

(12) BREVET D'INVENTION

(11) N° de publication : **MA 61494 A1** (51) Cl. internationale : **C22B 1/02; C22B 7/04**

(43) Date de publication :
30.11.2023

(21) N° Dépôt :
61494

(22) Date de Dépôt :
06.06.2022

(30) Données de Priorité :
21.07.2021 CN 202110823724.6

(86) Données relatives à la demande internationale selon le PCT:
PCT/CN2022/097181 06.06.2022

(71) Demandeur(s) :

- **GUANGDONG BRUNP RECYCLING TECHNOLOGY CO., LTD., No.6, Zhixin Avenue, Leping Town, Sanshui District, Foshan City, Guangdong 528137 (CN)**
- **HUNAN BRUNP RECYCLING TECHNOLOGY CO., LTD., No. 508, East Jinning Road, Hi-Tech Zone Ningxiang Changsha, Hunan 410600 (CN)**
- **HUNAN BRUNP EV RECYCLING CO., LTD., No. 018 Jinsha East Road, Jinzhou New District Changsha, Hunan 410600 (CN)**

(72) Inventeur(s) :
YU, Haijun ; XIE, Yinghao ; ZHANG, Xuemei ; LI, Changdong ; LI, Aixia

(74) Mandataire :
SABA & CO.,TMP

(54) Titre : **PROCÉDÉ D'EXTRACTION DE MÉTAL PRÉCIEUX À PARTIR DE SCORIES DE CONVERTISSEUR DE NICKEL À FAIBLE MATTE**

(57) Abrégé : La présente invention concerne un procédé d'extraction de métal précieux à partir de scories de convertisseur de nickel à faible matte. Le procédé consiste à : mélanger les scories de convertisseur de nickel à faible matte et de chaux vive, puis les calciner, obtenir un matériau calciné ; broyer et séparer magnétiquement le matériau calciné, obtenir du silicate et des scories riches en fer ; ajouter une solution alcaline forte aux scories riches en fer pour effectuer un traitement de lixiviation, et réaliser une séparation solide-liquide, obtenir un filtrat et un résidu ; mélanger le résidu avec une solution acide, réaliser une lixiviation acide à pression d'oxygène, et réaliser une séparation solide-liquide, obtenir un lixiviat et de l'oxyde de fer ; introduire du sulfure d'hydrogène gazeux dans le lixiviat, ajuster le pH, et effectuer une séparation solide-liquide, obtenir un précipité de sulfure de

civre et un filtrat contenant du nickel-cobalt. Dans la présente invention, tout d'abord, l'élimination du dioxyde de silicium est éliminée par calcination pour préparer du silicate, puis de l'oxyde de fer est préparé au moyen d'une lixiviation acide, et enfin une séparation de métal est effectuée sur le lixiviat, ce qui permet d'utiliser efficacement divers composants des scories de convertisseur. Le flux de procédé de la présente invention est court et utilise efficacement chaque composant des scories du convertisseur de nickel à faible matte, les déchets sont transformés en matériau précieux, et la perte d'éléments métalliques précieux est réduite.

ABRÉGÉ

La présente invention concerne un procédé d'extraction d'un métal précieux à partir d'un laitier de convertisseur de matte à faible teneur en nickel. Le procédé comprend le mélange de laitier de convertisseur de matte à faible teneur en nickel et de chaux vive, puis la calcination, pour obtenir un matériau calciné ; le broyage et la séparation magnétique du matériau calciné, pour obtenir du silicate et du laitier riche en fer; l'ajout d'une solution alcaline forte au laitier riche en fer pour effectuer un traitement de lixiviation, et la séparation solide-liquide, pour obtenir un filtrat et un résidu ; le mélange du résidu avec une solution acide, la lixiviation acide sous pression d'oxygène et la séparation solide-liquide, pour obtenir un lixiviat et de l'oxyde de fer ; l'introduction de sulfure d'hydrogène dans le lixiviat, l'ajustement du pH et la séparation solide-liquide, pour obtenir un précipité de sulfure de cuivre et un filtrat contenant du nickel et du cobalt. Dans la présente invention, le dioxyde de silicium est d'abord éliminé par calcination pour préparer le silicate, puis l'oxyde de fer est préparé par lixiviation acide, et enfin la séparation des métaux est effectuée sur le lixiviat, ce qui permet d'utiliser efficacement les différents composants du laitier de convertisseur. Le procédé de la présente invention est court et utilise efficacement chaque composant du laitier de convertisseur à faible teneur en nickel, les déchets sont transformés en matériaux précieux et la perte d'éléments métalliques précieux est réduite.

PROCÉDÉ D'EXTRACTION DE MÉTAL PRÉCIEUX À PARTIR DE SCORIES DE CONVERTISSEUR DE NICKEL À FAIBLE MATTE

5

DOMAINE TECHNIQUE

La présente invention concerne le domaine de la technologie métallurgique, et plus particulièrement un procédé d'extraction de métaux précieux à partir de laitiers de convertisseurs de mattes à faible teneur en nickel.

10

CONTEXTE

La matte à faible teneur en nickel est un produit intermédiaire de la fusion de la matte dans le processus traditionnel de pyrométallurgie. Les principales compositions de phase de la matte à faible teneur en nickel, qui est une substance de composition plus complexe, sont certains sulfures et leurs solutions, tels que Ni_3S_2 , Cu_2S , $(\text{Fe}, \text{Ni})_9\text{S}_8$, etc.

15

Dans le processus conventionnel de production du nickel, un concentré de nickel est d'abord séché et fondu en matte pour produire une matte à faible teneur en nickel. Comme la composition de la matte de faible teneur en nickel obtenue par fusion de la matte est insuffisante pour répondre aux exigences du processus de raffinage, elle doit être fondue par soufflage dans une matte de haute teneur en nickel pour éliminer le fer et une partie du soufre, le fer devant être soufflé à moins de 4 %, une matte à haute teneur en nickel contenant environ 70 % de cuivre et de nickel est obtenue, puis une flottation de broyage est effectuée sur la matte à haute teneur en nickel pour obtenir un concentré de nickel secondaire, un concentré de cuivre secondaire et un alliage primaire, qui sont utilisés comme matières premières pour la production de nickel, de cuivre et de métaux précieux, respectivement.

20

25

Dans le processus de fusion par soufflage d'une matte à faible teneur en nickel en une matte à haute teneur en nickel, la température du convertisseur doit atteindre 1200°C à 1300°C , et le temps de fusion par soufflage est de 8 à 10 heures. La plupart du Co et une partie du Ni ainsi que le Cu s'oxyderont et se scorifieront avec le fer pour former des laitiers de convertisseur, ce qui entraîne un gaspillage de ressources.

30

Afin de récupérer le cobalt et d'autres métaux précieux, dans le processus pyrométallurgique traditionnel de matte du minerai sulfuré, lors de la fusion du convertisseur par soufflage de la matte à faible teneur en nickel dans la matte à forte teneur en nickel, il existe généralement deux procédés de

35

5 récupération des laitiers de convertisseur. Dans le premier procédé, les laitiers de convertisseur obtenus sont ensuite envoyés dans un four de nettoyage électrique et refondus, de sorte que les métaux précieux sont enrichis dans la matte à forte teneur en nickel et entrent dans un anolyte avec le nickel lors de l'affinage électrolytique du nickel. Cependant, l'enrichissement en cobalt des métaux précieux dans la matte à haute teneur en nickel entraîne une perte de cobalt d'environ 50 %, et l'ensemble du processus entraîne une circulation répétée des matériaux, une consommation répétée d'énergie et une grave pollution de l'environnement. Dans l'autre 10 procédé, le laitier de convertisseur est fondu par réduction ou par réduction du sulfure pour obtenir une matte de cobalt ou un alliage de cobalt, qui est ensuite soumis à un traitement par voie humide uniquement. Ce procédé présente des paramètres complexes, une température de réaction élevée et une forte consommation d'énergie.

15 Il existe donc un besoin pour un procédé d'extraction de métaux précieux à partir de laitiers de convertisseurs à faible teneur en nickel, afin d'extraire des éléments métalliques précieux dans les laitiers de convertisseurs et améliorer l'utilisation des ressources.

RESUME

20 La présente invention vise à résoudre au moins l'un des problèmes techniques existant dans l'art antérieur susmentionné. Pour cette raison, la présente invention propose un procédé d'extraction de métaux précieux à partir de laitiers de convertisseurs de mattes à faible teneur en nickel. Dans ce procédé, la silice est d'abord éliminée par torréfaction pour préparer le silicate, puis un oxyde de fer rouge est préparé par lixiviation acide, et enfin 25 les métaux sont séparés de la solution de lixiviation, ce qui permet d'utiliser au mieux les différents composants des laitiers de convertisseurs.

Selon un aspect de la présente invention, un procédé est fourni pour extraire un métal précieux d'un laitier de convertisseur de matte à faible teneur en 30 nickel, qui comprend les étapes suivantes:

Étape 1: le mélange d'un laitier de convertisseur de matte à faible teneur en nickel avec de la chaux vive, puis sa torréfaction pour obtenir une matière torréfiée;

Étape 2: effectuer un broyage et une séparation magnétique de la matière 35 torréfiée pour obtenir un silicate et un laitier riche en fer;

Étape 3: ajouter une solution alcaline forte au laitier riche en fer pour un traitement de lixiviation, et effectuer une séparation solide-liquide pour

obtenir un filtrat et un résidu de filtration;

Étape 4: mélanger le résidu du filtre avec une solution acide pour effectuer une lixiviation acide sous pression oxydante, puis effectuer une séparation solide-liquide pour obtenir une solution de lixiviation et un oxyde de fer rouge; et

Étape 5: introduire un gaz de sulfure d'hydrogène dans la solution de lixiviation, ajuster le pH, puis effectuer une séparation solide-liquide pour obtenir un précipité de sulfure de cuivre et un filtrat contenant du nickel-cobalt.

10 Dans certains modes de réalisation de la présente invention, à l'étape 1, le rapport de masse entre la chaux vive et le laitier de convertisseur à faible teneur en nickel est de (0,1-0,3):1.

Dans certains modes de réalisation de la présente invention, à l'étape 1, la température de torréfaction est comprise entre 800°C et 1350°C; la durée de torréfaction est, de préférence, entre 0,5 h et 2,0 h.

Dans certains modes de réalisation de la présente invention, à l'étape 2, la matière torréfiée après broyage a une taille de particule de $\leq 100 \mu\text{m}$; de préférence, l'intensité du champ magnétique de la séparation est de 500 GS à 1500 GS.

20 Dans certains modes de réalisation de la présente invention, à l'étape 2, le silicate peut être utilisé pour produire du ciment.

Dans certains modes de réalisation de la présente invention, à l'étape 3, la solution alcaline forte a une concentration de 0,1 mol/L à 4,0 mol/L ; de préférence, le traitement de lixiviation est de 0,5 h à 3,0 h. La solution alcaline forte est utilisée pour dissoudre davantage le composé de silicate et l'aluminium, etc. dans le but de faciliter la lixiviation acide ultérieure et d'augmenter le taux de lixiviation acide par pression oxydative.

Dans certains modes de réalisation de la présente invention, à l'étape 3, le filtrat peut être recyclé après avoir été complété par la solution d'alcali fort, ou peut être utilisé pour préparer du silicate de sodium après l'extraction de l'aluminium.

Dans certains modes de réalisation de la présente invention, à l'étape 3, la solution d'alcali fort est l'un des deux ou les deux éléments suivants: l'hydroxyde de sodium ou l'hydroxyde de potassium.

35 Dans certains modes de réalisation de la présente invention, à l'étape 4, le rapport solide/liquide entre le résidu de filtration et la solution acide est de 1 g: (0,5-5) ml. De préférence, la solution acide est de l'acide sulfurique.

Dans certains modes de réalisation de la présente invention, à l'étape 4, la lixiviation acide sous pression oxydante a une pression partielle d'oxygène de 350 kPa à 700 kPa, la température est de 160°C à 225°C et le pH est de 2,0 à 3,0. Ces paramètres garantissent la vitesse de réaction et l'apparition
5 d'ions ferriques dans la solution est encore supprimée. Le fer se présente sous forme d'oxyde de fer, ce qui permet de réduire considérablement la quantité de solution acide utilisée.

Dans certains modes de réalisation de la présente invention, à l'étape 5, le pH est de 0 à 2.0.

10 Dans certains modes de réalisation de la présente invention, à l'étape 5, l'agent d'ajustement du pH est un ou plusieurs des éléments suivants: l'acide sulfurique, l'hydroxyde de nickel, le carbonate de nickel, l'hydroxyde de cobalt ou le carbonate de cobalt, ce qui permet d'éviter l'introduction d'autres ions d'impureté.

15 Dans certains modes de réalisation de la présente invention, à l'étape 5, le procédé comprend en outre un processus d'extraction et de rétro-extraction du filtrat contenant du nickel et du cobalt : l'ajout d'un agent d'extraction au filtrat contenant du nickel et du cobalt, puis la séparation pour obtenir une phase organique extraite contenant du nickel et un raffinat contenant du
20 cobalt, et enfin la rétro-extraction du nickel de la phase organique extraite contenant du nickel avec une solution d'acide sulfurique afin d'obtenir une solution de sulfate de nickel. L'extraction et la rétro-extraction peuvent en outre séparer le nickel et le cobalt.

Dans certains modes de réalisation préférés de la présente invention, l'agent
25 d'extraction est un ou plusieurs produits choisis parmi P204, P507, DEHPA et Cyanex272.

Dans certains modes de réalisation préférés de la présente invention, la solution d'acide sulfurique a une concentration de 3 mol/L à 5 mol/L.

30 Dans certains modes de réalisation préférés de la présente invention, la phase organique extraite obtenue après la rétro-extraction peut être resaponifiée et recyclée.

Un mode de réalisation préféré de la présente invention a au moins les effets bénéfiques suivants :

35 Dans la présente invention, la silice est d'abord éliminée par torréfaction pour préparer le silicate, puis un oxyde de fer rouge est préparé par lixiviation acide, et enfin les métaux sont séparés de la solution de lixiviation, ce qui permet d'utiliser au mieux les différents composants des laitiers de

convertisseurs. Pendant la torréfaction par oxydation, une grande quantité de FeSiO_3 dans le laitier de convertisseur de matte à faible teneur en nickel est convertie en $\text{CaO}\cdot\text{SiO}_2$, $2\text{CaO}\cdot\text{SiO}_2$, $3\text{CaO}\cdot\text{SiO}_2$ et Fe_3O_4 avec le magnétisme, Les impuretés telles que l'aluminium et le magnésium sont également transformées en $\text{MgO}\cdot\text{SiO}_2$ et $3\text{CaO}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3$, tandis que le nickel, le cobalt et le cuivre qu'elles contiennent sont transformés en ferrite. Après séparation magnétique, le silicate peut être utilisé pour produire du ciment, et le laitier riche en fer est principalement composé de Fe_3O_4 , NiFe_2O_4 , CoFe_2O_4 , CuFe_2O_4 , FeO , et d'une petite quantité d'oxyde de silicium et d'aluminium. Afin d'améliorer encore le taux de lixiviation acide, la solution alcaline forte est utilisée pour éliminer les impuretés de silicium et d'aluminium, laissant d'autres éléments exposés pour faciliter la lixiviation. Dans le processus de lixiviation acide sous pression oxydante, le contrôle de la température et du pH permet de garantir la vitesse de réaction et de supprimer l'apparition d'ions ferriques dans la solution. Le fer existe sous forme d'oxyde de fer, ce qui permet de réduire considérablement la quantité de solution acide utilisée. Au cours de la réaction, le nickel, le cuivre, le cobalt, etc. sont dissous dans la solution, et le fer devient de l'oxyde de fer rouge solide sous forme d'oxyde de fer. Au cours du processus de séparation des métaux, le gaz de sulfure d'hydrogène est introduit pour précipiter et séparer les ions cuivre sous forme de sulfure de cuivre, tandis que les ions nickel et cobalt restent dans la solution. Le présent document propose un procédé simple qui permet d'utiliser efficacement chaque composant des laitiers de convertisseurs à faible teneur en nickel, de transformer les déchets en trésors et de réduire la perte d'éléments métalliques précieux.

BREVE DESCRIPTION DES DESSINS

La présente invention sera décrite plus en détail à l'aide des dessins et des exemples qui l'accompagnent.

La figure 1 est un organigramme de l'exemple 1 de la présente invention.

DESCRIPTION DETAILLEE DES MODES DE REALISATION

Ci-après, le concept de la présente divulgation et les effets techniques produits seront décrits clairement et complètement en référence aux exemples, afin de comprendre pleinement le but, les caractéristiques et les effets de la présente invention. Il est évident que les exemples décrits ne constituent qu'une partie et non la totalité des exemples de la présente invention et que d'autres obtenus par les personnes compétentes en la matière sur la base des exemples de la présente invention sans effort créatif entrent

dans le champ de protection de cette dernière.

Exemple 1

Un procédé est fourni pour extraire un métal précieux d'un laitier de convertisseur à faible teneur en nickel. Les principaux composants du laitier de convertisseur à faible teneur en nickel sont les suivants : nickel : 1,38%, cobalt : 0,65%, cuivre : 0,78%, fer : 51,29%, silicium : 27,88%. En référence à la figure 1, les métaux précieux ont été extraits et séparés selon les étapes suivantes:

- (1) torréfaction oxydante: le laitier de convertisseur produit par la fusion par soufflage de la matte à faible teneur en nickel dans la matte à haute teneur a été mélangé avec de la chaux vive et torréfié à l'air ; le rapport de masse de la chaux vive au laitier de convertisseur était de 0,3:1, la température de torréfaction de 1350°C, et la durée de 0,5 h;
- (2) séparation magnétique : après avoir broyé la matière torréfiée obtenue à l'étape (1) jusqu'à ce que la taille de ses particules soit $\leq 100 \mu\text{m}$, une séparation magnétique a été effectuée avec une intensité de champ magnétique de 500 GS pour obtenir un silicate et un laitier riche en fer ; et le silicate obtenu par séparation peut être utilisé pour produire du ciment;
- (3) traitement par lixiviation alcaline: le laitier riche en fer obtenu à l'étape (2) a été additionné d'une solution d'hydroxyde de sodium 0,1 mol/L et lixivié pendant 3,0 heures;
- (4) filtration : après l'achèvement de la lixiviation de l'étape (3), un filtrat et un résidu de filtration ont été obtenus par séparation solide-liquide ; le filtrat peut être recyclé après ajout d'hydroxyde de sodium ; le filtrat peut également être utilisé pour préparer du sulfate de sodium après extraction de l'aluminium;
- (5) lixiviation acide sous pression oxydante : une lixiviation acide sous pression oxydante a été effectuée sur le résidu de filtration obtenu à l'étape (4) en utilisant de l'acide sulfurique, et le rapport solide/liquide des matières premières a été réglé à 1 g : 5 ml, la pression partielle d'oxygène était de 350 kPa à 400 kPa, la température était de 160°C à 170°C, et le pH était de 2,0 à 3,0;
- (6) filtration secondaire : après l'étape (5), la séparation solide-liquide est effectuée pour obtenir une solution de lixiviation contenant des métaux précieux et un oxyde de fer rouge;
- (7) séparation du cuivre : un gaz de sulfure d'hydrogène a été introduit dans la solution de lixiviation obtenue à l'étape (6) et le pH a été ajusté entre 0 et

2,0 à l'aide d'acide sulfurique, puis un précipité de sulfure de cuivre a été obtenu par séparation;

- (8) séparation du nickel et du cobalt : un extractant P204 a été ajouté au filtrat à l'étape (7) après séparation du sulfure de cuivre, une phase organique extraite contenant du nickel et un raffinat contenant du cobalt ont été obtenus par séparation ; le raffinat contenant du cobalt peut être utilisé pour préparer du sulfate de cobalt, le nickel a été rétro-extrait de la phase organique extraite contenant du nickel à l'aide d'une solution d'acide sulfurique d'une concentration de 3 mol/L afin d'obtenir une solution de sulfate de nickel.
- 35,97 g de sulfate de nickel, 16,92 g de sulfate de cobalt et 11,60 g de sulfure de cuivre ont pu être obtenus à partir de chaque kilogramme de laitier de convertisseur à faible teneur en nickel. On constate que le taux de récupération du nickel est d'environ 98,8 %, du cobalt est d'environ 98,9 % et du cuivre est d'environ 98,8%.

15 **Exemple 2**

Un procédé est fourni pour extraire un métal précieux d'un laitier de convertisseur à faible teneur en nickel. Les principaux composants du laitier de convertisseur à faible teneur en nickel sont les suivants: nickel 1.13%, cobalt: 0.58%, cuivre: 0.43%, fer: 49.38%, silicium: 25.82%. Les métaux précieux ont été extraits et séparés selon les étapes suivantes:

- (1) torréfaction oxydante: le laitier de convertisseur produit par la fusion par soufflage de la matte à faible teneur en nickel dans la matte à haute teneur a été mélangé avec de la chaux vive et torréfié à l'air ; le rapport de masse de la chaux vive au laitier de convertisseur était de 0,2:1, la température de 1100°C, et la durée de 1,0 h;
- (2) séparation magnétique : après avoir broyé la matière torréfiée obtenue à l'étape (1) jusqu'à ce que la taille de ses particules soit $\leq 100 \mu\text{m}$, une séparation magnétique a été effectuée avec une intensité de champ magnétique de 1000 GS pour obtenir un silicate et un laitier riche en fer ; et le silicate obtenu par séparation peut être utilisé pour produire du ciment;
- (3) traitement par lixiviation alcaline: le laitier riche en fer obtenu à l'étape (2) a été additionné d'une solution d'hydroxyde de sodium 2.0 mol/L et lixivié pendant 1.5 h;
- (4) filtration : après l'achèvement de la lixiviation de l'étape (3), un filtrat et un résidu de filtration ont été obtenus par séparation solide-liquide ; le filtrat peut être recyclé après ajout d'hydroxyde de sodium ; le filtrat peut également être utilisé pour préparer du sulfate de sodium après extraction de

l'aluminium;

(5) lixiviation acide sous pression oxydante : une lixiviation acide sous pression oxydante a été effectuée sur le résidu de filtration obtenu à l'étape (4) en utilisant de l'acide sulfurique, et le rapport solide/liquide des matières premières a été réglé à 1 g: 2.5 mL, la pression partielle d'oxygène était de 500 kPa à 550 kPa, la température était de 190°C à 200°C, et le pH était de 2,0 à 3,0;

(6) filtration secondaire : après l'étape (5), la séparation solide-liquide est effectuée pour obtenir une solution de lixiviation contenant des métaux précieux et un oxyde de fer rouge;

(7) séparation du cuivre : un gaz de sulfure d'hydrogène a été introduit dans la solution de lixiviation obtenue à l'étape (6) et le pH a été ajusté entre 0 et 2,0 à l'aide d'acide sulfurique, puis un précipité de sulfure de cuivre a été obtenu par séparation;

(8) séparation du nickel et du cobalt : un extractant P507 a été ajouté au filtrat à l'étape (7) après séparation du sulfure de cuivre, une phase organique extraite contenant du nickel et un raffinat contenant du cobalt ont été obtenus par séparation ; le raffinat contenant du cobalt peut être utilisé pour préparer du sulfate de cobalt, le nickel a été rétro-extrait de la phase organique extraite contenant du nickel à l'aide d'une solution d'acide sulfurique d'une concentration de 3 mol/L afin d'obtenir une solution de sulfate de nickel.

29.63 g de sulfate de nickel, 15.19 g de sulfate de cobalt et 6.45 g de sulfure de cuivre ont pu être obtenus à partir de chaque kilogramme de laitier de convertisseur à faible teneur en nickel. On constate que le taux de récupération du nickel est d'environ 99.4%, du cobalt est d'environ 99.5%, et du cuivre est d'environ 99.7%.

Exemple 3

Un procédé est fourni pour extraire un métal précieux d'un laitier de convertisseur à faible teneur en nickel. Les principaux composants du laitier de convertisseur à faible teneur en nickel sont les suivants: nickel 0.93%, cobalt: 0.71%, cuivre: 0.38%, fer: 52.64%, silicium: 22.13%. Les métaux précieux ont été extraits et séparés selon les étapes suivantes:

(1) torréfaction oxydante: le laitier de convertisseur produit par la fusion par soufflage de la matte à faible teneur en nickel dans la matte à haute teneur a été mélangé avec de la chaux vive et torréfié à l'air ; le rapport de masse de la chaux vive au laitier de convertisseur était de 0.1:1, la température de torréfaction de 800°C, et la durée de 2.0 h;

- (2) séparation magnétique : après avoir broyé la matière torréfiée obtenue à l'étape (1) jusqu'à ce que la taille de ses particules soit $\leq 100 \mu\text{m}$, une séparation magnétique a été effectuée avec une intensité de champ magnétique de 1500 GS pour obtenir un silicate et un laitier riche en fer ; et le silicate obtenu par séparation peut être utilisé pour produire du ciment;
- (3) traitement par lixiviation alcaline: le laitier riche en fer obtenu à l'étape (2) a été additionné d'une solution d'hydroxyde de sodium 4.0 mol/L et lixivié pendant 0.5 h;
- (4) filtration : après l'achèvement de la lixiviation de l'étape (3), un filtrat et un résidu de filtration ont été obtenus par séparation solide-liquide ; le filtrat peut être recyclé après ajout d'hydroxyde de sodium ; le filtrat peut également être utilisé pour préparer du sulfate de sodium après extraction de l'aluminium;
- (5) lixiviation acide sous pression oxydante : une lixiviation acide sous pression oxydante a été effectuée sur le résidu de filtration obtenu à l'étape (4) en utilisant de l'acide sulfurique, et le rapport solide/liquide des matières premières a été réglé à 1 g: 0.5 mL, la pression partielle d'oxygène était de 650 kPa à 700 kPa, la température était de 210°C à 225°C, et le pH était de 2,0 à 3,0;
- (6) filtration secondaire : après l'étape (5), la séparation solide-liquide est effectuée pour obtenir une solution de lixiviation contenant des métaux précieux et un oxyde de fer rouge;
- (7) séparation du cuivre : un gaz de sulfure d'hydrogène a été introduit dans la solution de lixiviation obtenue à l'étape (6) et le pH a été ajusté entre 0 à 2.0 à l'aide d'acide sulfurique, puis un précipité de sulfure de cuivre a été obtenu par séparation;
- (8) a été ajouté au filtrat à l'étape (7) après séparation du sulfure de cuivre, une phase organique extraite contenant du nickel et un raffinat contenant du cobalt ont été obtenus par séparation ; le raffinat contenant du cobalt peut être utilisé pour préparer du sulfate de cobalt, le nickel a été rétro-extrait de la phase organique extraite contenant du nickel à l'aide d'une solution d'acide sulfurique d'une concentration de 5 mol/L afin d'obtenir une solution de sulfate de nickel.
- 29.63 g de sulfate de nickel, 15.19 g de sulfate de cobalt et 6.45 g de sulfure de cuivre ont pu être obtenus à partir de chaque kilogramme de laitier de convertisseur à faible teneur en nickel. On constate que le taux de récupération du nickel est d'environ 99.7%, du cobalt est d'environ 99.7%, et

du cuivre est d'environ 99.5%.

Les modes de réalisation de la présente invention sont décrits en détail ci-dessus en référence aux dessins qui l'accompagnent, mais la présente invention n'est pas limitée aux modes de réalisation susmentionnés, et
5 diverses modifications peuvent être apportées sans s'écarter du concept de celle-ci dans le cadre des connaissances possédées par les personnes ayant des compétences ordinaires dans l'art. En outre, les modes de réalisation et les caractéristiques des modes de réalisation de la présente invention peuvent être combinés entre eux, à condition qu'il n'y ait pas de conflit.

REVENDICATIONS

1. Un procédé pour extraire un métal précieux d'un laitier de convertisseur de matte à faible teneur en nickel, comprenant les étapes suivantes:
- 5 Étape 1: le mélange d'un laitier de convertisseur de matte à faible teneur en nickel avec de la chaux vive, puis sa torréfaction pour obtenir une matière torréfiée;
- Étape 2: la mise en œuvre d'un broyage et une séparation magnétique de la matière torréfiée pour obtenir un silicate et un laitier riche en fer;
- 10 Étape 3: l'ajout d'une solution alcaline forte au laitier riche en fer pour un traitement de lixiviation, et effectuer une séparation solide-liquide pour obtenir un filtrat et un résidu de filtration;
- Étape 4: le mélange du résidu du filtre avec une solution acide pour effectuer une lixiviation acide sous pression oxydante, puis effectuer une séparation
- 15 solide-liquide pour obtenir une solution de lixiviation et un oxyde de fer rouge; et
- Étape 5: l'introduction d'un gaz de sulfure d'hydrogène dans la solution de lixiviation, ajuster le pH, puis effectuer une séparation solide-liquide pour obtenir un précipité de sulfure de cuivre et un filtrat contenant du
- 20 nickel-cobalt.
2. Le procédé selon la revendication 1, dans lequel à l'étape 1, le rapport de masse entre la chaux vive et le laitier de convertisseur à faible teneur en nickel est de (0,1-0,3):1.
- 25
3. Le procédé selon la revendication 1, dans lequel à l'étape 1, la température de torréfaction est comprise entre 800°C et 1350°C; la durée de torréfaction est, de préférence, entre 0,5 h et 2,0 h.
- 30
4. Le procédé selon la revendication 1, dans lequel à l'étape 2, la matière torréfiée après broyage a une taille de particule de $\leq 100 \mu\text{m}$; de préférence, l'intensité du champ magnétique de la séparation est de 500 GS à 1500 GS.
- 35
5. Le procédé selon la revendication 1, dans lequel à l'étape 3, la solution alcaline forte a une concentration de 0,1 mol/L à 4,0 mol/L; de préférence, le traitement de lixiviation est de 0,5 à 3,0 h.

6. Le procédé selon la revendication 1, dans lequel à l'étape 4, le rapport solide/liquide entre le résidu de filtration et la solution acide est de 1 g: (0,5-5) ml.
- 5 7. Le procédé selon la revendication 1, dans lequel à l'étape 4, la lixiviation acide sous pression oxydante a une pression partielle d'oxygène de 350 kPa à 700 kPa, la température est de 160°C à 225°C et le pH est de 2,0 à 3,0.
- 10 8. Le procédé selon la revendication 1, dans lequel à l'étape 5, le pH est de 0 à 2,0.
- 15 9. Le procédé selon la revendication 1, dans lequel à l'étape 5, l'agent d'ajustement du pH est un ou plusieurs des éléments suivants: l'acide sulfurique, l'hydroxyde de nickel, le carbonate de nickel, l'hydroxyde de cobalt ou le carbonate de cobalt.
- 20 10. Le procédé selon la revendication 1, dans lequel à l'étape 5, celui-ci comprend en outre un processus d'extraction et de rétro-extraction du filtrat contenant du nickel et du cobalt : l'ajout d'un agent d'extraction au filtrat contenant du nickel et du cobalt, puis la séparation pour obtenir une phase organique extraite contenant du nickel et un raffinat contenant du cobalt, et enfin la rétro-extraction du nickel de la phase organique extraite contenant du nickel avec une solution d'acide sulfurique afin d'obtenir une solution de sulfate de nickel.

DESSINS

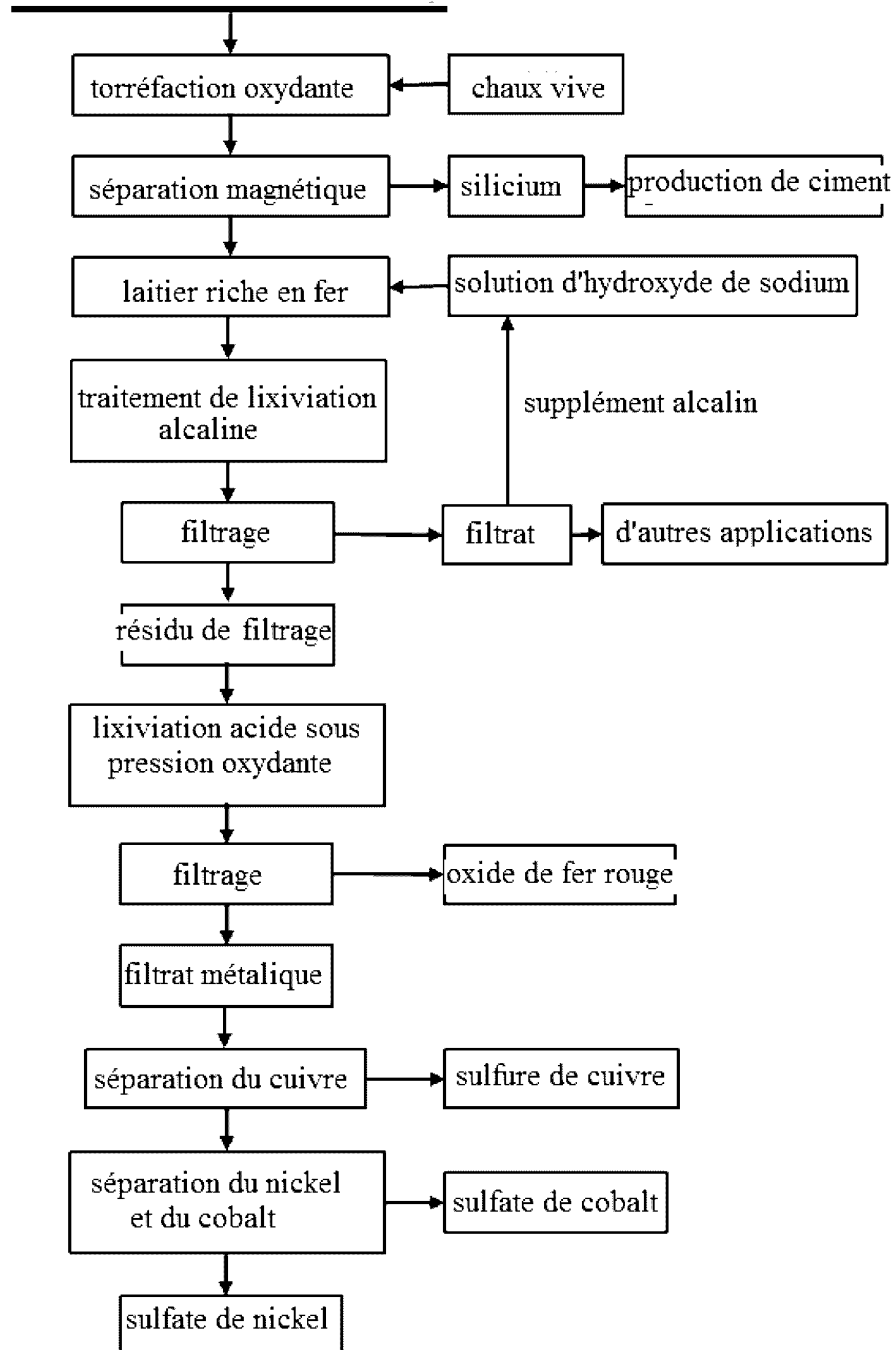
laitier de convertisseur de matte à faible teneur en nickel

FIGURE 1

**RAPPORT DE RECHERCHE
AVEC OPINION SUR LA BREVETABILITE**
(Conformément aux articles 43 et 43.2 de la loi 17-97 relative à la
protection de la propriété industrielle telle que modifiée et complétée
par la loi 23-13)

Renseignements relatifs à la demande	
N° de la demande : 61494	Date de dépôt : 06/06/2022
Déposant : GUANGDONG BRUNP RECYCLING TECHNOLOGY CO., LTD.; HUNAN BRUNP RECYCLING TECHNOLOGY CO., LTD. & HUNAN BRUNP EV RECYCLING CO., LTD.	Date d'entrée en phase nationale : 21/06/2023
	Date de priorité: 21/07/2021
Intitulé de l'invention : PROCÉDÉ D'EXTRACTION DE MÉTAL PRÉCIEUX À PARTIR DE SCORIES DE CONVERTISSEUR DE NICKEL À FAIBLE MATTE	
Le présent document est le rapport de recherche avec opinion sur la brevetabilité établi par l'OMPIC conformément aux articles 43 et 43.2, et notifié au déposant conformément à l'article 43.1 de la loi 17-97 relative à la protection de la propriété industrielle telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.	
Les documents brevets cités dans le rapport de recherche sont téléchargeables à partir du site http://worldwide.espacenet.com , et les documents non brevets sont joints au présent document, s'il y en a lieu.	
Le présent rapport contient des indications relatives aux éléments suivants :	
Partie 1 : Considérations générales	
<input checked="" type="checkbox"/> Cadre 1 : Base du présent rapport	
<input type="checkbox"/> Cadre 2 : Priorité	
<input type="checkbox"/> Cadre 3 : Titre et/ou Abrégé tel qu'ils sont définitivement arrêtés	
Partie 2 : Rapport de recherche	
Partie 3 : Opinion sur la brevetabilité	
<input type="checkbox"/> Cadre 4 : Remarques de forme et de clarté	
<input type="checkbox"/> Cadre 5 : Défaut d'unité d'invention	
<input type="checkbox"/> Cadre 6 : Observations à propos de certaines revendications exclues de la brevetabilité	
<input checked="" type="checkbox"/> Cadre 7 : Déclaration motivée quant à la Nouveauté, l'Activité Inventive et l'Application Industrielle	
Examineur: Abdelfettah EL LKADIRI	Date d'établissement du rapport : 27/10/2023
Téléphone: 212 5 22 58 64 14/00	

Partie 1 : Considérations générales**Cadre 1 : base du présent rapport**

Les pièces suivantes de la demande servent de base à l'établissement du présent rapport :

- Description
10 Pages
- Revendications
1-10
- Planches de dessin
1 Page

Partie 2 : Rapport de recherche

Classement de l'objet de la demande :

CIB : C22B7/04, C22B1/02, C22B3/38, C22B15/00, C01G49/06, C22B7/00

CPC : C01G49/06, C04B7/147, C04B7/38, C22B1/02, C22B15/0054, C22B15/0071

Plateformes et bases de données électroniques de recherche :

EPOQUENET, WPI, ScienceDirect, IEEE, ORBIT

Catégorie*	Documents cités avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	N° des revendications visées
Y	CN107674984A (SHENZHEN WANJIA INTERDYNAMIC TECHNOLOGY CO., LTD.) 09 février 2018 (2018-02-09) revendication 1	1-10
Y	CN111100992A (JINGMEN GREEN ECO-MANUFACTURE NEW MATERIAL CO., LTD. ET AL.) 05 mai 2020 (2020-05-05) revendications 1 et 3	1-10
Y	CN110777257A (JINCHUAN GROUP CO., LTD.) 11 février 2020 (2020-02-11) document entier	1-10

***Catégories spéciales de documents cités :**

-« 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
-« A » document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent
-« P » documents intercalaires ; Les documents dont la date de publication est située entre la date de dépôt de la demande examinée et la date de priorité revendiquée ou la priorité la plus ancienne s'il y en a plusieurs
-« E » Éventuelles demandes de brevet interférentes. Tout document de brevet ayant une date de dépôt ou de priorité antérieure à la date de dépôt de la demande faisant l'objet de la recherche (et non à la date de priorité), mais publié postérieurement à cette date et dont le contenu constituerait un état de la technique pertinent pour la nouveauté

Partie 3 : Opinion sur la brevetabilité**Cadre 7 : Déclaration motivée quant à la Nouveauté, l'Activité Inventive et l'Application Industrielle**

Nouveauté	Revendications 1-10 Revendications aucune	Oui Non
Activité inventive	Revendications aucune Revendications 1-10	Oui Non
Application Industrielle	Revendications 1-10 Revendications aucune	Oui Non

Il est fait référence aux documents suivants. Les numéros d'ordre qui leur sont attribués ci-après seront utilisés dans toute la suite de la procédure

D1 : CN107674984A

D2 : CN111100992A

1. Nouveauté

Aucun document de l'état de l'art ne divulgue les mêmes caractéristiques techniques des revendications 1-7. Ainsi l'objet des revendications 1-7 est nouveau conformément à l'article 26 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.

2. Activité inventive

Le document D1 est considéré comme l'art antérieur le plus proche de la présente demande et divulgue un procédé de récupération de métaux précieux dans des scories de fusion de nickel (voir la revendication 1), comprenant :

Le procédé de préparation comprend les étapes suivantes :

- (1) mélanger des scories de fusion de nickel, un agent auxiliaire et de la chaux vive pour obtenir un matériau mélangé ;
- (2) rôtir le matériau mélangé pour obtenir un mélange solide grillé ;
- (3) écraser et broyer le mélange solide, mettre en suspension le mélange solide, agiter, ajouter de l'eau chaude jusqu'à ce que le rapport liquide-solide soit (3-5) : 1, agiter et filtrer pour obtenir le filtrat et les résidus de filtration ;

Le procédé comprend les étapes suivantes : (4) ajouter de l'acide sulfurique aux résidus de filtre, introduire de l'oxygène dans une bouilloire à haute pression pour la lixiviation par oxydation, agiter et lixivier pendant 2 à 4 heures, puis effectuer un traitement de séparation pour obtenir un solution de lixiviation et résidus de lixiviation ;

(5) mélanger et agiter le filtrat et le lixiviat pendant 1 à 2 heures, puis ajuster la valeur du pH à 4-5, et réaliser une électrolyse cyclonique en deux étapes ; et lorsque la concentration des ions cuivre au point final est de 300 mg/L, obtenir un produit de nickel cathodique contenant plus de 98 % de nickel en adoptant une électrodéposition à flux rotatif.

Le document D2 divulgue une méthode de traitement des résidus de raffinage humide du nickel basée sur une réduction à haute température (voir revendications 1 et 3). Le procédé de traitement comprend les étapes suivantes : préimprégnation formant une suspension, lixiviation à haute température, réduction des dépôts de cuivre et vulcanisation du sulfure de nickel et de cobalt. L'étape de dépôt de cuivre par réduction comprend spécifiquement les étapes suivantes : ajouter un agent réducteur dans la solution de lixiviation à haute température obtenue lors de l'étape de lixiviation à haute température, réagir et filtrer pour obtenir le liquide de dépôt de cuivre. L'agent réducteur est le sulfure d'hydrogène.

L'objet de la revendication 1 diffère de D1 en ce que : 1) la matière première traitée par la revendication 1 est du laitier de convertisseur de nickel à faible teneur en glace ; 2) après broyage, une séparation magnétique est effectuée pour obtenir des scories riches en fer, puis les scories riches en fer sont ajoutées dans une solution alcaline forte pour le trempage et le liquide de scories est séparé ; et 3) un dépôt de sulfure d'hydrogène et de cuivre est ajouté.

Le problème technique objectif est la fourniture d'une méthode alternative de récupération de métaux précieux dans des scories de fusion de nickel.

La différence entre la revendication 1 et D1 est celle indiquée ci-dessus : 1) le laitier de convertisseur à faible teneur en glace-nickel est un laitier de fusion de nickel. Ainsi, l'homme du métier envisagerait facilement de modifier légèrement le procédé technique décrit dans D1 pour recycler les scories de convertisseur à faible teneur en glace-nickel. 2) les scories du convertisseur à faible teneur en glace-nickel contiennent des métaux précieux tels que Cu, Co, Ni et Fe, une séparation magnétique est effectuée après broyage, et afin de séparer le Fe par un moyen technique conventionnel, les scories riches en fer séparées l'alcali de renforcement est un moyen technique classique pour éliminer les impuretés de silicium-aluminium, et le liquide de laitier séparé est une étape ultérieure classique ; et 3) D2 divulgue l'incitation technique pour effectuer un dépôt de cuivre en utilisant H₂S. Afin de simplifier le procédé, sous l'enseignement de D2, l'homme du métier pourrait facilement concevoir de remplacer l'électrolyse par un dépôt de cuivre à l'hydrogène sulfuré, de sorte que le cuivre et le nickel-cobalt sont séparés. Par conséquent, sur la base de D1 combiné avec D2 et des moyens techniques conventionnels dans l'art, il aurait été évident l'homme du métier d'arriver à la solution technique de la revendication 1.

Les revendications 2-10 ne contiennent aucune caractéristique qui, en combinaison avec celles de l'une quelconque des revendications à laquelle elle se réfère, définisse un objet satisfaisant aux exigences concernant l'activité inventive au vu de D1 et D2.

L'objet des revendications 1-10 manque d'activité inventive conformément à l'article 28 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.

3. Application industrielle

L'objet de la présente invention est susceptible d'application industrielle au sens de l'article 29 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13, parce qu'il présente une utilité déterminée, probante et crédible.