

BREVET D'INVENTION**ROYAUME DE BELGIQUE****SPF ECONOMIE, P.M.E.,
CLASSES MOYENNES & ENERGIE**

Office de la Propriété intellectuelle

NUMERO DE PUBLICATION : 1019347A3

NUMERO DE DEPOT : 2010/0314

Classif. Internat. : C22B

Date de délivrance le : 05 Juin 2012

Le Ministre pour l'entreprise,

Vu la loi du 28 Mars 1984 sur les brevets d'invention, notamment l'article 22;

Vu l'arrêté royal du 2 Décembre 1986 relatif à la demande, à la délivrance et au maintien en vigueur des brevets d'invention, notamment l'article 28;

Vu le procès verbal dressé le 25 Mai 2010 à 16H50 à l'Office de la Propriété Intellectuelle

ARRETE:Article unique.-Il est délivré à : FORREST George Arthur; TWITE KABAMBA Edmond
Square George Arthur Forrest 1, LUBUMBASHI, R.D. CONGO(CONGO);Avenue Lukonzolwa 24,
LUBUMBASHI/KATANGA, R.D. CONGO (CONGO)

représenté(e)(s) par : COULON Ludivine, GEVERS, Holidaystraat 5, - B 1831 DIEGEM.

un brevet d'invention d'une durée de 20 ans, sous réserve du paiement des taxes annuelles, pour : REACTEUR HYDROMETALLURGIQUE.

INVENTEUR(S) : Twite Kabamba Edmond, Avenue Lukonzolwa 24, Lubumbashi/Katanga (CG)

ARTICLE 2.- Ce brevet est délivré sans examen préalable de la brevetabilité de l'invention, sans garantie du mérite de l'invention ou de l'exactitude de la description de celle-ci et aux risques et périls du(des) demandeurs(s).

Pour expédition certifiée conforme

Bruxelles, le 05 Juin 2012
PAR DELEGATION SPECIALE :
DRISQUE S.
Conseiller
S. DRISQUE
Conseiller**.be**

"REACTEUR HYDROMETALLURGIQUE"

L'invention se rapporte à un réacteur hydrométallurgique prévu pour réaliser une extraction d'au moins un premier métal initialement présent à un premier état d'oxydation dans une phase aqueuse, ainsi qu'à un procédé hydrométallurgique.

Dans la métallurgie extractive des métaux non-ferreux, certains métaux sont élaborés comme sous-produits du traitement métallurgique du métal principal dans le minerai. C'est le cas du cobalt qui est généralement extrait comme sous-produit de la métallurgie du cuivre ou du nickel par voie hydrométallurgique. Le manganèse constitue avec le fer une autre impureté abondante à éliminer.

Le procédé classique de traitement des minerais mixtes cuivre-cobalt est un procédé à plusieurs étapes, qui comprend, après lixiviation, une extraction par solvants (SX) et une électrolyse (EW) du cuivre, suivie d'une précipitation de cobalt. Cette production nécessite une très forte consommation d'énergie électrique alors que plusieurs régions minières souffrent de gros problèmes d'approvisionnement des sites en énergie électrique. En outre, le manganèse est difficilement évacué par des procédés classiques de précipitation chimique, notamment par l'extraction liquide-liquide, laquelle est coûteuse et fort polluante. Comme on le constate donc, les procédés classiques nécessitent donc d'investir dans les réactifs de SX ainsi que dans un réseau électrique comprenant un transfo-redresseur pour fournir du courant continu à la salle d'électrolyse (EW).

Les minerais oxydés se prêtent généralement mal à la concentration par flottation puisque les rendements de récupération des métaux ne dépassent pas 70%. La tendance actuelle en hydrométallurgie est de soumettre les oxydes à une lixiviation directe, avec comme inconvénient majeur, la manipulation de volumes importants des minerais.

Les procédés hydrométallurgiques sont typiquement effectués dans des immenses salles comprenant des installations encombrantes, ce qui devient de plus en plus coûteux. Il existe donc un besoin, dans l'état de la technique, de fournir un réacteur compact.

Le document WO0056943 montre qu'il est possible de faire une précipitation sélective de fer et de manganèse dans deux réacteurs séparés. Une telle sélection n'est cependant pas intéressante avec des minerais cuivre-cobalt, compte tenu de la forte co-précipitation de cobalt en l'absence de fer.

Pour pallier ces problèmes électriques et améliorer l'efficacité des procédés existants, il existe donc un besoin de fournir un procédé plus sommaire, plus efficace, plus rentable et moins polluant, ainsi qu'un réacteur adapté et donc très flexible pour mettre en œuvre de tels procédés avantageux.

Par exemple, dans l'hydrométallurgie, il existe un besoin de trouver de nouveaux procédés améliorés pour traiter des minerais polymétalliques en récupérant tous les métaux valorisables, même à faible teneur. Ainsi, même les eaux résiduelles peuvent être épurées avec profit avant de les déverser dans l'environnement, par la récupération fatale et lucrative des métaux à faible teneur, comme

l'uranium pour tous les minerais cupro-cobaltifères qui présentent des traces d'uranium.

L'invention actuelle procure un réacteur universel, le
5 premier du genre qui puisse opérer en mode continu dans
l'hydrométallurgie et qui peut mettre en œuvre plusieurs procédés
différents en fonction des utilisations à y mettre en œuvre appliquées
conventionnellement dans l'hydrométallurgie. Dès lors, pour mettre en
œuvre les diverses méthodes d'extraction, il ne faut utiliser et donc
10 construire qu'un seul type de réacteur qui fonctionne ici à l'échelle
industrielle en mode continu de préférence.

Pour atteindre ces objectifs, l'invention procure un réacteur
hydrométallurgique prévu pour réaliser une extraction d'au moins un
15 premier métal initialement présent à un premier état d'oxydation dans
une phase aqueuse, comportant une cuve réactionnelle, prévue pour
contenir la phase aqueuse, dans laquelle le premier métal passe du
premier état d'oxydation à un deuxième état d'oxydation différent du
premier état d'oxydation, le passage du premier état d'oxydation au
20 deuxième état d'oxydation engendrant un changement d'état de la
matière du premier métal. Le réacteur hydrométallurgique selon
l'invention comprend également

- une alimentation en ladite phase aqueuse reliée à la cuve
réactionnelle ;
- 25 - des moyens d'agitation agencés pour agiter la phase aqueuse dans
la cuve réactionnelle ;
- une alimentation en au moins un gaz dans la cuve réactionnelle ; et
- une sortie en la phase aqueuse contenant le premier métal extrait
présentant le deuxième état d'oxydation, la sortie étant reliée à la cuve
30 réactionnelle.

Comme on peut le constater, le réacteur hydrométallurgique selon l'invention permet de fournir un réacteur universel conçu pour mettre en œuvre plusieurs procédés hydrométallurgiques ou parties de procédés métallurgiques comme par exemple (i) la précipitation par oxydation des métaux en phase aqueuse comme la démanganisation des phases aqueuses sulfuriques par oxydation par l'air sulfureux avec une précipitation de MnO_2 , et (ii) la cémentation des métaux en phase aqueuse par un métal plus électronégatif, plus spécialement permettant la cémentation du cobalt ou du nickel en phase aqueuse sulfurique par l'aluminium ou le magnésium métallique en poudre (iii) ou même une lixiviation des minerais. Le réacteur selon l'invention est donc très flexible et utilise l'espace de façon plus économique sachant que ce réacteur permet bien entendu une mise en œuvre de procédés (continus) à l'échelle industrielle.

15

Le réacteur hydrométallurgique comporte une agitation mécanique agencée pour agiter la phase aqueuse dans la cuve réactionnelle. Les moyens d'agitation peuvent être de géométrie variable et de différents types pour réguler le temps de séjour. Par exemple, plusieurs turbines peuvent être présentes, placées à plusieurs niveaux. De préférence la cuve est en plus équipée d'une ou plusieurs chicanes qui aident à travailler dans des conditions de courants turbulents, contribuant ainsi à l'agitation optimale.

20

25

Avantageusement, on peut obtenir une grande efficacité de fonctionnement suivant des mécanismes réactionnels complexes d'hydrométallurgie grâce à la combinaison d'agitation mécanique et pneumatique permettant de travailler dans une cuve optimalement agitée. Donc, avantageusement, un mélange efficace est obtenu par un agitateur rotatif et une injection de gaz simultanée. Ceci ne permet pas seulement de fournir une extraction des métaux très efficace, de bonne

30

qualité et commercialisable sur le marché mondial, mais aussi de limiter drastiquement les pertes en métal par exemple en cobalt traditionnellement associé à la valorisation de cuivre du minerai cuivre-cobalt. Ainsi, la valorisation efficace des multiples métaux présents dans un minerai, par exemple le minerai cobalt-cuivre peut être réalisé en mode continu.

Le réacteur hydrométallurgique comporte de préférence une sortie d'une phase gazeuse, éventuellement munie de moyens de contrôle, comme par exemple une cheminée. Dans ce cas, la pression gazeuse au dessus de la phase aqueuse dans la cuve réactionnelle peut être contrôlée et donc l'efficacité des procédés hydrométallurgiques est améliorée grâce à une pression gazeuse optimale dans la cuve réactionnelle.

15

Le réacteur hydrométallurgique selon l'invention comporte avantageusement au moins un moyen de contrôle d'au moins un paramètre choisi dans le groupe constitué du potentiel d'oxydoréduction (Eh), de la température, du pH, de la pression de gaz, du débit gazeux, du débit liquide, et du volume de ladite phase aqueuse, ce qui permet une régulation efficace et un contrôle rigoureux des paramètres susdits.

20

Dans une forme de réalisation préférentielle de l'invention, le réacteur hydrométallurgique comporte un moyen de chauffage. Ce moyen de chauffage peut comprendre une alimentation de vapeur d'eau qui est un produit bon marché, peu polluant et facilement disponible. L'injection directe de vapeur d'eau dans la phase aqueuse permet de chauffer la phase aqueuse de façon plus efficace, surtout si ce moyen de chauffage est un serpentin hélicoïdal régulièrement perforé placé dans le fond du réacteur.

25
30

Avantageusement, le réacteur hydrométallurgique selon l'invention comporte en outre un moyen de séparation du premier métal ayant subi le changement d'un premier état d'oxydation et possédant ledit deuxième état d'oxydation (différent du premier état d'oxydation). Ce
5 moyen de séparation peut être un filtre ou un panier pour récolter le premier métal de la phase aqueuse qui peut être à titre d'exemple sous forme d'oxyde ou hydroxyde non soluble ou sous forme de métal élémentaire. Ce moyen de séparation permet de récolter aisément ledit premier métal sous forme solide.

10

D'autres formes de réalisation du réacteur hydrométallurgique selon la présente invention sont mentionnées dans les revendications annexées.

15

La présente invention se rapporte aussi à un procédé hydrométallurgique, par exemple conçu pour la valorisation de minerai métallique (oxydé ou sulfuré), son concentré ou sa cendre de grillage des sulfures. Le procédé hydrométallurgique selon l'invention comprend

- une alimentation d'une phase aqueuse contenant au moins un
20 premier métal à un premier état d'oxydation;
 - une alimentation d'au moins un gaz avec mise en contact de la phase aqueuse avec le gaz;
 - un changement d'état d'au moins un premier métal par un passage du premier état d'oxydation à un deuxième état d'oxydation différent du
25 premier état d'oxydation ;
 - une sortie de la phase aqueuse contenant au moins ledit premier métal extrait présentant le deuxième état d'oxydation ;
- ce procédé hydrométallurgique selon l'invention comprenant au moins une étape fonctionnant de manière continue.

30

Par ailleurs, l'invention actuelle permet une opération peu polluante aussi bien pour l'air que pour l'eau et peut être conduite de façon très sélective. Ceci est obtenu par l'usage d'au moins un gaz, par exemple de l'air, de l'oxygène, de l'azote gazeux, du SO₂ ou des
5 mélanges adéquats comme air ou oxygène et azote gazeux, et air ou oxygène et SO₂. Par exemple, si du manganèse est à purifier, MnO₂ étant insoluble dans les phases aqueuses sulfuriques en l'absence de réducteur, il est possible d'éliminer le manganèse par oxydation sélective et précipitation de MnO₂. Toute la question réside dans la sélection d'un
10 oxydant assez fort et peu coûteux. A ce propos l'« air sulfureux » (le mélange gazeux air/SO₂) est industriellement l'oxydant le plus facile à conditionner et le moins onéreux.

Le contact avec ce au moins un gaz effectue un
15 changement d'état du premier métal initialement présent dans un premier état d'oxydation en au moins un premier métal présentant un deuxième état d'oxydation différent du premier état d'oxydation. Dans une forme de réalisation avantageuse selon l'invention, au moins une étape est opérée en mode continu faisant usage d'un réacteur selon
20 l'invention actuelle. Avantageusement, ceci permet de travailler dans des conditions bien contrôlables, d'obtenir une plus grande productivité et meilleure qualité qu'avec les procédés classiques.

Dans une forme de réalisation avantageuse selon
25 l'invention, au moins une étape est opérée en mode continu faisant usage d'un seul réacteur selon l'invention actuelle qui est équipé pour en effectuer tout ou en partie un ou plusieurs procédés hydrométallurgique comme la précipitation ou la cémentation ou encore une lixiviation par exemple secondaire. Ces procédés peuvent être également effectués
30 successivement dans un réacteur universel. Avantageusement, ceci économise l'espace nécessaire de fonctionnement et en réduit les frais.

Avantageusement, le procédé hydrométallurgique selon l'invention comprend en outre une séparation d'au moins un premier métal extrait présentant le deuxième état d'oxydation dudit au moins un premier métal présentant le premier état d'oxydation.

5

Avantageusement, l'étape de changement d'état de la matière est un changement de l'état solide à l'état liquide, comme dans la lixiviation.

10 Avantageusement, l'étape de changement d'état est un changement de l'état liquide à l'état solide, comme dans la précipitation ou la cémentation. Le changement d'état de l'état liquide à l'état solide selon l'invention peut avantageusement être effectué en présence d'au moins un deuxième métal plus électronégatif que le premier métal. Ceci
15 est le cas, par exemple, dans une cémentation. Ledit au moins un deuxième métal plus électronégatif que le premier métal peut être au moins un métal choisi dans le groupe constitué de l'aluminium, du nitrure d'aluminium, du magnésium, du fer, du zinc, etc.

20 Avantageusement, ledit au moins un premier métal initialement présentant au premier état d'oxydation est au moins un métal choisi dans le groupe constitué du cuivre, du nickel, du cobalt, de l'argent, de l'or, du manganèse, du platine, de l'uranium sous forme d'oxyde, d'hydroxyde, ou tout autre sel soluble dans ladite phase
25 aqueuse. Les impuretés abondantes comme le fer et le manganèse sont donc éliminées de manière peu coûteuse et plus efficace par rapport aux techniques classiques. En fait, c'est la première fois qu'une application industrielle de valorisation de métaux est effectuée, par exemple la démanganisation et la cémentation du cobalt et du nickel, en processus
30 continu sur des phases aqueuses industrielles.

Avantageusement, le procédé selon l'invention comprend une pluralité d'étapes de changement d'état successives d'une pluralité de premiers métaux présents à un premier état d'oxydation vers ledit deuxième état d'oxydation.

5

De préférence, ladite pluralité d'étapes comprend

- une cémentation, dans laquelle ledit premier métal est du cuivre à cémenter, qui cimente en présence d'une poudre métallique, par exemple d'aluminium alimentée pneumatiquement conduisant à une
10 phase aqueuse appauvrie en cuivre,
- une précipitation, à partir de ladite phase aqueuse appauvrie en cuivre, du fer et/ou du manganèse initialement en solution qui précipite en présence d'un gaz oxydant, conduisant à une phase aqueuse appauvrie en cuivre, en fer et/ou en manganèse,
- 15 - une précipitation à partir de ladite phase aqueuse appauvrie en cuivre, en fer et/ou en manganèse, de l'aluminium, initialement présent en solution, qui précipite en présence d'une base, conduisant à une phase aqueuse appauvrie en cuivre, en fer et/ou en manganèse, en aluminium.; et
- 20 - une récupération sélective du cobalt sous forme solide à partir de ladite phase aqueuse appauvrie en cuivre, en fer et/ou en manganèse, en aluminium.

25 Dans une forme de réalisation, ladite récupération sélective du cobalt est une précipitation, en présence d'un gaz oxydant, du cobalt sous forme de sel solide à partir de ladite phase aqueuse contenant le cobalt initialement sous forme d'un sel soluble.

30 Dans une variante selon l'invention, ladite récupération sélective de cobalt est une cémentation du cobalt initialement présent dans la phase aqueuse sous la forme d'un sel soluble en cobalt

métallique en présence d'un deuxième métal plus électronégatif que le cobalt alimenté pneumatiquement.

D'autres formes de réalisation du procédé hydrométallurgique selon la présente invention sont indiquées dans les revendications annexées.

La présente invention se rapporte aussi à une utilisation d'un réacteur hydrométallurgique selon l'invention pour valoriser un minerais métallique (oxydé ou sulfuré), son concentré ou son cendre de grillage des sulfures.

D'autres formes de réalisation de l'utilisation d'un réacteur hydrométallurgique selon l'invention actuelle sont indiquées dans les revendications annexées.

L'invention se rapporte également à une installation comprenant une pluralité de réacteurs hydrométallurgiques selon l'invention.

20

D'autres caractéristiques, détails et avantages de l'invention ressortiront de la description donnée ci-après, à titre non limitatif et en faisant référence aux dessins.

La figure 1 est un schéma d'un réacteur hydrométallurgique selon l'invention.

La figure 2A est une vue d'en haut représentant une turbine du réacteur hydrométallurgique selon l'invention et la figure 2B est une vue de profil de cette turbine du réacteur hydrométallurgique selon l'invention.

30

La figure 3 est un diagramme d'un procédé hydrométallurgique complet selon l'invention.

La figure 4 est un diagramme d'une précipitation mise en œuvre dans le réacteur selon l'invention.

La figure 5 est un diagramme d'une cémentation mise en œuvre dans le réacteur selon l'invention.

Sur les figures, les éléments identiques ou analogues portent les mêmes références.

Par le terme « minerais métallique », on entend, au sens de l'invention des minerais polymétalliques, comprenant entre autres ceux du type Shinkolobwe ou des gisements de Swampu, Kasompi, ou Musonoi, des minerais polymétalliques pauvres en uranium et des minerais cupro-cobaltifère comme entre autres de la ceinture du Katanga caractérisés par la présence des traces d'uranium. Par le terme « minerais métallique », on entend aussi, au sens de l'invention, des minerais oxydés, souvent occurrent en surface du gisement et des minerais sulfurés, plutôt occurrent en profondeur. Ce minerais métallique peut être un minerais qui comprend U, Cu, Co, Ni, en présence de traces des métaux nobles comme Au, Ag et de platinoïdes.

Comme on peut le voir à la figure 1, le réacteur 100 comporte une cuve réactionnelle 1 dans laquelle l'extraction d'au moins un premier métal initialement présent à un premier état d'oxydation dans une phase aqueuse peut être mise en œuvre. La cuve réactionnelle 1 comprend la phase aqueuse et est le siège du passage du premier métal du premier état d'oxydation au deuxième état d'oxydation.

La cuve réactionnelle 1 est connectée à une tubulure latérale 61 et à une tubulure inférieure 62 et comprend des moyens d'agitation 10. En fonction du procédé que l'on souhaite mettre en œuvre dans le réacteur 100, la tubulure latérale 61 sert d'alimentation en une phase aqueuse et la tubulure inférieure 62 sert de sortie à la phase aqueuse ou bien la tubulure inférieure 62 sert d'alimentation en une phase aqueuse et la tubulure latérale 61 sert de sortie à la phase aqueuse. Dans la forme de réaction illustrée, la tubulure 62 est raccordée à une autre tubulure latérale 63 munie d'une vanne de vidange 7. Le réacteur comprend en outre une alimentation pour un gaz 2 ainsi qu'une sortie pour celui-ci 16. Eventuellement cette sortie 16 d'au moins un gaz est munie de moyens de contrôle. Dans ce cas, la pression gazeuse au dessus de la phase aqueuse dans la cuve réactionnelle peut être contrôlée et donc l'efficacité des procédés hydrométallurgiques améliorée grâce à une pression gazeuse optimale dans la cuve réactionnelle. L'alimentation d'au moins un gaz alimente ledit au moins un gaz, de préférence par le fond du réacteur. Ainsi, quand l'alimentation de la phase aqueuse est reliée à la cuve réactionnelle par le fond, les deux alimentations sont orientées dans le même sens et le temps de contact liquide-gaz est plus long, ce qui accélère les conversions chimiques dans la cuve réactionnelle. En revanche, quand l'alimentation de la phase aqueuse est reliée à la cuve réactionnelle par le haut, les deux alimentations circulent à contre-courant, ce qui réduit le temps de contact mais augmente la diffusion de la phase gazeuse dans la phase aqueuse.

En fonction des réactions à mettre en œuvre dans la cuve réactionnelle, celle-ci peut être en acier inoxydable ou isolée électriquement de la phase aqueuse comme en acier au carbone, éventuellement protégé par un revêtement en résine anti-acide, ainsi que toutes les parties mobiles et statiques qui y sont présentes.

Les dimensions de la cuve sont une fonction de l'application que l'on souhaite mettre en œuvre. Par un fonctionnement continu du réacteur, la cuve est dimensionnée par rapport au temps de séjour (t_s) et au débit d'alimentation de la phase aqueuse dans le réacteur (Q_l). Le

5 temps de séjour du liquide dans le réacteur est donné par la relation :

$t_s = V_u / Q_l$ avec V_u le volume utile du réacteur et Q_l le débit d'alimentation de phase aqueuse dans le réacteur

$V_u = H_u \cdot \pi D_i^2 / 4$ avec D_i le diamètre interne de la cuve.

10 Comme le réacteur selon l'invention est un réacteur universel conçu pour effectuer plusieurs processus hydrométallurgiques, le diamètre interne D_i et la hauteur utile H_u du réacteur sont déterminés dans un rapport H_u / D_i qui permet de réaliser le temps de séjour nécessaire et une
15 d'extraction, tout en appropriant au processus hydrométallurgiques.

L'épaisseur de la cuve est aussi une fonction de H_u et D_i et est préférentiellement déterminée sur base des calculs de construction mécanique pour assurer sa bonne tenue. L'épaisseur de la cuve est, par
20 exemple sans toutefois y être limitée, entre 2 et 10 mm.

Le fond du réacteur et son couvercle 21 peuvent être sous forme de calottes hémisphériques pour compléter la tenue mécanique de l'ensemble. La hauteur H_s des calottes peut être déterminée lors de la
25 construction mécanique du réacteur. Le fond peut être amovible pour faciliter la mise en place des différents mécanismes et serpentins dans l'enceinte du réacteur qui peut comprendre, si nécessaire, un point-buttoir d'alignement de l'axe de rotation.

30 Dans une forme de réalisation préférentielle selon l'invention, la partie inférieure du réacteur peut être thermiquement isolée, par

exemple mais pas limité par cet exemple, sur toute la hauteur H_u avec une isolation thermique 18 comme la laine de roche enveloppée d'une feuille d'aluminium.

5 La cuve réactionnelle est donc munie de moyens d'agitation, permettant d'agiter et d'homogénéiser la phase aqueuse qui y est contenue dans laquelle le passage du premier métal du premier état d'oxydation au deuxième état d'oxydation se produit. Les moyens d'agitation comprennent agitateur rotatif monté sur un arbre auquel un
10 moteur 22 imprime un mouvement de rotation et constitué des pales en nombre, forme et inclinaison optimisés. Le dispositif mécanique de mélange comprend un système de support et de guide 14 de l'axe de rotation 23 et un système de roulement de l'axe de rotation des turbines 20. Dans la forme de réalisation illustrée, une puissante agitation est créée
15 dans le réacteur 100, par exemple, par des turbines 10 de largeur d , comprenant chacune six pales inclinées à 45° sur l'horizontale (voire figures 2A et 2B). En effet, la turbine à six pales induit une meilleure dispersion des gaz dans la phase liquide.

20 Dans une forme de réalisation préférentielle selon l'invention, l'agitateur comporte deux turbines 10, par exemple quand $1 \leq H_u / D_i \leq 1,8$. Dans une variante selon l'invention, l'agitateur comporte trois turbines 10, par exemple quand $H_u = 2D_i$. Trois turbines sont placées à trois niveaux équidistants d'une longueur égale à d . Alors, la turbine inférieure placée à
25 une distance H_f par rapport au fond de la cuve ($0,5 \leq H_f / d \leq 1$) a des pales orientées de telle sorte que le flux axial ascendant est le long de l'axe pour aspirer la phase aqueuse alimentée par le bas et chauffée dans la zone de chauffage et la faire entrer dans la zone des réactions. Le flux axial descendant est alors le long de la paroi. Pour les deux autres turbines, les
30 pales sont retro-orientées pour que le flux axial descendant soit le long de l'axe et le flux remontant, le long de la paroi. Ceci permet de réaliser

l'homogénéisation optimale des phases aqueuses dans la cuve. L'intense agitation annihile par ailleurs les phénomènes de diffusion des espèces chimiques en phase aqueuse vers l'interface réactionnelle des phases liquide-gaz. La présence des produits solides précipités et l'agitation de
5 l'élément mécanique « booste » le phénomène de nucléation. On assiste alors à une nucléation secondaire en lieu et place d'une nucléation spontanée lente et difficile à atteindre car nécessitant plus d'énergie interne.

10 Dans une autre forme de réalisation préférentielle selon l'invention, l'agitateur est animée d'une vitesse de rotation « n » qui impose un écoulement turbulent dans le liquide. Ainsi, la cavitation qui détruit la continuité de la phase liquide est évitée. Pratiquement « n » est compris entre 50 et 200 tr/min.

15

Dans une forme de réalisation avantageuse selon l'invention, la cuve est équipée de plusieurs contre-pales, contre-vortex ou chicanes
11 de largeur δ telle que : $0,05 \leq \delta / D_i \leq 0,12$, pour éviter l'entraînement de la masse liquide dans la cuve par le mouvement de rotation de l'agitateur.
20 Ces chicanes verticales peuvent être disposées de façon équidistante sur la circonférence de la cuve. Préférentiellement, le nombre de chicanes est de 4 pour $D_i < 6\text{m}$ et 6 pour $D_i > 6\text{m}$. Dans une forme de réalisation du réacteur selon l'invention, six chicanes sont installées et servent en même temps de support de fixation pour l'alimentation d'au moins un gaz,
25 comme décrit ci-dessous. L'agitateur transforme ainsi l'énergie mécanique fournie en énergie cinétique du liquide.

Dans une autre forme de réalisation préférentielle selon l'invention, un gaz est injecté dans la phase aqueuse en même temps et le
30 moyen d'agitation contribue à l'amélioration de la dispersion des bulles de gaz dans le liquide.

L'alimentation d'au moins un gaz est reliée à au moins un serpentín poreux ou percé 91, 92, par exemple un serpentín surfacique reparti sur la section supérieure. L'alimentation d'au moins un gaz peut aussi contenir plusieurs, de préférence deux serpentins poreux ou percés,
 5 par exemple au moins deux serpentins qui sont concentriques.

Un serpentín 91 principal, par exemple une bobine en spirales hélicoïdales de tuyau perforé de diamètre ϕ_t ($40 \leq D_i/\phi_t \leq 55$), est placée tout le long de la zone réactionnelle, par exemple sur une hauteur h
 10 = 3,25d, centrée à la hauteur de la turbine 10 centrale. Le diamètre des orifices d'injection de gaz est compris entre 2 et 4mm pour assurer la génération des microbulles de gaz. Les serpentins 91, 92 sont alimentés en mélange gazeux sous une pression « P_g » à partir de la dernière spirale dans le fond du réacteur. Dans le réacteur selon l'invention P_o est égale à
 15 une atmosphère et P_g est fixé comme : $1 \leq P_g/P_{\min} \leq 3,5$. Cette disposition permet de répartir la pression et la vitesse d'injection des gaz le long des serpentins au regard de la variation de la pression due à la colonne de liquide. La surface totale des orifices doit permettre de souffler à P_g , le débit total des gaz (Q_g) nécessaire pour accomplir les processus
 20 d'extractions selon l'invention, par exemple la démanganisation. Les serpentins peuvent être en deux demies bobines pour faciliter leur mise en place et espacée d'une distance $0,2 \leq d_{sp}/D_i \leq 0,25$.

Dans une forme de réalisation avantageuse selon l'invention,
 25 le serpentín 91 est fixée dans le réacteur sur les chicanes et le serpentín 92 est fixée sur le serpentín 91.

Le réacteur selon l'invention comprend au moins un moyen de contrôle, par exemple, situé dans une zone de mesure d'au moins un
 30 paramètre constitué par le potentiel d'oxydoréduction (Eh), la température, le pH, la pression de gaz, le débit gazeux, le débit liquide,

et le volume de la phase aqueuse. Dans la forme de réalisation illustrée, le réacteur comprend un système adéquat de mesure 13 des pressions et des débits (réglables) des gaz, par exemple par des sondes adéquates, ainsi qu'une sonde de mesure de niveau 15.

5

Pour réguler le pH de la phase aqueuse, le réacteur comprend une alimentation d'une solution ou suspension aqueuse basique ou acide, par exemple, de chaux ou de magnésie, reliée à une installation de préparation et pompage non illustrée à débit réglable.

- 10 L'alimentation comprend alors une spirale plane 8 en demi-lune positionnée au dessus de la turbine supérieure 10 de part et d'autre de l'axe de rotation. Le tuyau est perforé vers le bas sur son demi-cercle inférieur et sur toute sa longueur spiralée pour alimenter la solution ou suspension de façon uniforme dans la zone réactionnelle par pompage
- 15 interne grâce à la turbine.

- Le réacteur 100 comprend aussi un élément de chauffage 17 qui peut être ajouté dans la cuve réactionnelle, par exemple une alimentation 3 de vapeur d'eau. Dans ce cas, une chaudière pour
- 20 générer la vapeur est aussi prévue. La vapeur nécessaire au chauffage de la phase aqueuse est alimentée par une spirale en calotte hémisphérique placée dans le fond de la cuve et fixée sur les chicanes incurvées. Cette spirale régulièrement perforée sur toute la circonférence du tuyau et sur toute sa longueur est située dans la zone d'alimentation
- 25 des phases aqueuses. La phase aqueuse est ainsi chauffée avant d'entrer dans la zone réactionnelle. La spirale est dimensionnée pour apporter la quantité de vapeur nécessaire. Pour limiter les entrées d'eau, la vapeur à haute pression est de préférence très chaude, par exemple, elle présente une température de 200 à 300°C.

30

Avantageusement, la sortie pour la phase aqueuse est un déversoir, aménagé dans une cuve de $D_i = 4\text{m}$ et d'une hauteur de 1,75 m. Dans une forme de réalisation particulière selon l'invention, le déversoir est la tubulure latérale 61 et se dégage de la cuve, par exemple à 25 cm de la bride inférieure, sous une forme triangulaire, pour alimenter la zone de décharge. Ainsi la phase aqueuse qui rentre dans cette zone ne peut plus revenir dans la cuve. Le déversoir 61 peut avoir une hauteur de 30 cm. Dans une forme de réalisation préférable selon l'invention, il est prévu, au dessus du déversoir 61, un espace sur une certaine hauteur, par exemple de 50 cm, qui peut loger un joint hydraulique pour que les gaz ne s'échappent pas par le déversoir 61, mais bien par la cheminée 16 aménagée dans la calotte supérieure, après avoir traversé toute la hauteur de phase aqueuse. Après réaction, la phase aqueuse débouche dans la zone de débordement 51 et s'évacue par le déversoir 61, tandis que les gaz s'accumulent dans la zone d'évacuation avant de s'évacuer par la cheminée 16. Après la zone réactionnelle, la phase aqueuse arrive dans la zone de débordement 51 et s'évacue hors du réacteur par le déversoir 61.

Le réacteur comprend également un moyen de séparation 5, par exemple, un filtre pour récolter le premier métal de la phase aqueuse en forme d'oxyde ou hydroxyde non soluble ou présentant ledit deuxième état d'oxydation.

Dans certains cas, le réacteur selon l'invention comprend en outre des éléments conventionnels qui soutiennent son fonctionnement, comme, par exemple, une station de production ou de stockage de SO_2 (liquide ou gazeux), un compresseur d'air, un système de mélange et d'analyse (SO_2) des gaz avant injection dans le réacteur, et un moniteur pour la lecture des mesures et la régulation. Bien entendu, le réacteur peut aussi comprendre un réservoir, par exemple un réservoir en amont ou en aval, de phase aqueuse ou d'une solution

tampon ainsi qu'une installation de pompage et mesure des débits (réglables). En outre, dans une forme de réalisation particulière selon l'invention, le réacteur est aussi équipé d'au moins une boîte-à-vent, par exemple une paire des boîtes-à-vent. Elles repartissent le débit de gaz sur diverses hauteurs de la cuve réactionnelle suivant les rapports, par exemple: 1/2 pour la première chambre, 1/3 pour la deuxième chambre, 1/6 pour la troisième chambre. Elles sont alors disposées de part et d'autre du réacteur pour équilibrer la pression d'alimentation. Le gaz est ainsi alimenté sur les deux bouts de chaque serpentín externe qui alimente les serpentins internes. Cette répartition augmente l'efficacité de fonctionnement du réacteur, en particulier lorsque l'appareil est utilisé pour faire la cémentation.

En plus, dans une forme de réalisation particulière selon l'invention, le réacteur selon l'invention est aussi équipé avec une structure de soutènement. Cette structure peut être constituée des tronçons de poutre en fer assemblés par boulonnage sur les faces verticales et horizontales des poutres et renforcée par des croisillons en fer plat montés en triangle. Pour un diamètre total d'encombrement extérieur du réacteur de 422 cm, incluant les brides de fixation et la couche d'isolation thermique, on adoptera une structure de soutènement de section carrée de 442 cm de côté interne et 522 cm de côté externe pour des poutres de 40 cm. Les plateaux de fixation de différentes parties du réacteur vont poser sur des poutres horizontales de la structure, également en fer de 40 cm. Ces poutres posées sur des coins, sont également fixées dans la structure par boulonnage. Un escalier extérieur accolé à la structure permet d'accéder au plancher de travail aménagé au sommet du réacteur. Les différents plateaux de fixation peuvent aussi être exploités comme planchers de travail intermédiaires.

Les différentes alimentations des réactifs se font avantageusement par le haut au travers du couvercle étanche du réacteur 100 pour éviter un retour des phases aqueuses dans les canalisations par pression hydrostatique en cas d'arrêt ou de baisse de pression accidentels. Pour des raisons de réalisation pratique et de montage mécanique du réacteur, celui-ci peut être conçu en plusieurs sous-ensembles de telle sorte que certaines modifications pourront être apportées à la conception telle que décrite ci-haut.

Comme mentionné précédemment, la présente invention se rapporte à un procédé hydrométallurgique conçu pour une extraction d'au moins un premier métal présent à un premier état d'oxydation dans une phase aqueuse par passage à un deuxième état d'oxydation accompagné d'un changement d'état de la matière de liquide à solide ou de solide à liquide, par contact avec un ou plusieurs gaz. Ce contact provoque un changement d'état d'au moins un premier métal par un passage du premier état d'oxydation à un deuxième état d'oxydation différent du premier état d'oxydation. Ainsi, le premier métal peut être récupéré, dans son second état d'oxydation, qui est différent dudit premier état d'oxydation. Donc, la sortie de la phase aqueuse, évacuée du réacteur 100 par les tubulures 61 ou 62, contient au moins un premier métal extrait présentant le deuxième état d'oxydation et donc un autre état de la matière.

Le réacteur selon l'invention est conçu pour réaliser les procédés hydrométallurgiques selon l'invention, ses caractéristiques pour une opération à l'échelle pilote ou à l'échelle industrielle montrés dans le Tableau 1.

Tableau 1 : Caractéristiques d'un réacteur selon l'invention

Caractéristique	Unité	Echelle pilote	Echelle industrielle
D_i	(m)	0,5	4
H_u	(m)	1	8
V_u	(m ³)	0,196	100,5
Q_l	(m ³ /h)	0,0585	30
H_d	(m)	0,25	2
d	(m)	0,3	2,4
Γ	(m)	0,125	1
L	(m)	0,0625	0,5
α	(°)	45	45
h	(m)	0,675	5,4
δ	(m)	0,05	0,4
H_f	(m)	0,167	1,33
ϕt	(m)	0,01	0,075
n	(tr/s)	4,22	1,055
Re	-	3,26.105	5,22.106
$3Pag$	(kW)	0,345	176,72
Pg	(atm)	2,5	5

L'utilité du réacteur hydrométallurgique selon l'invention ressort particulièrement bien du procédé décrit ci-dessous d'extraction de métaux à partir de minerais.

Comme tout procédé d'extraction de métaux, il faut d'abord appliquer une lixiviation qui permet de solubiliser dans une phase aqueuse acide des métaux valorisables (Cu, Co, Ni, U, Mn, Fe, ...), généralement dans de l'acide sulfurique. La phase aqueuse contenant ledit premier métal solubilité à l'acide et donc présentant ledit premier état d'oxydation est donc isolée des blocs de minerais pour un traitement ultérieur.

Dans le procédé particulièrement adapté pour les minerais de la république démocratique du Congo selon l'invention, le minerai riche en cuivre et cobalt subit donc tout d'abord, comme on peut le voir à la figure 3, une lixiviation oxydante pour le cuivre et réductrice pour le cobalt

5 601 à partir de laquelle la phase aqueuse contenant le cuivre est séparée de la pulpe pour réaliser dans une étape ultérieure 602 une cémentation du cuivre sur l'aluminium. La phase aqueuse contenant le cuivre contient également du fer, du manganèse, du cobalt et du magnésium.

10 Lors de la cémentation du cuivre 602, le cuivre présent à un premier état d'oxydation (+1, +2) passe au deuxième état d'oxydation (0) au contact avec le deuxième métal plus électronégatif (par exemple l'aluminium) et précipite. Ceci peut être par exemple mis en œuvre dans une salle de cémentation appropriée.

15 Le cuivre solide est donc récupéré tandis que la phase aqueuse est encore traitée ultérieurement pour précipiter et éliminer les impuretés telles que le fer et le manganèse par oxydation par un mélange d'air et de SO₂.

20 Cette étape de précipitation 603 est avantageusement réalisée dans le réacteur hydrométallurgique selon l'invention. Le fer et le manganèse sont récupérés sous forme d'oxyde ou hydroxyde solide tandis que la phase aqueuse est encore traitée pour récupérer l'aluminium à

25 l'étape 604. Cette étape comprend une neutralisation de la phase aqueuse avec une base pour précipiter de l'hydroxyde d'aluminium, le récupérer et ensuite le calciner pour former de l'alumine.

La phase aqueuse peut alors être traitée pour la récupération

30 du cobalt, soit par précipitation 605, soit par cémentation 610.

Si la récupération du cobalt se fait par précipitation, celle-ci peut avoir lieu dans un réacteur hydrométallurgique selon l'invention.

La phase aqueuse est alors soumise à une oxydation, par exemple par un mélange gazeux air/SO₂ qui produit de l'oxyde cobaltique Co₂O₃ à partir du Co(OH)₃ obtenu à partir du sulfate de cobalt initialement présent dans la phase aqueuse. Dans ce cas, le premier métal est le cobalt présent à l'état de sel soluble et passe à l'état de sel non soluble Co₂O₃ et précipite. Le pH de la phase aqueuse est compris avantagement entre 5 et 6, après neutralisation par ajout d'une solution ou suspension basique, par exemple par ajout de lait de magnésie pour ne pas polluer le précipité. Généralement, le nickel présent dans la phase aqueuse sous forme de trace ne sera pas oxydé avant le cobalt. Si la phase aqueuse contient plus de nickel, il y aura lieu d'ajouter une étape de purification préalable pour éliminer le nickel.

Le sel Co₂O₃ est récupéré par décantation, filtration, lavage sur filtre-presse et est ensuite calciné et conditionné pour sa récupération.

La phase aqueuse circule avantagement en continu dans le réacteur hydrométallurgique selon l'invention qui n'est arrêté que pour la récupération de l'oxyde de cobalt.

La phase aqueuse épuisée substantiellement en cobalt est riche en magnésium. Les sels de magnésium, à forte concentration, sont généralement néfastes à l'environnement. Cette phase aqueuse est donc traitée par ajout d'une solution ou suspension basique, par exemple par ajout de calcaire ou lait de chaux qui permet la précipitation de Mg(OH)₂ à pH de préférence > 10 (606).

Le $\text{Mg}(\text{OH})_2$ solide présent à l'état d'oxydation +2 est récupéré et peut être réutilisé comme neutralisant dans la solution/suspension basique. Sinon, le $\text{Mg}(\text{OH})_2$ est rejeté séparément ou simultanément avec les rejets de lixiviation.

5

La phase aqueuse appauvrie en magnésium peut alors être traitée ultérieurement pour repulper les rejets solides ou le minerai à l'étape de lixiviation 601. Sinon, la phase aqueuse peut être à nouveau traitée dans un réacteur selon l'invention en vue de la récupération d'uranium lorsqu'il est présent (607).

10

Si la phase aqueuse issue de l'étape de précipitation de l'aluminium 604 est traitée pour récupérer le cobalt par cémentation 610, la phase aqueuse alimente un réacteur hydrométallurgique selon l'invention qui est en outre alimenté par de la poudre d'aluminium, pneumatiquement dans un gaz inerte.

15

Avantageusement, on prévoit d'ajouter une solution/suspension basique, par exemple de lait de magnésie pour favoriser la cinétique de la réaction.

20

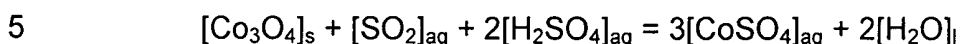
Le cobalt ainsi cémenté (éventuellement avec de l'aluminium ou du magnésium) est ainsi récupéré et la phase aqueuse est alors traitée éventuellement pour précipiter l'hydroxyde d'aluminium 611 avant de traiter les eaux résiduelles à l'étape 608.

25

L'hydroxyde cobaltique précipité à l'étape 605 peut être relixivié dans le réacteur 100 en milieu sulfurique et en présence de SO_2 . SO_2 se présente, dans ce cas de relxiviation des précipités d'oxydes purs $\text{Co}_2\text{O}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$, comme un réducteur non polluant pour la solution. En

30

l'absence du couple d'oxydoréduction $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$, la relxiviation des oxydes cobaltiques se fait suivant les réactions :



Il s'agit d'un équilibre assez complexe : gaz – liquide – solide. Il faut en déterminer les conditions opératoires optimum pour assurer une bonne cinétique de réaction : T° , p_{SO_2} , p_{total} , $E(V)$, pH ,
 10 agitation, temps de séjour. Pour $T^\circ < 90^\circ\text{C}$ et $p_{\text{total}} = 1 \text{ atm}$, le réacteur 100 peut donc servir de réacteur de lixiviation, pour une pulpe alimentée à faible densité. L'opération peut être conduite sous une atmosphère N_2/SO_2 ou air/SO_2 . Un temps de séjour t_s de la phase aqueuse approprié est, par exemple, au moins 2 heures.

15

Le cobalt relxivifié de l'étape 609 peut après être cimenté 610 pour obtenir le cobalt métallique en très grande pureté.

Pour les cémentations effectuées dans le réacteur 100 selon
 20 l'invention, D_i est déterminé tel que les ciments de métal restent en suspension dans la phase aqueuse pendant tout le processus de cimentation. Dans une forme de réalisation particulière, D_i est réduit, car la cinétique de cimentation peut être très grande dans un milieu homogénéisé. Le temps de séjour de la phase aqueuse dans le réacteur
 25 100 est conséquemment réduit, ce qui permet de travailler avec un réacteur de faible diamètre, comme, par exemple, $D_i = 2\text{m}$ et $H_u = 8\text{m}$.

Pour les précipitations 400, une forme de réalisation particulière du réacteur 100 est $1 \leq H_u / D_i \leq 1,8$, et de préférence $H_u / D_i \geq$
 30 2. Un temps de séjour t_s de la phase aqueuse approprié est au moins 2 heures, généralement de 2 à 3 heures, ou d'au moins 3 heures, par

exemple si la teneur en fer est relativement élevée et un rendement de précipitation de Mn supérieure à 90% est souhaitable. Pour garder une colonne de liquide suffisante dans la cuve, le réacteur 100 est opéré de préférence avec $H_u = 2 \cdot D_i$ et $D_i \leq 6$ m.

5

Les eaux résiduaires sont ensuite également traitées 608 et neutralisées par le calcaire (filler) et le lait de chaux pour précipiter $Mg(OH)_2$ à $pH > 10$. Après décantation et filtration, les eaux claires peuvent être recyclées dans le procédé. Après séparation solide/liquide, 10 les solides, s'ils ne sont pas réutilisés comme neutralisant dans une autre étape du procédé, sont rejetés séparément ou en même temps que les rejets de lixiviation.

Comme on peut le voir à la figure 4, le procédé 15 hydrométallurgique comprend une précipitation 400, qui peut être effectuée en utilisant un réacteur 100 selon l'invention, dans lequel se produit un changement d'état 413 de l'état liquide à l'état solide d'au moins un premier métal par oxydation en un oxyde ou hydroxyde non soluble. La phase aqueuse contenant au moins un premier métal en solution peut être 20 un lixiviat issu d'une lixiviation qui comprend un sel métallique soluble dans une phase aqueuse acide, ou toute phase aqueuse issue d'une étape de purification nécessitant la récupération d'un premier métal.

Par exemple, la phase aqueuse issue de la lixiviation du 25 minerai et de la cémentation du cuivre, peut être traitée dans le réacteur hydrométallurgique selon l'invention et présente à titre d'exemple la composition montrée dans le Tableau 2.

30

Tableau 2 : Composition des phases aqueuses (g/l)

Phase aqueuse	Q_i (m ³ /h)	Co	Cu	Fe	Mn	Mg	Al	H ₂ SO ₄
I	30,00	31,73	4,00	2,40	4,00	3,15	1,43	30,78
II	60,00	14,81	4,00	5,74	5,77	8,37	1,49	26,95

Les phases aqueuses I et II peuvent préalablement être neutralisées à pH = 3, avant purification. Pour traiter ces phases aqueuses un réacteur 100 d'un volume est adopté tel que : $t_s = V_u/Q_i = 3$ h au moins, car la teneur en fer est relativement élevée, donc : $D_i = 4$ m, $H_u = 8$ m et $V_u = 100,5$ m³. Ce réacteur 100 permet par exemple de traiter des minerais de la région katangaise, présentant la composition standard.

10

La phase aqueuse est donc alimentée 411 dans la cuve réactionnelle 1 par ladite alimentation en phase aqueuse 61, 62 et est mise en contact 412 avec au moins un gaz, par exemple le mélange gazeux oxydant air/SO₂, alimenté 411 dans la phase aqueuse amené par ladite alimentation en au moins un gaz 2 au travers dudit au moins un serpent 91, 92. Ceci provoque un changement d'état 413 d'au moins un premier métal par un passage du premier état d'oxydation à un deuxième état d'oxydation qui diffère du premier état d'oxydation et s'accompagne d'un changement d'état de l'état liquide à l'état solide, notamment une précipitation. La phase aqueuse sort donc du procédé quittant la cuve réactionnelle 1 dans l'étape 414 appauvrie en ledit premier métal.

20

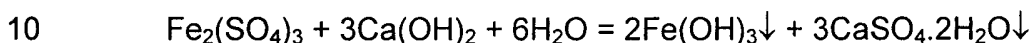
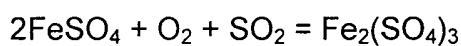
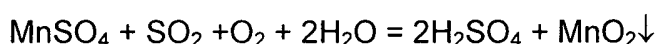
La production industrielle de certains oxydes et hydroxydes à l'état pur peut donc être conçue dans le réacteur 100 selon l'invention par oxydation par un mélange oxydant, par exemple un mélange gazeux air/SO₂ en fonction du pH, comme le montre le Tableau 3.

25

Tableau 3 : Conditions de précipitation sélective des métaux

pH	Précipité	Gaz	T°C
2 à 2,5	$\text{Fe}(\text{OH})_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3$	Air + SO_2	40°C
2.5 à 3,5	Oxydes et hydroxydes d'U	Air + SO_2	50 à 60°C
3 à 4	MnO_2	Air + SO_2	40°C
5 à 6,5	$[\text{Co}(\text{OH})_3]$	Air + SO_2	40°C
> 6	$\text{Ni}(\text{OH})_3$	Air + SO_2	40°C

Lorsque le réacteur selon l'invention met en œuvre la précipitation du Fe et du Mn, ces derniers peuvent d'abord être éliminés de la phase aqueuse à pH 3,3 sous forme de d'oxyde ou d'hydroxyde ferrique et MnO_2 , avant la précipitation oxydative de cobalt à un pH plus élevé, par le mélange gazeux air/ SO_2 . La précipitation se fait suivant les réactions :



Le premier métal (le fer, le manganèse ou les deux) passe alors de l'état d'oxydation +2 où il est sous la forme d'un sel soluble dans l'acide à l'état d'oxydation supérieur (+3 pour le fer et +4 pour le manganèse).

15

Pour précipiter Fe^{3+} , le pH de la phase aqueuse est contrôlé entre pH = 3 et pH = 3,6, de préférence à pH = 3,3. La neutralisation de la phase aqueuse peut se faire au lait de chaux pour une meilleure décantabilité et filtrabilité du précipité. A pH = 3,3 la teneur finale en Fe^{3+} dans la phase aqueuse ne sera que de l'ordre de 0,5 mg/l. A ce pH la teneur en Al^{3+} peut encore atteindre 15,52 g/l. Ce qui correspond à 54 g/l de cuivre cimentés.

Diverses précipitations peuvent être réalisées en mode continu en faisant usage du réacteur 100 selon l'invention, conçu

25

spécifiquement pour cet usage. Alors, la phase aqueuse, siège des réactions, est le milieu continu. La phase gazeuse est la phase dispersée dans la phase aqueuse. Pour réaliser une précipitation totale par oxydation par le mélange gazeux air/SO₂ dans un réacteur 100
5 fonctionnant en mode continu, il faut que la dispersion et l'absorption des gaz dans la phase aqueuse soient cinétiquement favorisées, ce qui est avantageusement obtenu dans un réacteur type colonne de flottation, notamment une colonne pneumatiquement agitée. Le brassage liquide-gaz et l'agitation de la phase aqueuse sont très intenses et intimes,
10 localisés dans le domaine du régime turbulent. Ces conditions sont réalisées par l'agitation mécanique, particulièrement appropriée selon l'invention.

Après filtration 415, la phase aqueuse appauvrie en fer et/ou
15 manganèse est préférentiellement traitée pour précipiter et récupérer l'aluminium 405, par neutralisation des phases aqueuses. Cette récupération 405 peut s'effectuer par neutralisation au lait de magnésie pour ne pas polluer le précipité d'Al(OH)₃, préférentiellement à pH 5. La teneur finale d'Al³⁺ dans la phase aqueuse est de préférence de l'ordre de
20 0,12 mg/l. Le cobalt ne précipite pas à ce pH et en lavant suffisamment, le cobalt entraîné dans la phase aqueuse peut être récupéré 409. Cette étape de récupération d'Al solide 406 peut également être suivie par une séparation solide/liquide, par exemple par décantation, clarification et filtration sur filtre-presse après vieillissement, processus par lequel les
25 hydrates amorphes et colloïdaux précipités perdent progressivement de l'eau pour évoluer vers des formes cristallisées faciles à décanter et à filtrer. Le précipité d'Al(OH)₃ est ensuite calciné à 900°C < T < 1000°C, pour produire l'alumine (Al₂O₃) commercialisable et facilement re-traitable dans l'industrie de l'aluminium.

Lorsque le réacteur hydrométallurgique met en œuvre la précipitation du cobalt, ce dernier est initialement présent sous la forme de sulfate de cobalt en solution (L) à l'état d'oxydation +2. Il est alimenté 411 dans la cuve réactionnelle avec une alimentation d'un gaz oxydant 412 qui met en contact le sulfate de cobalt avec le gaz oxydant. Le cobalt peut être produit sous contrôle de pH par le lait de magnésie sous forme de Co_2O_3 après précipitation sous forme de $\text{Co}(\text{OH})_3$ à l'état d'oxydation +3 (solide) 413 dans le réacteur 100 par le mélange gazeux air/ SO_2 à un pH de 5 à 6,5. Le cobalt est alors récupéré par une séparation solide/liquide 415 et chacune des phases peut être traitée ultérieurement.

Le cobalt peut également être cimenté 610 sur Al en poudre dans le réacteur 100 à un pH de 6 à 6,5. L'hydroxyde d'aluminium est ensuite éliminé 611 du ciment par acidification à pH = 3 et récupéré plus loin sous forme de $\text{Al}(\text{OH})_3$ et peut être commercialisé sous forme de Al_2O_3 après calcination. Les eaux résiduelles du procédé sont traitées 608 pour précipiter $\text{Mg}(\text{OH})_2$ par $\text{Ca}(\text{OH})_2$ à pH > 10, avant re-circulation en tête du procédé ou pompage en bassin avec les rejets solides de lixiviation.

Comme on peut le voir à la figure 5, le procédé hydrométallurgique comprend une cémentation 500 qui peut être effectuée en utilisant un réacteur 100 selon l'invention. Un changement d'état 513 de l'état liquide à l'état solide d'au moins un premier métal sur un deuxième métal de cémentation solide plus électronégatif a lieu. La phase aqueuse contenant au moins un premier métal en solution dans la phase aqueuse, par exemple sous forme de cations métallique résultant d'une lixiviation ou d'une étape préalable de purification, par exemple de précipitation, est alimentée 511 dans la cuve réactionnelle 1 du réacteur 100. La phase aqueuse est mise en contact 512 avec un mélange de gaz et de deuxième

métal alimenté dans la phase aqueuse. Ceci cause le changement d'état 513 susdit du premier métal par un passage du premier état d'oxydation au deuxième état d'oxydation qui diffère du premier état d'oxydation, en présence du deuxième métal plus électronégatif que le premier métal à 5 cémenter. La cémentation est donc effectuée par la réduction du premier métal, sur le deuxième métal, de préférence sous forme de poudre ou de particules de métal élémentaire. Le premier métal est donc cimenté en utilisant l'énergie chimique interne de réaction et non l'énergie externe fournie, par exemple, par un transfo-redresseur. La phase aqueuse sort du 10 procédé 514 comme un extrait, par exemple par la tubulure 61, contenant au moins un premier métal extrait présentant le deuxième état d'oxydation (solide). Une ou plusieurs étapes 511, 512, 513, 514 de ce procédé peuvent être effectuées en mode continu. Les ciments solides peuvent être séparés 515 de la phase aqueuse avant que la phase aqueuse puisse subir un traitement ultérieur comme une précipitation ou une autre cémentation 500 pour extraire d'autres premiers métaux.

Lorsque ledit deuxième métal est de l'aluminium, dans certaines conditions, un sel hydroxyde ou oxyde à la surface du grain du 20 deuxième métal peut se former, ce qui conduit à l'introduction d'une résistance ohmique à l'interface réactionnelle où se déroule la réaction de cémentation. Ce phénomène introduit une surtension de résistance qui peut faire basculer la cinétique de cémentation d'un contrôle par diffusion à un contrôle chimique, avec comme conséquence l'inhibition de la 25 cémentation. Ce phénomène peut se produire dans les conditions de cémentation du cobalt sur l'aluminium aux pH neutres où précipite $\text{Al}(\text{OH})_3$. Dans un tel cas, il peut être avantageux que le deuxième métal soit du magnésium dont le sel est encore très soluble en milieu aqueux à ces valeurs de pH. L'aluminium métallique est parfois passivé par un film 30 d'oxyde Al_2O_3 .

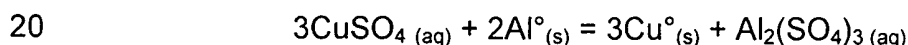
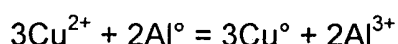
La surface spécifique du deuxième métal est déterminée par la taille de ses grains. Dans le procédé de l'invention, une poudre présentant une taille de particules comprise entre 30 et 100 μm est préférable. La grande finesse de la poudre annihile par ailleurs toute
5 contamination du ciment par enrobage des grains.

L'alimentation de la poudre du deuxième métal 512, par exemple d'aluminium, peut se faire par un système fixe 2, 91, 92 et contrôlé qui ne perturbe pas le déchargement de la cuve. La poudre
10 d'aluminium est dès lors pneumatiquement transportée et alimentée 512 dans la cuve 1 du réacteur 100, par exemple par le fond en contre-courant de la phase aqueuse qui est alimentée 511 par le haut par la tubulure 61. Le gaz de transport sert en même temps de vecteur d'agitation de la phase aqueuse. La faible densité de l'aluminium, métal semi-léger (de
15 densité = 2,7), facilite ce mode de transport. Pour éviter l'oxydation de la poudre d'aluminium, le gaz de transport est l'azote en lieu et place de l'air généralement utilisé dans l'industrie. L'azote apparaît moins réactionnel suite à la grande stabilité de la molécule N_2 . En effet, pour : $2\text{N} = \text{N}_2$, $\Delta G^\circ_{298} = -170 \text{ kcal}$, $2\text{O} = \text{O}_2$, $\Delta G^\circ_{298} = -118 \text{ kcal}$, $2\text{H} = \text{H}_2$, $\Delta G^\circ_{298} =$
20 -103 kcal , $2\text{Cl} = \text{Cl}_2$, $\Delta G^\circ_{298} = -60 \text{ kcal}$.

Les débits de gaz sont calculés pour assurer le transport pneumatique des poussières d'aluminium ou de magnésium. Le gaz de transport est de préférence totalement sec pour écarter tout risque
25 d'hydrolyse pendant le transport. Le débit minimum des gaz peut être déterminé sur base de la vitesse minimum de transport. Cette vitesse est fonction de la densité du métal transporté, de la dimension des poussières, de la masse des poussières véhiculées par unité de volume des gaz. La vitesse maximale de transport est la vitesse limite qui ne
30 détruit pas la continuité de la phase liquide.

Le procédé hydrométallurgique selon l'invention comprend donc comme on l'a mentionné précédemment, une étape de cémentation du cuivre qui peut être mise en œuvre dans le réacteur hydrométallurgique selon l'invention. Dans ce cas, la cémentation se déroule sur une pile en court-circuit. ΔE° étant largement supérieur à 0,36V, le courant de cémentation est dans la zone du courant limite de diffusion de Cu. La cinétique de cémentation est alors contrôlée par la diffusion et pas par la réaction électrochimique. Dans le système Cu^{2+}/Al le dépôt est très rugueux (botryoïdal) présentant des cristaux très massifs. Aussi, les températures et les concentrations en premier métal élevées favorisent les dépôts à grosse structure tandis que les basses températures et les faibles concentrations de premier métal favorisent les dépôts brillant à grains fins. La température de cémentation pour le couple Cu^{2+}/Al est de 40 à 50°C.

Le réacteur 100 selon l'invention peut donc être utilisé pour cémenter le cuivre sur l'Al en poudre à pH = 2 – 2,5, par exemple après dé-séléniage et suivant la réaction régie par la différence de potentiel entre les deux couples d'oxydo-réduction Cu^{2+}/Cu et Al^{3+}/Al :



$$\Delta G^\circ_{\text{réact. 298}} = - 278,73 \text{ Kcal}$$

$$\Delta E^\circ_{\text{réact. 298}} = 2,014\text{V}.$$

Une telle différence de potentiel ($U_{\text{A/C}} = 1,9 - 2,2\text{V}$) permet de recueillir le ciment cuivre sous forme de cristaux géants. Pour des raisons de sécurité, l'usage du nitrure d'aluminium (AlN) en poudre peut être réalisé au lieu de l'aluminium à cause de l'inflammabilité de l'aluminium en poudre, mais le ΔE° est conséquemment plus bas. En plus, ceci permet d'épuiser la phase aqueuse cimentée (concentration finale de la phase aqueuse < 100 mg/l). Cette approche assure aussi une cinétique de cémentation très rapide en milieu sulfurique. Le cuivre étant très électro-positif par rapport aux autres éléments présents dans la

phase aqueuse, précipite seul sans contamination possible. Le faible excès d'aluminium est consommé par les réactions parasites telles que le couple $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$ et l'attaque acide. Pour éviter une précipitation simultanée d' $\text{Al}(\text{OH})_3$, le pH de la phase aqueuse est maintenu à pH = 2 – 2,5. On obtient ainsi un ciment de cuivre titrant 99,9%, après lavage poussé pour éliminer la phase aqueuse sulfate imprégnante.

Le traitement des phases aqueuses relativement riches (30 à 40 g/l Cu) permet de limiter le volume des phases aqueuses à véhiculer et donc de limiter le réacteur à une taille économique.

La phase aqueuse, présentant, après la cémentation du cuivre, des volumes importants de nickel, cobalt et uranium, peut ensuite être également traitée dans le réacteur 100 selon l'invention. Le nickel peut être cémenté sélectivement sur l'aluminium ou le magnésium en poudre dans le réacteur 100 selon l'invention. Etant légèrement plus électropositif que le cobalt, le nickel est alors cémenté en premier lieu. Si la phase aqueuse est d'abord décobaltée, le nickel peut ensuite être récupéré dans le réacteur 100 par cémentation sur Mg en poudre à pH = 6,5 – 7, contrôlé par exemple par le lait de magnésie.

Le cobalt peut être récupéré dans le réacteur 100 par cémentation sur Mg en poudre après ajustement de pH entre 6,5 et 7 par exemple par le lait de magnésie. La température est alors de préférence entre 60 et 70°C.

L'or peut également être récupéré des phases aqueuses complexes de cyanure ou de thio-urée par cémentation sur Zn ou Al dans un réacteur 100 ou dans un atelier Merrill-Crowe.

La cémentation de cuivre, de cobalt ou de nickel est de préférence suivie par une séparation solide/liquide (S/L 515). Le ciment ainsi obtenu est séché sous atmosphère d'azote pour éviter l'oxydation superficielle.

5

Après décobaltage de la phase aqueuse, Ni peut être, comme mentionné ci-avant, cimenté sur du Mg en poudre dans le réacteur 100 selon l'invention fonctionnant à un pH de 6,5 à 7, contrôlé par le lait de magnésie. Donc, Ni^{2+} et Co^{2+} contenus dans la phase aqueuse sulfurique sont séparé par oxydation et précipitation sélective de CoOOH par le mélange gazeux air/ SO_2 dans le réacteur 100, suivi par la cémentation de Ni 606, le nickel étant un peu plus électropositif que le cobalt. Le nickel cimente jusqu'à une teneur telle que :

$$\begin{aligned} E_{\text{Ni}(2+)/\text{Ni}} &= E_{\text{Co}(2+)/\text{Co}} \\ -0,250 + 0,06/2 \log [\text{Ni}^{2+}] &= -0,277 + 0,06/2 \log [\text{Co}^{2+}] \\ \log [\text{Co}^{2+}]/[\text{Ni}^{2+}] &= 0,9 \\ [\text{Ni}^{2+}] &= [\text{Co}^{2+}]/7,94 \end{aligned}$$

Pour une phase aqueuse contenant 2 g/l de Co^{2+} à pH = 6,5, le nickel présent dans la phase aqueuse cimente jusqu'à 251 mg/l. Aux plus faibles concentrations les deux métaux co-précipitaient. Pour purifier la phase aqueuse cobalt du nickel résiduel, un deuxième réacteur 100 pousse la co-cémentation jusqu'à éliminer Ni qui est recueilli dans un ciment mixte Ni/Co. Ensuite, dans un troisième réacteur 100, la cémentation du cobalt restant peut être poursuivie.

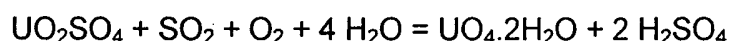
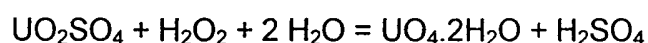
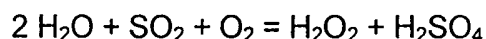
25

Le Ni résiduel peut aussi être éliminé par d'autres voies chimiques avant de précipiter Co pur. La production industrielle du cobalt métallique ou du nickel métallique sous forme de poudre pure par cémentation sur l'aluminium métallique en poudre ou sur le magnésium métallique en poudre est effectuée dans le réacteur 100 de l'invention,

30

l'azote gazeux étant le vecteur d'agitation pneumatique et de transport de la poudre du métal cimentant dans le réacteur.

Enfin, après dénickelage 606, l'uranium peut être récupéré 607 de la phase aqueuse par oxydation dans le réacteur 100 selon l'invention par le mélange gazeux air/SO₂ suivant la réaction :



Pour un meilleur rendement de récupération 607, le pH final 10 de la phase aqueuse est de préférence compris entre $2,5 \leq \text{pH} \leq 3,5$. En faisant abstraction de l'eau d'hydratation, la réaction d'oxydation peut s'écrire sous la forme simplifiée : $\text{UO}_2^{2+} + \text{H}_2\text{O}_2 = \text{UO}_4 + 2 \text{H}^+$

La présente invention permet donc une utilisation d'un 15 réacteur hydrométallurgique pour valoriser un minerai métallique (oxydé ou sulfuré), son concentré ou son cendre de grillage des sulfures.

Il est bien entendu que la présente invention n'est en aucune façon limitée aux formes de réalisations décrites ci-dessus et que bien des 20 modifications peuvent y être apportées sans sortir du cadre des revendications annexées.

REVENDICATIONS

1. Réacteur hydrométallurgique prévu pour réaliser une extraction d'au moins un premier métal initialement présent à un premier état d'oxydation dans une phase aqueuse comportant:

- 5 - une cuve réactionnelle, prévue pour contenir la phase aqueuse, dans laquelle ledit premier métal passe dudit premier état d'oxydation à un deuxième état d'oxydation différent dudit premier état d'oxydation, ledit passage dudit premier état d'oxydation au deuxième état d'oxydation engendrant un changement d'état dudit premier métal ;
- 10 - une alimentation en ladite phase aqueuse reliée à ladite cuve réactionnelle ;
- des moyens d'agitation agencés pour agiter ladite phase aqueuse dans ladite cuve réactionnelle ;
- une alimentation en au moins un gaz dans ladite cuve réactionnelle ; et
- 15 - une sortie en ladite phase aqueuse contenant ledit premier métal extrait présentant ledit deuxième état d'oxydation, ladite sortie étant reliée à ladite cuve réactionnelle, éventuellement munie de moyens de contrôle de vidange.

2. Réacteur hydrométallurgique suivant la revendication 1,
- 20 comportant également :
- une sortie d'une phase gazeuse, éventuellement munie de moyens de contrôle.

3. Réacteur hydrométallurgique suivant la revendication 1 ou la revendication 2, comportant en outre :
- 25 - au moins un moyen de contrôle d'au moins un paramètre choisi dans le groupe du potentiel d'oxydoréduction (Eh), de la température, du pH, de la pression de gaz, du débit gazeux, du débit liquide, et du volume de ladite phase aqueuse.

4. Réacteur hydrométallurgique suivant l'une quelconque
- 30 des revendications 1 à 3, comportant également un moyen de chauffage.

5. Réacteur hydrométallurgique suivant l'une quelconque des revendications 1 à 4, comportant en outre un moyen de séparation dudit premier métal ayant subi ledit changement d'état et possédant ledit deuxième état d'oxydation.

5 6. Réacteur hydrométallurgique suivant l'une quelconque des revendications 1 à 5, dans lequel ladite alimentation en au moins un gaz comprend au moins un serpentin poreux ou percé.

7. Réacteur hydrométallurgique suivant la revendication 6, comprenant au moins deux serpentins poreux ou percés concentriques.

10 8. Réacteur d'hydrométallurgie suivant l'une quelconque des revendications 1 à 7, dans lequel lesdits moyens d'agitation comprennent un agitateur à au moins deux turbines placées à au moins deux niveaux équidistants.

15 9. Réacteur d'hydrométallurgie suivant l'une quelconque des revendications 1 à 8, présentant une hauteur comprise entre 8 et 12 m et un diamètre compris entre 4 et 6.

10. Procédé hydrométallurgique d'extraction d'au moins un premier métal présent à un premier état d'oxydation dans une phase aqueuse comprenant

- 20 - une alimentation d'une phase aqueuse contenant ledit au moins un premier métal audit premier état d'oxydation;
 - une alimentation d'au moins un gaz avec mise en contact de ladite phase aqueuse avec ledit gaz;
 - un changement d'état dudit au moins un premier métal par un passage
25 dudit premier état d'oxydation à un deuxième état d'oxydation différent dudit premier état d'oxydation ;
 - une sortie de ladite phase aqueuse contenant ledit au moins un premier métal extrait présentant ledit deuxième état d'oxydation ;
 dans lequel au moins une étape fonctionne de manière continue.

30 11. Procédé hydrométallurgique d'extraction selon la revendication 10, comprenant en outre une séparation dudit au moins un

premier métal extrait présentant ledit deuxième état d'oxydation dudit au moins un premier métal présentant ledit premier état d'oxydation.

12. Procédé hydrométallurgique suivant la revendication 10 ou 11, dans lequel ladite étape de changement d'état est un changement
5 de l'état solide à l'état liquide.

13. Procédé hydrométallurgique suivant la revendication 10 ou 11, dans lequel ladite étape de changement d'état est un changement de l'état liquide à l'état solide.

14. Procédé hydrométallurgique suivant l'une quelconque
10 des revendications 10 à 13, dans lequel ledit au moins un premier métal initialement présentant audit premier état d'oxydation est au moins un métal choisi dans le groupe constitué du cuivre, du nickel, du cobalt, du manganèse, du fer, d'uranium sous forme d'oxyde, d'hydroxyde, de ou tout autre sel soluble dans ladite phase aqueuse.

15. Procédé hydrométallurgique suivant l'une quelconque des revendications 10 à 14, dans lequel ledit au moins un gaz est au moins un gaz choisi dans le groupe constitué de l'air, de l'oxygène, de l'azote gazeux et du SO₂.

16. Procédé hydrométallurgique suivant la revendication 11,
20 dans lequel ledit changement d'état de l'état liquide à l'état solide est effectué en présence d'au moins un deuxième métal plus électronégatif que ledit premier métal.

17. Procédé hydrométallurgique suivant la revendication 14, dans lequel ledit au moins un deuxième métal plus électronégatif que
25 ledit premier métal est au moins un métal choisi dans le groupe constitué de l'aluminium, du nitrure d'aluminium, du magnésium, du fer, du zinc.

18. Procédé hydrométallurgique suivant l'une quelconque des revendications 10 à 17 comprenant une pluralité d'étapes de changement d'état successives d'une pluralité de premier métaux
30 présents à un premier état d'oxydation vers ledit deuxième état d'oxydation.

19. Procédé hydrométallurgique selon la revendication 18, dans lequel ladite pluralité d'étapes comprend

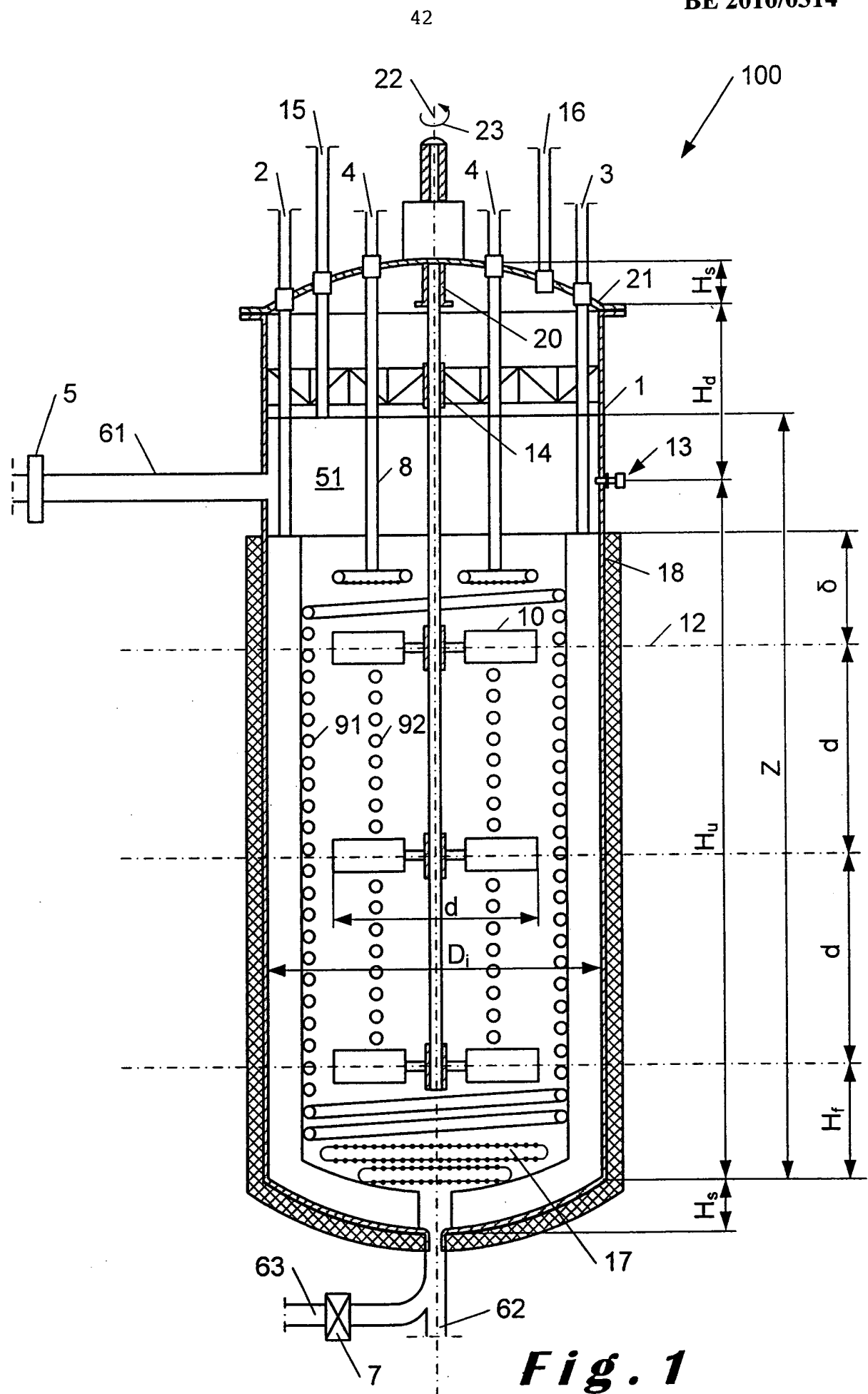
- 5 - une cémentation, dans laquelle ledit premier métal est du cuivre à cémenter, qui cimente en présence d'une poudre métallique, en particulier d'aluminium alimentée pneumatiquement conduisant à une phase aqueuse appauvrie en cuivre,
- 10 - une précipitation, à partir de ladite phase aqueuse appauvrie en cuivre, du fer et/ou du manganèse initialement en solution qui précipite en présence d'un gaz oxydant, conduisant à une phase aqueuse appauvrie en cuivre, en fer et/ou en manganèse,
- 15 - une précipitation à partir de ladite phase aqueuse appauvrie en cuivre, en fer et/ou en manganèse, de l'aluminium initialement présent en solution qui précipite en présence d'une base conduisant à une phase aqueuse appauvrie en cuivre, en fer et/ou en manganèse, en aluminium ; et
- une récupération sélective du cobalt sous forme solide à partir de ladite phase aqueuse appauvrie en cuivre, en fer et/ou en manganèse, en aluminium.

20. Procédé selon la revendication 19, dans lequel ladite
20 récupération sélective du cobalt est une précipitation en présence d'un gaz oxydant du cobalt sous forme de sel solide à partir de ladite phase aqueuse contenant le cobalt initialement sous forme d'un sel soluble.

21. Procédé selon la revendication 19, dans lequel ladite
25 récupération sélective de cobalt est une cémentation du cobalt initialement présent dans la phase aqueuse sous la forme d'un sel soluble en cobalt métallique en présence d'un deuxième métal plus électronégatif que le cobalt alimenté pneumatiquement.

22. Utilisation d'un réacteur hydrométallurgique suivant
30 l'une quelconque des revendications 1 à 9 pour extraire au moins un premier métal initialement présent à un premier état d'oxydation dans une phase aqueuse.

23. Installation comprenant une pluralité de réacteurs hydrométallurgiques selon l'une quelconque des revendications 1 à 9.

**Fig. 1**

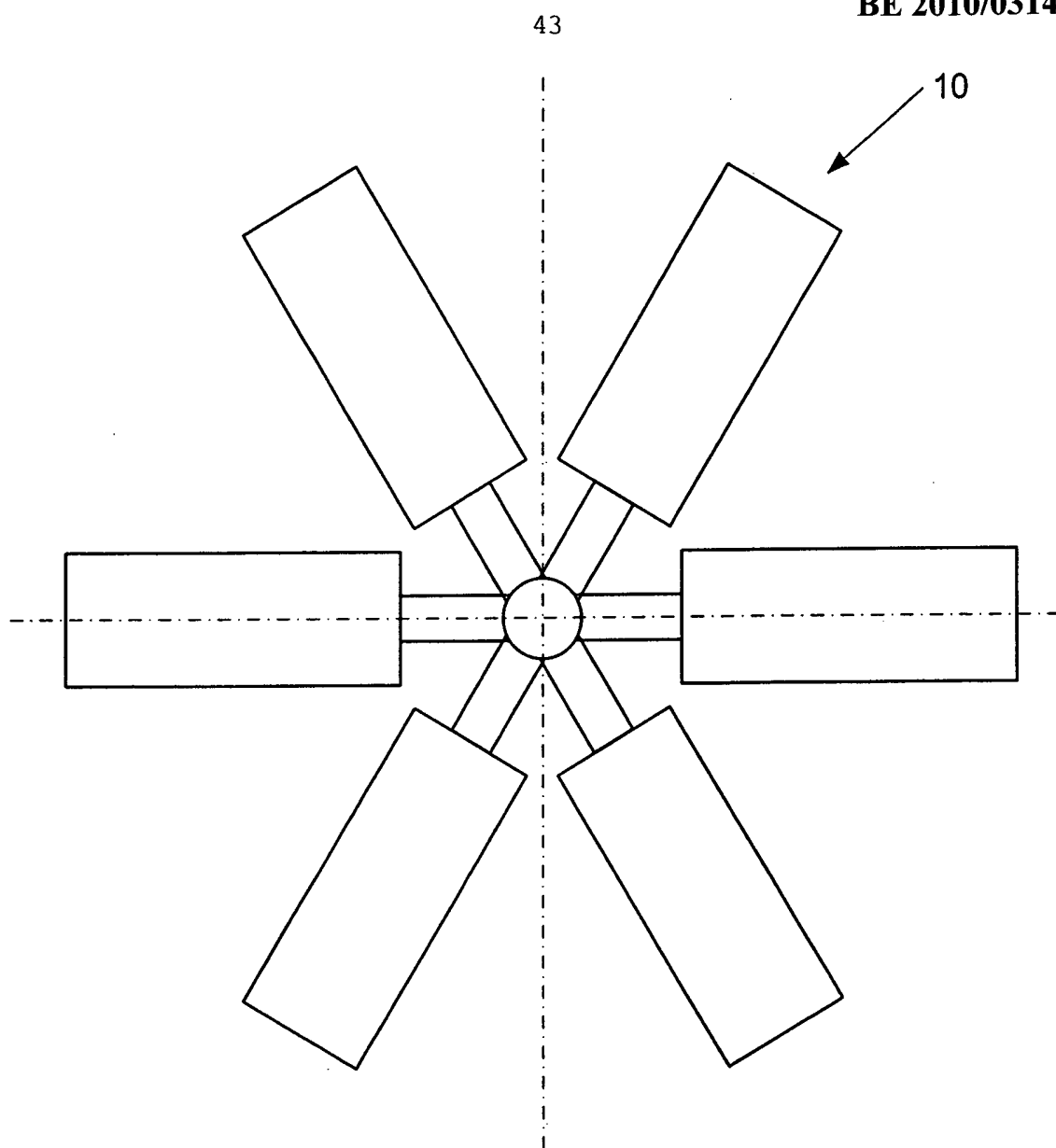


Fig. 2A

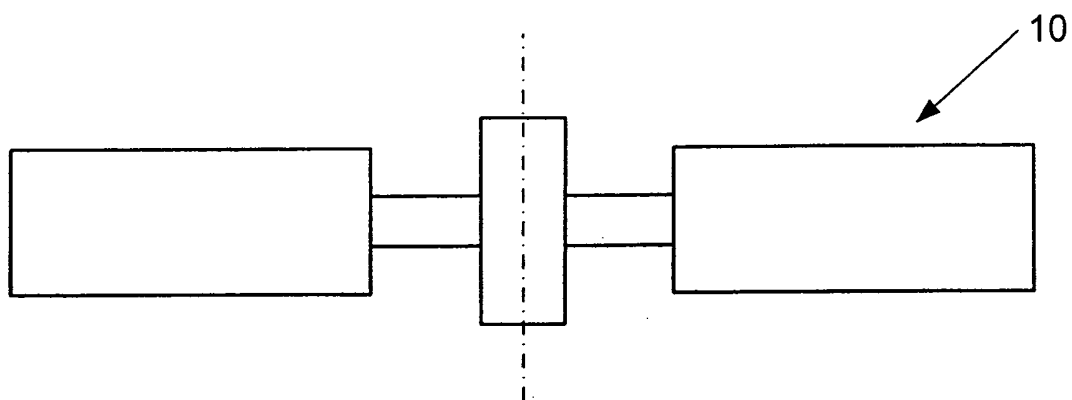
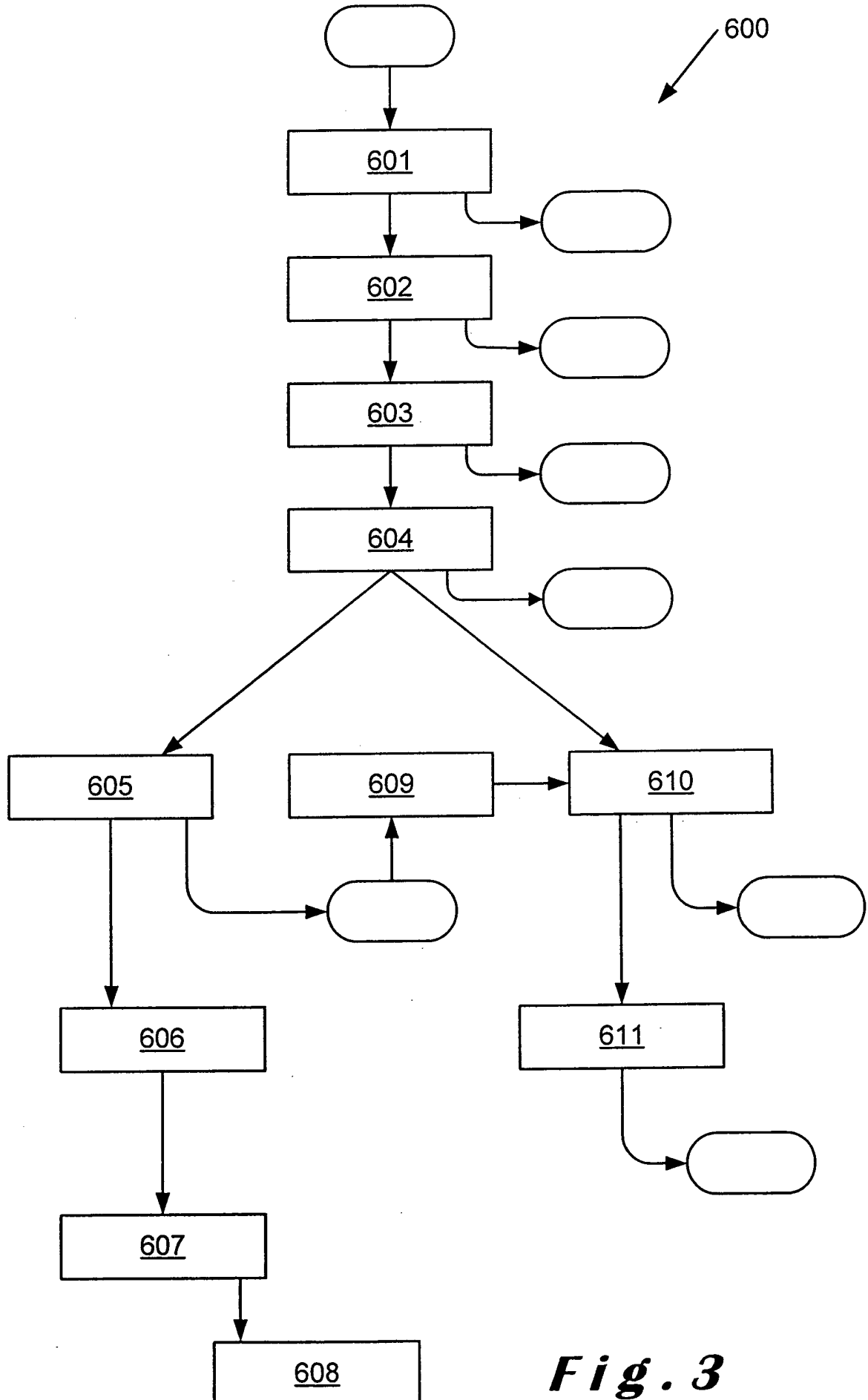
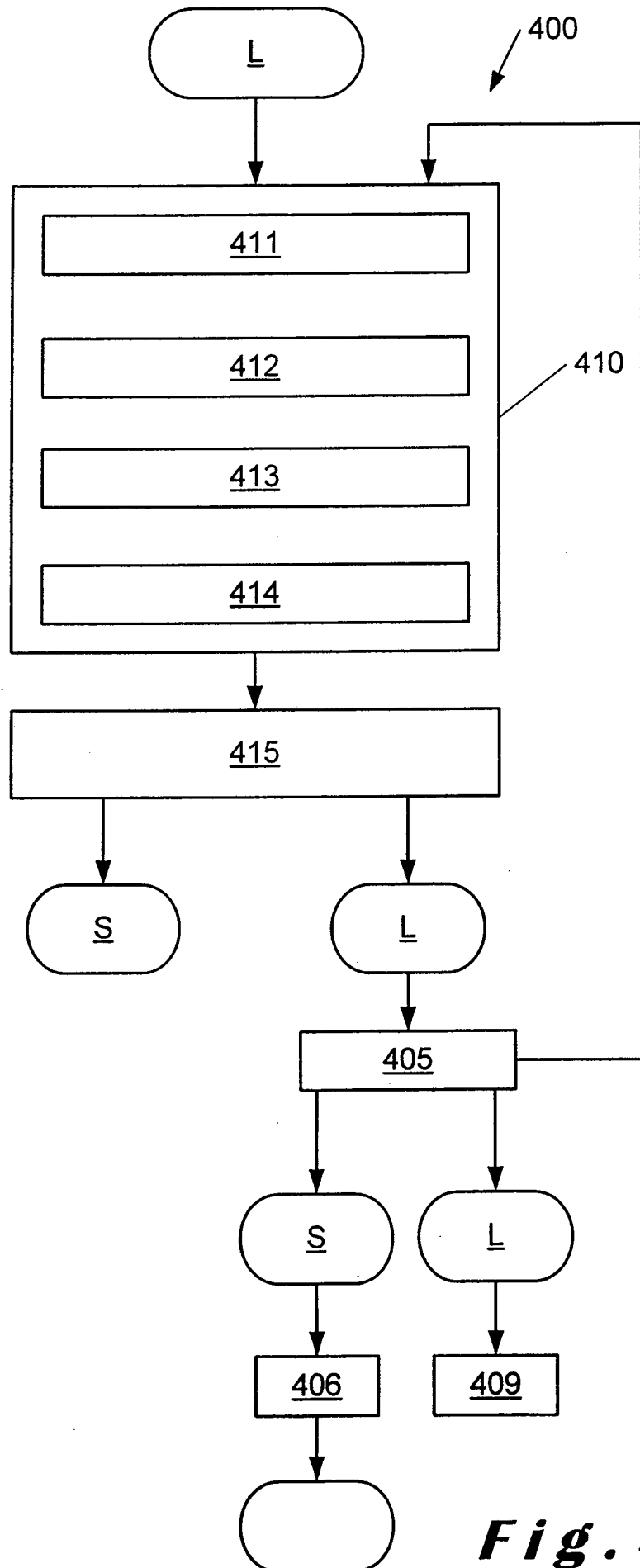
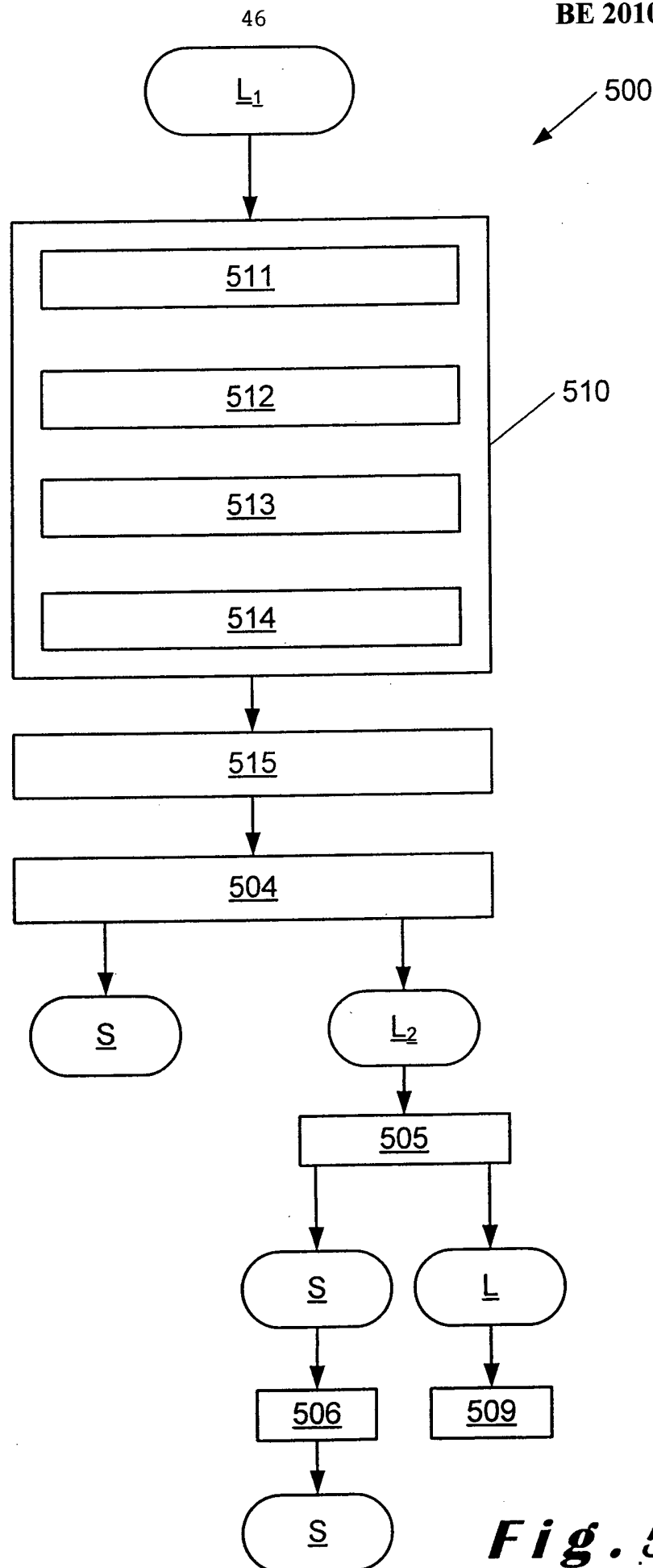


Fig. 2B

**Fig. 3**

**Fig. 4**

**Fig. 5**

ABREGE

"REACTEUR HYDROMETALLURGIQUE"

- Réacteur hydrométallurgique prévu pour réaliser une extraction d'au moins un premier métal initialement présent à un premier
- 5 état d'oxydation dans une phase aqueuse comportant:
- une cuve réactionnelle, prévue pour contenir la phase aqueuse, dans laquelle ledit premier métal passe dudit premier état d'oxydation à un deuxième état d'oxydation différent dudit premier état d'oxydation, ledit passage dudit premier état d'oxydation au deuxième état d'oxydation
 - 10 engendrant un changement d'état dudit premier métal ;
 - une alimentation en ladite phase aqueuse reliée à ladite cuve réactionnelle ;
 - des moyens d'agitation agencés pour agiter ladite phase aqueuse dans ladite cuve réactionnelle ;
 - 15 - une alimentation en au moins un gaz dans ladite cuve réactionnelle ; et
 - une sortie en ladite phase aqueuse contenant ledit premier métal extrait présentant ledit deuxième état d'oxydation, ladite sortie étant reliée à ladite cuve réactionnelle, éventuellement munie de moyens de contrôle de vidange.

20

Figure 1

TRAITE DE COOPERATION EN MATIERE DE BREVETS

RAPPORT DE RECHERCHE DE TYPE INTERNATIONAL ETABLI EN VERTU DE L'ARTICLE 21 § 9 DE LA LOI BELGE SUR LES BREVETS D'INVENTION DU 28 MARS 1984

IDENTIFICATION DE LA DEMANDE INTERNATIONALE		REFERENCE DU DEPOSANT OU DU MANDATAIRE	
		OBEB 8021473/CL	
Demande nationale belge n° 2010/00314		Date du dépôt 25-05-2010	
		Date de priorité revendiquée	
Déposant (Nom) George Arthur Forrest			
Date de la requête d'une recherche de type international 03-08-2010		Numéro attribué par l'administration chargée de la recherche internationale à la requête d'une recherche de type international SN 54635	
I. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE (en cas de plusieurs symboles de la classification, les indiquer tous)			
Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB			
C22B3/02		C22B3/44	
		C22B3/46	
		C22B15/00	
II. DOMAINES RECHERCHES			
Documentation minimale consultée			
Système de classification		Symboles de la classification	
IPC		C22B	
Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents font partie des domaines consultés			
III. ☐ IT A ETE ESTIME QUE CERTAINES REVENDICATIONS NE POUVAIENT FAIRE L'OBJET D'UNE RECHERCHE (Observations sur la feuille supplémentaire)			
IV. ☐ ABSENCE D'UNITE DE L'INVENTION ET/OU CONSTATATION RELATIVE A L'ETENDUE DE LA RECHERCHE (Observations sur la feuille supplémentaire)			

RAPPORT DE RECHERCHE DE TYPE INTERNATIONAL

Demande de recherche No

BE 201000314

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE

INV. C22B3/02 C22B3/44 C22B3/46 C22B15/00
ADD.

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)
C22B

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si réalisable, termes de recherche utilisés)

EPO-Internal, COMPENDEX, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie °	Documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	AU 484 130 B2 (ICI AUSTRALIA LIMITED) 17 juin 1976 (1976-06-17) * figure 1; exemples 1-3 *	1-23
X	US 5 006 320 A (REID WILLIAM W [US] ET AL) 9 avril 1991 (1991-04-09) * colonne 5, ligne 30 - colonne 6, ligne 59; figures 2-4 *	1-9, 22, 23
X	US 4 275 040 A (DAVIS BRIAN R) 23 juin 1981 (1981-06-23) * revendication 1; figure 2 *	1-10, 22, 23
X	US 3 981 966 A (BAUCOM EVERETT IRA) 21 septembre 1976 (1976-09-21) * colonne 3, ligne 1 - ligne 7; figure 1 *	10-21
	----- -/--	

☒ Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents

☒ Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

° Catégories spéciales de documents cités:

A document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent

E document antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date

L document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)

O document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens

P document publié avant la date de dépôt, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

T document ultérieur publié après la date de dépôt ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention

X document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément

Y document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier

Z document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche de type international a été effectivement achevée

10 janvier 2011

Date d'expédition du rapport de recherche de type international

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale
Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040,
Fax: (+31-70) 340-3016

Fonctionnaire autorisé

Juhart, Matjaz

RAPPORT DE RECHERCHE DE TYPE INTERNATIONAL

Demande de recherche No

BE 201000314

C.(suite). DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie °	Documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	US 3 685 965 A (KNIPRATH ELMAR) 22 août 1972 (1972-08-22) * exemples 1-5 * -----	10,11, 13-15

RAPPORT DE RECHERCHE DE TYPE INTERNATIONAL

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande de recherche n

BE 201000314

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
AU 484130	B2	17-06-1976	AUCUN
US 5006320	A	09-04-1991	AU 7482091 A 10-10-1991 WO 9114008 A1 19-09-1991
US 4275040	A	23-06-1981	AU 530662 B2 21-07-1983 AU 6463880 A 03-12-1981 BE 886430 A1 01-04-1981 BR 8007849 A 27-07-1982 CA 1150952 A1 02-08-1983 DE 3045248 A1 10-12-1981 ES 8200406 A1 16-01-1982 FI 803693 A 01-12-1981 FR 2483465 A1 04-12-1981 GB 2076789 A 09-12-1981 IN 155138 A1 05-01-1985 IT 1141096 B 01-10-1986 JP 1328740 C 30-07-1986 JP 57011826 A 21-01-1982 JP 60052091 B 18-11-1985 KR 830002388 A 25-10-1983 NL 8006503 A 04-01-1982 PL 228164 A1 11-12-1981 YU 306080 A1 28-02-1983 ZA 8007482 A 25-11-1981
US 3981966	A	21-09-1976	AUCUN
US 3685965	A	22-08-1972	BE 742523 A 14-05-1970 CA 935650 A1 23-10-1973 DE 1812332 A1 06-08-1970 FI 50516 B 31-12-1975 FR 2025077 A1 04-09-1970 GB 1272310 A 26-04-1972 NO 126790 B 26-03-1973 SE 344762 B 02-05-1972



OPINION ÉCRITE

Dossier N° SN54635	Date du dépôt(jour/mois/année) 25.05.2010	Date de priorité (jour/mois/année)	Demande n° BE201000314
Classification internationale des brevets (CIB) INV. C22B3/02 C22B3/44 C22B3/46 C22B15/00			
Déposant George Arthur Forrest			

La présente opinion contient des indications et les pages correspondantes relatives aux points suivants :

- ☒ Cadre n° I Base de l'opinion
- ☐ Cadre n° II Priorité
- ☐ Cadre n° III Absence de formulation d'opinion quant à la nouveauté, l'activité inventive et la possibilité d'application industrielle
- ☐ Cadre n° IV Absence d'unité de l'invention
- ☒ Cadre n° V Déclaration motivée quant à la nouveauté, l'activité inventive et la possibilité d'application industrielle; citations et explications à l'appui de cette déclaration
- ☐ Cadre n° VI Certains documents cités
- ☐ Cadre n° VII Irrégularités dans la demande
- ☐ Cadre n° VIII Observations relatives à la demande

Formulaire BE237A (feuille de titre) (Janvier 2007)	Examineur Juhart, Matjaz
---	-----------------------------

OPINION ÉCRITE

Demande n°

BE201000314

Cadre n° I Base de l'opinion

1. Cette opinion a été établie sur la base des revendications déposées avant le commencement de la recherche.
2. En ce qui concerne **la ou les séquences de nucléotides ou d'acides aminés** divulguées dans la demande, le cas échéant, cette opinion a été effectuée sur la base des éléments suivants :
 - a. Nature de l'élément:
 - ☐ un listage de la ou des séquences
 - ☐ un ou des tableaux relatifs au listage de la ou des séquences
 - b. Type de support:
 - ☐ sur papier
 - ☐ sous forme électronique
 - c. Moment du dépôt ou de la remise:
 - ☐ contenu(s) dans la demande telle que déposée
 - ☐ déposé(s) avec la demande, sous forme électronique
 - ☐ remis ultérieurement
3. ☐ De plus, lorsque plus d'une version ou d'une copie d'un listage des séquences ou d'un ou plusieurs tableaux y relatifs a été déposée, les déclarations requises selon lesquelles les informations fournies ultérieurement ou au titre de copies supplémentaires sont identiques à celles initialement fournies et ne vont pas au-delà de la divulgation faite dans la demande internationale telle que déposée initialement, selon le cas, ont été remises.
4. Commentaires complémentaires :

OPINION ÉCRITE

Demande n°

BE201000314

Cadre n° V Opinion motivée quant à la nouveauté, l'activité inventive et la possibilité d'application industrielle; citations et explications à l'appui de cette déclaration

1. Déclaration

Nouveauté	Oui :	Revendications	4-9, 12, 19-21
	Non :	Revendications	1-3, 10, 11, 13-18, 22, 23
Activité inventive	Oui :	Revendications	
	Non :	Revendications	1-23
Possibilité d'application industrielle	Oui :	Revendications	1-23
	Non :	Revendications	

2. Citations et explications

voir feuille séparée

Concernant le point V.

1. Il est fait référence aux documents suivants :

- D1 AU 484 130 B2 17 juin 1976 (1976-06-17)
- D2 US 5 006 320 A (REID WILLIAM W [US] ET AL) 9 avril 1991 (1991-04-09)
- D3 US 4 275 040 A (DAVIS BRIAN R) 23 juin 1981 (1981-06-23)
- D4 US 3 981 966 A (BAUCOM EVERETT IRA) 21 septembre 1976
(1976-09-21)
- D5 US 3 685 965 A (KNIPRATH ELMAR) 22 août 1972 (1972-08-22)

2. Revendications indépendantes 1, 22 et 23

2.1 Chacun des documents D1-D3 (voir les passages cités dans le rapport de recherche) divulgue un réacteur hydro-métallurgique convenant à réaliser une extraction du métal. Le réacteur comportant:

- une cuve réactionnelle
- une alimentation pour relier une phase aqueuse à ladite cuve
- des moyens d'agitation
- une alimentation en au moins un gaz dans ladite cuve
- une sortie

Le réacteur est utilisé pour extraire un métal.

Par conséquent, les objets des revendications 1, 22 et 23 n'est pas nouveau en vu des documents D1-D3.

3. Revendication indépendante 10

3.1 Chacun des documents D1, D4 et D5 (voir les passages cités dans le rapport de recherche) divulgue un procédé d'extraction du métal. Ce procédé contient les opérations suivantes:

- une alimentation d'une phase aqueuse contenant au moins un premier métal présent à un premier état d'oxydation

- mise en contact un gaz et ladite phase aqueuse
- un changement d'état d'oxydation du premier métal
- une sortie de ladite phase aqueuse

De cette manière chacun des documents D1, D4 et D5 divulgue toutes les caractéristiques de la revendication 10.

4. Les revendications 2-9 et 11-21

4.1 Les caractéristiques supplémentaires des lesdites revendications sont aussi connues de D1-D5 (voir les passages cités dans le rapport de recherche), ou sont bien connues à l'homme du métier dans le présent domaine. Par conséquent, les objets des revendications 2-9 et 11-21 ne sont pas nouveau et/ou ne présentent pas d'activité inventive au vu de D1-D5 et de connaissances générales de l'homme du métier.