

(12)

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(21) Numéro de dépôt: **85400154.2**

(51) Int. Cl.⁴: **C 22 B 13/06**

(22) Date de dépôt: **31.01.85**

(30) Priorité: **03.02.84 FR 8401740**

(43) Date de publication de la demande:
21.08.85 Bulletin 85/34

(84) Etats contractants désignés:
AT BE CH DE FR GB IT LI LU NL SE

(71) Demandeur: **SOCIETE MINIERE ET METALLURGIQUE
DE PENARROYA Société anonyme dite:**
Tour Maine-Montparnasse 33, avenue du Maine
F-75755 Paris Cédex 15(FR)

(72) Inventeur: **Althabegoity, Georges**
2, rue Guynemer
F-78000 Versailles(FR)

(72) Inventeur: **Bied-Charreton, Benoît**
251, boulevard Pasteur
F-59500 Douai(FR)

(74) Mandataire: **Ricalens, François**
Service de la Propriété Industrielle du Groupe IMETAL 1,
avenue Albert Einstein B.P. 106
F-78191 Trappes Cedex(FR)

(54) **Nouveau procédé de purification du plomb.**

(57) La présente invention concerne un procédé de purification en continu du plomb d'oeuvre par refroidissement.

Ce procédé est caractérisé par le fait que l'on introduit le plomb d'oeuvre liquide dans un chaudron thermostaté contenant du plomb métallique liquide à une température inférieure à environ 500°C et sous agitation et par le fait que l'on récupère les matières pulvérulentes qui s'accumulent à la surface.

Application à la métallurgie du plomb.

0152332

La présente invention a pour objet un nouveau procédé de purification d'un plomb impur, souvent appelé "plomb d'oeuvre".

Elle a plus particulièrement pour objet un procédé de décuivrage en continu dudit plomb d'oeuvre.

Le plomb d'oeuvre est en général élaboré dans un four de réduction tels que les fours appelés "water-jacket", les fours rotatifs ou bien par les procédés ISP (Imperial Smelting Process) et sort de ces fours à une température de 10 1 000°C environ.

A cette température, de très nombreux métaux ou métalloïdes sont solubles dans le plomb. Parmi ces métaux, métalloïdes ou composés, on peut citer Cu_2S , PbS , Cu , As , Sb , Sn , etc...

15 Il est bien connu dans le domaine de la technique que l'on peut, par refroidissement, obtenir une purification du plomb parce qu'aux alentours de 500-600°C la solubilité de ces éléments ou composés dans le plomb baisse brutalement et un certain nombre de composés solides s'accumulent à la 20 surface.

Un écumage permet d'éliminer ces impuretés et d'obtenir un plomb plus pur. Toutefois, ce procédé présente de très nombreux inconvénients car il ne peut être réalisé que d'une manière discontinue. Il se forme en effet à la 25 surface de gros blocs qui sont difficiles à écumer et à enlever. On obtient même des produits pâteux qui ne permettent aucune récupération automatique.

Le problème se présente depuis fort longtemps. On a maintes fois essayé de nouvelles techniques. Parmi celles-ci, une seule a été mise en oeuvre à l'échelle industrielle à Port Pirie. C'est un procédé qui propose d'établir un gradient de température entre, d'une part, la surface, de 30 manière à maintenir liquide les composés relargués par le plomb, et d'autre part le plomb lui-même, de manière à faciliter ce relarguage. 35

Ce procédé a permis une purification du plomb en continu mais manque énormément de souplesse puisqu'il convient de maintenir les rapports entre le soufre, l'arsenic

0152332

et le cuivre dans une certaine plage tout en maintenant la teneur en arsenic à des niveaux assez bas. Ce procédé n'est donc pas applicable à des minerais qui conduisent à des plombs qui s'écartent de certaines teneurs en cuivre, en 5 soufre et en arsenic.

C'est la raison pour laquelle la Demanderesse a cherché à mettre en oeuvre de nouveaux procédés qui permettent de fonctionner en continu tout en étant capables d'accepter n'importe quelle teneur en cuivre et en arsenic.

10 Selon la présente invention, ce but a été atteint au moyen d'un procédé de purification en continu du plomb d'oeuvre par refroidissement, caractérisé par le fait que l'on introduit ledit plomb d'oeuvre liquide dans un bain de plomb métallique liquide thermostaté à une température infé-
15 rieure à environ 500°C et sous agitation et par le fait que l'on récupère les matières pulvérulentes qui s'accumulent à la surface.

En effet, on a démontré que lorsque l'on trempe le plomb d'oeuvre brutalement d'une température de 1 000°C à
20 une température inférieure à 500°C, on obtient un produit pulvérulent, fluide, non collant, non pâteux et facile à éliminer de la surface du bain de plomb fondu.

Il a été montré au cours de l'étude qui a mené à la présente invention que certaines contraintes d'agitation
25 doivent être remplies. Ainsi, l'agitation doit avoir deux composantes, une composante périphérique et une composante radiale ou de convection. Cette dernière, qui correspond au mouvement descendant le long de l'axe de la cuve vers le fonds puis le long du fonds vers la périphérie de la cuve,
30 ensuite vers le haut en longeant les parois et enfin en surface du bain de la périphérie vers le centre, est très importante pour l'échange de chaleur entre le plomb à purifier et les parois de la cuve et pour le maintien d'un faible gradient de température.

35 L'autre composante, la périphérique, joue également un rôle dans le maintien d'un faible gradient de température car une forte vitesse linéaire périphérique induit des mouvements tourbillonnaires, lesquels, par les échanges

0152332

thermiques qu'ils facilitent entre l'interface plomb-cuve et le plomb situé plus à l'intérieur de ladite cuve assure une certaine homogénéité thermique dans le bain de plomb. On peut obtenir de bons résultats en choisissant une vitesse 5 périphérique comprise entre 0,5 et 5 mètres par seconde.

Pour diverses raisons et notamment pour éviter une réoxydation du plomb à la surface du bain la vitesse de la composante de convection au voisinage des parois verticales de la cuve est avantageusement choisie inférieure à la vi- 10 tesse périphérique, de préférence 0,1 à 0,5 fois cette dernière.

La vitesse au voisinage des parois et du fonds de la cuve, issue de la combinaison de ces deux composantes, est telle qu'il y a avantageusement une différence d'au plus 15 20, de préférence d'au plus 10°C, entre la température de la paroi de la cuve et celle du plomb à 5 centimètres de cette paroi. Ces composantes peuvent être réalisées par exemple avec deux types de mobile d'agitation, la composante de convection avec un agitateur turbine dont le diamètre est infé- 20 rieur à la moitié du diamètre de la cuve et la composante périphérique avec un ou plusieurs mobiles à pales sensiblement verticales.

Par ailleurs, il est nécessaire que la température du chaudron soit maintenue de manière très précise à la va- 25 leur choisie, inférieure à 500°C, de préférence entre 400 et 450°C, et il faut que cette régulation soit effectuée avec une tolérance inférieure à 20°C. En effet, il convient de ne pas être trop élevé en température, faute de quoi on obtiendrait les produits pâteux évoqués ci-dessus ou des gros 30 blocs.

En outre, il convient d'éviter une solidification du plomb sur les bords. C'est la raison pour laquelle la Demanderesse a été contrainte de concevoir et de mettre en oeuvre un dispositif particulier qui permette une mise en 35 oeuvre aisée dudit procédé.

En se reportant à la figure unique, ce dispositif pour purifier le plomb d'oeuvre est caractérisé par le fait qu'il comporte un chaudron 1 entouré d'un isolant 3, un es-

0152332

pace 2 étant pratiqué entre l'isolant 3 et le chaudron 1 pour permettre à de l'air de circuler dans cet espace, pour refroidir le chaudron ledit air étant injecté au moyen d'une canalisation 4 et évacué par une ouverture annulaire 5 située à la partie supérieure du chaudron, l'isolant 3 étant recouvert d'un bobinage 6 permettant de chauffer le chaudron par induction. Par ce système on peut passer d'une phase de refroidissement à une phase de réchauffement et réciproquement en moins d'une seconde.

10 De préférence, on choisira comme isolant le produit vendu sous l'appellation commerciale "Microtherme" ou des composés de caractéristiques voisines, dont la caractéristique de conductibilité thermique est inférieure à 0,05, de préférence inférieure à 0,03 KCal/m/h/°C, pour une tempé-
15 rature moyenne de 500°C.

En fonctionnement, ce dispositif permet l'évacuation des calories par les parois du chaudron tout en maintenant un très faible gradient de température au sein de ce dernier et ce au moyen de la circulation d'air, ou de tout
20 autre fluide convenable, cependant qu'en cas de baisse trop rapide de la température dans le chaudron ou d'un gradient de température entre la paroi extérieure et le bain trop élevé, il est possible d'apporter rapidement une quantité importante de chaleur au moyen dudit bobinage qui fonctionne
25 par induction.

Le chaudron doit également être équipé d'un dispositif d'extraction des crasses pulvérulentes. Ce dispositif peut être choisi dans tous les dispositifs déjà connus fonctionnant auxdites températures. On peut citer par exemple
30 les aspirateurs pneumatiques, les roues, les pelles...

Cette extraction des crasses peut être réalisée de deux manières différentes : soit directement dans le chaudron de trempe, soit dans une autre cuve placée en série. Pour une installation fonctionnant en série, on a intérêt à
35 avoir une cuve placée en série.

On peut poursuivre l'affinage du plomb après l'avoir débarassé de ses crasses (parfois désignées par l'anglicisme "dross") en réitérant la même opération à

0152332

l'aide d'un système identique au premier mais à une température qui est réglée avec précision ($\pm 5^{\circ}\text{C}$, de préférence $\pm 2^{\circ}\text{C}$) autour d'une valeur choisie entre 320 et 340°C . Cette opération peut être, dans certains cas, avantageusement
5 utilisée avec un apport de composés susceptibles d'engendrer du soufre tels que par exemple la pyrite et le soufre élémentaire lui-même.

On peut également réaliser une adjonction de tout composé susceptible de faire avec le cuivre des insolubles
10 dans le plomb à haut point de fusion, c'est-à-dire à un point de fusion sensiblement supérieur à celui du plomb en cours d'affinage.

REVENDEICATIONS

1. Procédé de purification en continu du plomb d'oeuvre par refroidissement, caractérisé par le fait que l'on introduit ledit plomb d'oeuvre liquide dans un chaudron thermostaté contenant du plomb métallique liquide à une température inférieure à environ 500°C et sous agitation et par le fait que l'on récupère les matières pulvérulentes qui s'accumulent à la surface.
2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé par le fait que l'agitation est réalisée de manière que la différence de température entre la paroi de la cuve et le plomb situé à 5 centimètres de la paroi soit inférieure à 20°C.
3. Procédé selon les revendications 1 et 2 prises séparément, caractérisé par le fait que l'on maintient la température du plomb du chaudron à une valeur fixée à l'avance avec une tolérance inférieure à 20°C.
4. Procédé selon les revendications 1 à 3 prises séparément, où l'on soumet le plomb ayant subi une première opération de purification à une nouvelle purification, caractérisé par le fait que l'on introduit ledit plomb d'oeuvre liquide dans un chaudron thermostaté contenant du plomb métallique liquide à une température comprise entre 320 et 340°C (deux chiffres significatifs) et sous agitation et par le fait que l'on récupère les matières pulvérulentes qui s'accumulent à la surface.
5. Procédé selon la revendication 4, caractérisé par le fait qu'au cours de la deuxième opération de purification on ajoute des composés susceptibles d'engendrer du soufre.
6. Dispositif pour purifier le plomb d'oeuvre, caractérisé par le fait qu'il comporte un chaudron 1 entouré d'un isolant 3, un espace 2 étant pratiqué entre l'isolant 3 et le chaudron 1 pour permettre à de l'air de circuler dans cet espace, pour refroidir le chaudron ledit air étant injecté au moyen d'une canalisation 4 et évacué par une ouverture annulaire 5 située à la partie supérieure du chaudron, l'isolant 3 étant recouvert d'un bobinage 6 permettant de chauffer le chaudron par induction.

7. Dispositif selon la revendication 6, caractérisé par le fait que ledit isolant est le produit vendu sous l'appellation commerciale "Microtherme".

8. Dispositif selon les revendications 6 et 7 prises
5 séparément, caractérisé par le fait qu'il comporte en outre un dispositif d'extraction des crasses choisi dans le groupe des aspirateurs pneumatiques, des roues et des pelles.

9. Dispositif selon les revendications 6 à 8 prises
10 lié à un autre chaudron où la décantation se fait et qui est lui équipé des systèmes d'extraction des crasses.

0152332

FIGURE UNIQUE

