



N° 898.360

Classif. Internat.: B01D

Mis en lecture le:

30 -03- 1984

LE Ministre des Affaires Economiques,

*Vu la loi du 24 mai 1854 sur les brevets d'invention;**Vu la Convention d'Union pour la Protection de la Propriété Industrielle;**Vu le procès-verbal dressé le 2 décembre 19 83 à 14 h. 25*

au Service de la Propriété industrielle

**ARRÊTE :**

Article 1. - Il est délivré / aux Stés dites : CHEMISCHE FABRIK  
STOCKHAUSEN GMBH et SAARBERGWERKE AG  
resp. : Bäkerpfad 25, Krefeld, (Allemagne) (R.F.A.)  
et : Postfach 1030, Saarbrücken, (Allemagne) (R.F.A.)

repr. par les Bureaux Vander Haeghen à Bruxelles

un brevet d'invention pour: Procédé pour séparer les particules minérales  
ultra-fines des eaux de lavages du charbon ou de schlamms  
de charbon

qu'elles déclarent avoir fait l'objet d'une demande de  
brevet déposée en Allemagne (République Fédérale) le  
4 décembre 1982, n° P 32 44 898.8

Article 2. - Ce brevet lui est délivré sans examen préalable, à ses risques et périls, sans garantie soit de la réalité, de la nouveauté ou du mérite de l'invention, soit de l'exactitude de la description, et sans préjudice du droit des tiers.

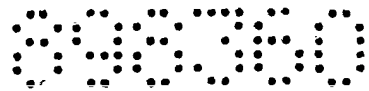
Au présent arrêté demeurera joint un des doubles de la spécification de l'invention (mémoire descriptif et éventuellement dessins) signés par l'intéressé et déposés à l'appui de sa demande de brevet.

Bruxelles, le 29 décembre 19 83

PAR DELEGATION SPECIALE:

Le Directeur

L. WUYTS



Kl/hg 6383  
10246 - B. 75 671 DS

Description jointe à une demande de

## BREVET BELGE

déposée par les sociétés dites:

Chemische Fabrik Stockhausen GmbH  
et  
Saarbergwerke AG

ayant pour objet: Procédé pour séparer les particules  
minérales ultra-fines des eaux de  
lavages du charbon ou de schlamms  
de charbon

---

Qualification proposée: BREVET D'INVENTION

Priorité d'une demande de brevet déposée en République  
fédérale d'Allemagne le 4 décembre 1982 sous le n°  
P 32 44 898.8

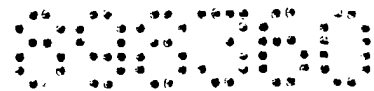
L'invention a pour objet un procédé pour séparer les particules minérales ultra-fines des eaux de lavages d'opérations de traitement du charbon ou de schlamms de charbon.

5           La mise en oeuvre de techniques d'exploitation de plus en plus modernes dans les mines de charbon de houille, ainsi que de machines de plus en plus puissantes pour l'extraction du charbon, a conduit à l'obtention d'une proportion croissante de produits  
10 d'une granulométrie ultra-fine, égale ou inférieure à 0,5 mm. Le même phénomène se manifeste dans les opérations de retraitement des terrils des charbonnages, dont l'importance est allée en croissant pendant les dernières années. La proportion des particules très  
15 fines peut être supérieure à 20 % et le traitement de celles-ci rencontre divers problèmes, si la teneur en particules ultra-fines, c'est-à-dire celles d'une granulométrie inférieure à 5  $\mu$ m, devient trop importante et atteint ou dépasse 30 % de la proportion des  
20 fines particules.

Les particules ultra-fines possèdent une très forte teneur en cendres et sont en ordre principal composées d'ingrédients minéraux.

25           Par suite de la nature à peu près colloïdale des matières minérales ultra-fines, la séparation du charbon très fin, normalement obtenue par une flottation, rencontre des difficultés, qui entraînent une consommation plus élevée en réactifs et une durée de séjour prolongée dans les cuves de flottation, mais  
30 également une teneur en cendres accrue dans le concentré de la flottation.

La présence de ces ingrédients minéraux ultra-fins implique cependant surtout des difficultés considérables lors de l'élimination de l'eau du concentré  
35 de flottation. Une importante quantité d'eau est, d'une



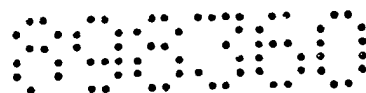
part, fixée par adsorption à la très grande surface des particules minérales ultra-fines et, d'autre part, retenue par la structure minéralogique de l'ingrédient minéral.

5 D'autres difficultés, dues au bouchage des capillaires du gâteau de filtration et des ouvertures du tissu filtrant, empêchent souvent la réduction de la teneur en eau résiduelle du concentré à une valeur inférieure à 20 %.

10 Les essais tendant à éliminer la matière minérale ultra-fine, soit du charbon brut extrait, soit du charbon fin, destiné à l'opération de flottation, n'ont jusqu'à présent été couronnés que de peu de succès.

15 Les essais tendant à parvenir à sa séparation à l'aide de moyens mécaniques tels que des centrifuges ou des cyclones, par sédimentation ou par une classification par gravimétrie, ont probablement échoué par le fait que les fines particules restent adhérer, à cause des forces d'attraction de masses ou superficielles, aux particules plus grossières présentes dans une suspension. Cette attirance est très forte et ne peut être cassée par des voies mécaniques telles qu'un broyage par attrition.

25 En ce qui concerne les procédés de séparation qui sont basés sur ou notablement influencés par des processus électro-chimiques, la difficulté rencontrée est le fait que les particules minérales ultra-fines, qui souillent le charbon, possèdent au voisinage de la neutralité, à laquelle le charbon est normalement traité, un potentiel superficiel négatif élevé, alors que le charbon lui-même possède un potentiel positif ou très faiblement négatif, la différence de potentiel entre les particules de charbon et les particules de matière  
30 minérale provoquant la coagulation ( ou agglomération)  
35



de ces particules de nature différente.

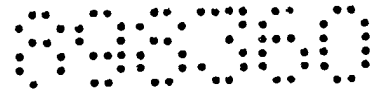
Une solution de ce problème pourrait être une floculation sélective, consistant à provoquer dans une suspension/de plusieurs composants minéraux la floculation et la sédimentation de l'un de ces composants, alors  
5 que les autres restent à l'état dispersé.

La mise en oeuvre d'agents de floculation sélectifs de nature inorganique ou organique a déjà été préconisée pour la séparation de certains ingrédients de suspensions obtenues dans le traitement de  
10 minerais et(ou) de schlamms minéraux (cf. Mueller et collaborateurs in "Erzmetall" 33 (1980), pages 94 à 99).

Une séparation quantitative de l'un des composants à l'aide d'un agent de floculation sélectif n'a  
15 cependant pas encore pu être réalisée, surtout à l'aide d'agents de floculation d'un poids moléculaire élevé, à base de poly-électrolytes, parce que, pratiquement dans tous les cas, se manifeste dans la suspension de substances minérales une adsorption non sélective par  
20 des groupes non ioniques et l'influence d'ions déterminant le potentiel (ou la différence de potentiel).

L'invention avait par conséquent pour objectif de développer un procédé, permettant une séparation aussi complète que possible des particules ultra-fines  
25 de matières minérales, contenues dans des suspensions aqueuses obtenues lors du traitement du charbon et(ou) du charbon de houille, telles que les eaux de lavages provenant d'un tel traitement.

Conformément à l'invention, cet objectif est  
30 atteint en traitant une suspension, contenant du charbon et une matière minérale en particules ultra-fines, avec un agent de dispersion sélectif à base d'un polymère organique synthétique anionique d'un poids moléculaire ne dépassant de préférence pas 10 000, avant de  
35 provoquer dans la dispersion la floculation du charbon



et des particules de matière minérale plus grossières à l'aide d'un agent de floculation connu, de préférence anionique.

5 Ce mode opératoire permet d'obtenir d'une manière inattendue une séparation très poussée, irréalisable avec les procédés antérieurs, du charbon et des particules minérales ultra-fines, souillant le charbon.

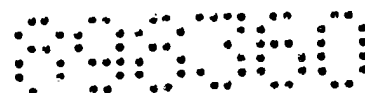
10 L'agent de dispersion anionique, à utiliser conformément à l'invention, permet de stabiliser la dispersion aqueuse des particules de matière minérale vis-à-vis d'une adsorption non sélective par les agents de floculation ajoutés par la suite, ces derniers n'amenant par conséquent que la floculation sélective des particules de charbon non dispersées.

15 L'utilisation d'agents de floculation d'un poids moléculaire élevé conduit à la formation d'agglomérats relativement importants, qui accélèrent les opérations de séparation subséquents telles qu'une sédimentation par gravité. Il s'ensuit que la durée, pendant la-  
20 quelle la dispersion de matières minérales doit être stabilisée, peut être raccourcie et que partant la proportion d'agent de dispersion peut être diminuée.

25 En tenant compte des résultats peu satisfaisants des procédés de floculation sélective connus, le succès du procédé selon l'invention est surprenant, car il permet non seulement de parvenir à un taux de séparation du charbon et des particules ultra-fines irréalisable jusqu'à présent, mais en outre à une réalisation en continu.

30 Or, étant donné le volume des dispersions devant être traitées, un procédé pouvant être réalisé en continu est une exigence essentielle dans le domaine de l'exploitation des mines de charbon.

35 Le procédé selon l'invention possède en outre l'avantage d'être réalisable avec des installations



mécaniques peu dispendieuses et avec des quantités d'additifs tels qu'agents de dispersion et(ou) de floculation relativement peu importants.

5 L'invention a donc pour objet un procédé de séparation de particules fines et surtout ultra-fines d'eaux de lavage d'opérations de traitement du charbon ou de schlamms de charbon, caractérisé en ce que l'on ajoute aux eaux de lavage ou au schlamm de charbon un agent de dispersion stabilisant la suspension des  
10 particules ultra-fines, de préférence à base d'un polymère organique synthétique anionique, puis on provoque la floculation sélective du charbon à l'aide d'un agent de floculation connu en soi, suivie de la séparation de celui-ci par une voie connue en soi, de préférence par sédimentation.  
15

L'agent de dispersion sélectif est de préférence choisi parmi les produits anioniques à base d'un polymère organique synthétique d'un poids moléculaire inférieur ou égal à 10 000 g/mole.

20 Le degré d'anionité, c'est-à-dire la proportion d'unités anioniques, peut varier dans de larges limites et se situe normalement entre 5 et 100 % en poids.

Le poids moléculaire de l'agent de dispersion est critique pour le résultat recherché. A partir d'un  
25 poids moléculaire de 10 000, l'efficacité diminue rapidement. Les résultats les plus avantageux sont obtenus avec les agents de dispersion d'un poids moléculaire compris entre 3000 et 7000 .

A côté du poids moléculaire, la composition chimique de l'agent de dispersion joue elle aussi un  
30 rôle important.

En partant des caractéristiques des suspensions de départ (composition, teneur en matière solide), le spécialiste peut cependant déterminer aisément, par  
35 des essais préliminaires, l'agent de dispersion le mieux approprié, le poids moléculaire optimal et la

proportion adéquate à mettre en oeuvre.

Comme agents de dispersion appropriés, on peut mentionner :

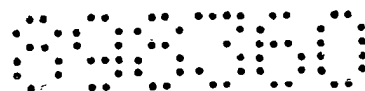
- 1) les acides poly-acryliques et poly-méthacryliques,
- 5 2) les copolymères d'acide acrylique et d'amide acrylique ou d'acide méthacrylique et d'amide méthacrylique avec une proportion d'acide (méth)acrylique de 5 à 99 % en poids,
- 3) les copolymères d'acide acrylique et d'acrylates tels  
10 qu'un copolymère d'acide acrylique et d'acrylate d'isopropyle d'une teneur en acide acrylique de 5 à 99 % en poids, et leurs sels,
- 4) l'acide poly-2-acrylamido-2-méthyl-propane-sulfonique et ses sels,
- 15 5) les copolymères d'acide poly-2-acrylamido-2-méthyl-propane-sulfonique et de ses sels et d'amide acrylique , d'une teneur en AMPS de 5 à 99 % en poids,
- 6) les polymères de l'acroléine et
- 7) l'acide poly-maléique, ses copolymères avec l'amide  
20 ou l'acide acrylique et leurs sels.

L'agent de dispersion est ajouté sous agitation à la dispersion de charbon, éventuellement avec addition de quantités supplémentaires d'eau de dilution.

Les eaux de lavage provenant des traitements  
25 du charbon contiennent généralement jusqu'à 50 g/l de matières solides.

La proportion de l'agent de dispersion, de même que celle de l'agent de floculation, est indiquée par rapport à la proportion pondérale en matières solides  
30 (kg/twf = kg par tonne de matières solides anhydres). Pour l'agent de dispersion, celle-ci se situe normalement entre 0,2 et 1,0 kg/twf.

Après l'addition de l'agent de dispersion, on provoque la floculation du charbon à l'aide d'un agent  
35 floculant , de préférence une substance d'un poids moléculaire élevé.



Des agents de floculation appropriés sont connus. Ceux-ci peuvent être de nature non ionique ou anionique, les composés anioniques étant cependant préférés dans le cadre de l'invention. Comme exemples d'agents floculants sélectifs adéquats, on peut citer :

- 1) un polyamide acrylique à poids moléculaire élevé,
- 2) les agents floculants à base de polyamide acrylique partiellement hydrolysé, d'un poids moléculaire élevé et d'une teneur en unités anioniques de 5 à 40 % en poids.

Pendant la floculation, les fines particules minérales subsistent sous forme d'une dispersion stable dans le surnageant trouble. C'est de cette façon qu'est réalisée une floculation sélective du charbon et une séparation poussée du charbon et des matières minérales .

Le charbon floculé et séparé par sédimentation est soutiré avec les particules minérales les plus grossières, qui sédimentent elles aussi, et soumis à une flottation usuelle.

Le surnageant décanté contient les particules ultra-fines en dispersion, qui peuvent, si on le désire, être concentrées à l'aide d'un agent de floculation approprié, avantageusement un agent floculant cationique.

L'invention est illustrée plus en détail par les exemples ci-après.

#### Exemple 1

A des eaux de lavages provenant du traitement d'un charbon de houille, d'une teneur en matières solides de 28 g/l, on ajoute sous agitation intense un agent de dispersion à base d'un copolymère d'acrylate de sodium et d'amide acrylique ( à 85 % d'acrylate de sodium et 15 % d'amide acrylique ; poids moléculaire :  $\pm$  6000 g/mole) à raison de 1,8 kg par tonne de matières solides (soit 0,5 kg/twf).



Ensuite, on ajoute 360 g/twf d'un agent de flo-  
culation à base d'un polyamide acrylique partiellement  
hydrolysé, d'un poids moléculaire élevé et d'une te-  
neur en unités anioniques de 40 % en poids. Après la  
5 sédimentation, le surnageant contient encore 8,3 g/l  
de matières solides, dont la teneur en cendres est  
voisine de 83,7 %.

(La quantité d'eau de lavage dans cet essai est  
de 250 ml).

#### 10 Exemple 2

On répète le mode opératoire de l'exemple 1,  
mais utilise comme agent de floculation un polymère  
d'une teneur en unités anioniques de 30 % en poids en  
une proportion de 90 g/twf.

15 Après la sédimentation, le surnageant possède  
une teneur résiduelle en matières solides de 5,1 g/l  
avec une teneur en cendres de 95 %.

#### Exemple 3

On répète le mode opératoire de l'exemple 2,  
20 mais en ajoutant comme agent de floculation un polymère  
du même poids moléculaire, mais avec une teneur en  
unités anioniques de 40 % en poids en une proportion  
de 30 g/twf.

La teneur en matières solides du surnageant  
25 obtenu est de 11,6 g/l avec une teneur en cendres  
d'environ 76 %.

#### Exemple 4

On répète le mode opératoire de l'exemple 1  
avec un agent de dispersion à base d'un copolymère de  
30 90 % d'amide acrylique et de 10 % d'acrylate de so-  
dium, d'un poids moléculaire d'environ 5000 g/mole .

Après floculation avec 180 g/twf d'un polymère  
à 30 % en poids d'unités anioniques, le surnageant con-  
tient en dispersion 5,2 g/l de matières solides, la  
35 teneur en cendres étant de 89 %.

Exemple 5

Des eaux de lavage avec une teneur en matières solides de 55 g/l sont traitées avec un agent de dispersion selon l'exemple 1 à raison de 455 g/twf et  
5 comme agent de floculation, avec 34 g/twf d'un polymère à 30 % en poids d'unités anioniques.

La teneur résiduelle en matières solides dispersées est de 3,4 g/l, la teneur en cendres de 86 % (quantité d'eau de lavage : 4 litres).

10 Exemple 6

On répète le mode opératoire de l'exemple 5 en employant cependant un agent de dispersion à base d'un copolymère 50:50 d'amide acrylique et d'acrylate de sodium, d'un poids moléculaire d'environ 4000 g/mole,  
15 et comme agent floculant un polymère à 30 % en poids d'unités anioniques.

Matière solide restée en dispersion : 5,4 g/l ;  
teneur en cendres : 86 %.

Exemple 7

20 On répète le mode opératoire de l'exemple 5 en utilisant comme agent de dispersion du polyhydroxycarboxylate de sodium d'un poids moléculaire de  $\pm$  3800 g/mole .

Matière solide restée en dispersion : 2,0 g/l ;  
25 teneur en cendres : 89 %.

Exemple 8

On répète le mode opératoire de l'exemple 5 en utilisant comme agent de dispersion un terpolymère 40:50:10 d'amide acrylique, d'acide acrylique et d'AMPS.

30 Matière solide restée en dispersion : 1,5 g/l ;  
teneur en cendres : 81 %.

Exemple 9

A des eaux de lavage provenant du traitement d'un terril, d'une teneur en matières solides de 62 g/l  
35 et d'une proportion en cendres de 55 %, on ajoute sous



agitation intense un agent de dispersion à base d'un copolymère de 85 % d'acrylate de sodium et de 15 % d'amide acrylique, d'un poids moléculaire de  $\pm 6000$  g/mole, à raison de 500 g/twf, puis 15 g/twf d'un agent de floculation à 40 % en poids d'unités anioniques.

Le surnageant obtenu par sédimentation contient une teneur résiduelle en matières solides avec une teneur en cendres de 81 %, tandis que la teneur en cendres du sédiment est de 26 %.

#### 10 Exemple 10

Cet exemple est destiné à illustrer le procédé selon l'invention dans une installation pilote à fonctionnement continu.

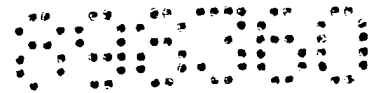
L'installation est reproduite schématiquement dans la figure unique du dessin annexé. Elle est constituée d'une cuve de conditionnement (1) dans laquelle a lieu le mélange intime, à l'aide d'un agitateur (2), de la suspension à traiter, de l'eau et de l'agent de dispersion, ainsi que d'une cuve de sédimentation (3), également équipée d'un agitateur (4), dans laquelle sont ajoutées des quantités dosées de l'agent de floculation.

Le charbon floclé sédimente et est soutiré, avec les ingrédients minéraux grossiers, à l'aide d'une vis d'évacuation (6) en (5).

La matière solide résiduelle, restant dans le surnageant trouble, est principalement constituée de particules ultra-fines, restées en dispersion et pouvant être précipitées par l'addition d'un agent de floculation approprié.

#### 30 Données techniques

capacité de la cuve de conditionnement	:	0,5 m <sup>3</sup>
capacité de la cuve de sédimentation	:	1,8 m <sup>3</sup>
débit horaire	:	0,4 à 0,6 m <sup>3</sup>
durée de séjour dans la cuve de conditionnement:		$\pm 1$ mn



durée de séjour dans la cuve de sédimentation: 3 à 4,5 mn

agent de dispersion :

copolymère de 85 % d'acide acrylique et de

15 % d'amide acrylique ; poids moléculaire :

5  $\pm$  6000 g/mole

agent de floculation :

polymère à poids moléculaire élevé avec

30 % en poids d'unités anioniques.

# 10 Résultats

	Débit (l/mn)	(kg anhydre/ mn)	Teneur en matières solides (g/l)	Cendres (%)
15 Suspension à traiter	440	30,0	68	49
Produit soutiré	40	21,5	537	42
Produit résiduel	400	8,5	21	66

20 Le produit résiduel, contenant les particules ultra-fines, peut être clarifié par l'addition d'un agent de floculation supplémentaire et sédimentation subséquente.

25 Le dessin annexé représente le schéma d'une installation pilote pour la floculation sélective d'un schlamm de charbon ;

1 = cuve de conditionnement

2 = agitateur

3 = cuve de sédimentation

30 4 = agitateur

5 = pompe

6 = vis d'acheminement .



### REVENDEICATIONS

1. Procédé pour la séparation de particules ultra-fines, d'une dimension inférieure ou égale à 32  $\mu\text{m}$ , d'eaux de lavage d'opérations de traitement du charbon, de retraitement de terrils ou de schlamms de charbon, caractérisé en ce que l'on ajoute aux eaux de lavage ou au schlamm de charbon, éventuellement sous agitation et en les diluant, un agent de dispersion anionique sélectif pour les particules ultra-fines, et on sépare de la dispersion stable formée le charbon par une floculation sélective à l'aide d'un agent de floculation connu en soi.

2. Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce que l'on emploie comme agent de dispersion un polymère anionique avec un poids moléculaire inférieur ou égal à 10 000 g/mole.

3. Procédé suivant l'une des revendications 1 et 2, caractérisé en ce que l'on emploie comme agent de dispersion un polymère organique synthétique anionique d'un degré d'anionité de 5 à 100 % en poids.

4. Procédé suivant l'une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que le charbon est séparé à l'aide d'un agent de floculation anionique.

5. Procédé suivant l'une des revendications 1 à 4, caractérisé en ce qu'il est réalisé en continu.

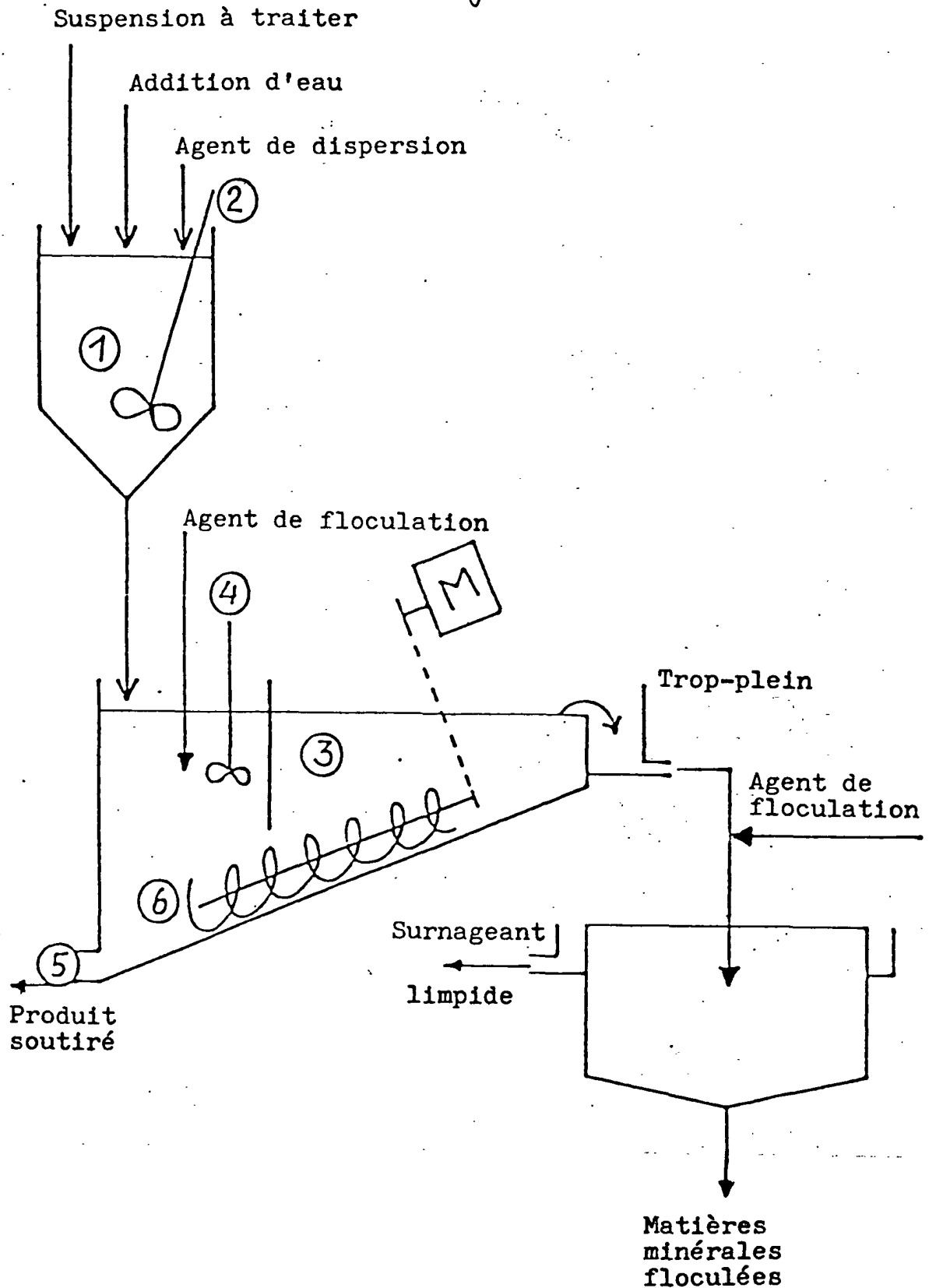
BRUXELLES, le -2 DEC. 1983

E. Pon

*Chemische Fabrik  
Stockhausen GmbH  
et Laubergwerke AG*

P. Pon BUREAU VANDER HAEGHEN

# Chemische Fabrik Stockhausen GmbH et Saarbergwerke AG



BRUXELLES, le -2 DEC. 1983

E. Pon *Chemische Fabrik  
Stockhausen GmbH  
et Saarbergwerke AG*

P. Pon BUREAU VANDER HAEGHEN

*D. J. Plet*