

Brevet N° **85784**
 du **22 février 1985**
 Titre délivré : **11 DEC. 1985**

GRAND-DUCHÉ DE LUXEMBOURG



Monsieur le Ministre
 de l'Économie et des Classes Moyennes
 Service de la Propriété Intellectuelle
 LUXEMBOURG

Demande de Brevet d'Invention

I. Requête

CENTRE DE RECHERCHES METALLURGIQUES-CENTRUM VOOR RESEARCH IN DE METALLURGIE
Association sans but lucratif-Vereniging zonder winstoogmerk, 47 rue (1)
Montoyer, 1040 Bruxelles, Belgique
représentée par E. Meyers & E. Freylinger, Ing. conseils en propr. ind., (2)
46 rue du Cimetière, Luxembourg, agissant en qualité de mandataires
 dépose(nt) ce **vingt-deux février mil neuf cent quatre vingt cinq** (3)
 à **15⁰⁰** heures, au Ministère de l'Économie et des Classes Moyennes, à Luxembourg :
 1. la présente requête pour l'obtention d'un brevet d'invention concernant :
"Procédé de traitement de scorie d'aciérie, en vue de sa valorisation" (4)

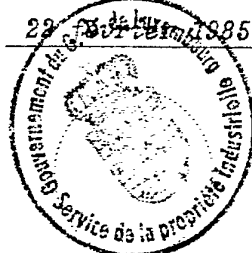
2. la délégation de pouvoir, datée de **Bruxelles** le **13 février 1985**
 3. la description en langue **française** de l'invention en deux exemplaires;
 4. **une** planches de dessin, en deux exemplaires;
 5. la quittance des taxes versées au Bureau de l'Enregistrement à Luxembourg,
 le **vingt-deux février mil neuf cent quatre vingt cinq**
 déclare(nt) en assumant la responsabilité de cette déclaration, que l'(es) inventeur(s) est (sont) :
Jacques PIRET, 61 Quai de Rome, 4000 Liège, Belgique (5)

revendique(nt) pour la susdite demande de brevet la priorité d'une (des) demande(s) de
 (6) **brevet** déposée(s) en (7) **Belgique**
 le **vingt-quatre février mil neuf cent quatre quatre** (8)
sous le No 6/47.933, et délivrée sous le No 899.005
 au nom de **la déposante** (9)
 élit(élient) pour lui (elle) et, si désigné, pour son mandataire, à Luxembourg
46 rue du Cimetière, Luxembourg (10)
 sollicite(nt) la délivrance d'un brevet d'invention pour l'objet décrit et représenté dans les
 annexes susmentionnées, — avec ajournement de cette délivrance à — mois. (11)
L'un des mandataires

II. Procès-verbal de Dépôt

La susdite demande de brevet d'invention a été déposée au Ministère de l'Économie et des Classes Moyennes, Service de la Propriété Intellectuelle à Luxembourg, en date du :


à **15⁰⁰** heures



Pr. le Ministre
 de l'Économie et des Classes Moyennes.
 p. d.

A 68967


(1) Nom, prénom, firme, adresse — (2) s'il a lieu «représenté par ...» agissant en qualité de mandataire — (3) date du dépôt en toutes lettres — (4) titre de l'invention — (5) noms et adresses — (6) brevet, certificat d'addition, modèle d'utilité — (7) pays — (8) date — (9) déposant originaire — (10) adresse — (11) 6, 12 ou 18 mois.

 Revendication de la priorité d'une demande
de brevet déposée en Belgique le 24 février 1984
sous le No 6/47.933 (899.005)

B R E V E T D ' I N V E N T I O N

Procédé de traitement de scorie d'aciérie, en vue de
sa valorisation

CENTRE DE RECHERCHES METALLURGIQUES
CENTRUM VOOR RESEARCH IN DE METALLURGIE
Association sans but lucratif
Vereniging zonder winstoogmerk
47 rue Montoyer
1040 Bruxelles, Belgique




C 2291/8402.

CENTRE DE RECHERCHES METALLURGIQUES -
CENTRUM VOOR RESEARCH IN DE METALLURGIE,
Association sans but lucratif -
Vereniging zonder winstoogmerk
à BRUXELLES, (Belgique).

Procédé de traitement de scorie d'aciérie, en vue de sa
valorisation.

La présente invention concerne un procédé de traitement de scorie d'aciérie, en vue de sa valorisation sous forme d'engrais. Ce procédé s'applique à la scorie d'aciérie, tant phosphoreuse que non phosphoreuse, provenant en particulier de l'affinage de fonte par soufflage d'oxygène.

Au cours des dernières années, le demandeur a proposé divers procédés de traitement de ces types de scorie, comportant notamment une étape de broyage de la scorie et une étape d'attaque à l'acide phosphorique et/ou nitrique. La scorie ainsi traitée est ensuite additionnée de substances diverses, puis granulée; les granules sont séchés, tamisés, mis en sacs et expédiés. Le broyage vise, de façon classique, à produire une farine de scorie présentant la granulométrie désirée, tandis que l'addition d'acide phosphorique permet d'ajuster la teneur en P_2O_5 de l'en-



grais produit.

Ces procédés donnent des résultats extrêmement intéressants en ce qui concerne la qualité des engrais produits. Ils présentent néanmoins un inconvénient important, lié notamment au coût de l'étape de broyage, généralement un broyage à sec qui requiert une grande consommation d'énergie. Un autre inconvénient du broyage à sec est la durée nécessaire pour atteindre la fine granulométrie favorisant l'attaque ultérieure par l'acide phosphorique et/ou nitrique.

La présente invention porte sur un procédé permettant de remédier à ces inconvénients et offrant d'autres avantages qui seront explicités plus loin.

Le procédé qui fait l'objet de la présente invention est basé sur la constatation inattendue selon laquelle les inconvénients précités peuvent être supprimés par l'application du broyage en pulpe. Il s'agit d'une technique bien connue, qui consiste à faciliter le broyage en broyant le matériau en présence d'un liquide, généralement de l'eau. Cette technique est utilisée notamment dans le domaine de la préparation des minerais.

A la connaissance du demandeur, il n'avait cependant jamais été proposé de l'appliquer au broyage de scorie, car d'une part elle conduit à un produit contenant une proportion d'eau trop élevée pour la fabrication d'engrais et d'autre part, rien n'indique que l'on puisse atteindre économiquement la granulométrie requise pour cette fabrication.

Le procédé qui fait l'objet de la présente invention, dans lequel on soumet la scorie à une opération de broyage et à une attaque au moyen d'acide phosphorique et/ou nitrique, est essen-



tiellement caractérisé en ce qu'avant l'opération de broyage, on mélange la dite scorie avec un liquide aqueux, en ce que l'on effectue le dit broyage par la technique dite du broyage en pulpe et en ce que l'on extrait au moins une partie du liquide présent dans le mélange broyé avant d'effectuer la dite attaque à l'acide phosphorique et/ou nitrique.

Selon l'invention, il s'est avéré particulièrement intéressant d'utiliser un liquide aqueux constitué uniquement d'eau.

Egalement selon l'invention, la quantité d'eau utilisée est avantageusement comprise entre 0,25 l et 2,5 l par kg de scorie non broyée.


Il est en effet apparu qu'une quantité d'eau inférieure à 0,25 l par kg de scorie ne permettait pas d'atteindre une fluidité suffisante pour assurer un broyage efficace. En outre, elle requiert une consommation accrue d'énergie pour malaxer la pâte formée.

De même, une quantité d'eau supérieure à 2,5 l par kg de scorie n'entraîne plus aucun avantage supplémentaire au point de vue du broyage.

Selon une variante intéressante du procédé de l'invention, on utilise, pour effectuer le dit broyage, des boulets en matériau céramique, comportant éventuellement un noyau métallique.

Egalement selon l'invention, on règle la durée de broyage de façon à obtenir une scorie broyée présentant la granulométrie désirée.

Toujours selon l'invention, on réalise par essorage et/ou par



filtration sous presse l'extraction totale ou partielle du liquide présent dans le mélange broyé. Ces techniques ne requièrent aucun chauffage, ce qui influence favorablement le bilan énergétique global du traitement.

Selon l'invention, l'extraction de liquide est suivie par l'opération d'attaque à l'acide. La réaction de la scorie avec l'acide phosphorique et/ou nitrique est exothermique; elle provoque un échauffement du mélange et par conséquent l'évaporation d'une certaine quantité d'eau de ce mélange.

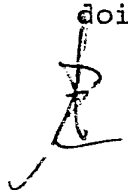
Par ailleurs, on sait que la granulation finale du produit requiert dans celui-ci une teneur en eau de 10 % à 20 % en poids.

Dans le cadre du procédé de l'invention, l'élimination du liquide présent dans le mélange broyé comporte donc une phase mécanique, par exemple par essorage et/ou filtration sous presse et une phase thermique, à savoir une évaporation d'eau sous l'effet d'un échauffement consécutif à l'attaque à l'acide.

Selon l'invention, on règle l'importance relative de ces deux phases en fonction de la teneur en eau du mélange broyé, de façon telle qu'après l'attaque à l'acide, sa teneur en eau soit comprise entre 10 % et 20 % en poids.

Il convient de rappeler ici que, dans le cadre des procédés proposés antérieurement par le demandeur, l'attaque à l'acide peut s'accompagner d'une addition de sous-produits porteurs de P_2O_5 et contenant également une certaine quantité d'eau.

La teneur en eau du mélange broyé doit donc être adaptée en fonction de l'addition éventuelle d'un sous-produit de ce type et l'extraction de liquide par essorage et/ou filtration sous presse doit être conduite en conséquence.



Lorsque l'on n'ajoute pas le dit sous-produit, on conduit l'extraction de liquide par essorage et/ou filtration sous presse, jusqu'à ce que la teneur en liquide du mélange broyé soit comprise, selon l'invention, entre 18 % et 40 % en poids avant l'attaque à l'acide phosphorique et/ou nitrique.

Lorsqu'au contraire, on ajoute le dit sous-produit humide, on conduit l'extraction de liquide par essorage et/ou filtration sous presse jusqu'à ce que la teneur en liquide du mélange broyé soit comprise, selon l'invention, entre 15 % et 25 % en poids avant l'attaque à l'acide phosphorique et/ou nitrique et l'addition du dit sous-produit.

L'exemple suivant permet de se rendre compte de l'intérêt du procédé de broyage selon l'invention pour le traitement de scorie d'aciérie.

Une scorie de granulométrie initiale connue, a été soumise d'une part à un broyage à sec, et d'autre part à un broyage en pulpe avec de l'eau. La figure jointe exprime le résultat de ces essais; elle donne le pourcentage (R) de grains refusés par le tamis en fonction de la dimension d des mailles du tamis. La comparaison des résultats se fera sur la base du pourcentage de grains refusés sur un tamis à mailles de 0,2 mm.

Initialement, la scorie était composée de 100 % de grains de moins de 5 mm; elle correspond à la courbe Ref.2 de la figure, pour laquelle le pourcentage de refus à 0,2 mm est de 97 %.

Un broyage à sec pendant 45 minutes a fourni une composition granulométrique exprimée par la courbe K. On constate que le pourcentage de refus à 0,2 mm atteint 55 %.

Après un broyage en pulpe à l'eau, pendant une même durée de 45




minutes, la scorie présentait une granulométrie représentée par la courbe L; le pourcentage de refus à 0,2 mm est ramené à 7,5 %, soit environ 8 fois moins que pour le broyage à sec.

Le mélange broyé obtenu par le broyage en pulpe à l'eau a ensuite été soumis à un essorage, puis à une attaque à l'acide phosphorique, sans et avec addition de sous-produit humide porteur de P_2O_5 . La teneur en eau après l'essorage était adaptée au type d'attaque ultérieure.

Pour la comparaison, on a utilisé 956 kg de mélange broyé et essoré contenant 18 % d'eau, soit 172 kg. On a ajouté 558 kg d'acide phosphorique contenant 17 % d'eau, soit 95 kg, 563 kg de sous-produit humide à environ 50 % d'eau, soit 280 kg d'eau et 150 kg de scorie LD finement broyée sèche avec un liant approprié ne contenant pas d'eau. Le poids total du mélange s'élevait ainsi à 2227 kg, contenant 547 kg d'eau, soit 25 %. Après achèvement de la réaction de l'acide, l'humidité du mélange à granuler, mesurée en laboratoire, s'élevait à 19 %, c'est-à-dire une valeur assurant une granulométrie correcte du mélange. La réaction exothermique de l'acide a donc provoqué l'évaporation de 6 % d'eau, soit 134 kg.

Si on n'avait pas ajouté de sous-produit humide, le poids du mélange aurait été de 1664 kg, avec 267 kg d'eau, soit 16 %. Les quantités de mélange broyé et essoré, soit 956 kg, et d'acide phosphorique, soit 558 kg, mises en présence étant les mêmes que dans le premier cas, la réaction exothermique élimine également 134 kg d'eau et le mélange à granuler ne contient plus, dans ce cas, que 133 kg d'eau, soit environ 8,7 %, ce qui est nettement insuffisant pour permettre une granulation correcte. Le mélange final contient 1397 kg de matière sèche et il doit contenir 247 kg d'eau après l'attaque à l'acide, pour présenter une teneur en eau acceptable de 15 %. Compte tenu de la quan-



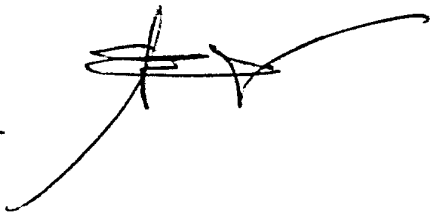
Revendications.

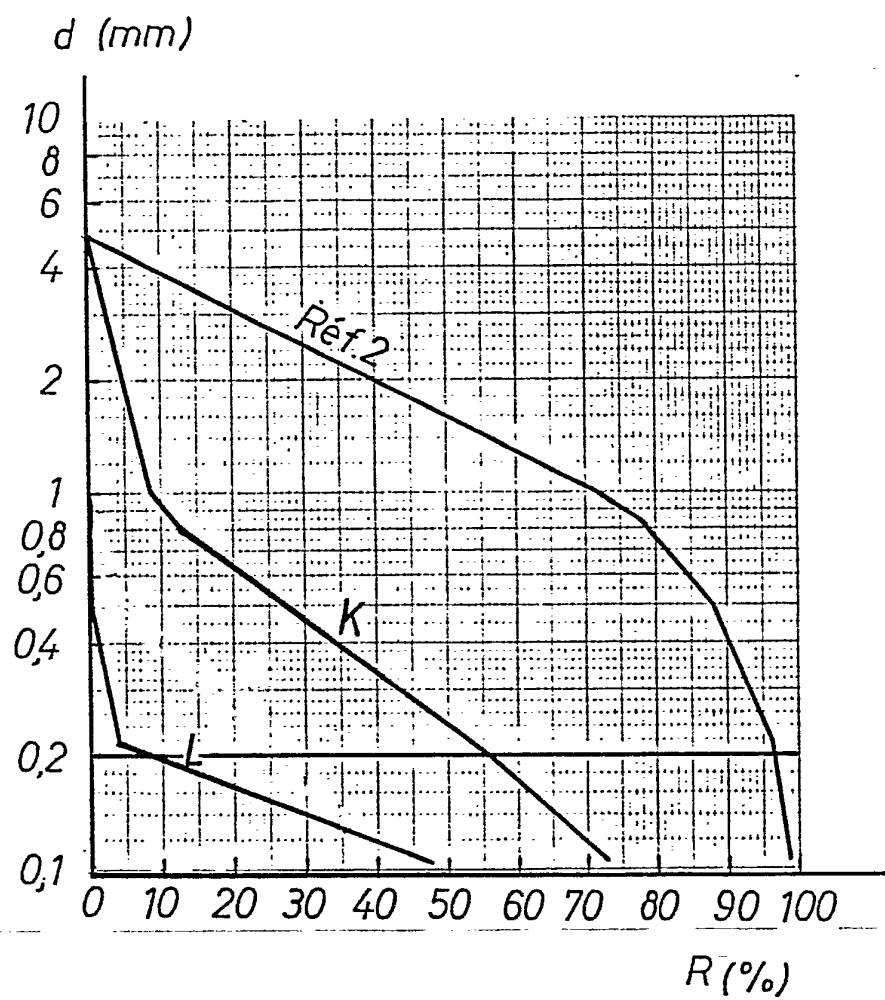
1. Procédé pour le traitement de scorie d'aciérie en vue de sa valorisation, dans lequel on soumet la scorie à une opération de broyage, à une attaque à l'acide phosphorique et/ou nitrique et à une opération de granulation, caractérisé en ce qu'avant l'opération de broyage, on mélange la dite scorie avec un liquide aqueux, en ce que l'on effectue le dit broyage par la technique dite du broyage en pulpe et en ce que l'on extrait au moins une partie du liquide présent dans le mélange broyé avant d'effectuer la dite attaque à l'acide phosphorique et/ou nitrique.
2. Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce que l'on utilise l'eau comme liquide aqueux, en une quantité comprise de préférence entre 0,25 l et 2,5 l par kg de scorie non broyée.
3. Procédé suivant l'une ou l'autre des revendications 1 et 2, caractérisé en ce que l'on utilise pour le dit broyage des boulets en matériau céramique, comportant éventuellement un noyau métallique.
4. Procédé suivant l'une ou l'autre des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que l'on extrait le liquide du dit mélange broyé au moins en partie par voie mécanique, de préférence par essorage et/ou filtration sous presse.
5. Procédé suivant l'une ou l'autre des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que l'on règle l'extraction du liquide présent dans le mélange broyé, de façon telle qu'après l'attaque à l'acide, la teneur en liquide du dit mélange broyé soit comprise entre 10 % et 20 % en poids.



6. Procédé suivant l'une ou l'autre des revendications 4 et 5, caractérisé en ce que, si la dite attaque à l'acide ne s'accompagne pas d'une addition de sous-produit humide porteur de P_2O_5 , on règle l'extraction du dit liquide par voie mécanique, de telle façon que la teneur en liquide du mélange broyé soit comprise entre 18 % et 40 % en poids avant la dite attaque à l'acide.

7. Procédé suivant l'une ou l'autre des revendications 4 et 5, caractérisé en ce que, si la dite attaque à l'acide s'accompagne d'une addition de sous-produit humide porteur de P_2O_5 , on règle l'extraction du dit liquide par voie mécanique, de telle façon que la teneur en liquide du mélange broyé soit comprise entre 15 % et 25 % en poids avant la dite attaque à l'acide.

_____ 



[Handwritten signature]