

12 **DEMANDE DE BREVET EUROPEEN**

21 Numéro de dépôt: 84420157.4

51 Int. Cl. 4: **C 22 B 1/00**  
**C 22 B 60/02, C 22 B 23/00**  
**C 22 B 34/22**

22 Date de dépôt: 19.09.84

30 Priorité: 21.09.83 FR 8315272  
28.10.83 FR 8317601

43 Date de publication de la demande:  
27.03.85 Bulletin 85/13

84 Etats contractants désignés:  
DE FR IT SE

71 Demandeur: **URANIUM PECHINEY**  
Tour Manhattan, La Défense 2, 6, place de l'Iris,  
F-92400 Courbevoie(FR)

72 Inventeur: **Lamerant, Jean-Michel**  
Rue de Versailles  
F-13120 Bouc Bel Air(FR)

72 Inventeur: **Pallez, François**  
Route de Vauvenargues  
F-13100 Aix en Provence(FR)

72 Inventeur: **Personnet, Pierre-Bernard**  
2, rue des Thermes  
F-13100 Aix en Provence(FR)

74 Mandataire: **Vanlaer, Marcel et al,**  
**PECHINEY 28, rue de Bonnel**  
F-69433 Lyon Cédex 3(FR)

54 **Prétraitement de minerais à gangue argileuse par humectage alcalin et traitement thermique.**

57 Procédé de prétraitement à pression atmosphérique par humectage alcalin et traitement thermique de minerais broyés dont la gangue comporte des composés argileux susceptibles de former une suspension plastique stable en présence d'eau et contenant au moins un élément métallique valorisable par hydrométallurgie, caractérisé en ce que, dans le but de permettre des séparations ultérieures aisées des phases liquide et solide,

a) le minerai dont la granulométrie est au plus égale à la maille de libération de l'élément métallique à valoriser est mis en contact intime avec au moins 4 kg exprimés en OH<sup>-</sup> d'au moins un agent alcalin par tonne d'argile contenue dans le minerai,

b) le milieu humecté l'est d'une manière telle que, en prenant en compte la quantité d'eau totale présente dans le milieu après humectage, le rapport de la phase liquide exprimée en mètre cube à la phase solide exprimée en tonne, est toujours au plus égal à 1,

c) le milieu humecté est soumis à une température de prétraitement choisie dans l'intervalle de 15°C à 450°C.

PRETRAITEMENT DE MINERAIS A GANGUE ARGILEUSE  
PAR HUMECTAGE ALCALIN ET TRAITEMENT THERMIQUE

L'invention concerne un procédé de prétraitement à pression atmosphérique ou proche de la pression atmosphérique, par humectage alcalin et traitement thermique de minerais broyés dont la gangue comporte des composés argileux susceptibles de former une suspension plastique stable en présence d'eau et contenant au moins un élément métallique valorisable par hydrométallurgie.

Par l'expression "prétraitement", la demanderesse entend définir un traitement préalable à une action hydrométallurgique de valorisation permettant l'extraction du ou des éléments valorisables du minerai, le prétraitement ayant pour but de conférer ultérieurement à la phase solide, en présence d'une phase liquide, une aptitude à une séparation des deux phases en présence.

Par l'expression "élément métallique valorisable", la demanderesse entend également définir tous les éléments métalliques présents dans au moins l'un des minéraux constituant le minerai argileux, susceptibles d'en être extraits en vue de leur valorisation par hydrométallurgie.

Depuis longtemps déjà, il est bien connu de l'homme de l'art que des composés argileux, formant la gangue de certains minerais (qu'il serait souhaitable d'exploiter), ont une réelle propension à gonfler, puis se déliter, et enfin se disperser sous la forme de fins cristaux et de petits agglomérats au contact d'une phase aqueuse. Ce phénomène rend très difficile la pratique de traitements hydrométallurgiques de valorisation desdits minerais puisque la suspension obtenue devient inapte à une séparation des phases liquide et solide, aussi bien par filtration que par décantation ou peut se trouver dans un état de forte viscosité en raison du gonflement des argiles.

Les composés argileux susceptibles de former une suspension plastique au contact de l'eau, et fréquemment présents dans les minerais précités à gangue argileuse, peuvent appartenir aux groupes constitués par les kaolinites, telles que par exemple la kaolinite, la dickite, l'halloysite, les kaolinites désordonnées, les serpentines ; le groupe des micas, tels que par exemple muscovite, biotite et paragonite, la pyrophyllite et le talc, les illites et la glauconite ; le groupe des montmorillonites, telles que par exemple la beidéllite, la stévensite, la saponite, et l'hectorite ; le groupe des vermiculites ; le groupe des argiles interstratifiées dont la structure unitaire est une combinaison des groupes précédents ; le groupe des argiles fibreuses, telles que par exemple l'attapulgite (palygorskite), la sépiolite. Ces minerais à gangue argileuse peuvent également contenir d'autres composés tels que par exemple le quartz, la calcite ( $\text{CaCO}_3$ ), la dolomie, le gypse, la limonite ( $\text{FeO}(\text{HO})\text{nH}_2\text{O}$ ) et d'autres oxydes et hydroxydes métalliques.

De nombreux procédés hydrométallurgiques de traitements alcalins de minerais à gangue pas ou peu argileuse sont bien connus de l'homme de l'art, ainsi que leur difficile transposition à des minerais à gangue franchement argileuse.

Selon un premier type de procédé, et par exemple dans le cas de minerais uranifères, il est connu de réaliser des traitements alcalins, éventuellement oxydants, desdits minerais, au moyen d'une solution aqueuse de carbonate et/ou de bicarbonate de sodium.

Si le traitement alcalin est oxydant, il s'effectue généralement en présence d'oxygène libre insufflé dans le milieu réactionnel chaud afin de permettre l'oxydation de l'uranium, et sa solubilisation, mais également d'assurer l'oxydation des sulfures d'impuretés, et des matières organiques présentes dans le minerai.

C'est ainsi que la littérature spécialisée en la matière a décrit des modes opératoires selon ce premier type de procédé pour la

réalisation de traitements alcalins oxydants. (The Extractive Metallurgy of Uranium, de Robert C. Merritt, édité par Colorado School of Mines Research Institute, édition 1971, page 83 et suite).

- 5 Selon un premier mode opératoire, on traite un minerai uranifère, préférentiellement à haute teneur en carbonates, par une liqueur contenant 40 à 50 g/l de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  et 10 à 20 g/l de  $\text{NaHCO}_3$  en présence d'oxygène ou d'air insufflé dans le milieu réactionnel. Les conditions du traitement qui s'effectue dans un autoclave,
- 10 se situent dans un domaine de températures comprises entre 95°C et 120°C, de pression totale régnante dans l'enceinte comprise entre 2 et 6,5 bars, avec des durées d'attaque qui peuvent varier entre 4 et 20 heures.
- 15 Selon un deuxième mode, le même minerai uranifère à haute teneur en carbonates est traité par la même liqueur, contenant 40 à 50 g/l de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  et 10 à 20 g/l de  $\text{NaHCO}_3$ , en présence d'oxygène ou d'air insufflé dans le milieu réactionnel. Mais, les conditions du traitement qui s'effectue dans un "Pachuca" sont différentes : la température est comprise dans l'intervalle 75°C à 80°C, tandis que la
- 20 pression d'injection de l'air ou de l'oxygène dans le milieu réactionnel se situe dans l'intervalle de 2 à 3 bars, pour une durée d'attaque de 96 heures.
- 25 Selon un autre mode, décrit dans l'USP 3,036,881, le minerai uranifère contenant de l'uranium hexavalent est traité pendant environ 6 heures, en présence d'oxygène, par une liqueur contenant de 4,2 g/l à 70 g/l de bicarbonate de sodium et de 40 g/l à 100 g/l de carbonate de sodium, ce traitement s'effectuant en présence d'un
- 30 catalyseur d'oxydation à une température d'environ 80°C à 90°C.

De tels modes opératoires, qui se sont révélés intéressants pour le traitement de certains minerais uranifères, sont difficilement applicables quand il s'agit de réaliser le traitement de minerais

35 dont la gangue est formée entre autres de composés argileux, car

l'application d'un tel procédé à un minerai à gangue argileuse conduit, certes, à une solubilisation correcte du métal à valoriser mais aussi à l'obtention d'une suspension résultant du traitement dont il est pratiquement impossible d'assurer la séparation des phases liquide et solide, quelle que soit la quantité de flocculant ajoutée, en raison de son caractère infiltrable et même indécantable.

L'homme de l'art a toutefois trouvé un moyen de pallier cet inconvénient en pratiquant avant le traitement proprement dit, une calcination préalable du minerai à gangue argileuse. (The Extractive Metallurgy of Uranium de Robert C. Merritt, pages 55 et 56, paragraphe "Roasting to improve physical characteristics").

Un tel moyen s'est, certes, révélé intéressant dans certains cas, mais il est apparu bien souvent que non seulement la calcination pourrait rendre l'élément valorisable réfractaire à l'action valorisante ultérieure du traitement, mais encore qu'il était très coûteux tant en investissement qu'en énergie.

Selon un autre type de procédé, qui a été décrit dans la littérature spécialisée, le minerai est soumis à un traitement alcalin à température plus élevée au moyen d'une solution beaucoup plus concentrée en bicarbonate et carbonate de sodium, éventuellement en milieu oxydant.

C'est ainsi que, dans le cas d'un minerai de beryllium, de vanadium, de molybdène ou de tungstène, le brevet américain US 3,429,693 propose un procédé de traitement de ce minerai au moyen d'une solution aqueuse contenant en pratique au moins 100 g/l, et pouvant atteindre plus de 500 g/l de trona (composé naturel de  $\text{Na}_2\text{CO}_3, \text{NaHCO}_3, 2\text{H}_2\text{O}$ ). pour aboutir à un bon rendement de dissolution, et à une température comprise entre 60°C et 250°C pendant un temps compris en pratique entre 90 minutes et 240 minutes. Un tel mode opératoire, qui s'est révélé intéressant pour le traitement de certains minerais contenant du molybdène, du vanadium, du beryllium ou du tungstène, n'est pas

applicable à un minerai à gangue argileuse car, en l'absence d'une calcination préalable vers 900°C de ce minerai argileux, comme cela est mentionné dans l'exemple 7 dudit brevet, il conduit à l'obtention d'une suspension à caractère plastique, résultant du traitement, dont il n'est pratiquement pas possible de réaliser la séparation des phases liquide et solide, quelle que soit la quantité de flocculant utilisée.

Selon un dernier type de procédé alcalin, il est préconisé d'utiliser un charbon actif pour extraire d'une pulpe argileuse (suspension) l'élément métallique à valoriser préalablement solubilisé.

C'est ainsi qu'un procédé alcalin de valorisation d'un minerai aurifère argileux est décrit dans la revue "Les Techniques : Industrie Minérale", publiée en Novembre 1982, concernant "les journées d'étude des sections Mines et Métallurgie" par Ollivier, Thomassin, et Winter. Ce procédé consiste à traiter le minerai par une solution aqueuse de cyanure de sodium ayant la propriété de dissoudre l'or. Comme les opérations de séparation après attaque des phases liquide et solide par filtration ou décantation conduisent soit à des temps de décantation trop longs, soit à des surfaces de filtration excessives, entraînant pour l'un et l'autre cas des coûts d'investissement et d'exploitation élevés, la suspension aurifère résultant de l'attaque cyanurée est traitée au moyen de charbon actif. Celui-ci piège l'or dissous par un procédé comparable à un échange d'ions, le charbon aurifère étant séparé de la gangue stérile par tamisage grâce à la dimension des grains de charbon volontairement différente de celle des grains de la gangue.

Bien que ce dernier procédé soit un moyen attrayant d'éviter la difficile séparation entre les phases argileuse et liquide, il apparaît que la consommation en charbon actif conduit à un coût d'exploitation élevé qui, dans certains cas, devient dissuasif.

Mais, de nombreux procédés hydrométallurgiques de traitements acides de minerais à gangue argileuse sont également bien connus de l'homme de l'art, de même que leur transposition difficile à des minerais à gangue franchement argileuse.

5

Selon un premier procédé de traitement acide d'un minerai à gangue argileuse, décrit dans "The Extractive Metallurgy of Uranium" de Robert C. Merritt, pages 466 et 467, le minerai argileux est d'abord soumis à une calcination entre environ 315°C et 425°C, puis au traitement acide proprement dit, afin d'obtenir une suspension dont les phases puissent être séparables. Mais une telle calcination préalable au traitement peut rendre l'élément valorisable, réfractaire à l'action solubilisante des acides.

10

Selon un autre procédé de traitement acide d'un minerai à gangue argileuse en vue de solubiliser le métal à valoriser, décrit dans la revue "Les Techniques de l'Industrie Minérale", journées d'étude, 1982, des sections Mines et Métallurgie de Angel et Teissié, pages 563 à 569, le minerai argileux est d'abord traité par l'agent acide à pH 1,5 en une suspension peu concentrée en matière sèche (65 g/l), puis la suspension contenant le métal solubilisé à valoriser est mise en contact avec des résines échangeuses d'ions, qui fixent le métal à valoriser, enfin les résines métallifères sont séparées par élutriation grâce à une différence de granulométrie.

20

25

Un tel moyen présente quand même certains inconvénients qui peuvent être importants, tels que les volumes conséquents de suspensions diluées à véhiculer, ou bien encore le coût élevé de la résine en raison du renouvellement dû à l'usure et l'investissement initial élevé pour réaliser le remplissage des colonnes échangeuses d'ions.

30

35

Dès lors, en raison des inconvénients précités, la demanderesse poursuivant ses recherches, a trouvé et mis au point un procédé de prétraitement des minerais à gangue argileuse, ne comportant pas de calcination préalable, qui annihile la propension des composés

argileux à gonfler, se déliter et se disperser sous la forme de fins cristaux et de petits agglomérats au contact d'une phase aqueuse et rend aisée l'application à ces minerais des traitements hydro-métallurgiques de valorisation connus, puisque la suspension

5 résultant de l'application desdits traitements est rendue apte à une séparation aisée des phases liquide et solide, de la même manière que pour les minerais à gangue non argileuse ou au plus faiblement argileuse, aussi bien par filtration que par décantation.

10 Le procédé de prétraitement selon l'invention, qui s'effectue à pression atmosphérique ou proche de la pression atmosphérique, consistant en un humectage alcalin et un traitement thermique du minerai broyé, dont la gangue comporte des composés argileux suscep-

15 et contenant au moins un élément métallique valorisable par hydro-métallurgie, se caractérise en ce que, dans le but de permettre des séparations ultérieures aisées des phases liquide et solide :

a) le minerai dont la granulométrie est au plus égale à la maille de libération de l'élément métallique à valoriser est mis en

20 contact intime avec au moins 4 kg exprimés en  $\text{OH}^-$  d'au moins un agent alcalin par tonne d'argile contenue dans le minerai,

b) le milieu humecté l'est d'une manière telle que, en prenant en compte la quantité d'eau totale présente dans le milieu après

25 humectage, le rapport de la phase liquide exprimée en mètre cube à la phase solide exprimée en tonne est toujours au plus égal à 1,

c) le milieu humecté est soumis à une température de prétraitement choisie dans l'intervalle de  $15^\circ\text{C}$  à  $450^\circ\text{C}$ .

30

Comme cela a déjà été exprimé, les minerais dont la gangue est formée au moins en partie de composés argileux sont difficilement valorisables par les traitements hydrométallurgiques classiques, acides ou alcalins, car la suspension résultant de tels traitements

35 devient inapte à une séparation des phases liquide et solide, aussi bien par filtration que par décantation, dès lors qu'elle devient

plastique et stable au contact de l'eau.

De tels minerais à gangue argileuse peuvent ainsi être condamnés à ne pas être exploités, alors même qu'ils sont riches en éléments à valoriser, ou bien sont exploités au moyen de traitements spécifiques complexes et coûteux.

Le procédé selon l'invention poursuit le but de restituer à l'homme de l'art des minerais à gangue argileuse contenant au moins un élément métallique à valoriser, réputés difficilement exploitables par les traitements acide ou alcalin classiques, en raison des conséquences physiques précédemment évoquées, ce procédé consistant à soumettre lesdits minerais à un prétraitement alcalin simple et peu coûteux précédant les traitements hydrométallurgiques de valorisation, grâce auquel la suspension, résultant desdits traitements de valorisation, devient apte à une séparation aisée des phases liquide et solide par filtration et/ou décantation.

Tout d'abord, comme cela est bien connu de l'homme de l'art, le minerai au moment de la mise en contact avec l'agent alcalin de prétraitement doit disposer d'une granulométrie correspondant au plus à la maille de libération du ou des éléments métalliques valorisables.

Quand le minerai ne dispose pas naturellement d'une telle granulométrie, il est soumis à une opération de broyage, préférentiellement effectuée en l'absence de tout ajout de phase aqueuse.

Dès lors que le minerai dispose de la granulométrie correspondant au plus à la maille de libération du ou des éléments métalliques à valoriser, l'écoulement des particules solides doit se faire avec une fluidité proche de celle d'un sable sec de silice.

Mais, il peut se produire que le minerai dispose avant broyage d'une quantité d'eau telle, que les particules solides après broyage aient

tendance à créer des agglomérats ou granules qui empêchent le bon écoulement de ces particules. Dans ce cas, le minerai est soumis à un séchage préalable au broyage ou encore est simultanément broyé et séché de telle manière que les particules solides en résultant disposent d'une capacité d'écoulement équivalente à celle du sable sec de silice.

L'agent alcalin de prétraitement selon l'invention peut être introduit sous une forme solide ou sous la forme d'une solution aqueuse.

10

Quand l'agent alcalin est introduit sous la forme aqueuse, il peut provenir d'une préparation par dissolution de l'hydroxyde dans une eau naturelle ou éventuellement saumâtre ou bien encore par dissolution dans une liqueur de recyclage, provenant par exemple d'un traitement hydrométallurgique, situé en aval du prétraitement selon l'invention, ladite liqueur pouvant contenir des composés chimiques aussi divers que par exemple  $\text{NaCl}$ ,  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ,  $\text{NaVO}_3$ ,  $\text{NaCN}$ .

15

Cet agent est tel, que lorsqu'il est mis en contact avec de l'eau, il libère des ions  $\text{OH}^-$ . Cet agent alcalin peut être choisi dans le groupe formé par les hydroxydes alcalins ou assimilés, et/ou alcalinoterreux, et préférentiellement parmi les hydroxydes de sodium et de potassium, d'ammonium, ainsi que l'hydroxyde de calcium.

20

Selon la nature du minerai, l'agent alcalin peut être constitué par un seul hydroxyde, tel que l'hydroxyde de sodium ou par le mélange d'au moins deux hydroxydes, tels que par exemple hydroxydes de sodium, de calcium.

25

De même, selon la nature du minerai, la quantité de l'agent alcalin mis en contact intime avec le minerai pour réaliser l'humectage alcalin, est d'au moins 4 kg exprimés en  $\text{OH}^-$  par tonne d'argile contenue dans le minerai. Plus généralement, la quantité de l'agent alcalin exprimée en  $\text{OH}^-$  peut être choisie dans l'intervalle de 4 à 100 kg par tonne d'argile contenue dans le minerai, et préférentiel-

35

lement peut être choisie dans l'intervalle de 10 à 90 kg par tonne d'argile contenue dans le minerai.

5 Dès lors que le minerai dispose de la granulométrie correspondant au plus à la maille de libération du ou des éléments métalliques valorisables, il est mis en contact intime avec l'agent alcalin, formant ainsi le milieu de prétraitement qui se présente sous l'aspect d'une phase humectée par ledit agent dont l'état physique peut varier du solide au pâteux selon que l'agent alcalin est introduit  
10 sous la forme solide ou sous la forme d'une solution aqueuse.

Toutefois, selon un aménagement qui s'est révélé intéressant, la mise en contact intime du minerai à gangue argileuse avec l'agent alcalin peut également s'effectuer par introduction dudit agent avant ou pendant l'opération de broyage.  
15

Quand l'agent alcalin est sous la forme solide, il peut être introduit avec le minerai dans la zone de broyage, l'humectage s'effectuant au moins partiellement dans ladite zone.  
20

Quand l'agent alcalin est sous la forme liquide, il peut être également introduit au goutte à goutte ou en fine pulvérisation dans la zone de broyage, par humectage partiel du minerai aussi bien avant son introduction dans ladite zone, qu'au cours du broyage lui-même.  
25 Bien qu'il ait été précédemment exprimé que l'opération de broyage devait préférentiellement être effectuée sans ajout de phase aqueuse, ladite introduction de l'agent alcalin dans la zone de broyage peut être réalisée dès lors que la solution alcaline est suffisamment concentrée et souhaitablement pas trop éloignée de la  
30 saturation.

Simultanément à l'introduction de l'agent alcalin, il peut s'avérer utile de soumettre le mélange à un malaxage favorisant la bonne répartition de l'agent alcalin au sein du minerai.

En considérant non seulement l'eau qui peut être introduite quand l'agent alcalin est utilisé sous la forme d'une solution aqueuse, mais surtout l'eau initialement présente dans le minerai, c'est-à-dire en prenant en compte la quantité d'eau totale présente dans le milieu après humectage, le rapport de la phase liquide exprimée en mètre cube à la phase solide exprimée en tonne du minerai (L/S) est toujours au plus égal à 1, est généralement compris entre 0,05 et 0,99.

En pratique, le rapport L/S de la phase liquide présente, exprimée en mètre cube, à la phase solide, exprimée en tonne du minerai, est d'autant plus élevé que la teneur en argile du minerai soumis au prétraitement est elle-même élevée, de manière à obtenir une pâte humide, ni fluide, ni collante.

15

Le milieu humecté est alors soumis à une température de prétraitement choisie dans l'intervalle de 15°C à 450°C.

La durée du prétraitement est généralement courte et n'est pas un paramètre à contrôler du procédé selon l'invention, étant entendu que le temps de prétraitement est d'autant plus court que la température est choisie dans les hautes valeurs de l'intervalle correspondant.

Selon une première variante, le procédé de prétraitement selon l'invention, qui s'effectue à pression atmosphérique, consistant en un humectage alcalin et une élévation de température du minerai broyé, dont la gangue comporte des composés argileux susceptibles de former une suspension plastique stable en présence d'eau et contenant au moins un élément métallique valorisable par hydrométallurgie, peut se réaliser selon les étapes suivantes :

a) le minerai dont la granulométrie est au plus égale à la maille de libération de l'élément métallique à valoriser est mis en contact intime avec au moins 4 kg exprimés en  $\text{OH}^-$  d'au moins un agent

alcalin par tonne d'argile contenue dans le minerai,

5 b) le milieu humecté est soumis à l'élimination de l'eau libérable présente jusqu'à l'obtention d'un rapport phase liquide exprimée en mètre cube et phase solide exprimée en tonne de minerai (L/S en m<sup>3</sup>/t) au plus égal à 0,2, enfin,

10 c) le milieu humecté ainsi traité est porté à une température minimale de prétraitement d'au moins 105°C.

15 Dans cette première variante et selon la nature du minerai, la quantité de l'agent alcalin mis en contact intime avec le minerai pour réaliser l'humectage alcalin, est d'au moins 4 kg exprimés en OH<sup>-</sup> par tonne d'argile contenue dans le minerai. Plus généralement, la quantité de l'agent alcalin exprimée en OH<sup>-</sup> peut être choisie dans l'intervalle de 4 à 45 kg par tonne d'argile contenue dans le minerai, et préférentiellement peut être choisie dans  
20 l'intervalle de 10 à 40 kg par tonne d'argile contenue dans le minerai.

De même, en considérant non seulement l'eau qui peut être introduite quand l'agent alcalin est utilisé sous la forme d'une solution aqueuse, mais surtout l'eau initialement présente dans le  
25 minerai, c'est-à-dire en prenant en compte la quantité d'eau totale présente dans le milieu après humectage, le rapport de la phase liquide exprimée en mètre cube à la phase solide exprimée en tonne du minerai (L/S) est généralement compris entre 0,2 et 0,99 et est  
30 préférentiellement compris entre 0,2 et 0,8.

Dès lors que le minerai est en contact intime avec l'agent alcalin, le milieu humecté est soumis à l'élimination de l'eau libérable présente dans ledit milieu par au moins un moyen connu, tel que par  
35 exemple l'évaporation, jusqu'à l'obtention d'un rapport de la phase

liquide présente exprimée en mètre cube à la phase solide exprimée en tonne du minéral (L/S) au plus égal à 0,2 et préférentiellement au plus égal à 0,15.

5 Le milieu humecté ainsi appauvri en eau est alors porté à la température de prétraitement d'au moins 105°C. Cette température à laquelle s'effectue le prétraitement est, dès lors, définie comme la température minimale de prétraitement. Cette température peut être choisie, en général, dans l'intervalle de 105°C à 450°C, et  
10 peut être préférentiellement choisie dans l'intervalle de 110°C à 200°C, selon la nature de la gangue argileuse du minéral.

La durée du prétraitement est généralement courte, étant entendu que le temps de prétraitement est d'autant plus court que la  
15 température est choisie dans les hautes valeurs de l'intervalle correspondant.

Cette durée de prétraitement se décompose en deux périodes :

- 20 - une première période dite d'élimination de l'eau présente dans le milieu humecté, permettant de ramener le rapport L/S en m<sup>3</sup>/t à une valeur au plus égale à 0,2.
- une deuxième période correspondant au traitement thermique proprement dit, au cours de laquelle le milieu humecté, débarrassé de l'eau libérable jusqu'au rapport L/S en m<sup>3</sup>/t au plus égal à  
25 0,2, est porté à la température minimale d'au moins 105°C. Cette durée est généralement choisie entre l'instantané et au plus 120 minutes, la prolongation au-delà de ce temps de séjour à la température choisie n'améliorant plus l'aptitude à la séparation ultérieure des phases liquide et solide.

30

Selon une deuxième variante, le procédé de prétraitement selon l'invention, qui s'effectue à pression atmosphérique ou proche de la pression atmosphérique, consistant en un humectage alcalin et un maintien en température du minéral broyé, dont la gangue comporte des composés argileux susceptibles de former une suspension  
35

plastique stable en présence d'eau et contenant au moins un élément métallique valorisable par hydrométallurgie, peut se réaliser selon les étapes suivantes :

5 a) le minerai dont la granulométrie est au plus égale à la maille de libération de l'élément métallique à valoriser est mis en contact intime avec au moins 4 kg exprimés en  $\text{OH}^-$  d'au moins un agent alcalin par tonne d'argile contenue dans le minerai, par l'intermédiaire d'une phase aqueuse présente en une quantité telle que le rapport L/S de la phase liquide exprimée en mètre cube à la 10 phase solide exprimée en tonne de minerai sec soit au plus égale à 0,6.

b) le minerai ainsi humecté est soumis à une température de prétraitement d'au plus 105°C pendant un temps d'au moins trente 15 minutes.

Dans cette deuxième variante et, selon la nature du minerai, la 20 quantité de l'agent alcalin mis en contact intime avec le minerai pour réaliser l'humectage alcalin, est d'au moins 4 kg exprimés en  $\text{OH}^-$  par tonne d'argile contenue dans le minerai. Plus généralement, la quantité de l'agent alcalin exprimée en  $\text{OH}^-$  peut être choisie dans l'intervalle de 4 à 100 kg par tonne d'argile contenue dans le minerai, et préférentiellement peut être choisie dans l'intervalle de 10 à 90 kg par tonne d'argile contenue dans le minerai.

25 De même, en considérant non seulement l'eau qui peut être introduite quand l'agent alcalin est utilisé sous la forme d'une solution aqueuse, mais surtout l'eau initialement présente dans le minerai, c'est-à-dire en prenant en compte la quantité d'eau totale présente dans le milieu après humectage, le rapport de la phase liquide 30 exprimée en mètre cube à la phase solide exprimée en tonne du minerai (L/S) est toujours au plus égal à 0,6, est généralement compris entre 0,05 et 0,5 et est préférentiellement compris entre 0,10 et 0,40.

En pratique, le rapport L/S de la phase liquide présente, exprimée 35 en mètre cube, à la phase solide, exprimée en tonne de minerai, est

d'autant plus élevé que la teneur en argile du minerai soumis au prétraitement est elle-même plus élevée, de manière à obtenir une pâte humide, ni fluide, ni collante:

5 Dès lors que le minerai est en contact intime avec l'agent alcalin, le milieu humecté est alors soumis à la température de prétraitement d'au plus 105°C. Cette température peut être choisie, en général, dans l'intervalle large de 15°C à 100°C, et peut être préférentiellement choisie dans l'intervalle de 30°C à 90°C, selon la nature  
10 de la gangue argileuse du minerai.

La durée du prétraitement est généralement supérieure à 30 minutes, mais : n'est pas un paramètre à contrôler du procédé selon l'invention, étant entendu que le temps de prétraitement est d'autant plus long  
15 que la température est choisie dans les basses valeurs de l'intervalle correspondant.

Selon un aménagement particulier du procédé selon l'invention, il peut être intéressant d'effectuer le prétraitement en un milieu  
20 d'oxydo-réduction et/ou complexant en utilisant des agents appropriés connus.

Pendant la durée du prétraitement selon l'invention, le milieu humecté par l'agent alcalin peut être soumis à une agitation mécanique minimale.  
25

Grâce au procédé de prétraitement selon l'invention, le processus de délitage des argiles, qui se produit en présence d'une phase aqueuse, est inhibé d'une manière quasiment irréversible permettant d'effectuer par la suite et au moment opportun tout traitement ultérieur  
30 de valorisation, tel que par exemple une attaque acide ou alcaline en réacteur du minerai à gangue argileuse prétraité, pouvant comporter sans inconvénient des étapes d'agitation, de stockage, de transfert et de séparation.  
35

De plus, le procédé de prétraitement selon l'invention ne provoque pas ultérieurement de limitation des rendements de solubilisation de l'élément métallique à valoriser, quel que soit le type de traitement pratique, acide ou alcalin, à basse température.

5

Enfin, dans le but de faciliter la séparation des phases liquide et solide de la suspension résultant du prétraitement du minerai selon l'invention, il est souhaitable d'introduire un agent de  
10 floculation en solution aqueuse diluée, généralement d'une concentration au plus égale à un gramme par litre, selon des quantités ne dépassant pas 500 grammes par tonne de minerai, mais toujours adaptées aux résultats souhaités.

15 Les avantages du procédé selon l'invention seront plus perceptibles grâce aux exemples donnés à titre illustratif.

#### EXEMPLE 1

Cet exemple illustre le comportement de la gangue argileuse d'un  
20 minerai urano-vanadifère quand ce dernier est mis en suspension dans une phase aqueuse, neutre ou alcaline, à froid ou à chaud, sans qu'il ait été soumis au prétraitement selon l'invention.

Pour ce faire, on a utilisé un minerai uranifère argileux ayant,  
25 après séchage, la composition suivante en % en poids :

	U	0,148
	V <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,01
	SO <sub>4</sub>	0,21
	Mo	0,01
30	SiO <sub>2</sub>	55,80
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	12,05
	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,02
	CaO	3,54
	MgO	0,83
35	Na <sub>2</sub> O	1,49

	K <sub>2</sub> O	3,06
	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,04
	TiO <sub>2</sub>	0,55
	carbone organique	0,19
5	CO <sub>2</sub>	3,30
	eau de liaison	18,752
	et divers	

Le minerai sec contenant en % en poids :

10	quartz	25,0
	argiles	65,0

Les argiles étaient essentiellement constituées d'illite et de kaolinite.

15

Un premier essai a été réalisé de la manière suivante :

100 g de ce minerai sec, broyé et passant au tamis de 500 microns, ont été placés dans un réacteur cylindrique de 500 millilitres de capacité totale, avec 300 g d'eau introduite d'une manière progressive sous agitation, en formant une suspension.

20

Le mélange obtenu avait, à froid comme à chaud (90°C), l'aspect d'une pâte gélatineuse, qui après 24 heures de repos n'avait manifesté aucune aptitude à la décantation.

25

Dès lors, il se révélait impossible de réaliser une séparation par filtration ou décantation des phases liquide et solide présentes dans le mélange, puisque la gangue argileuse avait très rapidement gonflé au contact de l'eau, rendant irréalisable l'application d'un procédé hydrométallurgique de valorisation au minerai.

30

Six autres essais ont été ensuite réalisés en remplaçant l'eau du milieu par des solutions aqueuses, alcalines ou acides, généralement utilisées en hydrométallurgie des minerais.

35

Les compositions des diverses solutions utilisées, ainsi que l'aspect des suspensions résultant des traitements ont été rassemblés

dans le tableau I suivant :

TABLEAU I

5

10

15

20

Essai n°	Réactif	Concentration en réactif en g/l dans la solution aqueuse	Aspect de la suspension après traitement
1	eau	-	gélatineuse, non filtrable
2	NaOH	30	gélatineuse, non filtrable
3	Ca(OH) <sub>2</sub>	à saturation	assez gélatineuse, non filtrable
4	NH <sub>3</sub>	20	gélatineuse, non filtrable
5	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	50	gélatineuse, non filtrable
6	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	30	gélatineuse, non filtrable
7	HCl	10	gélatineuse, non filtrable

Ainsi, l'observation de ces résultats révèle l'inaptitude à la séparation des phases liquide et solide d'une suspension résultant de traitements hydrométallurgiques classiques, appliqués à un minerai à gangue argileuse, l'eau favorisant dans tous les cas le gonflement de ladite gangue en l'absence du prétraitement selon l'invention.

EXEMPLE 2

Cet exemple illustre l'influence bénéfique, sur la séparation des phases liquide et solide, du prétraitement selon l'invention d'un minerai à gangue argileuse au moyen d'un agent alcalin et plus particulièrement les diverses quantités dudit agent que l'on peut utiliser, sous la forme d'une solution aqueuse, au cours de l'humectage du minerai, préalablement au chauffage du minerai, préalablement au chauffage du mélange.

Pour ce faire, on a prétraité le même minerai urano-vanadifère à gangue argileuse que dans l'exemple 1, selon la première variante de l'invention, 100 g de ce minerai (essai n°8), broyé et passant au tamis de 500 microns, ont été mis en présence d'une quantité d'hydroxyde de sodium équivalente à 50 kg par tonne de minerai, mais en solution dans une quantité d'eau telle que le rapport de la phase liquide exprimée en mètre cube à la phase solide exprimée en tonne ait la valeur de 0,2.

Le temps du prétraitement, qui était de 1 heure, était compté à partir du moment où ledit rapport L/S devenait inférieur à 0,2 m<sup>3</sup>/tonne.

Afin de vérifier l'efficacité du prétraitement selon l'invention, c'est-à-dire de s'assurer que la gangue argileuse du minerai a bien été stabilisée dans un état physique propice à une séparation aisée ultérieure des phases liquide et solide, les quatre échantillons prétraités ont été soumis à un test de dégradation. Ce test consistait à introduire chaque échantillon de minerai prétraité dans un réacteur cylindro-hémisphérique en acier inoxydable avec de l'eau selon un rapport des phases liquide exprimée en mètre cube et solide exprimée en tonne égal à 3.

Une injection permanente de gaz CO<sub>2</sub> en excès à la base de chaque réacteur permettait une carbonatation rapide du milieu.

Chaque réacteur, d'une capacité de 1 litre, était muni d'une turbine à axe vertical, comportant 3 pales verticales, tournant à 375 tours par minute.

Le milieu réactionnel était maintenu à la température de 90°C, pendant une heure, toutes ces opérations s'effectuant sous violente agitation.

Au bout de ce temps, le réacteur était immergé dans de l'eau froide afin de provoquer un refroidissement rapide de la suspension. Après refroidissement à la température de 60°C, la suspension ainsi pré-traitée était soumise à un test de séparation qui consistait à faire passer la suspension sur un filtre Büchner en pratiquant un vide de 500 millimètres de mercure, et à mesurer ainsi la vitesse de séparation de la phase liquide en mètre cube.heure<sup>-1</sup>.mètre<sup>-2</sup>.

Préalablement au passage de la suspension sur le filtre, celle-ci était adjuvantée au moyen d'un agent de floculation, à raison de 20 m3 d'une solution à 0,5 g.l de Floerger FA10, préparée à partir d'une solution aqueuse de 2,5 g/l.

Les vitesses de filtration ont été consignées dans la tableau II ci-après.

TABLEAU II

Paramètres communs	Essais n°	8	9	10	11
OH <sup>-</sup> : 30 kg/t argile Température de pré-traitement : 130°C	Valeurs du L/S d'humectage (m3/t)	0,2	0,3	0,7	0,99
Durée du prétraitement : 1 heure	Vitesses de filtration	11,3	13,0	12,5	12,6

Ce tableau révèle, tout d'abord, par comparaison avec les résultats de l'exemple 1, l'excellente aptitude à la filtration du minerai argileux après qu'il ait été soumis au prétraitement selon l'invention. De plus, ce tableau confirme que la valeur du rapport L/S en m3/t d'humectage du minerai à gangue argileuse peut être choisi indifféremment dans l'intervalle 0,2 à 0,99, tout en conservant une excellente aptitude à la filtration.

EXEMPLE 3

Cet exemple met en évidence la quantité minimale de l'agent alcalin, exprimé en kilogramme de  $\text{OH}^-$  par tonne d'argile présente dans le minerai qu'il est nécessaire d'utiliser pour réaliser avec succès le prétraitement selon l'invention.

Dans ce but, on a effectué avec le même minerai que dans l'exemple 1, huit essais au sein du même réacteur cylindrique de 500 millilitres de capacité totale.

Pour chacun de ces essais (essais 12 à 19), 100 g de ce minerai broyé et passant au tamis de 500 microns ont été mis en présence de quantités croissantes d'hydroxyde de sodium, mises en solution dans une quantité d'eau telle que le rapport de la phase liquide exprimée en mètre cube à la phase solide exprimée en tonne ait la valeur de 0,3 pour chaque essai.

Ces quantités d'hydroxyde de sodium, exprimées en kilogramme d' $\text{OH}^-$ , représentaient dans le milieu d'humectage, 0 - 2 - 4 - 10 - 15 - 30 - 45 et 85 kilogrammes d' $\text{OH}^-$  par tonne d'argile présente dans le minerai.

Tous ces échantillons (essais 12 à 19) ont ensuite été déshydratés selon la première variante de l'invention par évaporation jusqu'à l'obtention d'une valeur du rapport L/S en  $\text{m}^3/\text{t}$  inférieur à 0,2 (proche de 0,15), dans un four électrique destiné au prétraitement et chauffé à  $130^\circ\text{C}$ . La température au coeur de l'échantillon est restée très voisine de  $100^\circ\text{C}$ , pendant l'évaporation, puis s'est élevée rapidement à  $130^\circ\text{C}$  dès lors que le rapport L/S en  $\text{m}^3/\text{t}$  devenait inférieur à 0,2.

Le temps du prétraitement, qui était de 1 heure et 15 minutes, était compté à partir du moment où ledit rapport L/S devenait inférieur à 0,2  $\text{m}^3/\text{tonne}$ .

Afin de vérifier l'efficacité du prétraitement selon l'invention,

c'est-à-dire de s'assurer que la gangue argileuse du minerai a bien été stabilisée dans un état physique propice à une séparation aisée ultérieure des phases liquide et solide, les huit échantillons pré-traités ont été soumis à un test de dégradation. Ce test consistait à introduire chaque échantillon de minerai prétraité dans un réac-  
5 teur cylindro-hémisphérique en acier inoxydable avec de l'eau, selon un rapport des phases liquide exprimé en mètre cube et solide exprimé en tonne égal à 3.

10 Une injection permanente de gaz  $\text{CO}_2$  en excès à la base de chaque réacteur permettait une carbonatation rapide du milieu.

Chaque réacteur, d'une capacité de 1 litre, était muni d'une turbine à axe vertical, comportant 3 pales verticales, tournant à 375 tours  
15 par minute.

Le milieu réactionnel était maintenu à la température de  $90^\circ\text{C}$  pendant une heure, toutes ces opérations s'effectuant sous violente agitation.

20 Au bout de ce temps, le réacteur était immergé dans de l'eau froide afin de provoquer un refroidissement rapide de la suspension. Après refroidissement à la température de  $60^\circ\text{C}$ , la suspension ainsi pré-traitée était soumise à un test de séparation qui consistait à  
25 faire passer la suspension sur un filtre Büchner en pratiquant un vide de 500 millimètres de mercure, et à mesurer ainsi la vitesse de séparation de la phase liquide en mètre cube.heure<sup>-1</sup>.mètre<sup>-2</sup>.

Préalablement au passage de la suspension sur le filtre, celle-ci  
30 était adjuvantée au moyen d'un agent de floculation, à raison de  $20 \text{ cm}^3$  d'une solution à 0,5 g.l de Floeger FA10, préparée à partir d'une solution aqueuse à 2,5 g.l.

Les conditions opératoires et les vitesses de filtration ont été  
35 consignées dans le tableau IIIci-après :

TABLEAU III

Paramètres communs	Essais n°	12	13	14	15	16	17	18	19
5 L/S d'humectage (m <sup>3</sup> /t) : 0,3	OH <sup>-</sup> (kg/t argile)	0	2	4	10	15	30	45	85
Température de prétraitement 130°C	Vitesse de filtration <sub>2</sub> : m <sup>3</sup> .h <sup>-1</sup> .m <sup>-2</sup>	0,01	0,3	1,2	5,6	6,2	13,0	12,6	13,0
10 Duré du prétraitement : 1 heure									

Ainsi, ce tableau révèle qu'il est nécessaire d'utiliser un minimum de 4 kg d'agent alcalin exprimés en OH<sup>-</sup> par tonne d'argile pour que l'on puisse observer l'efficacité du prétraitement, et que le minerai à gangue argileuse acquière l'aptitude à la séparation des phases liquide et solide faisant l'objet de l'invention.

#### EXEMPLE 4

20 Dans cet exemple, on a vérifié que le prétraitement selon l'invention pouvait s'effectuer à n'importe quelle température comprise dans l'intervalle de 105°C à 450°C, selon la première variante de l'invention.

25 Pour ce faire, on a effectué avec le même minerai que dans l'exemple 1, sept essais au sein du même réacteur cylindrique de 500 millilitres de capacité totale.

30 Pour chacun de ces essais (essais 20 à 26), 100 g de ce minerai broyé, et passant au tamis de 500 microns, ont été mis en présence d'une quantité d'hydroxyde de sodium équivalente à 50 kg par tonne de minerai, mis en solution dans une quantité d'eau telle que le rapport de la phase liquide exprimé en mètre cube à la phase solide exprimé en tonne ait la valeur de 0,3.

Les températures de prétraitement étaient choisies à 105, 110, 130, 150, 180, 250 et 450°C.

5 Chaque échantillon a subi les mêmes protocoles de prétraitement et de vérification de son efficacité (test de dégradation) que dans l'exemple 3.

10 Les principales conditions opératoires ainsi que les valeurs des vitesses de filtration obtenues sont résumées dans le tableau IV ci-après.

TABLEAU IV

Paramètres communs	Essais n°	20	21	22	23	24	25	26
15 L/S d'humectage 0,3m <sup>3</sup> /t OH <sup>-</sup> : 30 kg/t d'argile	Température de prétraitement (°C)	105	110	130	150	180	250	450
	Durée du prétraitement (h)	1,25	1,25	1	0,5	0,5	0,25	0,25
	20 Vitesse de filtration <sub>2</sub> (m <sup>3</sup> .h <sup>-1</sup> .m <sup>-2</sup> )	6,5	10,3	13,0	11,0	11,3	12,8	14,6

25 Ce tableau confirme les excellents résultats acquis par l'application du procédé selon l'invention quand le prétraitement est effectué à une température d'au moins 105°C.

EXEMPLE 5

30 Dans cet exemple, on a vérifié que l'agent alcalin utilisé dans le prétraitement selon l'invention pourrait être indifféremment de l'hydroxyde de sodium, de potassium ou un mélange des deux.

35 Dans ce but, on a réalisé avec le même minerai que dans l'exemple 1, trois essais au sein du même réacteur cylindrique de 500 millilitres de capacité totale.

Pour chacun des essais (essais 27 à 29), 100 g de ce minerai broyé et passant au tamis de 500 microns, ont été mis en présence d'une quantité d'hydroxyde de sodium, de potassium et du mélange des deux hydroxydes, équivalente à 30 kg de  $\text{OH}^-$  par tonne de minerai, mis en solution dans une quantité d'eau telle que le rapport de la phase liquide exprimée en mètre cube à la phase solide exprimée en tonne ait la valeur de 0,3.

Chaque échantillon a subi les mêmes protocoles de prétraitement et de vérification de son efficacité (test de dégradation) que dans l'exemple 3.

Les résultats obtenus après tests de dégradation et filtration sont résumés dans le tableau V ci-après.

15

TABLEAU V

20

25

Paramètres communs	Essais n°	27	28	29
L/S humectage : 0,3 m <sup>3</sup> /t de minerai	Hydroxyde alcalin utilisé	NaOH	KOH	NaOH : 42 KOH : 58
Température de prétraitement : 130°C Durée de prétraitement : 1 heure $\text{OH}^-$ : 30 kg/t argile	Vitesse de filtration : m <sup>3</sup> .h <sup>-1</sup> .m <sup>2</sup>	13,0	14,2	15,7

30

Ainsi, il apparaît que la nature de l'hydroxyde alcalin importe peu et que le prétraitement s'effectue correctement, que l'on soit en présence de NaOH, de KOH ou de leur mélange.

EXEMPLE 6

35

Cet exemple illustre l'influence bénéfique sur la séparation des phases liquide et solide du prétraitement selon l'invention d'un autre minerai uranifère à gangue argileuse au moyen d'un agent alcalin.

Pour ce faire, on a utilisé un minerai uranifère argileux ayant après séchage, la composition suivant en % en poids :

	U	0,064
	SiO <sub>2</sub>	38,20
5	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	4,30
	MgO	7,40
	CaO	12,60
	Na <sub>2</sub> O	0,80
	SO <sub>4</sub>	2,90
10	CO <sub>2</sub>	9,10
	eau de liaison et divers	24,70

Ce minerai sec contenant en % en poids :

15	quartz	23,0
	argiles	54,0

Les argiles étaient essentiellement constituées de smectites, attapulgite et sépiolite.

20

Deux essais, 30 et 31, ont été réalisés à partir de ce minerai, l'un n'ayant subi que le seul test de dégradation (essai 30), l'autre ayant subi successivement le prétraitement selon l'invention puis le test de dégradation, selon les protocoles de prétraitement et/ou de dégradation décrit dans l'exemple 3 de l'essai 17.

25

Les résultats sont consignés dans le tableau VI ci-après :

TABLEAU VI

	Vitesse de filtration (m <sup>3</sup> .h <sup>-1</sup> .m <sup>2</sup> )	
30	Essai n°30 non prétraité	0,04
35	Essai n°31 prétraité	4,2

Ces résultats confirment l'intérêt du prétraitement selon l'invention sur un minerai uranifère différent de celui utilisé dans les exemples précédents.

5 EXEMPLE 7

Cet exemple concerne et illustre le prétraitement selon le procédé de l'invention d'un minerai urano-molybdénifère à gangue relativement peu argileuse.

10 On a, pour cela, fait usage d'un minerai qui avait à sec la composition suivante exprimée en % en poids :

	U	0,20
	Mo	0,15
	As	0,04
15	S	0,20
	Al	7,0
	Ba	0,035
	Ca	0,1
	Fe	1,1
20	K	2,2
	Mg	0,1
	Na	1,0
	Si	35,0
	Ti	0,25
25	oxygène des oxydes, eau de liaison et divers	52,625

Sur ce minerai, on a déterminé un pourcentage d'argile voisin de 10 % en poids.

30

Deux essais, 32 et 33, ont été effectués à partir de ce minerai, en utilisant les conditions générales ci-après pour ce qui est de la partie prétraitement.

Un premier échantillon de 100 g (essai 33) de ce minerai sec et broyé, passant au tamis de 500 microns, a été intimement mélangé avec 300 g d'une solution aqueuse sodique contenant 1 g de NaOH (soit 42,5 kg de OH<sup>-</sup> par tonne d'argile), le solide ainsi humecté a été placé dans une étuve portée à 130°C. Au bout de 60 minutes, le rapport L/S en m<sup>3</sup>/T de ce produit était devenu inférieur à 0,2 et le traitement thermique a été maintenu encore pendant 1 heure.

Afin de vérifier l'efficacité du prétraitement ainsi effectué, le produit obtenu a été repris à l'eau et carbonaté en réacteur agité, puis soumis à un test de filtration selon le protocole de l'exemple 3.

D'autre part, on a pris un autre échantillon de 100 g (essai 32) du même minerai sur lequel il n'a pas été effectué de prétraitement et qui a été immédiatement soumis au même test de dégradation en phase aqueuse que précédemment, mais en incorporant 1 g de NaOH à l'eau du réacteur de carbonatation.

Les deux tests de filtration, l'un sur la suspension du minerai prétraité, et l'autre sur la suspension du minerai non prétraité, ont été conduits à la suite sur le même filtre Büchner selon le protocole décrit dans l'exemple 3.

Les résultats correspondants figurent dans le tableau VII ci-après :

TABLEAU VII

		Vitesse de filtration (m <sup>3</sup> .h <sup>-1</sup> .m <sup>-2</sup> )
30	Essai n°32 non prétraité	1,6
	Essai n°33 prétraité	5,1

Ainsi, il apparaît que le procédé de l'invention permet également d'améliorer la filtrabilité d'un minerai urano-molybdénifère peu argileux.

5 EXEMPLE 8

Cet exemple illustre l'influence bénéfique sur la séparation des phases liquide et solide du prétraitement selon l'invention sur une latérite faiblement argileuse, au moyen d'un agent alcalin.

10 Cette latérite, contenant du nickel et du cobalt, renfermait 30 % d'argile (kaolinite) et était connue pour son inaptitude à la décantation comme à la filtration une fois mise en suspension dans l'eau.

Cette latérite avait, après séchage, la composition suivante en %  
15 en poids :

	SiO <sub>2</sub>	53,9 (dont 40 % de quartz)
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	11,8
	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	26,0
	Ni	1,5
20	Co	0,3
	Eau de liaison	6,5
	et divers	

25 Sur ce minerai, on a déterminé un pourcentage d'argile voisin de 30 % en poids (kaolinite).

Deux essais (34 et 35) ont été effectués à partir de 100 g de ce minerai pour chaque essai en utilisant les conditions générales décrites dans l'exemple 7, aussi bien pour le prétraitement selon  
30 l'invention que pour le test de dégradation.

L'essai 34 correspond au seul test de dégradation.

L'essai 35 concerne l'application du prétraitement selon l'invention suivi du test de dégradation.

5

Les résultats concernant les tests de filtration sont consignés dans le tableau VIII ci-après.

TABLEAU VIII

10

	Vitesse de filtration ( $m^3 \cdot h^{-1} \cdot m^{-2}$ )
Essai n°34 non prétraité	0,25
Essai n°35 prétraité	2,39

15

Ainsi, il apparaît que les performances de filtration du minerai latéritique ont été fortement améliorées par l'application du pré-

20

EXEMPLE 9

Cet exemple illustre l'application du procédé selon l'invention à un minerai aurifère à gangue argileuse.

25

Ce minerai, après séchage, avait la composition suivante en % en poids :

30

Au	6 ppm (parties par million)
SiO <sub>2</sub>	57,5
TiO <sub>2</sub>	1,6
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	22,5
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,9
MgO	0,7
CaO	0,55
Na <sub>2</sub> O	1

35

K <sub>2</sub> O	1,5
Eau de liaison et divers	11,75

5 Sur ce minerai, on a déterminé un pourcentage d'argile voisin de 54 % en poids essentiellement constituée de kaolinite et de chlorite.

Deux essais (36 et 37) ont été effectués à partir de ce minerai.

10 Comme dans l'exemple 6, une première fraction de 100 g de ce minerai (essai 37) a été traitée selon l'invention, puis a subi la reprise aqueuse en réacteur de carbonatation, cette dernière opération constituant le test de dégradation, tandis qu'une deuxième fraction de 100 g (essai 36) du même minerai aurifère a subi le seul test de  
15 dégradation dans le même réacteur fortement agité.

Au cours de ces opérations, toutes les conditions opératoires étaient identiques à celles de l'exemple 6, sauf, la quantité de NaOH ajoutée au minerai ou mise en oeuvre dans le test de dégradation, à savoir  
20 4 g de NaOH, ce qui correspond à 31 kg de OH<sup>-</sup> par tonne d'argile présente dans le minerai aurifère.

Le tableau IX indique les résultats des deux tests de filtration effectués à l'issue des tests respectifs de dégradation précités.

25

TABLEAU IX

	Vitesse de filtration (m <sup>3</sup> .h <sup>-1</sup> .m <sup>-2</sup> )
Essai n°36 non prétraité	0,09
Essai n°37 prétraité	8,7

30

Ces résultats confirment que le procédé selon l'invention s'applique à toutes sortes de minerais argileux, indépendamment de la nature du  
35 métal à valoriser.

EXEMPLE 10

Cet exemple illustre l'application du procédé selon l'invention à un minéral vanadifère à gangue fortement bentonitique (95 % de bentonite).

5

Ce minéral, après séchage, avait la composition suivante exprimée en % en poids :

	V <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,142
	SiO <sub>2</sub>	50,1 (dont quartz 0,8 %)
10	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	17
	MgO	4,2
	CaO	2,3
	K <sub>2</sub> O	5,5
	Eau de liaison	20,7
15	et divers	

Deux échantillons de 100 g (essais 38 et 39) broyés passant au tamis de 500 microns ont été traités comme les deux échantillons de l'exemple 6. Le premier essai (essai 39) a subi le prétraitement puis le test de dégradation, le deuxième (essai 38) seulement le test de dégradation.

20

Les résultats de ces deux essais sont consignés dans le tableau ci-après.

25

TABLEAU X

	Vitesse de filtration (m <sup>3</sup> .h <sup>-1</sup> .m <sup>-2</sup> )
Essai n°38 non prétraité	0,000 -infiltrable-
Essai n°39 prétraité	6,2

30

Le prétraitement selon l'invention, permet de rendre filtrable une argile pratiquement pure, qui, en l'absence dudit prétraitement

35

n'aurait pu être redevable d'un traitement hydrométallurgique, telle qu'une attaque acide ou alcaline.

#### EXEMPLE 11

5 Cet exemple illustre l'influence bénéfique, sur la séparation des phases liquide et solide, du prétraitement selon l'invention d'un minerai à gangue argileuse au moyen d'un agent alcalin et plus particulièrement les diverses quantités dudit agent que l'on peut utiliser, sous la forme d'une solution aqueuse, au cours de l'humectage du  
10 minerai, préalablement au chauffage du mélange à la température pratiquée pour les essais.

Pour ce faire, on a prétraité le même minerai urano-vanadifère à gangue argileuse que dans l'exemple 1, selon la deuxième variante  
15 de l'invention. 100 g de ce minerai (essai n°40), broyé et passant au tamis de 500 microns, ont été mis en présence d'une quantité d'hydroxyde de sodium équivalente à 50 kg par tonne de minerai, mis en solution dans une quantité d'eau telle que le rapport de la phase liquide exprimée en mètre cube à la phase solide exprimée en tonne  
20 ait la valeur de 0,10. Cette quantité d'hydroxyde de sodium, exprimée en  $\text{OH}^-$ , représentait dans le milieu d'humectage 30 kg d'équivalent  $\text{OH}^-$  par tonne d'argile contenue dans le minerai.

25 Quatre autres essais (essais n°41, 42, 43 et 44) correspondant à des échantillons de 100 g du même minerai, ont été réalisés en traitant ledit minerai avec la même quantité d'hydroxyde de sodium, mais avec des volumes d'eau différents de telle manière que le rapport L/S en  $\text{m}^3/\text{T}$  prenne des valeurs 0,17 - 0,30 - 0,45 et 0,6.

30 Les cinq échantillons ont ensuite été placés dans une étuve destinée au prétraitement et chauffée à 50°C. Le temps de prétraitement était de 3 heures.

Afin de vérifier l'efficacité du prétraitement selon l'invention, c'est-à-dire de s'assurer que la gangue argileuse du minerai a bien  
35 été stabilisée dans un état physique propice à une séparation aisée ultérieure des phases liquide et solide, les cinq échantillons pré-

traités ont été soumis à un test de dégradation. Ce test consistait à introduire chaque échantillon de minéral prétraité dans un réacteur cylindro-hémisphérique en acier inoxydable avec de l'eau selon un rapport des phases liquide exprimée en mètre cube et solide exprimée en tonne égal à 3.

Une injection permanente de gaz  $\text{CO}_2$  en excès à la base de chaque réacteur permettait une carbonatation rapide du milieu.

Chaque réacteur, d'une capacité de 1 litre, était muni d'une turbine à axe vertical, comportant 3 pales verticales, tournant à 375 tours par minute.

Le milieu réactionnel était maintenu à la température de  $90^\circ\text{C}$ , pendant une heure, toutes ces opérations s'effectuant sous violente agitation.

Au bout de ce temps, le réacteur était immergé dans de l'eau froide afin de provoquer un refroidissement rapide de la suspension. Après refroidissement à la température de  $60^\circ\text{C}$ , la suspension ainsi prétraitée était soumise à un test de séparation qui consistait à faire passer la suspension sur un filtre Büchner en pratiquant un vide de 500 millimètres de mercure, et à mesurer ainsi la vitesse de séparation de la phase liquide en mètre cube.heure<sup>-1</sup>.mètre<sup>-2</sup>.

Préalablement au passage de la suspension sur le filtre, celle-ci était adjuvantée au moyen d'un agent de floculation, à raison de 20 m<sup>3</sup> d'une solution à 0,5 g.l de Floeger FA10, préparée à partir d'une solution aqueuse à 2,5 g.l.

Les vitesses de filtration ont été consignées dans le tableau ci-après.

TABLEAU XI

Paramètres communs	Essais n°	40	41	42	43	44
OH <sup>-</sup> : 30 kg/t argile Température de pré- traitement : 50°C	Valeurs du L/S d'humectage (m <sup>3</sup> /t)	0.10	0.17	0.3	0,45	0,6
Durée du prétraitement : 3 heures	Vitesses de filtration (m <sup>3</sup> .h <sup>-1</sup> .m <sup>-2</sup> )	1,9	2,4	3,9	0,8	0,2

Ce tableau révèle, tout d'abord, par comparaison avec les résultats de l'exemple 1, la bonne aptitude à la filtration du minerai argileux après qu'il ait été soumis au prétraitement de la deuxième variante selon l'invention. De plus, ce tableau confirme pour ce minerai particulier que la valeur du rapport L/S en m<sup>3</sup>/T d'humectage du minerai à gangue argileuse peut être choisie indifféremment dans l'intervalle 0,1 à 0,4, tout en conservant une bonne aptitude à la filtration.

#### EXEMPLE 12

Cet exemple met en évidence, en faisant usage de la deuxième variante, la quantité minimale de l'agent alcalin, exprimé en kilogramme de OH<sup>-</sup> par tonne d'argile présente dans le minerai qu'il est nécessaire d'utiliser pour réaliser avec succès le prétraitement selon l'invention.

Dans ce but, on a effectué six essais avec le même minerai que dans l'exemple 1.

Pour chacun de ces essais (essais n°45 à 50), 100 g de ce minerai broyé et passant au tamis de 500 microns ont été mis en présence de quantités croissantes d'hydroxyde de sodium, mises en solution dans une quantité d'eau telle que le rapport de la phase liquide

exprimée en mètre cube à la phase solide exprimée en tonne ait la valeur de 0,3 pour chaque essai.

5 Ces quantités d'hydroxyde de sodium, exprimées en kilogramme d' $\text{OH}^-$ , représentaient dans le milieu d'humectage, 0 - 4 - 10 - 20 - 40 et 85 kilogrammes d' $\text{OH}^-$  par tonne d'argile présente dans le minerai.

Tous ces échantillons (essais n°45 à 50) ont ensuite été placés dans une étuve destinée au prétraitement et chauffée à 50°C.

10

Le temps du prétraitement était de 3 heures.

Afin de vérifier l'efficacité du prétraitement selon l'invention, c'est-à-dire de s'assurer que la gangue argileuse du minerai a bien été stabilisée dans un état physique propice à une séparation aisée ultérieure des phases liquide et solide, les six échantillons pré-traités ont été soumis à un test de dégradation. Ce test consiste à introduire chaque échantillon de minerai prétraité dans un réacteur cylindro-hémisphérique en acier inoxydable avec de l'eau, selon un rapport des phases liquide exprimée en mètre cube et solide exprimée en tonne égal à 3.

20

Une injection permanente de gaz  $\text{CO}_2$  en excès à la base de chaque réacteur permettait une carbonatation rapide du milieu.

25

Chaque réacteur, d'une capacité de 1 litre, était muni d'une turbine à axe vertical, comportant 3 pales verticales, tournant à 375 tours par minute.

30

Le milieu réactionnel était maintenu à la température de 90°C pendant une heure, toutes ces opérations s'effectuant sous violente agitation.

35

Au bout de ce temps, le réacteur était immergé dans de l'eau froide afin de provoquer un refroidissement rapide de la suspension. Après refroidissement à la température de 60°C, la suspension ainsi pré-

traitée était soumise à un test de séparation qui consistait à faire passer la suspensions sur un filtre Büchner en pratiquant un vide de 500 millimètres de mercure, et à mesurer ainsi la vitesse de séparation de la phase liquide en mètre cube.heure<sup>-1</sup>.mètre<sup>-2</sup>.

5

Préalablement au passage de la suspension sur le filtre, celle-ci était adjuvantée au moyen d'un agent de floculation, à raison de 20 cm<sup>3</sup> d'une solution à 0,5 g/l de Floeger FA10, préparée à partir d'une solution aqueuse à 2,5 g/l.

10

Les conditions opératoires et les vitesses de filtration ont été consignées dans le tableau XII ci-après.

TABLEAU XII

Paramètres communs	Essais n°	45	46	47	48	49	50
L/S d'humectage (m <sup>3</sup> /T) : 0,3	OH <sup>-</sup> (kg/t argile)	0	4	10	20	40	85
Température de pré- traitement : 50°C	Vitesse de filtration :	0,00	0,3	0,5	3,2	4,0	5,1
Durée du prétraitem- ent : 3 heures	m <sup>3</sup> .h <sup>-1</sup> .m <sup>-2</sup>						

15

20

25

Ainsi, ce tableau révèle qu'il est nécessaire d'utiliser un minimum de 4 kg d'agent alcalin exprimés en OH<sup>-</sup> par tonne d'argile pour que l'on puisse observer l'efficacité du prétraitement, et que le minéral à gangue argileuse acquière l'aptitude à la séparation des phases liquide et solide faisant l'objet de l'invention.

#### EXEMPLE 13

30

Dans cet exemple, on a vérifié que le prétraitement selon l'invention pouvait s'effectuer à n'importe quelle température comprise dans l'intervalle de 25°C à 100°C, quant on fait usage de la deuxième variante selon l'invention.

Pour ce faire, on a effectué sept essais avec le même minerai que dans l'exemple 1.

5 Pour chacun de ces essais (essais n°51 à 57), 100 g de ce minerai broyé, et passant au tamis de 500 microns, ont été mis en présence d'une quantité d'hydroxyde de sodium équivalente à 60 kg par tonne de minerai, mis en solution dans une quantité d'eau telle que le rapport de la phase liquide exprimée en mètre cube à la phase solide exprimée en tonne ait la valeur de 0,3.

10

Les températures de prétraitement étaient choisies à 25, 30, 50, 60, 80 et 100°C.

15 Chaque échantillon a subi les mêmes protocoles de prétraitement et de vérification de son efficacité (test de dégradation) que dans l'exemple 12.

20 Les principales conditions opératoires ainsi que les valeurs des vitesses de filtration obtenues sont résumées dans le tableau XIII ci-après.

TABLEAU XIII

Paramètres communs	Essais n°	51	52	53	54	55	56	57
25 L/S d'humectage 0,3 m <sup>3</sup> /t OH <sup>-</sup> : 40 kg/t d'argile	Température de prétraitement (°C)	25	30	30	50	60	80	100
	Durée du prétraitement	200	17	3	3	3	3	3
	30 Vitesse de filtration (m <sup>3</sup> .h <sup>-1</sup> .m <sup>-2</sup> )	4,8	5,9	2,4	4,0	3,5	2,6	1,9

Ce tableau confirme les excellents résultats acquis par l'application du procédé selon l'invention quand le prétraitement est effectué à une température choisie entre 25°C et 100°C pour ce minéral particulier.

5

EXEMPLE 14

Dans cet exemple, on a vérifié que l'agent alcalin utilisé dans le prétraitement selon l'invention pourrait être indifféremment de l'hydroxyde de sodium, de potassium, l'hydroxyde d'ammonium, l'hydroxyde de calcium -ou un mélange-

10

Dans ce but, on a réalisé cinq essais avec le même minéral que dans l'exemple 1.

15

Pour chacun des essais (essais n°58 à 62) 100 g de ce minéral broyé et passant au tamis de 500 microns, ont été mis en présence d'une quantité d'agent alcalin équivalente à 40 kg de  $\text{OH}^-$  par tonne de minéral, mis en solution ou en suspension dans le cas de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  dans une quantité d'eau telle que le rapport de la phase liquide exprimée en mètre cube à la phase solide exprimée en tonne ait la valeur de 0,3.

20

Chaque échantillon a subi les mêmes protocoles de prétraitement et de vérification de son efficacité (test de dégradation) que dans l'exemple 3.

25

Les résultats obtenus après tests de dégradation et filtration sont résumés dans le tableau XIV ci-après.

TABLEAU XIV

Paramètres communs	Essais n°	58	59	60	61	62
5 L/S d'humectage : 0,3 m <sup>3</sup> /T de minerai	Hydroxyde alcalin uti- lisé	NaOH	KOH	Ca(OH) <sub>2</sub>	NH <sub>4</sub> (OH)	Na(OH) <sup>°</sup> Ca(OH) <sub>2</sub>
10 Température de prétraitement : 50°C	Vitesse de filtration : 3 .h <sup>-1</sup> .m <sup>-2</sup>	4,0	4,5	1,2	3,6	2,8
Durée de prétraitem- ent : 3 heures OH <sup>-</sup> 40 kg/t d'argile						

° en masses égales.

Ainsi, il apparaît que la nature de l'agent alcalin importe peu et que le prétraitement s'effectue correctement, que l'on soit en présence de NaOH, de KOH, de NH<sub>4</sub>(OH), de Ca(OH)<sub>2</sub>, ou d'un mélange Ca(OH)<sub>2</sub> et NaOH.

EXEMPLE 15

Cet exemple illustre l'influence bénéfique sur la séparation des phases liquide et solide du prétraitement selon l'invention d'un autre minerai uranifère à gangue argileuse au moyen d'un agent alcalin, par usage de la deuxième variante.

Pour ce faire, on a utilisé un minerai uranifère argileux ayant après séchage, la composition suivante en % en poids :

	U	0,064
30	SiO <sub>2</sub>	38,20
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	4,30
	MgO	7,40
	CaO	12,60
	Na <sub>2</sub> O	0,80
35	SO <sub>4</sub>	2,90

CO <sub>2</sub>	9,10
eau de liaison	24,70
et divers	

5 Ce minéral sec contenant en % en poids :

quartz	23,0
argiles	54,0

10 Les argiles étaient essentiellement constituées de smectite, attapulgite et sépiolite.

Deux essais, n°63 et 64, ont été réalisés à partir de ce minéral, l'un n'ayant subi que le seul test de dégradation (essai n°63), l'autre ayant subi successivement le prétraitement selon l'invention puis le test de dégradation, selon les protocoles de prétraitement et/ou de dégradation décrit dans l'essai n°49 de l'exemple 12.

Les résultats sont consignés dans le tableau XV ci-après.

TABLEAU XV

20

	Vitesse de filtration (m <sup>3</sup> .h <sup>-1</sup> .m <sup>-2</sup> )
Essai n°63 non prétraité	0,04
Essai n°64 prétraité	3,5

25

Ces résultats confirment l'intérêt du prétraitement selon l'invention sur un minéral uranifère différent de celui utilisé dans les exemples précédents.

30

EXEMPLE 16

Cet exemple concerne et illustre le prétraitement selon le procédé de l'invention d'un minéral urano-molybdénifère à gangue relativement peu argileuse par usage de la deuxième variante.

35

On a, pour cela, fait usage d'un minerai qui avait à sec la composition suivante exprimée en % en poids :

	U	0,20
	Mo	0,15
5	As	0,04
	S	0,20
	Al	7,0
	Ba	0,035
	Ca	0,1
10	Fe	1,1
	K	2,2
	Mg	0,1
	Na	1,0
	Si	35,0
15	Ti	0,25
	oxygène des oxydes, eau	52,625
	de liaison et divers	

Sur ce minerai, on a déterminé un pourcentage d'argile voisin de 10 % en poids.

Deux essais, n°65 et 66, ont été effectués à partir de ce minerai, en utilisant les conditions générales ci-après pour ce qui est de la partie prétraitement.

25

Un premier échantillon de 100 g (essai n°66) de ce minerai sec et broyé, passant au tamis de 500 microns, a été intimement mélangé avec 15 g d'une solution aqueuse sodique de recyclage contenant 1 g de NaOH (soit 42,5 kg de OH<sup>-</sup> par tonne d'argile), ayant la composition en % en poids suivante :

30

	NaOH	6,7
	Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	5,0
	NaCl	0,7
	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	1,5
35	eau	86,1

Le solide ainsi humecté a été placé dans une étuve portée à 50°C pendant 180 minutes.

5 Afin de vérifier l'efficacité du prétraitement ainsi effectué, le produit obtenu a été repris à l'eau et carbonaté en réacteur agité, puis soumis à un test de filtration selon le protocole de l'exemple 12.

10 D'autre part, on a pris un autre échantillon de 100 g (essai n°65) du même minerai sur lequel il n'a pas été effectué de prétraitement et qui a été immédiatement soumis au même test de dégradation en phase aqueuse que précédemment, mais en incorporant 1 g de NaOH à l'eau du réacteur de carbonatation.

15 Les deux tests de filtration, l'un sur la suspension du minerai prétraité, et l'autre sur la suspension du minerai non prétraité, ont été conduits à la suite sur le même filtre Büchner selon le protocole décrit dans l'exemple 12.

20 Les résultats correspondants figurent dans le tableau XVI ci-après.

TABLEAU XVI

	Vitesse de filtration ( $m^3 \cdot h^{-1} \cdot m^{-2}$ )
25 Essai n°65 non prétraité	1,6
Essai n°66 prétraité	3,3

30 Ainsi, il apparaît que le procédé de l'invention permet également d'améliorer la filtrabilité d'un minerai urano-molybdénifère peu argileux.

EXEMPLE 17

Cet exemple illustre l'influence bénéfique sur la séparation des phases liquide et solide du prétraitement selon l'invention sur une latérite faiblement argileuse, au moyen d'un agent alcalin, par application de la deuxième variante.

Cette latérite, contenant du nickel et du cobalt, renfermait 30 % d'argile (kaolinite) et était connue pour son inaptitude à la décantation comme à la filtration une fois mise en suspension dans l'eau.

10

Cette latérite avait, après séchage, la composition suivante en % en poids :

	SiO <sub>2</sub>	53,9 (dont 40 % de quartz)
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	11,8
15	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	26,0
	Ni	1,5
	Co	0,3
	eau de liaison et divers	6,5

20

Sur ce minerai, on a déterminé un pourcentage d'argile voisin de 30 % en poids (kaolinite).

25

Deux essais, n° 67 et 68 ont été effectués à partir de 100 g de ce minerai pour chaque essai, en utilisant les conditions générales décrites dans l'exemple 16, aussi bien pour le prétraitement selon l'invention que pour le test de dégradation.

30

L'essai n° 67 correspond au seul test de dégradation.

L'essai n° 68 concerne l'application du prétraitement selon l'invention, suivi du test de dégradation.

35

Les résultats concernant les tests de filtration sont consignés dans le tableau XVII ci-après.

TABLEAU XVII

	Vitesse de filtration ( $m^3 \cdot h^{-1} \cdot m^{-2}$ )
5 Essai n°67 non prétraité	0,25
Essai n°68 prétraité	1,9

10

Ainsi, il apparaît que les performances de filtration du minerai latéritique ont été fortement améliorées par l'application du pré-traitement selon l'invention.

15

EXEMPLE 18

Cet exemple illustre l'application du procédé selon l'invention à un minerai aurifère à gangue argileuse.

20

Ce minerai, après séchage, avait la composition suivante en % en poids :

25

Au	6 ppm (parties par million)
SiO <sub>2</sub>	57,5
TiO <sub>2</sub>	1,6
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	22,5
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,9
MgO	0,7
CaO	0,55
Na <sub>2</sub> O	1,0
K <sub>2</sub> O	1,5
eau de liaison et divers	11,75

30

Sur ce minerai, on a déterminé un pourcentage d'argile voisin de 54 % en poids, essentiellement constituée de kaolinite et de chlorite.

Deux essais, n°69 et 70, ont été effectués à partir de ce minerai.

Comme dans l'exemple 15, une première fraction de 100 g de ce minerai (essai n°70) a été traitée selon l'invention, puis a subi la reprise aqueuse en réacteur de carbonatation, cette dernière opération constituant le test de dégradation, tandis qu'une deuxième fraction de 100 g (essai n°69) du même minerai aurifère a subi le seul test de dégradation dans le même réacteur fortement agité.

Au cours de ces opérations, toutes les conditions opératoires étaient identiques à celles de l'exemple 15, sauf, la quantité de NaOH ajoutée au minerai ou mise en oeuvre dans le test de dégradation, à savoir 4 g de NaOH, ce qui correspond à 31 kg de OH<sup>-</sup> par tonne d'argile présente dans le minerai aurifère.

Le tableau XVIII indique les résultats des deux tests de filtration effectués à l'issue des tests respectifs de dégradation précités.

TABLEAU XVIII

	Vitesse de filtration (m <sup>3</sup> .h <sup>-1</sup> .m <sup>-2</sup> ),
Essai n°69 non prétraité	0,09
Essai n°70 prétraité	5,3

Ces résultats confirment que le procédé selon l'invention s'applique à toutes sortes de minerais argileux, indépendamment de la nature du métal à valoriser.

EXEMPLE 19

Cet exemple illustre l'application du procédé selon l'invention à un minerai vanadifère à gangue fortement bentonitique (95 % de bentonite).

Ce minerai, après séchage, avait la composition suivante, exprimée en % en poids :

	$V_2O_5$	0,142
	$SiO_2$	50,1 (dont quartz 0,8 %)
5	$Al_2O_3$	17,0
	MgO	4,2
	CaO	2,3
	$K_2O$	5,5
10	eau de liaison et divers	20,7

Cinq échantillons de 100 g (essais n°71 à 75), broyés, passant au tamis de 500 microns ont été traités comme les deux échantillons de l'exemple 15, mais avec des rapports L/S différents pour les essais n°72 à 75.

Les essais n°72 à 75 ont subi le prétraitement puis le test de dégradation, tandis que l'essai n°71 a subi seulement le test de dégradation.

20

Les résultats de ces cinq essais sont consignés dans le tableau XIX ci-après.

TABLEAU XIX

25	Paramètres communs	Essais n°	71	72	73	74	75
	OH <sup>-</sup> : 90 kg/t d'argile Durée de prétraitement : 3 heures à 50°C	L/S d'humectage en m <sup>3</sup> /t	non pré-traité	0,35	0,40	0,50	0,60
30		Vitesse de filtration en m <sup>3</sup> .h <sup>-1</sup> .m <sup>-2</sup>	0,2	1,8	1,8	1,4	0,3

Le prétraitement selon l'invention, permet en adaptant le rapport L/S selon la nature et la quantité de l'argile, de rendre filtrable un minéral même constitué d'argile pratiquement pure, et qui, en l'absence dudit prétraitement n'aurait pu être redevable d'un  
5 traitement hydrométallurgique, telle qu'une attaque acide ou alcaline.

1 - Procédé de prétraitement à pression atmosphérique par humectage alcalin et traitement thermique de minerais broyés dont la gangue comporte des composés argileux susceptibles de former une suspension plastique stable en présence d'eau et contenant au moins un élément métallique valorisable par hydrométallurgie, caractérisé en ce que, dans le but de permettre des séparations ultérieures aisées des phases liquide et solide.

a) le minerai dont la granulométrie est au plus égale à la maille de libération de l'élément métallique à valoriser est mis en contact intime avec au moins 4 kg exprimés en  $\text{OH}^-$  d'au moins un agent alcalin par tonne d'argile contenue dans le minerai,

b) le milieu humecté l'est d'une manière telle que, en prenant en compte la quantité d'eau totale présente dans le milieu après humectage, le rapport de la phase liquide exprimée en mètre cube à la phase solide exprimée en tonne, est toujours au plus égal à 1,

c) le milieu humecté est soumis à une température de prétraitement choisie dans l'intervalle de  $15^\circ\text{C}$  à  $450^\circ\text{C}$ .

2 - Procédé de prétraitement à pression atmosphérique ou proche de la pression atmosphérique de minerais à gangue argileuse par humectage alcalin et traitement thermique, selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'agent alcalin est préférentiellement choisi dans le groupe constitué par l'hydroxyde de sodium, l'hydroxyde de potassium, l'hydroxyde d'ammonium, l'hydroxyde de calcium.

3 - Procédé de prétraitement à pression atmosphérique ou proche de la pression atmosphérique de minerais à gangue argileuse par humectage alcalin et traitement thermique, selon les revendications 1 ou 2, caractérisé en ce que l'agent alcalin est constitué par le mélange d'au moins 2 agents alcalins.

- 4 - Procédé de prétraitement à pression atmosphérique ou proche de la pression atmosphérique de minerais à gangue argileuse par humectage alcalin et traitement thermique selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que l'agent alcalin est introduit sous une forme solide.
- 5
- 5 - Procédé de prétraitement à pression atmosphérique ou proche de la pression atmosphérique de minerais à gangue argileuse par humectage alcalin et traitement thermique, selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que l'agent alcalin est introduit sous la forme d'une solution aqueuse, éventuellement saline, ou de recyclage.
- 10
- 6 - Procédé de prétraitement à pression atmosphérique ou proche de la pression atmosphérique de minerais à gangue argileuse par humectage alcalin et traitement thermique selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que la quantité de l'agent alcalin exprimée en  $\text{OH}^-$  mis en contact intime avec le minerai pour réaliser l'humectage est choisi dans l'intervalle de 4 à 100 kg de  $\text{OH}^-$  par tonne d'argile contenue dans le minerai et préférentiellement de 10 à 90 kg par tonne d'argile contenue dans le minerai.
- 15
- 20
- 7 - Procédé de prétraitement à pression atmosphérique ou proche de la pression atmosphérique de minerais à gangue argileuse par humectage alcalin et traitement thermique selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que, en prenant en compte la totalité de l'eau présente dans le milieu d'humectage après la mise en contact du minerai avec l'agent alcalin, le rapport de la phase liquide exprimée en mètre cube à la phase solide exprimée en tonne du minerai est généralement compris entre 0,05 et 0,99.
- 25
- 30
- 8 - Procédé de prétraitement à pression atmosphérique ou proche de la pression atmosphérique de minerais à gangue argileuse par
- 35

humectage alcalin et traitement thermique selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisé en ce que :

- 5 a) le minerai dont la granulométrie est au plus égale à la maille de libération de l'élément métallique à valoriser est mis en contact intime avec au moins 4 kg exprimée en  $\text{OH}^-$  d'au moins un agent alcalin par tonne d'argile contenue dans le minerai,
- 10 b) le milieu humecté est soumis à l'élimination de l'eau libérable présente jusqu'à l'obtention d'un rapport phase liquide exprimé en mètre cube et phase solide exprimé en tonne de minerai (L/S en  $\text{m}^3/\text{T}$ ), au plus égal à 0,2, enfin,
- 15 c) le milieu humecté ainsi traité est porté à une température minimale de prétraitement d'au moins  $105^\circ\text{C}$ .
- 9 - Procédé de prétraitement à pression atmosphérique ou proche de la pression atmosphérique de minerais à gangue argileuse par humectage alcalin et traitement thermique, selon la revendication 20 8, caractérisé en ce que la quantité de l'agent alcalin exprimée en  $\text{OH}^-$  mis en contact intime avec le minerai pour réaliser l'humectage est choisi dans l'intervalle de 4 à 45 kg  $\text{OH}^-$  par tonne d'argile contenue dans le minerai, et préférentiellement de 10 à 25 40 kg de  $\text{OH}^-$  par tonne d'argile contenue dans le minerai.
- 10- Procédé de prétraitement à pression atmosphérique ou proche de la pression atmosphérique de minerais à gangue argileuse par humectage alcalin et traitement thermique, selon l'une quelconque 30 des revendications 8 et 9, caractérisé en ce que, en prenant en compte la totalité de l'eau présente dans le milieu d'humectage après la mise en contact du minerai avec l'agent alcalin, le rapport de la phase liquide exprimée en mètre cube à la phase solide exprimée en tonne du minerai est généralement compris 35 entre 0,2 et 0,99, et préférentiellement compris entre 0,2 et 0,8.

- 11- Procédé de prétraitement à pression atmosphérique ou proche de la pression atmosphérique de minerais à gangue argileuse par humectage alcalin et traitement thermique, selon l'une quelconque des revendications 8 à 10, caractérisé en ce que le milieu humecté est soumis à l'élimination de l'eau libérable présente jusqu'à l'obtention d'un rapport phase liquide exprimé en mètre cube à la phase solide exprimé en tonne de minerai au plus égal à 0,2 et préférentiellement au plus égal à 0,15.
- 12- Procédé de prétraitement à pression atmosphérique ou proche de la pression atmosphérique de minerais à gangue argileuse par humectage alcalin et traitement thermique, selon l'une quelconque des revendications 8 à 11, caractérisé en ce que le milieu humecté, dont le rapport phase liquide exprimé en mètre cube à la phase solide exprimé en tonne de minerai a été fixé au plus égal à 0,2, est porté à une température choisie dans l'intervalle de 105°C à 450°C et, préférentiellement dans l'intervalle de 110°C à 200°C.
- 13- Procédé de prétraitement à pression atmosphérique ou proche de la pression atmosphérique de minerais à gangue argileuse, par humectage alcalin et traitement thermique selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que :
- a) le minerai dont la granulométrie est au plus égale à la maille de libération de l'élément métallique à valoriser est mis en contact intime avec au moins 4 kg exprimés en  $\text{OH}^-$  d'au moins un agent alcalin par tonne d'argile contenue dans le minerai, par l'intermédiaire d'une phase aqueuse présente en une quantité telle que le rapport L/S de la phase liquide exprimée en mètre cube à la phase solide exprimée en tonne de minerai sec soit au plus égale à 0,6.
- b) le minerai ainsi humecté est soumis à une température de prétraitement d'au plus 105°C pendant un temps d'au moins 30 minutes.

- 14 - Procédé de prétraitement à pression atmosphérique ou proche de la pression atmosphérique de minerais à gangue argileuse par humectage alcalin et traitement thermique, selon la revendication 13, caractérisé en ce que la quantité de l'agent alcalin exprimée en  $\text{OH}^-$  mis en contact intime avec le minerai pour réaliser l'humectage est choisie dans l'intervalle de 4 à 100 kg de  $\text{OH}^-$  par tonne d'argile contenue dans le minerai, et préférentiellement de 10 à 90 kg de  $\text{OH}^-$  par tonne d'argile contenue dans le minerai.
- 15- Procédé de prétraitement à pression atmosphérique ou proche de la pression atmosphérique de minerais à gangue argileuse par humectage alcalin et traitement thermique, selon l'une quelconque des revendications 13 et 14, caractérisé en ce que, en prenant en compte la totalité de l'eau présente dans le milieu d'humectage après la mise en contact du minerai avec l'agent alcalin, le rapport de la phase liquide exprimée en mètre cube à la phase solide exprimé en tonne du minerai est généralement compris entre 0,05 et 0,5, et préférentiellement compris entre 0,1 et 0,4.
- 16- Procédé de prétraitement à pression atmosphérique ou proche de la pression atmosphérique de minerais à gangue argileuse par humectage alcalin et traitement thermique, selon l'une quelconque des revendications 13 à 15, caractérisé en ce que le milieu humecté est porté à une température choisie dans l'intervalle de  $15^\circ\text{C}$  à  $100^\circ\text{C}$ , et préférentiellement dans l'intervalle de  $30^\circ\text{C}$  à  $90^\circ\text{C}$ .
- 17- Procédé de prétraitement à pression atmosphérique ou proche de la pression atmosphérique de minerais à gangue argileuse par humectage alcalin et traitement thermique, selon l'une quelconque des revendications 1 à 16, caractérisé en ce que le minerai est soumis à un séchage préalable à sa mise à la maille de libération du ou des éléments métalliques à valoriser.

- 18- Procédé de prétraitement à pression atmosphérique ou proche de la pression atmosphérique de minerais à gangue argileuse par humectage alcalin et traitement thermique, selon l'une quelconque des revendications 1 à 17, caractérisé en ce que le minerai est soumis à un séchage simultanément à sa mise à la maille de libération du ou des éléments métalliques à valoriser.
- 5
- 19- Procédé de prétraitement à pression atmosphérique ou proche de la pression atmosphérique de minerais à gangue argileuse par humectage alcalin et traitement thermique, selon l'une quelconque des revendications 1 à 18, caractérisé en ce que la mise à la maille de libération du ou des éléments métalliques à valoriser s'effectue par broyage sans ajout d'eau.
- 10
- 20- Procédé de prétraitement à pression atmosphérique ou proche de la pression atmosphérique de minerais à gangue argileuse par humectage alcalin et traitement thermique, selon l'une quelconque des revendications 1 à 19, caractérisé en ce qu'un agent connu d'oxydo-réduction et/ou complexant est introduit dans le milieu de prétraitement.
- 15
- 20



DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl.4)
A	FR-A-1 329 171 (WAH CHANG CORP.)		C 22 B 1/00 C 22 B 60/02 C 22 B 23/00 C 22 B 34/22
A	US-A-2 351 795 (C.D. WOOD)		
A	US-A-2 956 857 (J.R. RUHOFF)		
A	FR-A- 481 455 (Mme. CURRIE)		
A	FR-A- 360 602 (L. RIVIERE)		
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.4)
			C 22 B
Le présent rapport de recherche a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 16-11-1984	Examineur JACOBS J.J.E.G.
<p>CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES</p> <p>X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire</p> <p>T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons &amp; : membre de la même famille, document correspondant</p>			