

ORGANISATION AFRICAINE DE LA PROPRIETE INTELLECTUELLE  
(O.A.P.I.)



11 N° 010337

51 Inter. Cl. 6

C01F 7/06, 7/47

C01B 33/26

12 BREVET D'INVENTION

21 Numéro de dépôt: 60936

22 Date de dépôt: 11.12.1996

30 Priorité(s):

24 Délivré le: 19.09.1997

45 Publié le: 19 SEP. 1997

73 Titulaire(s):

ALUMINIUM PECHINEY  
Immeuble Balzac  
La Défense 5 - 10, Place des Vosges  
92400 COURBEVOIE  
(France)

72 Inventeur(s):

1- BITSCH Robert  
Chemin Joseph Coste  
La Romarine  
13100 AIX-EN-PROVENCE (France)  
2- LAMERANT Jean-Michel (France)

74 Mandataire: CABINET CAZENAVE  
B.P. 500  
YAOUNDE - Cameroun

54 Titre: Procédé de traitement de bauxite à trihydrate d'alumine comportant une double dessilication.

57 Abrégé:

Procédé de traitement de bauxite à trihydrate d'alumine par attaque alcaline, selon le procédé Bayer, comportant après les étapes de broyage et de dessilication en présence d'une aliquote de liqueur décomposée d'aluminate de sodium, appelée aussi prédessilication,

- d'une part l'attaque à la pression atmosphérique d'une fraction de la bauxite à trihydrate pour former une première suspension,

- d'autre part l'attaque entre 130 et 180°C en autoclave de l'autre fraction de la bauxite à trihydrate pour former une deuxième suspension,

(Suite au verso)

1

PROCEDE DE TRAITEMENT DE BAUXITE A TRIHYDRATE D'ALUMINE  
COMPORTANT UNE DOUBLE DESSILICATATION

DOMAINE TECHNIQUE

L'invention concerne un procédé de traitement de bauxite à trihydrate d'alumine par attaque alcaline selon le procédé Bayer, comportant avant attaque une dessilication de la totalité de la bauxite broyée ou prédessilication puis, après attaque à la pression atmosphérique d'une fraction seulement de la dite bauxite, une nouvelle dessilication, ou postdessilication, du produit de cette attaque atmosphérique avant mélange avec le produit de l'attaque à plus haute température de l'autre fraction de ladite bauxite selon le procédé dit "d'attaque mixte" faisant l'objet de la demande de brevet enregistrée sous le n° 94-00683 en France et sous le n° 375/MAS/94 en Inde.

ETAT DE LA TECHNIQUE

Le procédé Bayer largement décrit dans la littérature spécialisée constitue la technique essentielle de production d'alumine destinée à être transformée en aluminium par électrolyse ignée ou à être utilisée à l'état d'hydrate, d'alumine de transition, d'alumine calcinée, d'alumine frittée ou fondue, dans les nombreuses applications relevant du domaine des alumines techniques.

Selon ce procédé, le minerai de bauxite est attaqué à chaud au moyen d'une solution aqueuse d'hydroxyde de sodium ou "soude caustique" à concentration appropriée, assurant ainsi la solubilisation de l'alumine et l'obtention d'une solution sursaturée d'aluminate de sodium après séparation de la phase solide constituant le résidu inattaqué (boues rouges) du minerai, la solution sursaturée d'aluminate de sodium estensemencée avec des particules de trihydrate d'alumine dans le but de provoquer la précipitation de l'alumine sous forme de trihydrate d'alumine. La liqueur d'aluminate de sodium appauvrie en alumine, dite

liqueur décomposée, est recyclée à l'étape de l'attaque après avoir été éventuellement concentrée et rechargée en hydroxyde de sodium pour reconstituer une liqueur, dite liqueur d'attaque, dont la concentration est appropriée à la nature de la bauxite à attaquer.

5

Il est bien connu en effet de l'homme du métier que les conditions de traitement des bauxites par attaque alcaline, selon le procédé Bayer, doivent être adaptées en fonction du degré d'hydratation et de la structure cristallographique de l'alumine contenue, mais également de la nature et de la teneur des impuretés présentes (silice, oxydes de fer, matières humiques...). C'est ainsi que les bauxites contenant de l'alumine à l'état de monohydrate (boehmite, diaspore) sont traitées à des températures supérieures à 200°C et généralement comprises entre 220°C et 300°C, alors que les bauxites contenant de l'alumine à l'état de trihydrate (hydrargillite appelée également gibbsite) sont attaquées à des températures inférieures à 200°C et généralement comprises entre 100°C et 170°C.

Dans la plupart des cas, les rendements d'extraction de l'alumine solubilisable sont supérieurs à 95% et la pureté de la liqueur d'aluminate de sodium résultant (conditionnant la pureté du trihydrate d'alumine précipité ultérieurement) est satisfaisante si l'on prend la précaution au moins de limiter le taux de ces impuretés (silice soluble, oxydes de fer, matières humiques dégradées ...) par des opérations sélectives d'épuration. Cette épuration, notamment dans le cas de la silice, peut s'avérer toutefois plus ou moins difficile selon la provenance de la bauxite.

En effet, la silice peut se présenter dans la bauxite sous plusieurs formes minéralogiques inégalement solubles dans l'hydroxyde de sodium. Certaines formes minéralogiques, dont le kaolin ( $Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 \cdot 2H_2O$ ) est l'espèce la plus répandue, se solubilisent en même temps que le trihydrate d'alumine  $Al(OH)_3$  contenu dans la bauxite. On appelle communément "silice réactive" la part de la silice présente dans la bauxite sous l'une de ces formes, comptée en  $SiO_2$ . Elle représente généralement de 0,5 à 7% du poids de bauxite sèche. En présence d'une liqueur sodique, la silice réactive est d'abord solubilisée puis

reprécipitée sous forme de silico-aluminate de sodium faiblement soluble.

La concentration en silice dans la liqueur sodique est déterminée par l'équilibre de solubilité du silico-aluminate de sodium au bout d'un  
5 temps très long. Lors du traitement industriel d'une bauxite à trihydrate, il est exceptionnel que l'équilibre de solubilité du silico-aluminate de sodium soit atteint. Généralement, la concentration en silice dans la liqueur sodique est supérieure, voire très supérieure à l'équilibre de solubilité du silico-aluminate de sodium. Cette  
10 concentration est liée à la fois à l'équilibre de solubilité du silico-aluminate de sodium et à la cinétique de précipitation de ce dernier. Cette cinétique est d'autant plus lente que la bauxite contient moins de silice réactive, car la réaction de précipitation du silico-aluminate de sodium est favorisée par la présence du produit de la  
15 réaction.

Dans le cycle Bayer, la concentration en silice dans la liqueur sursaturée d'aluminate de sodium au terme de l'attaque de la bauxite est un élément important car son niveau détermine celui de la liqueur  
20 d'attaque ainsi que celui de l'impureté silicium dans l'alumine produite. Il convient donc le plus souvent d'associer au processus d'extraction de l'alumine lors de l'attaque de la bauxite un processus dit de "dessilication" de la liqueur sodique visant à réduire la concentration en silice dans cette liqueur et donc le niveau de l'impureté silicium  
25 dans l'alumine produite.

Ce processus de dessilication est généralement réalisé au cours d'une opération distincte précédant ou suivant l'attaque de la bauxite (brevets US 341307 et 4426363).

30

Les procédés de dessilication ont en commun d'utiliser tout ou partie de la liqueur Bayer décomposée, à des concentrations de  $\text{Na}_2\text{O}$  caustique comprises entre 100 et 200 g/litre et à des températures comprises entre 80°C et 200°C, selon la nature de bauxite traitée. Ils permettent  
35 d'obtenir des performances de dessilication satisfaisantes avec des bauxites contenant plus de 2,5% de silice réactive, pour des durées de traitement n'excédant pas 10 heures.

En revanche, l'application de l'art antérieur au traitement à basse et moyenne température des bauxites à trihydrate dont la teneur en silice réactive est inférieure à cette limite nécessite des temps très longs de mise en contact de la bauxite avec la liqueur sodique. C'est le cas pour 5 les bauxites indiennes dont la teneur pondérale en silice totale n'excède pas 3% avec généralement moins de 2,5% de silice réactive.

La demanderesse a pu ainsi constater, lors de l'application de son procédé dit "d'attaque mixte" selon FR94-00683 et IN375/MAS/94 aux 10 bauxites à trihydrate d'alumine d'origine indienne, que la dessilication du minerai avant attaque, ou prédessilication, prévue pour durer au maximum une dizaine d'heures, devait être réalisée pendant plus de 30 heures. Ceci pour arriver à un seuil acceptable de teneur en silice  $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$  caustique inférieur à 0,65% après attaque à la pression 15 atmosphérique d'une fraction de la bauxite, mais parallèlement à un seuil encore nettement trop élevé (>0,80%) après attaque à moyenne pression de l'autre fraction de la bauxite, et par suite à un taux prohibitif de silice dans le mélange des liqueurs issues des 2 attaques.

20 A noter que l'enseignement de EP 0203873 (US 4650653) préconisant d'abaisser la concentration en soude caustique à moins de 120 g  $\text{Na}_2\text{O}$ /litre, par dilution aqueuse de l'aliquote de liqueur d'attaque (180 à 220 g  $\text{Na}_2\text{O}$ /litre) utilisée habituellement lors de la prédessilication afin d'améliorer la cinétique de précipitation de la silice en 25 silico-aluminate de sodium, n'a pu être appliquée que partiellement. En effet, une trop forte dilution de la liqueur d'attaque destinée à la dessilication va à l'encontre des objectifs visés par le procédé d'attaque mixte puisqu'elle conduit à diminuer notablement la productivité exprimée par la quantité d'alumine, en gramme par litre ou 30 en kg par  $\text{m}^3$  de liqueur, qui précipite lors de la décomposition en présence d'amorce. Cette productivité est déterminée par le produit de la concentration en  $\text{Na}_2\text{O}$  caustique de la dite liqueur par la différence des rapports de concentration  $R_p = \text{Al}_2\text{O}_3 \text{ g/l} / \text{Na}_2\text{O}_c \text{ g/l}$  entre le début et la fin de la décomposition. Dans le cas présent, il devient impossible 35 d'atteindre l'objectif de productivité d'au moins 80 kg  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{m}^3$  du procédé d'attaque mixte.

De plus, une trop grande dilution de la liqueur d'attaque conduit à augmenter le nombre de réacteurs, c'est-à-dire à accroître à la fois les coûts d'investissement et d'exploitation sans augmentation de la production. C'est donc une formule de compromis qui a été adoptée en effectuant la prédessilication à concentration en  $\text{Na}_2\text{O}_c$  modérée (150 à 170 g/litre).

Bien que marquant un progrès sensible puisqu'après 24 heures le rapport  $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$  caustique chute à environ 0,60% dans la liqueur issue de l'attaque à pression atmosphérique d'une fraction de la bauxite, ce mode opératoire s'est avéré encore insuffisamment efficace pour être intégré tel quel au procédé d'attaque mixte des bauxites à trihydrate d'origine indienne, d'abord en raison de durées de dessilication encore trop élevées, et ensuite en raison de performances de dessilication insuffisantes pour le procédé considéré.

En effet, comme constaté précédemment, la fraction de bauxite après attaque à moyenne pression conserve une teneur en silice soluble élevée avec  $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}_c$  de l'ordre de 0,85% qui maintient à une valeur encore inacceptable (0,70% à 0,78%) la teneur en silice soluble du mélange des liqueurs issues des 2 attaques.

#### PROBLEME POSE

L'impossibilité de trouver dans l'art antérieur un procédé de dessilication efficace a nécessité la mise au point d'un procédé spécifique de dessilication des bauxites à trihydrate d'origine indienne lors de leur traitement par attaque mixte selon la demande de brevet français 94-00683 ou indien 375/MAS/94, afin de conserver toutes les performances techniques (productivité, rendement d'extraction d'alumine) et économiques dues aux faibles coûts d'exploitation et d'investissement qu'autorise ledit procédé d'attaque mixte.

#### EXPOSE DE L'INVENTION

35

La solution apportée par la demanderesse repose sur le constat surprenant qu'il suffit de combiner à la prédessilication classique d'une dizaine

- d'heures, avec une concentration en soude modérée préconisée pour le traitement standard des bauxites à trihydrate par attaque mixte, une dessilication après attaque, ou postdessilication, de quelques heures de la seule fraction de minerai attaquée à la pression atmosphérique pour
- 5 obtenir, après cette double dessilication, une teneur pondérale en silice soluble rapportée à  $\text{Na}_2\text{O}$  caustique  $\leq 0,50\%$  ; ce qui permet d'abaisser la teneur du mélange de liqueurs issues des attaques à pression atmosphérique et à moyenne pression à moins de 0,65%.
- 10 Plus précisément, l'invention concerne un procédé de traitement de bauxite à trihydrate d'alumine par attaque alcaline, selon le procédé Bayer, comportant après les étapes de broyage et de dessilication en présence d'une aliquote de liqueur décomposée d'aluminate de sodium, appelée aussi prédessilication,
- 15
- d'une part, sur une première fraction d'au moins 40% en poids de bauxite broyée et prédessilicatée, l'attaque à pression atmosphérique par mise en contact à une température comprise entre 100 et 107°C et pendant au moins une heure avec une aliquote de liqueur décomposée,
  - 20 généralement concentrée par évaporation et appelée liqueur d'attaque, dont le rapport pondéral Rp des concentrations  $\text{Al}_2\text{O}_3$  soluble g/l/ $\text{Na}_2\text{O}$  caustique g/l est compris entre 0,5 et 0,7 et la concentration en soude caustique est comprise entre 180 et 220 g  $\text{Na}_2\text{O}$ /litre, pour former une première suspension dont le rapport pondéral Rp est compris entre 1 et
  - 25 1,20 et la concentration en soude caustique est comprise entre 160 et 200 g  $\text{Na}_2\text{O}$ /litre,
- d'autre part l'attaque à moyenne pression en autoclave de la fraction
  - 30 restante de bauxite à trihydrate broyée et prédessilicatées n'excédant pas 60% en poids, par mise en contact pendant au moins 5 minutes entre 130 et 180°C avec le reste de la liqueur décomposée et concentrée par évaporation, ou liqueur d'attaque, pour former une deuxième suspension dont le rapport pondéral Rp est compris entre 1,30 et 1,55 et la
  - 35 concentration en soude caustique est comprise entre 160 et 220 g  $\text{Na}_2\text{O}$ /litre,

- ensuite, le mélange intime des deux suspensions ainsi obtenues, dont les températures après attaque sont respectivement comprises entre 90 et 100°C pour la première suspension et 110 et 130°C pour la deuxième suspension après détente, et leur dilution avec de l'eau de lavage à contre-courant des boues insolubles pour former une troisième suspension dont le rapport des concentrations Rp est compris entre 1,13 et 1,28 et la concentration en soude caustique est généralement supérieure à 140g Na<sub>2</sub>O/litre, à une température comprise entre 100 et 107°C,

10  
- enfin, la séparation des boues insolubles de ladite troisième suspension par décantation puis filtration pour obtenir une liqueur sursaturée de Rp compris entre 1,13 et 1,23 qui est décomposée en présence d'amorce selon l'art antérieur pour précipiter du trihydrate d'alumine qui est séparé par filtration de la liqueur décomposée dont le rapport de concentration Rp est compris entre 0,5 et 0,7 et la concentration en soude caustique est comprise entre 150 et 170 g Na<sub>2</sub>O/litre ; une aliquote de cette liqueur décomposée étant recyclée directement à l'étape de broyage humide de la bauxite en tête de procédé à raison d'environ 0,6 m<sup>3</sup> par tonne de bauxite à broyer, alors que le reste de liqueur décomposée est concentrée par évaporation puis recyclée comme liqueur d'attaque,

15  
20  
25  
30  
ledit procédé étant caractérisé en ce que, avant mélange des deux suspensions, on effectue sur la première suspension, immédiatement issue de l'attaque à pression atmosphérique de la première fraction d'au moins 40% en poids de bauxite broyée et prédessilicatée, une nouvelle dessilication ou postdessilication par maintien à une température d'environ 100°C pendant 2 à 8 heures et de préférence pendant 3 à 5 heures de cette première suspension dont la concentration en soude caustique exprimée en Na<sub>2</sub>O dans la liqueur a été préalablement ajustée par dilution aqueuse entre 160 et 180 g/litre et de préférence entre 165 et 175 g/litre.

35  
Lors de ses nombreux essais de dessilication de bauxite indienne destinée à être ainsi traitée par attaque mixte, la demanderesse a obtenu des résultats décevants dès l'instant que ces opérations, effectuées avant attaque (predessilication) ou après attaque (post-



dessilication), ont été réalisées isolément comme le préconisait ordinairement l'art antérieur.

5 Il faut rappeler aussi que le procédé d'attaque mixte rajoute un certain nombre de contraintes spécifiques dans le domaine de la dessilication.

En effet, si la prédessilication est tout à fait réalisable avant l'attaque à moyenne pression, après cette attaque une postdessilication n'est pas envisageable en raison :

10

- de la forte concentration en  $\text{Na}_2\text{O}_c$  qui empêche la silice de bien précipiter, que ce soit à  $145^\circ\text{C}$  en autoclave ou à  $100^\circ\text{C}$  après attaque atmosphérique,

15

- du Rp très élevé (1,30 à 1,50) dans la liqueur qui interdit de la stocker en l'état après refroidissement par suite de la reprécipitation quasi immédiate sous forme de trihydrate d'alumine d'une partie de l'alumine solubilisée appelée aussi rétrogradation.

20

Une postdessilication n'est pas non plus souhaitable sur la suspension résultant du mélange des deux attaques car le risque de rétrogradation est encore très important au vu des valeurs Rp voisines de 1,20 et des durées de dessilication de plusieurs heures.

25

De plus, comme précédemment indiqué, une seule prédessilication n'est pas assez performante, même à concentration en  $\text{Na}_2\text{O}_c$  modérée, pour garantir une teneur en silice acceptable du mélange des deux attaques, et cela même avec des temps de séjour de 24 heures, voire de 30 heures.

30

Il faut exclure également le schéma selon lequel la partie atmosphérique subirait seulement une postdessilication car les mêmes limitations que pour la prédessilication se manifestent encore.

35

Ainsi, après attaque à pression atmosphérique entre  $100$  et  $107^\circ\text{C}$ , la liqueur résultante de Rp compris entre 1 et 1,20 a une concentration en soude caustique comprise entre 160 et 200 g  $\text{Na}_2\text{O}$ /litre et une teneur pondérale en silice rapportée à  $\text{Na}_2\text{O}_c$ ,  $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}_c$  de l'ordre de 2,5%. Si

on effectue la dessilication après attaque en conservant le milieu  $\text{Na}_2\text{O}_c$  concentré dans la plage 160-180 g  $\text{Na}_2\text{O}$  litre et de préférence 165-175 g  $\text{Na}_2\text{O}_c$ /litre en faisant appel au besoin à une légère dilution, on enregistre après 8 heures de dessilication à 100°C un abaissement  
5 significatif du taux de silice  $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}_c$  entre 0,65 et 0,70%, qui reste toutefois nettement insuffisant pour obtenir, après mélange avec la suspension très chargée en  $\text{SiO}_2$  ( $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}_c > 0,8\%$ ) provenant de l'attaque à moyenne pression, une liqueur d'aluminate de sodium aux normes habituelles :  $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}_c \leq 0,65\%$ .

10

Si, en revanche, la dessilication après attaque est effectuée en milieu  $\text{Na}_2\text{O}_c$  plus dilué, par exemple entre 130 et 150 g  $\text{Na}_2\text{O}_c$ /litre la teneur  $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}_c$  chute aux environs de 0,55%. En fait, il n'est pas possible de tirer parti de cet excellent taux d'épuration en raison des limitations  
15 déjà évoquées pour la prédessilication, à savoir qu'une trop forte dilution nuit à l'efficacité du procédé en terme de productivité lors de la décomposition de la liqueur, celle-ci étant (pour une variation de  $R_p$  constante entre le début et la fin de la décomposition) proportionnelle à la concentration en  $\text{Na}_2\text{O}_c$ .

20

De plus, lors du mélange des deux suspensions issues des attaques, la concentration en  $\text{Na}_2\text{O}_c$  doit rester élevée avant décomposition, pour stabiliser le mélange de  $R_p$  voisin de 1,20 et limiter les risques de rétrogradation. Ce résultat ne peut être obtenu par la seule forte  
25 concentration de la suspension issue de l'attaque à moyenne pression, de sorte que la concentration de la suspension issue de l'attaque atmosphérique doit rester  $\geq 160$  g  $\text{Na}_2\text{O}_c$ /litre, c'est-à-dire dans une plage d'assez fortes concentrations en  $\text{Na}_2\text{O}$  jugée déjà mal adaptée à la postdessilication.

30

Au vu de ces résultats décevants, c'est donc de façon tout à fait surprenante que la demanderesse a constaté qu'en combinant une dessilication avant attaque à environ 100°C pendant une dizaine d'heures en milieu sodique modérément concentré (150 à 170 g  $\text{Na}_2\text{O}$ /litre)  
35 avec une dessilication de quelques heures (2 à 8 heures et de préférence 3 à 5 heures) à environ 100°C de la suspension issue uniquement de l'attaque à pression atmosphérique à concentration comprise

entre 160 et 180 g  $\text{Na}_2\text{O}_c$ /litre et de préférence entre 165 et 175 g  $\text{Na}_2\text{O}$ /litre, la teneur  $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}_c$  est  $\leq 0,50\%$  et généralement comprise entre 0,40 et 0,50%. Avec une teneur aussi faible en silice solubilisée, il n'y a plus de difficulté à obtenir alors avec la suspension chargée en  $\text{SiO}_2$  soluble ( $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}_c$  compris entre 0,80% et 0,90%) issue de l'attaque à moyenne pression, un aluminat dans les normes habituelles ( $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}_c \leq 0,65\%$ ).

En résumé, la double dessilication selon le procédé permet de résoudre, avec 10 à 12 heures de prédessilication complétées par 3 à 5 heures de postdessilication, le problème de la limitation de la teneur  $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}_c$  à 0,65% en poids dans la liqueur résultant du mélange des suspensions d'attaque et destinée à être décomposée, alors que des durées minimales de 24 heures voire de 30 heures sont nécessaires pour réaliser isolément ces opérations de prédessilication ou de postdessilication sans pour autant assurer une teneur pondérale  $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}_c \leq 0,65\%$  dans le mélange des 2 liqueurs d'attaque avant décomposition, pourtant seule garante d'une teneur en silice dans le trihydrate précipité inférieure à 100 ppm rapportée à  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

#### DESCRIPTION DETAILLEE

L'invention sera mieux comprise par la description ci-après du mode préférentiel de mise en oeuvre de l'invention s'appuyant sur la figure 1 qui est une représentation schématique du procédé d'attaque mixte avec double dessilication.

La bauxite à trihydrate d'alumine 1 est mise en contact avec une aliquote 14 de liqueur décomposée 11 d'aluminat de sodium dont le Rp est compris de préférence entre 0,57 et 0,65 et la concentration en soude caustique comprise entre 150 et 170 g  $\text{Na}_2\text{O}$ /litre et de préférence entre 155 et 165 g  $\text{Na}_2\text{O}$ /litre à raison de 1500 à 1800 kg de minerai sec à traiter par m<sup>3</sup> de liqueur pour former, après broyage humide A, une suspension épaisse 2 qui subit une prédessilication B par chauffage entre 90 et 105°C pendant un temps suffisant, généralement compris entre 10 et 12 heures pour dissoudre la silice solubilisable (en particulier le kaolin  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,

$2\text{SiO}_2, 2\text{H}_2\text{O}$ ) contenue dans la bauxite et la reprécipiter sous forme de silico-aluminate de sodium très peu soluble mais dont la cinétique de précipitation est lente.

5 Après broyage et prédessilication, la suspension épaisse 3 est scindée en 2 fractions :

- une première fraction 3a représentant au moins 40% et de préférence 50 à 65% en poids de la bauxite à traiter 1, est mise en contact Ca, pendant 2 à 5 heures et à une température comprise entre 103 et 107°C, avec une aliquote 13a de liqueur d'attaque 13 dont le Rp est compris entre 0,57 et 0,65 et la concentration en soude caustique comprise entre 195 et 215 g  $\text{Na}_2\text{O}$ /litre . Au terme de l'attaque, on obtient une première suspension 4a dont le Rp est compris entre 1,05 et 1,15 et la concentration en soude caustique est comprise entre 185 et 195 g  $\text{Na}_2\text{O}$ /litre.

Par dilution, par exemple avec une partie 20a des eaux de lavage à contre-courant des boues insolubles ou des eaux de lavage du trihydrate d'alumine de production, on ajuste la concentration en soude caustique de cette suspension 4a entre 160 et 180 g  $\text{Na}_2\text{O}_c$ /litre et de préférence entre 165 et 175 g  $\text{Na}_2\text{O}_c$ /litre. On réalise ensuite par maintien à une température comprise entre 97 et 103°C pendant de préférence 3 à 5 heures la postdessilication de cette suspension 4a dont la teneur en silice soluble  $\text{SiO}_2$  rapportée à la soude caustique  $\text{Na}_2\text{O}$  est abaissée entre 0,40 et 0,50% pour donner la suspension 4'a.

- La fraction restante correspondant à 60% au plus et de préférence à 35 à 50% en poids de la bauxite à traiter 1 est mise en contact Cb, pendant 10 à 30 minutes en autoclave chauffé entre 140 et 150°C, avec l'autre aliquote 13b de la liqueur d'attaque 13 pour former une deuxième suspension 4b dont le Rp est compris entre 1,30 et 1,50, la concentration en  $\text{Na}_2\text{O}$  caustique est comprise entre 175 et 195 g  $\text{Na}_2\text{O}_c$ /litre et le taux de silice soluble rapportée à  $\text{Na}_2\text{O}_c$  est compris entre 0,80 et 0,90%.

Le mélange et la dilution des suspensions 4'a et 4b est réalisée à l'étape suivante D. Plus précisément, la suspension 4'a issue de l'attaque atmosphérique, déjà légèrement refroidie entre 95 et 100°C, est intimement mélangée avec la suspension 4b, issue de l'attaque en autoclave, dont la température après détentés successives est encore d'environ 120°C, ce qui permet de réchauffer à la fois la suspension trop froide 4'a de l'attaque atmosphérique et une fraction 20b de la liqueur de dilution provenant du lavage à contre courant F des boues rouges. Cette liqueur de dilution 20b contenant moins de 100 g de  $\text{Na}_2\text{O}_c$ /litre est destinée à abaisser la concentration en soude caustique du mélange de suspensions 4'a et 4b dans une plage de concentrations légèrement inférieure à 175 g  $\text{Na}_2\text{O}_c$ /litre plus adaptée à la bonne réalisation des opérations ultérieures de décantation.

Ainsi, la suspension 5 résultant de l'étape mélange et dilution D, dont la température se situe entre 100 et 105°C avec un rapport Rp compris entre 1,135 et 1,25, une concentration en soude caustique comprise entre 155 et 175 g  $\text{Na}_2\text{O}$ /litre et un taux  $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}_c < 0,65\%$  est mise en décantation E pour séparer de façon connue les boues rouges 19 mises en décharge 21 après lavage à contre-courant successivement par de l'eau de lavage 17 du trihydrate d'alumine de production 16, puis de l'eau pure 13.

La liqueur 6 issue de décantation, dont le Rp doit rester compris entre 1,13 et 1,23, est à nouveau diluée par une fraction 20c de la liqueur de dilution provenant du lavage à contre-courant des boues rouges puis subit une filtration de sécurité G en vue d'éliminer les fines particules de boue encore en suspension. Le filtrat clarifié 7 de liqueur sursaturée d'aluminate de sodium dont la concentration n'excède pas 160 g  $\text{Na}_2\text{O}_c$ /litre est décomposé H en présence d'amorce de trihydrate 10 recyclé selon l'art antérieur. Le trihydrate d'alumine en suspension 8 dans la liqueur décomposée est séparé par filtration J pour être en majeure partie (90% environ en poids) recyclé comme amorce 10 et en partie mineure 9 (10% environ) extrait pour la production 16 après lavage K à l'eau 15. Le reliquat 12 du filtrat 11 de liqueur décomposée d'aluminate de sodium de Rp compris entre 0,57 et 0,65 et de concentration en soude caustique comprise entre 150 et 170 g  $\text{Na}_2\text{O}$ /litre, après prélèvement d'une

aliquote 14 destinée au broyage humide et à la dessilication de la bauxite à raison de 1500 à 1800 kg de minerai sec par m<sup>3</sup> de liqueur, est concentrée par évaporation M pour fournir la liqueur d'attaque 13 de la bauxite broyée et prédessilicatée, dont les caractéristiques ont été déjà  
5 précisées.

On notera que le taux de silice contrôlé entre 0,60 et 0,65% dans la liqueur 5 après dilution D permet de garantir dans le trihydrate d'alumine précipité à l'étape de décomposition moins de 100 ppm de silice  
10 rapporté à Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> et cela sans modifier sensiblement les capacités nécessaires à la dessilication prévue pour mettre en oeuvre habituellement le procédé d'attaque mixte de bauxite à trihydrate qui conserve donc tous ses avantages, à savoir :

- 15 - une productivité élevée supérieure à 80 kg Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/m<sup>3</sup>
- un rendement d'extraction de la bauxite supérieur à 95%
- des coûts d'exploitation et surtout d'investissement réduits.

## 20 EXEMPLES D'APPLICATION

Deux lots identiques de 100 tonnes de bauxite à trihydrate d'alumine d'origine indienne ayant la composition (sur sec) suivante :

25 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 45,45%      SiO<sub>2</sub> = 2,57%      SiO<sub>2</sub> Réact = 1,30%  
TiO<sub>2</sub> = 2,58%      Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 25,13%

### Exemple 1

30 Traitement du 1er lot de 100 tonnes par attaque mixte avec simple prédessilication dans les conditions usuelles de traitement des bauxites à trihydrate (art antérieur).

- broyage humide de la bauxite en présence d'une aliquote 14 de liqueur  
35 décomposée à raison de 1660 kg de bauxite par m<sup>3</sup> de liqueur avec :

Rp : 0,576      SiO<sub>2</sub>/Na<sub>2</sub>O<sub>c</sub> = 0,53%      Na<sub>2</sub>O<sub>c</sub> : 160 g/l

- pr edessilication par chauffage sous agitation   100 C pendant 10 heures de la suspension ainsi form e,
- s eparation du lot broy e et dessilic e en 2 fonctions 3a et 3b  
5 identiques de 50 tonnes,
- attaque atmosph erique de la premi ere fraction par une aliquote 13a de liqueur 13 contenant apr es  vaporation

10  $\text{Na}_2\text{O}_c$  : 212,3 g/l avec  $R_p = 0,576$  et  $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}_c$  : 0,53%

- apr es attaque de  $2^{\text{H}}1/2$    103 C, la suspension 4a titre :

15  $\text{Na}_2\text{O}_c = 193$  g/l  $R_p = 1,09$  et  $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}_c = 0,66\%$

- attaque   145 C en autoclave pendant 20 minutes par une autre aliquote 13b de la liqueur 13. La suspension r esultante 4b titre alors :

20  $\text{Na}_2\text{O}_c = 178,6$  g/l  $R_p = 1,35$   $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}_c = 0,87\%$

Le m elange des 2 suspensions 4a et 4b issues respectivement de l'attaque atmosph erique et de l'attaque   moyenne pression (sachant que dans l'exemple pr esent la suspension 4a repr esente environ 60% du volume total et la suspension 4b environ 40% de ce volume) conduit   une suspension  
25 r esultante titrant avant dilution :

$\text{Na}_2\text{O}_c = 187,2$  g/l  $R_p = 1,19$   $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}_c = 0,74\%$

Un tel taux de 0,74% de silice rapport e   la soude caustique est  
30 nettement plus  lev e que le taux maximum acceptable de 0,65% et rend le proc ed e d'attaque mixte tr es performant par ailleurs totalement inapplicable   la fabrication de trihydrate d'alumine   teneur contr ol ee en silice avec moins de 100 ppm de  $\text{SiO}_2$  par rapport   Al2O3.

Exemple 2

Traitement du 2ème lot de 100 tonnes par attaque mixte combinée à une double dessilication (prédessilication + postdessilication) selon le procédé de l'invention.

Les conditions de broyage, de prédessilication puis d'attaques à pression atmosphérique et à moyenne pression étant rigoureusement les mêmes que celles de l'exemple 1, on obtient d'une part une suspension 4a issue de l'attaque atmosphérique et titrant :

$$\text{Na}_2\text{O}_c = 193 \text{ g/l} \quad \text{Rp} = 1,09 \quad \text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}_c = 0,66\%$$

d'autre part une suspension 4b issue de l'attaque à moyenne pression et titrant :

$$\text{Na}_2\text{O}_c = 178,6 \text{ g/l} \quad \text{Rp} = 1,35 \quad \text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}_c = 0,87\%$$

La suspension 4a subit alors une postdessilication dans les conditions suivantes :

après une légère dilution avec une eau de lavage des boues au trihydrate d'alumine précipité pour la production, ajuster la concentration à 170 g  $\text{Na}_2\text{O}_c$  / litre, la suspension 4a est maintenue sous agitation à 100°C pendant 4 heures. La suspension résultante 4'a titre alors :

$$\text{Na}_2\text{O}_c = 171 \text{ g/l} \quad \text{Rp} = 1,09 \quad \text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}_c = 0,50\%$$

Grâce à l'excellent taux d'épuration en silice, la suspension résultant du mélange des suspensions 4'a (environ 60% du volume total) et 4b (environ 40% du volume total) titre avant dilution D et décantation E

$$\text{Na}_2\text{O}_c = 187,2 \text{ g/l} \quad \text{Rp} = 1,19 \quad \text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}_c = 0,64\%$$



Ainsi, on constate que la double dessilication est le seul moyen qui permette, à forte concentration en  $\text{Na}_2\text{O}_c$  d'abaisser la teneur en  $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}_c$  jusqu'à 0,5%. Cette basse teneur en silice est nécessaire dans une mise en oeuvre économique du procédé mixte à deux attaques  
 5 parallèles. En effet, la partie de bauxite attaquée à  $145^\circ$  conduit systématiquement à une forte teneur en silice, à cause des concentrations élevées en soude et en alumine visées. La silice du mélange des liqueurs n'étant jugée convenable à la suite du procédé Bayer que si le rapport  
 10  $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}_c$  est  $\leq 0,65\%$ , seules les excellentes performances du procédé de double dessilication selon l'invention permettent d'atteindre ce résultat.

Les opérations ultérieures effectuées dans les conditions du procédé d'attaque mixte conventionnel, à savoir décantation E puis dilution et  
 15 filtration G de la liqueur 6 qui après filtration 7 et avant décomposition H titre alors :

$$\text{Na}_2\text{O}_c = 156,4 \text{ g/l} \quad \text{Rp} = 1,19$$

20 Par décomposition en présence d'amorce de trihydrate d'alumine entre  $62$  et  $55^\circ\text{C}$ , on obtient une liqueur décomposée 11 avant recyclage comme liqueur d'attaque titrant :

$$\text{Rp} = 0,58 \quad \text{Na}_2\text{O}_c \text{ g/l} = 161,2 \text{ g/l}$$

25

Soit une productivité de :

$$(1,19 - 0,58) 156 = 95,2 \text{ g/l} \quad (95,2 \text{ kg/m}^3)$$

30 donc supérieure à  $80 \text{ g/l}$  et cela en conservant un rendement global d'extraction d'alumine solubilisable supérieur à  $96\%$  ainsi qu'une teneur pondérale en silice dans le trihydrate d'alumine précipité inférieure à  $50 \text{ ppm}$ .

REVENDEICATIONS

- 1) Procédé de traitement de bauxite à trihydrate d'alumine par attaque alcaline, selon le procédé Bayer, comportant après les étapes de broyage et de dessilication en présence d'une aliquote de liqueur décomposée d'aluminate de sodium, appelée aussi prédessilication,
- 5
- d'une part, sur une première fraction d'au moins 40% en poids de bauxite broyée et prédessilicatée, l'attaque à pression atmosphérique par mise en contact à une température comprise entre 100 et 107°C et pendant au moins une heure avec une aliquote de  
10 liqueur décomposée, généralement concentrée par évaporation et appelée liqueur d'attaque dont le rapport pondéral Rp des concentrations  $Al_2O_3$  soluble g/l/Na<sub>2</sub>O caustique g/l, est compris entre 0,5 et 0,7 et la concentration en soude caustique est comprise entre 180 et 220 g Na<sub>2</sub>O/litre pour former une première  
15 suspension dont le rapport pondéral Rp est compris entre 1 et 1,20 et la concentration en soude caustique est comprise entre 160 et 200 g Na<sub>2</sub>O/litre,
  - d'autre part, l'attaque à moyenne pression en autoclave de la  
20 fraction restante de bauxite à trihydrate broyée et prédessilicatée n'excédant pas 60% en poids, par mise en contact pendant au moins 5 minutes entre 130 et 180°C avec le reste de la liqueur décomposée et concentrée par évaporation, ou liqueur d'attaque, pour former une deuxième suspension dont le rapport pondéral Rp est compris  
25 entre 1,30 et 1,55 et la concentration en soude caustique est comprise entre 160 et 220 g Na<sub>2</sub>O/litre,
  - ensuite, le mélange intime des 2 suspensions ainsi obtenues, dont  
30 les températures après attaque sont respectivement comprises entre 90 et 100°C pour la première suspension et 110 et 130°C pour la deuxième suspension après détente, et leur dilution avec l'eau de lavage à contre-courant des boues insolubles pour former une troisième suspension dont le rapport des concentrations Rp est compris entre 1,13 et 1,28 et la concentration en soude caustique

est généralement supérieure à 140g  $\text{Na}_2\text{O}$ /litre, à une température comprise entre 100 et 107°C,

5 - enfin, la séparation des boues insolubles de ladite troisième  
suspension par décantation puis filtration pour obtenir une liqueur  
sursaturée de Rp compris entre 1,13 et 1,23 qui est décomposée en  
présence d'amorce selon l'art antérieur pour précipiter du  
trihydrate d'alumine séparé par filtration de la liqueur décomposée  
10 dont le rapport de concentration Rp est compris entre 0,5 et 0,7 et  
la concentration en soude caustique est comprise entre 150 et 170 g  
 $\text{Na}_2\text{O}$ /litre, une aliquote de cette liqueur décomposée étant recyclée  
à l'étape de broyage humide en tête de procédé à raison d'environ  
0,6 m<sup>3</sup> par tonne de bauxite à broyer, alors que le reste de la  
liqueur décomposée est concentrée par évaporation puis recyclée  
15 comme liqueur d'attaque,

ledit procédé étant caractérisé en ce que, avant mélange des 2  
suspensions, on effectue sur la première suspension, immédiatement  
issue de l'attaque à pression atmosphérique de la première fraction  
20 d'au moins 40% en poids de bauxite broyée et prédessilicatée, une  
nouvelle dessilicatation ou postdessilicatation par maintien à une  
température d'environ 100°C pendant 2 à 8 heures, et de préférence  
pendant 3 à 5 heures, de cette première suspension dont la  
concentration en soude caustique exprimée en  $\text{Na}_2\text{O}$  dans la liqueur a  
été ajustée par dilution aqueuse entre 160 et 180 g/litre.  
25

2) Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce que l'aliquote de  
liqueur décomposée recyclée à l'étape de broyage humide en tête de  
procédé a un Rp compris de préférence entre 0,57 et 0,65 et une  
30 concentration en soude caustique comprise de préférence entre 155 et  
165 g  $\text{Na}_2\text{O}$ /litre.

3) Procédé selon la revendication 1 ou 2 caractérisé en ce que le  
broyage humide en tête de procédé est effectué à raison de 1500 à  
35 1800 kg de minerai sec par m<sup>3</sup> de liqueur décomposée recyclée.

- 4) Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3 caractérisé en ce que la prédessilication de la suspension épaisse issue du broyage humide est effectuée entre 90 et 105°C pendant 10 à 12 heures.
- 5
- 5) Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce que la liqueur d'attaque généralement concentrée par évaporation a de préférence un Rp compris entre 0,57 et 0,65 et une concentration en soude caustique comprise entre 195 et 215 g Na<sub>2</sub>O/litre.
- 10
- 6) Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5 caractérisé en ce que l'attaque à pression atmosphérique de la première fraction de bauxite broyée et prédessilicatée est effectuée de préférence pendant 2 à 5 heures à une température comprise entre 103 et 107°C.
- 15
- 7) Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5 caractérisé en ce que l'attaque à moyenne pression de la fraction restante de bauxite à trihydrate broyée et prédessilicatée est effectuée de préférence pendant 10 à 30 minutes en autoclave chauffé entre 140 et 150°C.
- 20
- 8) Procédé selon la revendication 7 caractérisé en ce que la teneur pondérale en SiO<sub>2</sub> solubilisée rapportée à la soude caustique Na<sub>2</sub>O dans la suspension issue de l'attaque à moyenne pression est comprise entre 0,80 et 0,90%.
- 25
- 9) Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6 caractérisé en ce que, après attaque à pression atmosphérique de la première fraction de bauxite, on utilise au moins une partie des eaux de lavage à contre-courant des boues insolubles ou des eaux de lavage du trihydrate d'alumine de production pour ajuster la concentration en soude caustique de la suspension à la valeur requise, de préférence entre 165 et 175 g Na<sub>2</sub>O/litre.
- 30
- 10) Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6 et 9 caractérisé en ce que la postdessilication de la première suspension issue de l'attaque atmosphérique est effectuée de préférence entre 97
- 35

et 103°C.

- 5 11) Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6 et 9 à 10  
caractérisé en ce que la teneur pondérale en  $\text{SiO}_2$  solubilisée  
rapportée à la soude caustique  $\text{Na}_2\text{O}$  dans la suspension issue de  
l'attaque à pression atmosphérique est comprise entre 0,40 et 0,50%.
- 10 12) Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 11 caractérisé  
en ce que la teneur pondérale en  $\text{SiO}_2$  solubilisée rapportée à la  
soude caustique  $\text{Na}_2\text{O}$  dans le mélange intime des 2 suspensions issues  
respectivement des attaques à pression atmosphérique et à moyenne  
pression est inférieure ou égale à 0,65%.

15

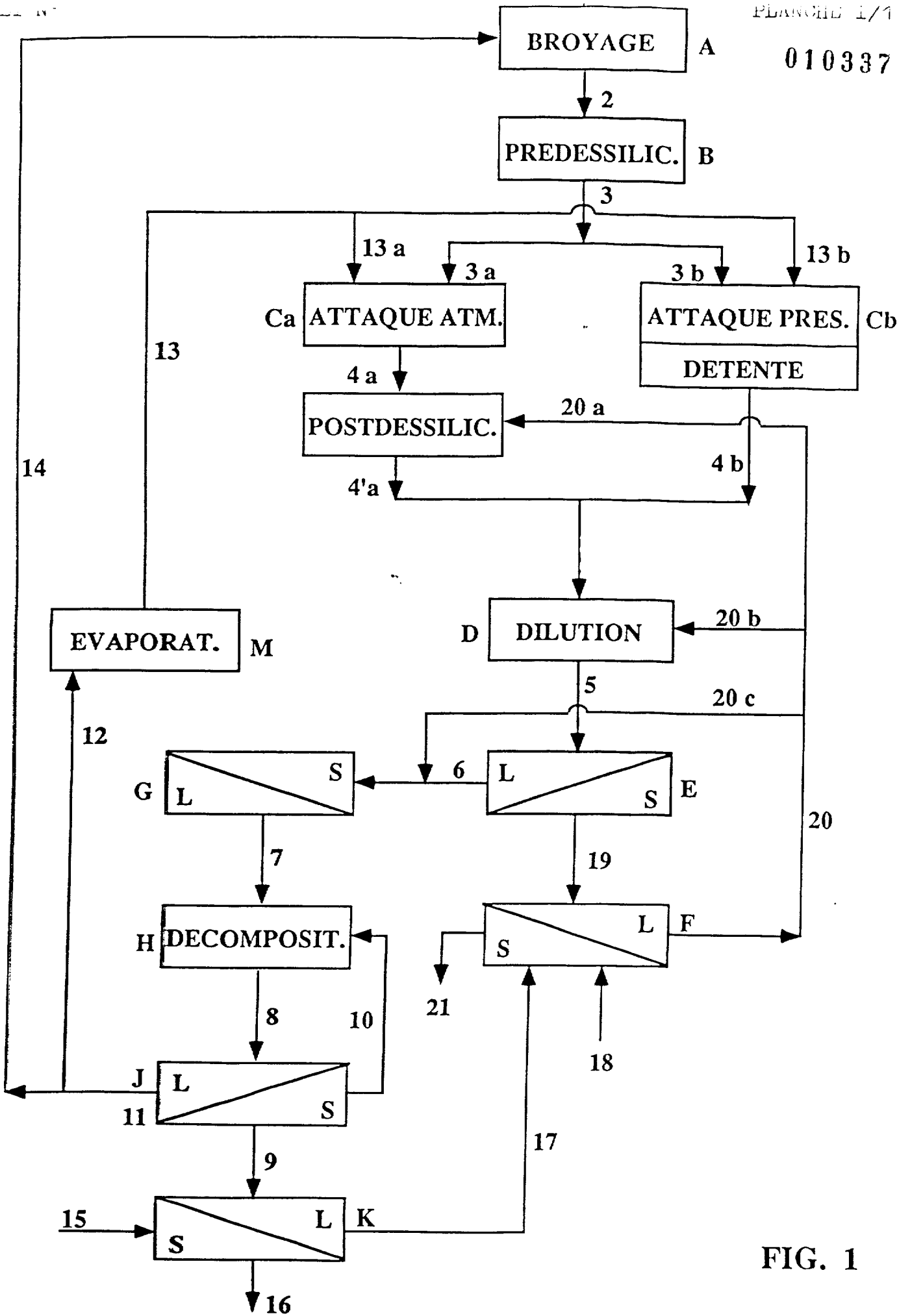


FIG. 1