs-gaz est prélevée par la paroi du tambour et non par les parois du corps ; le garnissage qui s'accumule donc principalement sur la paroi du tambour en est enlevé par les couteaux pendant la marche du condenseur, ce qui permet d'augmenter le rendement du condenseur, de supprimer les travaux manuels de nettoyage s'effectuant dans des conditions pénibles, dans une atmosphère polluée par les gaz, et d'améliorer les conditions sanitaires à l'endroit où est installé le condenseur.

En outre, en réglant les couteaux à la distance requise par rapport à la surface du tambour, on peut y laisser un garnissage d'épaisseur prédéterminée, ce qui permet de protéger la surface du tambour contre l'action du chlore chaud s'échappant avec le mélange vapeurs-gaz.

Il est avantageux de réaliser la paroi du tambour tournant creuse, et de la doter de tubulure pour l'admission et l'évacuation d'un agent de refroidissement. Ceci permet d'avoir une température constante à la surface de la paroi du tambour, et, par conséquent, d'évaporer la pulpe de façon à en chasser seulement les constituants dont la température d'ébullition est plus basse que la température de la paroi du tambour tournant.

L'invention sera mieux comprise et d'autres buts, détails et avantages de celle-ci apparaîtront mieux à la lumière de la description explicative qui va suivre de différents modes de réalisation donnés uniquement à titre d'exemples non limitatifs avec références aux dessins non limitatifs annexés dans lesquels :

- la figure 1 représente une vue en coupe longitudinale du condenseur proposé pour la séparation des substances solides du mélange vapeurs-gaz et des pulpes dans la fabrication des métaux des terres rares par chloration ;

5       - la figure 2 représente une vue en coupe suivant II-II de la figure 1 ;

- la figure 3 représente une vue en coupe suivant III-III de la figure 1 ;

10       - la figure 4 représente, en coupe longitudinale, une variante de réalisation du condenseur conforme à l'invention ;

- la figure 5 représente une vue en coupe longitudinale d'une variante de réalisation du dispositif pour la répartition de la pulpe admise sur la paroi intérieure du tambour du condenseur et pour le nettoyage de cette paroi, conforme à l'invention.

15       Le condenseur pour la séparation des substances solides du mélange vapeurs-gaz et des pulpes se formant au cours de la fabrication des métaux des terres rares par chloration, comprend un corps cylindrique vertical 1 (figure 1) avec un fond conique 2. A l'intérieur du corps 1 est placée une cloison transversale  
20       verticale, n'atteignant pas le fond 2 et constituée par deux saillies verticales intérieures 3 (figure 2) formées sur le corps 1 et un tambour tournant vertical 4, adjacent à ces saillies 3 par sa surface extérieure. Le tambour 4 est fixé par des rayons 5 (figures 1,3) sur un arbre 6 (figure 1) entraîné en rotation par  
25       une commande 7. La cloison transversale verticale constituée par les saillies 3 (figure 2) et le tambour 4 (figure 1) partage l'espace intérieur du corps 1 de façon à former une cavité en U. A la partie supérieure de la branche d'entrée de la cavité en U, sont disposées une tubulure 8 pour l'admission du mélange  
30       vapeurs-gaz et une tubulure 9 pour l'admission de la pulpe ne contenant pas de métaux des terres rares. La tubulure 9 est orientée vers la surface extérieure du tambour 4. A la partie supérieure de la branche de sortie de la cavité en U est montée une tubulure 10 pour l'évacuation du mélange vapeurs-gaz  
35       débarrassé des substances solides. A la partie inférieure du fond conique 2 du corps 1 est montée une tubulure 11 pour le soutirage des substances solides. Sur le corps 1, au-dessus de



l'enceinte du tambour 4, est fixée une tubulure 12 pour l'admission de la pulpe contenant des métaux des terres rares sur la surface intérieure du tambour 4. Pour évacuer du tambour 4 les vapeurs s'y formant lors de l'évaporation de la pulpe, il est  
5 prévu un moyen d'évacuation des vapeurs, constitué par une tubulure 13 disposée au-dessus de tambour 4.

Suivant une variante de réalisation de l'invention, quand il n'est pas nécessaire d'évacuer du tambour les vapeurs séparément du mélange vapeurs-gaz épuré, le moyen pour l'évacuation des  
10 vapeurs peut être un orifice 14 (figure 4) réalisé dans la paroi du tambour 4a. La paroi du tambour 4a est réalisée creuse et dotée d'une tubulure 15 pour l'admission d'un agent de refroidissement dans sa cavité et d'une tubulure 16 pour l'évacuation de l'agent  
de refroidissement.

15 A l'intérieur du tambour 4 (figure 1), ainsi qu'à l'intérieur du tambour 4a (figure 4), est placé un dispositif pour la répartition de la pulpe admise sur la paroi intérieure du tambour et pour le nettoyage de cette paroi.

Ce dispositif peut être constitué par des brosses verticales  
20 fixes 17 (figure 1) adjacentes à la paroi intérieure du tambour 4 et disposées suivant des génératrices de celle-ci. Les brosses 17 répartissent la pulpe en une couche mince sur la surface intérieure du tambour 4 et débarrassent cette paroi des substances solides se formant par suite de l'évaporation de la  
25 pulpe.

Ce dispositif peut aussi être constitué par des brosses 18 (figure 5) fixées sur les spires d'une vis d'Archimède 19 placée à l'intérieur du tambour 4.

Pour le soutirage des substances solides du tambour 4, il est  
30 prévu une tubulure 20 (figure 1) montée sous la partie inférieure du tambour 4. La tubulure 20 comporte à sa partie supérieure un évasement conique s'engageant sur le tambour 4, et est rigidement fixé au corps 1.

35 Sur les arêtes longitudinales des saillies 3, adjacentes à la surface extérieure du tambour tournant 4, sont montés des couteaux 21 (figure 2) pour la répartition de la pulpe et pour débarrasser

cette surface du tambour tournant 4 des substances solides s'y déposant lors de l'évaporation de la pulpe et s'y formant par condensation directe à partir du mélange vapeurs-gaz.

5 Le fonctionnement du condenseur faisant l'objet de l'invention va maintenant être décrit, à titre d'exemple, en relation avec la fabrication de titane, étant bien entendu que l'invention n'est nullement limitée à la seule fabrication de ce métal.

10 Le mélange vapeurs-gaz, obtenu par suite de la chloration d'une matière première titanifère et ayant une température de 700 à 1000°C, arrive par la tubulure 8 (figure 1) dans le corps 1. Une partie de la chaleur du mélange vapeurs-gaz est dissipée dans le milieu ambiant à travers la paroi extérieure du corps 1, tandis qu'une autre chauffe la paroi du tambour tournant 4 ou bien l'agent de refroidissement circulant dans la paroi creuse du  
15 tambour 4a (figure 4). Cet agent de refroidissement peut avantageusement être constitué par les chlorures liquides condensés au cours de la fabrication. La veine de mélange vapeurs-gaz contourne la cloison constituée par les saillies 3 (figure 2) et le tambour 4, et sort du corps 1 à travers la  
20 tubulure 10 (figure 1). Quand la veine change de direction en contournant la cloison, les particules solides de matière première titanifère non chlorée, entraînées par le mélange vapeurs-gaz et condensées au cours du refroidissement (chlorures d'aluminium, de silicium et autres), se déposent sur le fond conique 2 et  
25 sont soutirées du corps 1 à travers la tubulure 11.

A travers la tubulure 9, on injecte sur la paroi extérieure du tambour 4 la pulpe se présentant sous la forme d'une suspension de substances solides, principalement de chlorures déposés dans le mélange de chlorures liquides. Les couteaux 21 (figure 2)  
30 répartissent la pulpe sur la surface du tambour 4 en une couche mince et la chaleur du mélange vapeurs-gaz fait évaporer cette pulpe. Les substances solides restées après l'évaporation de la pulpe, ainsi que celles déposées sur la surface extérieure du tambour 4 sous forme de sublimés résultant de la condensation du  
35 mélange vapeurs-gaz, sont détachées par ces mêmes couteaux 21 et se déversent sur le fond conique 2, d'où elles sont soutirées à

travers la tubulure 11.

5 A travers la tubulure 12, on injecte sur la surface intérieure du tambour 4 la pulpe obtenue lors de l'épuration des chlorures liquides et contenant des constituants de valeur, par exemple du vanadium, du titane, du niobium, ainsi que des constituants, tels  
10 que le cuivre, utilisés pour l'épuration des chlorures liquides. Les brosses 17 ou 18 (figure 5) répartissent la pulpe en une couche mince sur la paroi intérieure du tambour 4, chauffée par la chaleur du mélange vapeurs-gaz, et la pulpe s'évapore. Les  
15 substances solides résultant de l'évaporation de la pulpe sont détachées par les brosses 18 et 17 (figure 1) de la paroi du tambour 4 et tombent dans la tubulure 20, à travers laquelle elles sont soutirées du corps 1 du condenseur, séparément des substances solides soutirées à travers la tubulure 11 ; elles  
20 peuvent ainsi être envoyées à la transformation, pour l'extraction de constituants de valeur.

Les vapeurs se formant lors de l'évaporation de la pulpe dans le tambour 4 en sont évacuées à travers la tubulure 13 et  
25 transmises à la condensation autonome, ou bien elles sortent du tambour 4a (figure 4) à travers l'orifice 14 et arrivent dans le corps 1 où elles se mélangent avec le mélange vapeurs-gaz pour ensuite être évacuées avec celui-ci à travers la tubulure 10.

Bien entendu, l'invention n'est nullement limitée aux modes de réalisation décrits et représentés qui n'ont été donnés qu'à  
30 titre d'exemple. En particulier, elle comprend tous les moyens constituant des équivalents techniques des moyens décrits ainsi que leurs combinaisons, si celles-ci sont exécutées suivant son esprit et mises en oeuvre dans le cadre des revendications qui suivent.

REVENDICATIONS

1. Condenseur pour la séparation des substances solides  
contenues dans les mélanges vapeurs-gaz et les pulpes formés lors  
5 de la fabrication de métaux des terres rares par chloration, du  
type comprenant un corps cylindrique vertical à fond conique et  
une cloison transversale verticale fixée à l'intérieur dudit corps  
et n'atteignant pas ledit fond de manière que l'espace intérieur  
du corps cylindrique se présente sous la forme d'une cavité en U,  
10 des tubulures pour l'admission du mélange vapeurs-gaz et de la  
pulpe, montées à la partie supérieure de la branche d'entrée de la  
cavité en U, une tubulure pour la sortie du mélange vapeurs-gaz  
débarrassé des substances solides, montée à la partie supérieure  
de la branche de sortie de la cavité en U, ainsi qu'une tubulure  
15 pour le soutirage des substances solides, montée à la partie  
inférieure du fond conique, caractérisé en ce que la cloison  
transversale intérieure du corps cylindrique est constituée par  
deux saillies verticales intérieures formées sur la paroi dudit  
corps et par un tambour vertical tournant adjacent à ces saillies  
20 par sa surface extérieure et muni d'une tubulure pour l'admission  
sur sa paroi intérieure de la pulpe contenant les métaux des terres  
rares, d'un dispositif pour la répartition de la pulpe sur la  
paroi intérieure dudit tambour et pour le nettoyage de cette  
paroi, ainsi que d'une tubulure pour le soutirage des substances  
25 solides à sa partie inférieure et d'un moyen pour l'évacuation  
des vapeurs dudit tambour, la tubulure pour l'admission de la  
pulpe, située sur la branche d'entrée de la cavité en U, étant  
orientée vers la surface extérieure dudit tambour.

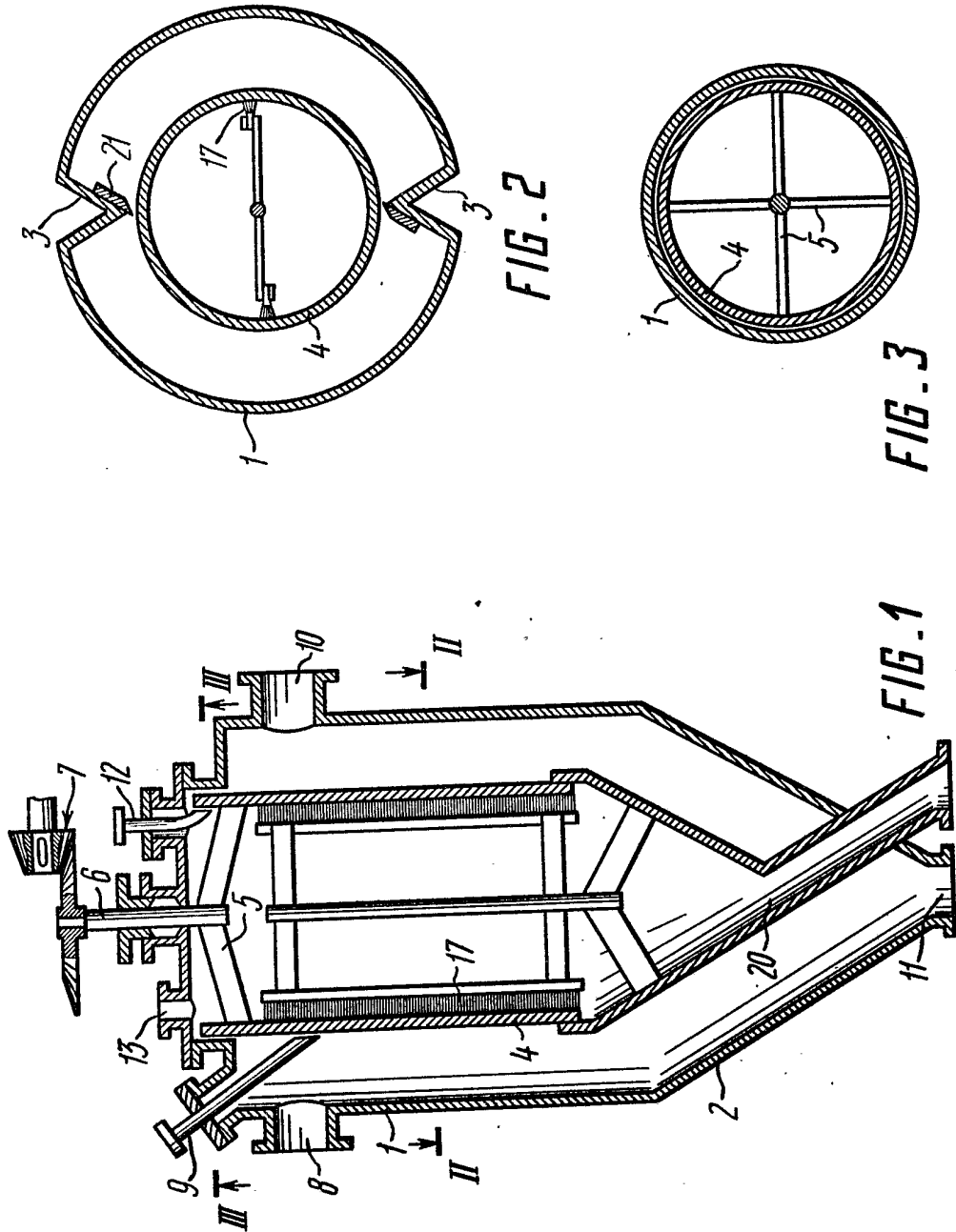
2. Condenseur selon la revendication 1, caractérisé en ce que  
30 le dispositif pour la répartition de la pulpe sur la paroi  
intérieure du tambour et pour le nettoyage de cette paroi est  
constitué par des brosses verticales fixes, montées à l'intérieur  
du tambour et adjacentes à sa paroi intérieure suivant des  
génératrices de celle-ci.

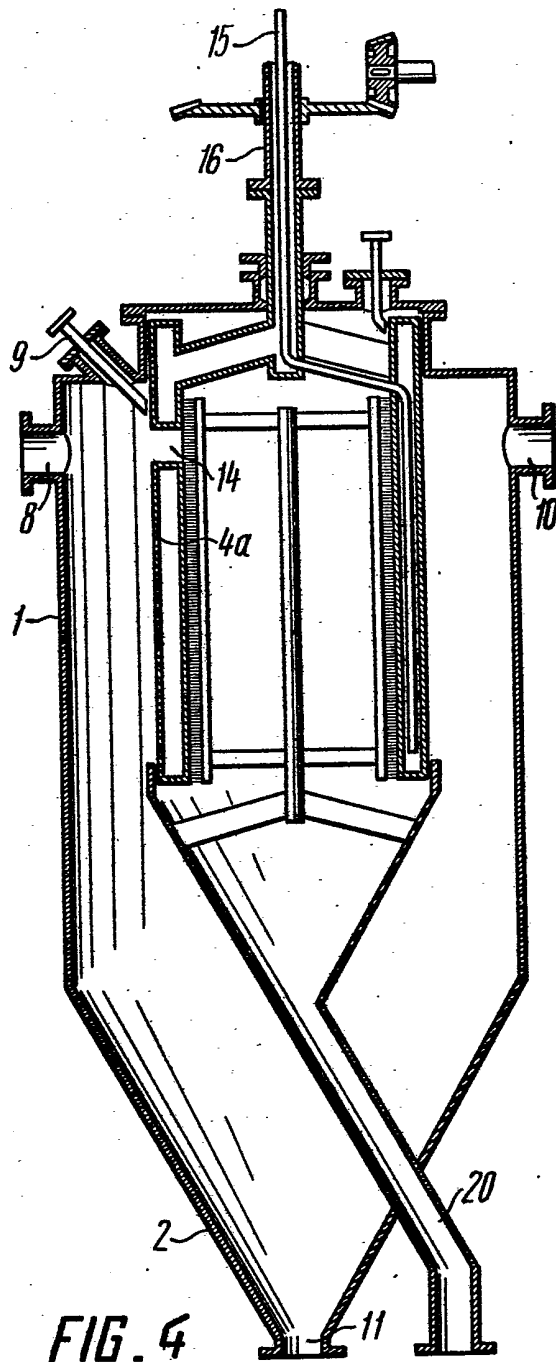
35 3. Condenseur selon la revendication 1, caractérisé en ce que  
le dispositif pour la répartition de la pulpe sur la paroi

intérieure du tambour et pour le nettoyage de cette paroi est constitué par des brosses fixées sur les spires d'une vis d'Archimède montée à l'intérieur du tambour.

5 4. Condenseur selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que sur les arêtes longitudinales des saillies intérieures, adjacentes à la surface extérieure du tambour, sont disposés des couteaux pour la répartition de la pulpe et pour le nettoyage de cette surface du tambour.

10 5. Condenseur selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que la paroi du tambour tournant est creuse et dotée de tubulures pour l'admission et l'évacuation d'un agent de refroidissement.





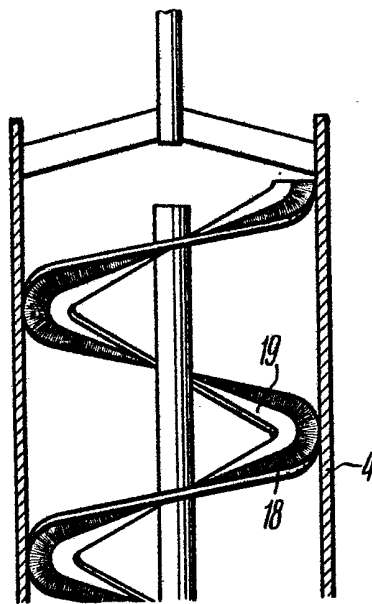


FIG. 5