

Brevet N° **83250** GRAND-DUCHÉ DE LUXEMBOURG  
 du **27 mars 1981**  
 Titre délivré : .....



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

## Demande de Brevet d'Invention

### I. Requête

*La soc.dite SAMIM Società Azionaria Minero-Metallurgica S.p. A., P.le* (1)  
*Mattel 1, Roma, Italie*  
*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-sept mars mil neuf cent quatre vingt un* (3)  
 à *15<sup>00</sup>* 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 : (4)  
*"Procédé pour la récupération directe de rognure et de poudre de zinc*  
*métallique, en particulier à fines particules"*

2. la délégation de pouvoir, datée de *Rome* le *9 mars 1981*  
 3. la description en langue *française* de l'invention en deux exemplaires;  
 4. \_\_\_\_\_ planches de dessin, en deux exemplaires;  
 5. la quittance des taxes versées au Bureau de l'Enregistrement à Luxembourg,  
 le *dix mars mil neuf cent quatre vingt un*  
 déclare(nt) en assumant la responsabilité de cette déclaration, que l'(es) inventeur(s) est (sont) :  
*Arturo D'ESTE, S.Marco 3051, Venise, Italie* (5)

revendique(nt) pour la susdite demande de brevet la priorité d'une (des) demande(s) de  
 (6) *brevet* déposée(s) en (7) *Italie*  
 le *trente-et-un mars mil neuf cent quatre vingt* (8)  
*sous le No 21087 A/80*  
 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 *six* mois. (11)  
 Le *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 :

*27 mars 1981*

à *15<sup>00</sup>* heures



Pr. le Ministre  
 de l'Économie et des Classes Moyennes,  
 P. A.

Revendication de la priorité d'une demande  
de brevet déposée en Italie le 31 mars 1980  
sous le No 21067 A/80

B R E V E T   D ' I N V E N T I O N

"Procédé pour la récupération directe de rognure  
et de poudre de zinc métallique, en particulier  
à fines particules"

La soc.dite  
SAMIM Società Azionaria Minero-  
Metallurgica S.p.A.  
P.le E. Mattei 1  
Rome,     Italie

Procédé pour la récupération directe de rognure et de poudre de zinc métallique, en particulier à fines particules

La présente invention concerne la récupération de zinc  
5 métallique qui est un résidu des opérations de traitement sous la forme de rognure et de poudre à fines particules.

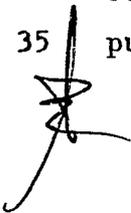
Ces résidus métalliques ne peuvent pas être directement récupérés par une nouvelle fusion puisque les particules sont entièrement ou partiellement revêtues par une pellicule  
10 d'oxyde ou par d'autres polluants qui empêchent ces particules d'être directement chargées dans un four de fusion où se trouve du zinc métallique en fusion.

On se référera par la suite à la poudre de zinc qui est un résidu du traitement dans la fabrication de l'acier galvanisé : c'est réellement un cas important et ennuyeux de  
15 récupération du zinc métallique ; bien entendu, ce qui est dit pour la présente invention peut être également appliqué aux résidus de zinc métallique ayant une quelconque autre origine.

La poudre de zinc qui est un résidu du processus de galvanisation de l'acier a, en général, une taille de particule  
20 très fine, [égale ou inférieure à la maille 400 (37  $\mu$ )] et il n'est pas possible de la faire refondre à cause de son extrême finesse et également de la pellicule d'oxyde ou d'autres composés qui enrobent chaque granule individuel.

25 Quand la poudre métallique est chargée dans un four de fusion, en fait, elle flotte sur le zinc métallique fondu et, presque immédiatement, elle brûle et forme de l'oxyde de zinc sans fondre.

Même quand la transformation en agglomérés (ou briquettes) est utilisée pour la poudre, on obtient les mêmes  
30 résultats négatifs : les morceaux flottent sur le zinc fondu, ne sont pas mouillés par le bain métallique à cause de la pellicule qui enrobe les particules métalliques, et le zinc que ces morceaux contiennent est oxydé, bien que plus lentement,  
35 puis est transformé en oxyde de zinc.



Pour ces raisons, la technique classique de récupération du métal à partir des poudres ou de petites rognures utilise les cycles usuels, c'est-à-dire soit par la voie hydro-métallurgique (dissolution de la poudre dans des solutions diluées de  $H_2SO_4$ , purification de la solution ainsi obtenue et dépôt électrolytique du zinc métallique à partir de cet électrolyte), soit par la voie thermique, pour obtenir le zinc sous sa forme d'oxyde pour le traiter ensuite comme un oxyde de zinc primaire.

10                   Finalement, d'autres essais de récupération fournissent le zinc sous la forme d'un sel de zinc, qui est traité comme mentionné ci-dessus.

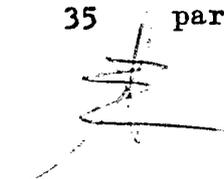
Ces procédés pour la récupération du zinc impliquent cependant des prix de revient qui sont du même ordre de grandeur que ceux exigés pour le zinc primaire, d'autant plus que, dans la pratique, les mêmes cycles de traitement que pour le zinc primaire sont suivis.

Un objet de la présente invention est la fourniture d'un procédé qui consiste à traiter les poudres ou les rognures de zinc métallique afin de détacher celui-ci de la coquille d'oxyde et de l'obtenir sous une forme essentiellement métallique.

Un autre objet de la présente invention est la fourniture d'un traitement des poudres ou des rognures de zinc afin qu'elles puissent être réintroduites, après transformation en produits comprimés, ou simplement telles quelles, dans les fours de fusion sans aucun traitement chimique supplémentaire.

Le procédé selon la présente invention comprend les stades de traitement détaillés ci-dessous. Le premier stade consiste à lixivier la poudre métallique dans des solutions acides qui contiennent des ions ammonium, tels que des solutions aqueuses de chlorure d'ammonium et/ou d'acide chlorhydrique tamponnée ayant une gamme de pH allant de 4,1 à 4,65. Les concentrations du chlorure d'ammonium sont comprises entre 50 g/litre et 300 g/litre et, de préférence, entre 150 grammes par litre et 250 grammes par litre.

35



Cette opération de lixiviation est effectuée à des températures voisines de la température ordinaire avec des durées de contact comprises entre 10 minutes et 60 minutes et, de préférence, entre 15 minutes et 30 minutes, le rapport pondéral de l'agent lixiviant à la poudre traitée étant maintenu entre 0,2 et 2, et, de préférence, entre 0,8 et 1,2. L'opération est effectuée en continu ou en discontinu dans des appareils classiques, tels que des cuves verticales agitées, des cuves horizontales ou sensiblement horizontales ayant un système d'alimentation axial, des réacteurs à plateaux et appareils analogues.

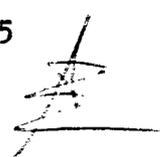
Après la lixiviation, la poudre traitée est séparée par filtration ou décantation. La liqueur lixiviante est recyclée et est enrichie avec du zinc par des opérations d'essorage appropriées et en la complétant avec une solution fraîche afin de maintenir son efficacité à un niveau désirable.

La poudre de zinc traitée de cette façon est sensiblement dépourvue de pellicules adhérentes d'oxyde et est imprégnée par la liqueur de lixiviation qui la protège des attaques ultérieures.

Le stade de traitement ultérieur consiste à agglomérer la poudre telle qu'obtenue de la filtration sous la forme d'un tourteau (humide) et la liqueur de mouillage est un auxiliaire utile afin d'améliorer la mouillabilité des particules métalliques par le bain de zinc en fusion tout en facilitant simultanément à la fois la fusion et la fluidification.

Ce stade peut être effectué avec des procédés classiques pourvu que des particules individuelles et cohérentes puissent être obtenues. Selon un procédé préféré, la transformation en agglomérés est effectuée sous une pression de 1000 à 2000 bars, et on obtient ainsi des agglomérés ayant une densité comprise entre 5,8 et 5,9. Ces agglomérés sont alimentés directement dans le four de fusion sans aucun traitement supplémentaire.

35 La présente invention est illustrée par l'exemple



descriptif et non limitatif ci-après.

EXEMPLE

Dans une cuve en matière plastique ayant un volume d'environ 100 litres, équipée d'un agitateur et remplie avec  
5 60 litres d'une solution de chlorure d'ammonium (concentration 200 grammes par litre), on introduit en continu pendant environ 10 minutes et tout en agitant la liqueur, 50 kg de poudre de zinc (renfermant 94 % de zinc métallique).

Une fois l'addition terminée, on continue d'agiter  
10 pendant encore dix minutes puis on laisse les produits solides se déposer.

La liqueur surnageante est récupérée par siphonnage et, après avoir été complétée convenablement avec du chlorure d'ammonium frais, est recyclée ; la poudre humide est enlevée  
15 et transformée directement en agglomérés. La machine à agglomérer utilisée est une machine du type à fonctionnement discontinu capable d'exercer une pression totale de 40 tonnes, qui, lorsqu'elle est répartie sur une surface de 28,2 cm<sup>2</sup> (diamètre d'un aggloméré 6 cm) donne une pression unitaire d'environ  
20 1400 bars.

On obtient 79 agglomérés pesant environ 650 g chacune et ayant un volume d'environ 110 cm<sup>3</sup> à 115 cm<sup>3</sup> (diamètre d'environ 6 cm pour une épaisseur d'environ 4 cm).

La liqueur essorée pendant la transformation en agglomérés a été également recueillie et recyclée tandis que les  
25 quantités de chlorure d'ammonium restant dans chaque aggloméré sont d'environ 2 g.

Dans un four de fusion à induction ayant une capacité totale de 100 kg de métal fondu, rempli avec exactement 40 kg  
30 de zinc en fusion, à la température régulée d'environ 500°C-510°C, on introduit de 8 à 10 agglomérés chaque fois, attendant ensuite que la température du bain métallique atteigne de nouveau la valeur affichée. Avec le type de four ainsi utilisé, la fusion de l'ensemble des 79 agglomérés prend 50 à 60 minutes.

35 L'essai donne 82,5 kg de zinc métallique et 5,8 kg de

tuthie , cette dernière contenant encore 4 kg de zinc, surtout sous forme d'oxyde de zinc et en partie sous forme de chlorure de zinc.

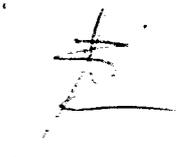
5 Le complément par rapport aux 50 kg de poudre de zinc de départ (pouvoir réducteur 94 %) contenant 47 kg de zinc métallique est le suivant :

10 42,5 kg de zinc métallique correspondant à 90,4 % du métal des poudres et à 85 % de la poudre de départ, et 4 kg de zinc sous forme d'oxyde de zinc correspondant à 8,5 % des poudres.

15 Le procédé selon la présente invention est extrêmement simple et bon marché, puisqu'il permet en pratique de débarrasser complètement la poudre et la rognure de zinc métallique de l'enveloppe d'oxyde, sans aucune attaque appréciable du métal sous cette forme.

20 La consommation moyenne rapportée au chlorure d'ammonium est limitée à 3 kg par tonne de poudre traitée. Le rendement en métal pour une poudre ayant un pouvoir réducteur de 93 % à 94 % atteint 90 % du poids initial de la poudre. La petite quantité de zinc qui n'apparaît pas dans le complément n'est pas perdue cependant, puisqu'elle est récupérée à partir des produits essorés de la liqueur de lavage et à partir de la tuthie qui est généralement formée quand le zinc est fondu par les procédés classiques.

25 Une caractéristique non négligeable de la présente invention réside dans le fait que chaque fois que l'on veut avoir la totalité du zinc purifié, ou une partie de celui-ci, sous forme de poudre, il est possible depuis le tout premier stade de traitement d'obtenir un tel produit, car il faut  
30 effectuer seulement un seul stade de lixiviation et une opération de séchage finale.



REVENDEICATIONS

1. Procédé pour la récupération directe de poudre et de rognure à fines particules de zinc métallique, caractérisé par le fait que ces poudres sont d'abord lixiviées dans une solution acide contenant des ions ammonium et ayant un pH de 4,1 à 4,65, que la poudre ainsi traitée est séparée par filtration, que le tourteau ainsi obtenu à partir de la poudre traitée est aggloméré, après quoi les agglomérés ainsi obtenus sont introduits dans le four de fusion.

2. Procédé pour la récupération directe de poudre et de rognure, à fines particules, de zinc métallique selon la revendication 1, caractérisé par le fait que la solution de lixiviation est une solution de chlorure d'ammonium et/ou une solution tamponnée d'acide chlorhydrique ayant une concentration comprise entre 50 et 300 grammes par litre, et de préférence entre 150 et 250 grammes par litre.

3. Procédé selon les revendications 1 et 2, caractérisé par le fait que le stade de la lixiviation est effectué avec des durées de contact de 10 minutes à 60 minutes, et de préférence comprises entre 15 minutes et 30 minutes, le rapport pondéral de la liqueur de lixiviation à la poudre traitée étant maintenu entre 0,2 et 2, et de préférence entre 0,8 et 1,2.

4. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé par le fait que l'agglomération est effectuée en transformant en agglomérés le tourteau humide de la poudre lixiviée sous une pression de 1000 à 2000bars.

