

**Université du Québec
INRS-Géoresources**

**APPLICABILITÉ DE LA FLOTTATION EN COLONNE
POUR LE TRAITEMENT DES SOLS ET DES SÉDIMENTS
CONTAMINÉS : RÉCUPÉRATION DES PARTICULES FINES
DE SPHALÉRITE**

Par

Annie Bélanger

**Mémoire présenté
pour l'obtention
du grade de Maître ès sciences (M.Sc.)
en sciences de la terre**

Jury d'évaluation

Président du jury et examinateur interne

**Monsieur Richard Martel,
INRS-Géoresources**

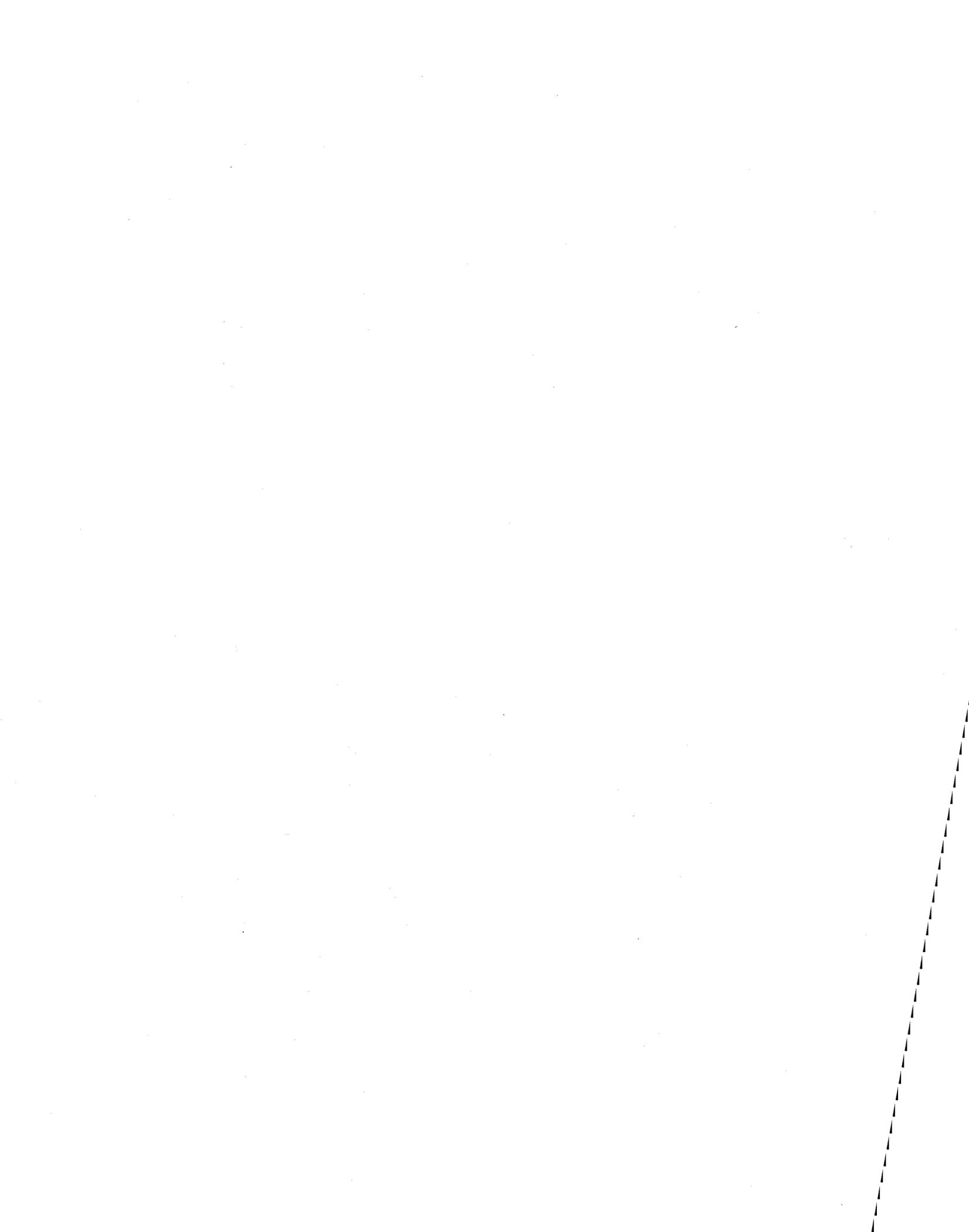
Examineur externe

**Monsieur Claude Barbeau
Université Laval**

Directeur de recherche

Monsieur Mario Bergeron

© droits réservés de Annie Bélanger, 2000



Résumé

Il existe un important volume de sols et sédiments contaminés par les métaux. Plusieurs types de technologies sont cependant disponibles pour traiter ces matériaux. Parmi ces dernières, celles basées sur des approches physico-mécaniques sont les plus couramment utilisés. Par contre, ces techniques permettent difficilement un traitement efficace des particules fines; à savoir les particules présentant un diamètre inférieur à 45 μm . Dans plusieurs cas, cette fraction granulométrique contient la charge maximale en contaminant. Afin de développer des outils de traitement plus efficaces, des travaux ont été entrepris pour examiner le rendement de colonne de flottation en regard de la récupération du zinc dans la fraction fine. Plus spécifiquement, les objectifs du travail étaient :

1. d'obtenir des données de récupération de zinc par flottation en colonne sur quatre tranches granulométriques s'étendant de 0,16 à 20 μm ;
2. d'optimiser ce rendement pour la fraction granulométrique montrant un diamètre moyen de 0,16 μm ;
3. de comparer ces résultats à ceux disponibles dans la littérature.

Les essais menés dans ce but ont été conduits sur une matrice synthétique formée de quartz et de sphalérite (ZnS). Une colonne de flottation montée en laboratoire a servi à la réalisation de ces expériences. Les tranches granulométriques ont été obtenues par utilisation d'un hydrocyclone. Différentes conditions expérimentales se rapportant principalement : au débit d'entrée de la pulpe, au débit des gaz, à la concentration de collecteur, à la concentration de moussant, à la densité de la pulpe ont été utilisées afin, d'une part, de déterminer la récupération du zinc dans les tranches granulométriques examinées et, d'autre part, d'optimiser l'enlèvement du zinc pour une fraction moyenne de 0,16 μm .

Deux conclusions principales se dégagent de la présente étude. Premièrement, les rendements de récupération du zinc en colonne de flottation sont supérieurs, en

général, à ceux rapportés dans la littérature pour les cellules et ce pour une matrice artificielle identique. Deuxièmement, une efficacité de $63 \pm 11 \%$ est rapportée pour le zinc présent dans la fraction granulométrique de $0,16 \mu\text{m}$. Les données présentées dans ce travail démontrent que les colonnes de flottation représentent un outil efficace de traitement des particules fines contenues dans une matrice solide contaminée.



Annie Bélanger



Mario Bergeron

Remerciements

Je désire tout d'abord remercier mon directeur de recherche Monsieur Mario Bergeron pour m'avoir soutenue dans ma démarche et avoir cru en moi.

Merci également à toute l'équipe de recherche ainsi qu'aux membres de l'INRS-Géoressources sans qui cette période n'aurait jamais été aussi plaisante.

Finalement, un merci tout particulier à ma famille et à mes amis(es) qui ont toujours su m'appuyer et m'encourager au cours des bons et des moins bons moments.

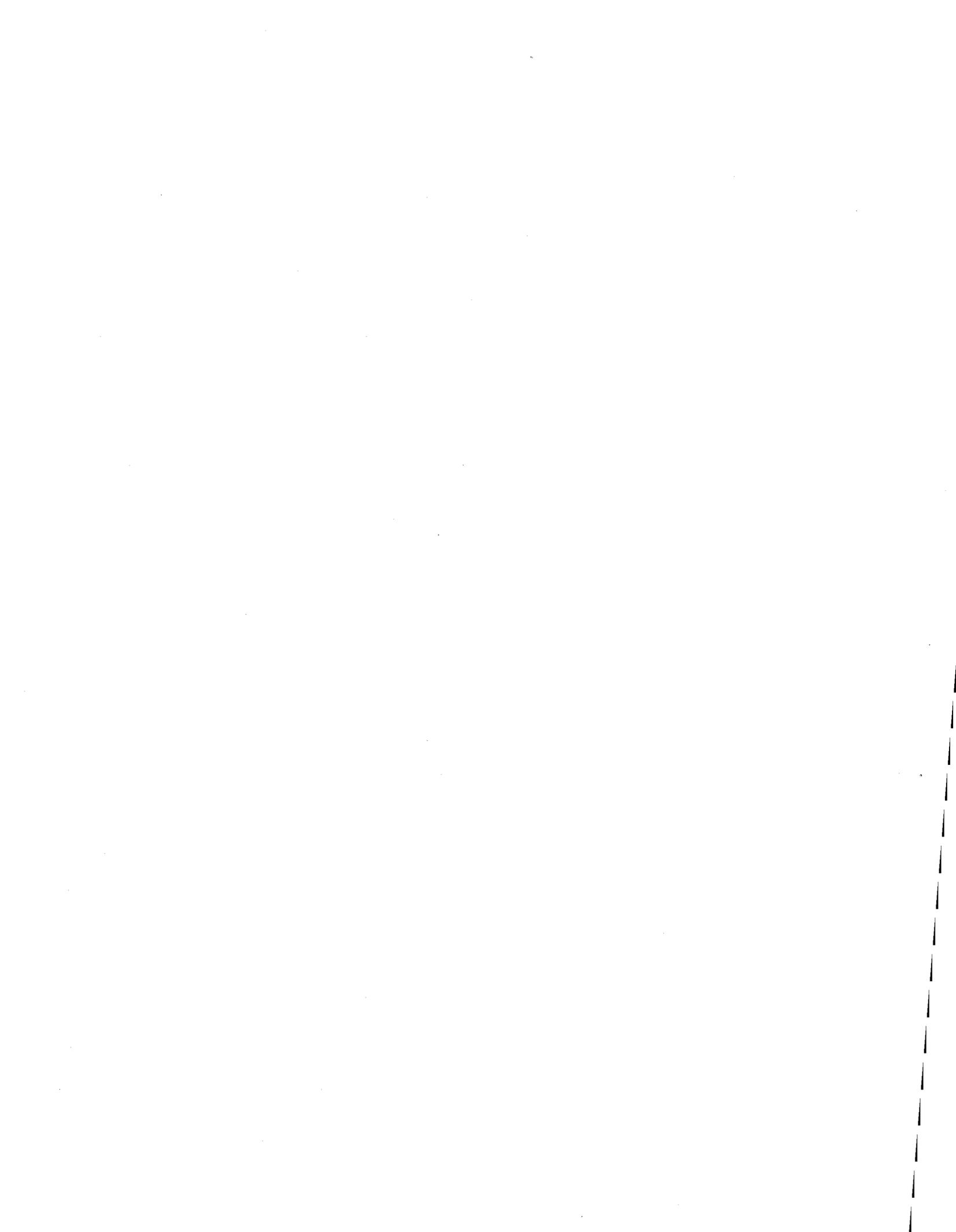


Table des matières

Remerciements	iii
Table des matières	v
Liste des tableaux	vii
Liste des figures	ix
Chapitre 1 Introduction	1
1.1 Problématique	1
1.2 Démarches suivies	5
1.3 Objectifs de la recherche	6
Chapitre 2 Revue de la littérature : Principes de séparation et données pertinentes au projet en cause	7
2.1 Principes de séparation	7
2.1.1 Principes de base	7
2.1.2 Cellule vs colonne	9
2.1.3 Facteurs affectant la flottation	12
2.1.4 Nomenclature relative aux colonnes	19
2.2 Revue de la littérature pertinente au projet en cause	22
2.2.1 Effets de la granulométrie sur la flottation en cellule de la sphalérite	22
2.2.2 Flottation en colonne de particules fines	28
Chapitre 3 Méthode expérimentale	31
3.1 Matériel utilisé	31
3.1.1 Matrice et réactifs	31
3.1.2 Appareils	32
3.2 Traitement de l'échantillon	35
3.2.1 Préparation de l'échantillon	35
3.2.2 Essais réalisés	37
3.2.3 Traitement des échantillons	37
3.2.4 Analyse des échantillons	39
3.3 Analyse statistique	40
3.4 Validation du protocole analytique	41
3.4.1 Définition des termes relatifs à la mesure de la concentration de zinc par absorption atomique	42
Chapitre 4 Résultats et discussion des résultats : essais préliminaires, comparatifs et optimisation	43
4.1 Manipulations générales	44
4.1.1 Dosage du minéral	44
4.1.2 Vérification des différents débits (pompes et mécanisme de l'eau de lavage)	44
4.2 Cyclone 1 (+25 µm)	45
4.2.1 Dosage de la pulpe	46

4.2.2 Impact du point d'ajout du tensioactif sur la profondeur de la mousse	47
4.2.3 Effet de l'augmentation de la concentration de tensioactif sur la profondeur de la mousse	48
4.2.4 Effet de la quantité de particules hydrophobes sur la profondeur de la mousse	48
4.3 Cyclone 2 (10-90 μm)	49
4.3.1 Effet de la concentration du tensioactif sur l'enlèvement du zinc	49
4.3.2 Vérification de l'homogénéité du brassage	50
4.3.3 Essais standards de flottation, cyclone 2 broyé (0,5-25 μm)	51
4.4 Cyclone 3 (10-40 μm)	52
4.4.1 Détermination du pH optimal	53
4.4.2 Essais standards de flottation	54
4.5 Cyclone 4 (5-30 μm)	55
4.6 Cyclone 5 (3-25 μm)	57
4.7 Comparaison avec la littérature	59
4.8 Résultats : Optimisation (particules < 5 μm)	61
4.8.1 Conditions générales de l'optimisation	67
4.8.2 Résultats généraux de l'optimisation	69
4.8.3 Optimisation du débit d'entrée	71
4.8.4 Optimisation de la concentration de collecteur (KAX 51)	73
4.8.5 Optimisation de la concentration de moussant (Dowfroth 250)	75
4.8.6 Optimisation du débit des gaz	76
4.8.7 Densité de la pulpe	78
4.8.8 Résumé des paramètres optimaux	80
4.8.9 Comparaison avec la littérature	81
4.9 Essais dans les conditions optimales	82
4.9.1 Détermination de l'erreur sur les manipulations	82
4.9.2 Évaluation de la prédiction de Taguchi	87
4.9.3 Essais sur deux colonnes	87
4.9.4 Résultats sur une matrice réelle	89
4.9.4.1 Sédiments du quai 103	89
4.9.4.2 Sol Saint-Ambroise/Saint-Paul	91
Chapitre 5 Conclusion	86

Annexe 1

Annexe 2

Références

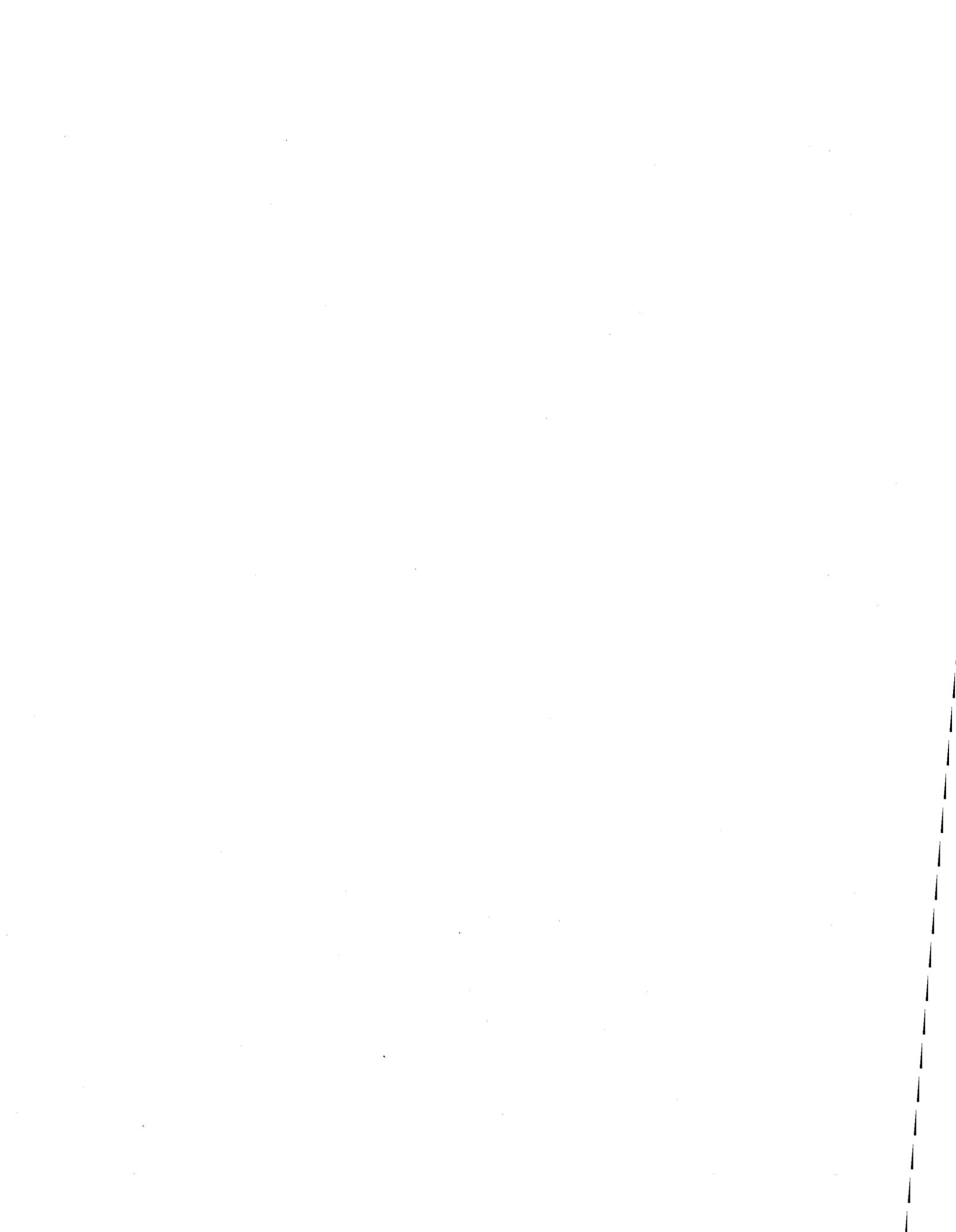
Liste des tableaux

Tableau 1 - Conditions expérimentales misent en place par Miles <i>et al.</i> (1975)	23
Tableau 2 - Conditions expérimentales misent en place par Trahar <i>et al.</i> (1997)	27
Tableau 3 - Conditions expérimentales misent en place par Espinoza-Gomez <i>et al.</i> (1988)	29
Tableau 4 - Détails des réactifs utilisés	31
Tableau 5 - Détails et fonctions des appareils utilisés	32
Tableau 6 - Paramètres d'utilisation du cyclosizer	36
Tableau 7 - Tranches granulométriques obtenues suite au passage de la sphalérite dans le cyclosizer 3	36
Tableau 8 - Conditions expérimentales misent en place lors de l'optimisation	38
Tableau 9 - Paramètres d'utilisation de l'absorption atomique	39
Tableau 10 - Absorbance d'une solution de zinc et la concentration à laquelle elle se rapporte	40
Tableau 11 - Résultats obtenus suite à la validation du protocole analytique	42
Tableau 12 - Concentrations en zinc obtenues suite au dosage du minerai par absorption atomique	45
Tableau 13 - Concentrations en zinc, attendue et mesurée, de la pulpe (par absorption atomique)	46
Tableau 14 - Conditions expérimentales établies lors de l'essais de vérification de l'influence de la concentration de moussant sur l'enlèvement du zinc	50
Tableau 15 - Concentrations en zinc obtenues lors de la vérification de l'homogénéité du brassage	51
Tableau 16 - Récupération du zinc : conditions expérimentales et résultats, cyclone 2 broyé (0,5-25 μm)	52
Tableau 17 - Vérification du pH optimal : conditions expérimentales et résultats cyclone 3 (10-40 μm) mL/min	53
Tableau 18 - Récupération de zinc : conditions expérimentales et résultats, cyclone 3 (10-40 μm)	54
Tableau 19 - Récupération de zinc : conditions expérimentales et résultats, cyclone 4 (5-30 μm)	56
Tableau 20 - Récupération de zinc : conditions expérimentales et résultats, cyclone 5 (0,10-10 μm)	58
Tableau 21 - Conditions expérimentales misent en place lors de l'optimisation	68

Tableau 22 - Résultats moyens obtenus des différents essais d'optimisation _____	70
Tableau 23 - Efficacités obtenues (%) suite aux essais d'optimisation du débit d'entrée ____	72
Tableau 24 - Efficacités moyennes (%) obtenues lors des différents essais relatifs à l'optimisation du débit d'entrée (mL/min) selon l'approche Taguchi (1988) _____	72
Tableau 25 - Efficacités moyennes (%) obtenues à la suite de l'optimisation de la concentration de collecteur selon l'approche Taguchi, (1998) _____	74
Tableau 26 - Efficacités moyennes (%) obtenues lors de l'optimisation de la concentration de moussant (mL/L) selon l'approche Taguchi, (1988) _____	75
Tableau 27 - Efficacités moyennes obtenues (%) lors de l'optimisation du débit des gaz ____	77
Tableau 28 - Efficacités moyennes (%) obtenues à la suite des essais d'optimisation de la densité de la pulpe selon l'approche Taguchi, (1988) _____	79
Tableau 29 - Résumé des conditions optimales pour des particules de sphalérite de diamètre inférieur à 0,16 µm _____	80
Tableau 30 - Résultats obtenus suite aux essais relatifs aux erreurs de manipulations _____	87
Tableau 31 - Conditions expérimentales mises en place lors des essais comportant deux colonnes _____	88
Tableau 32 - Conditions expérimentales mises en place lors des essais avec le sédiment du quai 103 _____	90
Tableau 33 - Résultats obtenus suite aux essais avec le sédiment du quai 103 _____	91
Tableau 34 - Conditions expérimentales mises en place lors des essais réalisés avec le sol de Saint-Ambroise/Saint-Paul _____	92
Tableau 35-Résultats obtenus suite aux essais réalisés avec le sol Saint-Ambroise/Saint-Paul	92

Liste des figures

Figure 1 - Schéma d'une cellule de flottation	10
Figure 2 - Schéma d'une colonne de flottation	11
Figure 3 et 4 - Récupération en fonction de la taille des particules telle qu'obtenue par Miles <i>et al.</i> (1975)	24
Figure 5 et 6 -Récupération en fonction de la taille des particules telle qu'obtenue par Trahar (1981)	26
Figure 7 - Récupération en fonction de la taille des particules telle qu'obtenue par Trahar et al. (1997)	28
Figure 8 - Récupération en fonction de la taille des particules telle qu'obtenue par Espinoza-Gomez et al. (1988)	29
Figure 9 - Absorbance d'une solution de zinc en fonction de sa concentration	40
Figure 10 - Comparaison des résultats obtenus avec ceux retrouvés dans la littérature	62
Figure 11 - Comparaison des résultats obtenus avec ceux retrouvés dans la littérature	63
Figure 12 - Comparaison des résultats obtenus avec ceux retrouvés dans la littérature	63
Figure 13 - Comparaison des résultats obtenus avec ceux retrouvés dans la littérature	64
Figure 14 - Comparaison des résultats obtenus avec ceux retrouvés dans la littérature	66
Figure 15 - Efficacités moyennes (%) en fonction du débit d'entrée (mL/min), analyse Taguchi, (1988)	73
Figure 16 - Efficacités moyennes (%) en fonction de la concentration de collecteur (ppm), analyse Taguchi, (1988)	74
Figure 17 - Efficacités moyennes (%) en fonction de la concentration de moussant analyse Taguchi, (1988)	75
Figure 18 - Efficacités moyennes (%) en fonction du débit des gaz	78
Figure 19 - Efficacités moyennes (%) en fonction de la densité de la pulpe	80
Figure 20- Comparaison des données de littérature, expérimentales et après optimisation	83
Figure 21 - Comparaison des données de littérature, expérimentales et après optimisation	83
Figure 22- Comparaison des données de littérature, expérimentales et après optimisation	84



Chapitre 1

Introduction

1.1 Problématique

Bon nombre de découvertes technologiques sont attribuables à l'industrialisation connue à la fin du 19^e siècle. Cette expansion scientifique, en plus de modifier le rythme de vie de la population, a sérieusement altéré l'environnement. En effet, l'implantation des industries a eu comme conséquence l'anéantissement d'hectares de forêt et de verdure mais plus encore elle a instauré des changements significatifs au niveau de la composition de l'eau, de l'air et du sol.

La fabrication de produits de consommation et le traitement de matériaux de toute sorte impliquent nécessairement la présence de déchets nocifs (liquide, solide et gazeux). Comme l'époque industrielle définissait le début de l'ère de la science et de la technologie, les effets de ces rejets sur les écosystèmes et l'environnement étaient encore inconnus. Cette ignorance a résulté en un déversement des polluants dans l'eau, l'air et le sol induisant ainsi une pollution insoupçonnée jusqu'à tout récemment. La méconnaissance et les besoins de l'époque sont donc à l'origine d'une contamination importante faisant désormais partie du quotidien.

Deux types de contaminants peuvent être retrouvés dans les différents milieux : la contamination organique et la contamination inorganique. Les façons d'éliminer ces déchets diffèrent les unes des autres. Ayant des propriétés différentes, les composés ne réagissent pas de la même façon à un traitement. Il est donc important de bien connaître les contaminants en cause afin de choisir le mode de d'élimination approprié.

La contamination métallique des sols est le point de départ de cette recherche. Deux problèmes principaux sont associés à ce genre de pollution soit : la propagation relativement facile des contaminants et la difficulté de traitement.

Le déplacement des polluants dans le sol se fait en grande partie avec l'eau de ruissellement. Par les différentes dispersions retrouvées à ce niveau (latérale, horizontale et transversale) il est possible d'avoir migration des contaminants. De cette façon, d'autres milieux, tels l'eau souterraine, un lac à proximité ou encore un sol voisin peuvent être contaminés. Cette propagation s'applique pour tous les types de polluants mais elle est plus propices aux composés hydrophiles.

Lorsque la contamination du milieu est majoritairement métallique, un autre problème peut être observé : le drainage minier acide. Les diverses réactions d'oxydoréduction retrouvées avec des métaux sulfurés ont pour effet d'acidifier le milieu. Ainsi, il y a une plus grande dissolution des métaux du sol. À ce moment, une migration encore plus importante des ions peut avoir lieu et une étendue de la contamination peut alors être observée. Ceci, sans compter la diminution de pH, problématique pour un grand nombre d'organismes vivants.

Le deuxième problème soulevé par rapport à la contamination du sol se situe au niveau du traitement de ce dernier. En effet, comparativement à la décontamination de l'eau, celle du sol est légèrement plus complexe. L'eau ayant un écoulement continu, il est possible de placer une unité de traitement en un endroit précis de son parcours et ainsi la décontaminer.

Les principes sont quelques peu plus compliqués lorsqu'il est question du sol. Ce dernier étant immobile, la mise en place d'une station de traitement est inutile. Il est certes possible de mettre en place des murs de confinement mais cette méthode ne fait que limiter les dégâts. D'un autre côté, il existe des murs dits de traitement qui permettent de décontaminer l'eau souterraine s'écoulant dans le sol. Le procédé agit alors sur le fluide et non sur le solide lui-même.

Afin d'être décontaminé, le sol doit d'abord être excavé et ensuite traité. Cette étape peut être faite sur place (on site) ou dans un autre lieu (ex situ). Il est également possible d'agir directement sur le sol en place (*in situ*). Ces méthodes sont très souvent associées au confinement des contaminants et/ou au traitement des eaux qui circulent à l'intérieur de ce confinement.

Le traitement des sols excavés peut se faire de plusieurs façons. Il est question, entre autres, de traitement thermique, de séparation gravimétrique, de séparation magnétique et de séparation électrostatique. La première façon de procéder fait référence à l'élimination des huiles et graisses. En haussant la température du sol à un degré assez élevé (environ 800°C) l'ensemble des contaminants est volatilisé et le sol est ainsi décontaminé. La nature de ce solide est cependant quelque peu modifiée à la suite de ce traitement. En effet, il ne conserve pas sa texture originale, ce qui cause un problème d'utilisation subséquente.

Pour ce qui est des autres types de séparation, il est à noter que ceux-ci s'appliquent aux contaminants dits inorganiques (métaux). Les méthodes retrouvées à ce niveau sont dites procédés physico-mécaniques. À cet effet, il est possible de retrouver, pour le premier genre de séparation (gravimétrique), les procédés suivants : la liqueur dense, les spirales, les cyclones, la table à secousse, le concentrateur Nelson et le séparateur Mozley. Dans chaque cas, la décontamination se fait par l'élimination des contaminants en fonction de leur masse volumique. Il est donc important d'avoir une bonne caractérisation du milieu (densité, taille de particules...) afin de choisir la meilleure méthode. En ce qui a trait à la séparation magnétique, deux méthodes principales sont retrouvées. Il s'agit du convoyeur à tête magnétique et du séparateur humide à tambour. Encore une fois une connaissance pointue du sol est nécessaire, et ce, afin de savoir si le matériel à extraire est bien magnétique.

Le procédé électromagnétique repose sur l'utilisation d'un appareil appelé séparateur électrodynamique. Le fonctionnement de ce dernier est basé sur la différence de conductivité électrique des composés. De ce fait, cette technique ne s'applique qu'à une faible proportion de matériel. Une analyse détaillée du sol est donc nécessaire si ce

traitement est envisagé. La description de chacun de ces instruments est présentée dans le document de Gosselin *et al.*, (1990).

La technique de décontamination vérifiée dans le cadre de cette recherche se retrouve dans la classification donnée précédemment (physico-mécanique). Il s'agit de la flottation en colonne. L'avantage principal de cette méthode est qu'elle ne demande pas d'étude spécifique de la matrice. Elle nécessite seulement la connaissance de la forme sous laquelle se retrouve la contamination. Ainsi il est possible d'utiliser les réactifs appropriés et d'effectuer une bonne séparation.

La flottation en colonne est un procédé déjà bien connu en métallurgie, et ce, depuis les années 1960. Dans ce domaine la flottation est utilisée dans l'extraction de métaux provenant d'un minerai quelconque. Il est d'ailleurs reconnu que cette technique offre des rendements et une qualité de produit supérieurs à tout autre procédé d'extraction utilisé antérieurement.

Le problème soulevé avec la flottation et les autres techniques physico-mécaniques réside au niveau de la granulométrie des contaminants et du sol affecté. La pollution solide a ceci de particulier : les contaminants présents dans le sol sont, dans la plupart des cas, sous forme de particules de faible diamètre ($< 45 \mu\text{m}$). Dans certains cas, il arrive même qu'une forte proportion des contaminants se retrouve dans la fraction inférieure à $5 \mu\text{m}$. Les sédiments fins des zones portuaires sont un exemple de ce type de matériel.

Les méthodes de récupération applicables à ce genre de polluant sont peu nombreuses. En effet, la flottation de même que toutes les techniques citées précédemment, ont fait leurs preuves pour des particules de diamètre supérieur à $10 \mu\text{m}$. Ainsi, peu de données sont fournies pour celles en dessous de $5 \mu\text{m}$. En réalité, très peu de données scientifiques sont fournies à l'égard de ce type de matériel. C'est pourquoi il est nécessaire, si un bon degré de décontamination veut être atteint, de vérifier si une méthode physico-mécanique appropriée peut être applicable à cette matrice. Les buts généraux des manipulations entreprises étaient donc de :

- vérifier l'applicabilité du procédé de flottation ;

- déterminer le rendement de la méthode face à l'enlèvement des contaminants métalliques présents dans la phase fine des solides contaminés.

De manière abrégée, il est possible d'exprimer la problématique soulevée de la façon suivante : forte contamination des sols et absence d'une méthode de traitement adéquate pour les particules fines ($< 5 \mu\text{m}$).

1.2 Démarches suivies

Les manipulations effectuées pour déterminer l'applicabilité de la méthode ont été conduites exclusivement sur la colonne de flottation montée en laboratoire. Un résumé des principes influençant la flottation de même que les appareils s'y rapportant sont présentés au chapitre 2. La matrice utilisée pour ces expériences était composée de quartz et de sphalérite (ZnS). Ces constituants ont été choisis en fonction des deux points suivants :

- effectuer une comparaison avec les données de la littérature qui découlaient d'une matrice similaire (une revue de littérature concernant la récupération des particules fines est fournie au chapitre 2);
- minimiser l'influence de paramètres autres que ceux sélectionnés (granulométrie, débit d'entrée et des gaz, concentration de collecteur et de moussant, densité de la pulpe).

Il est à noter que le minerai a été broyé à la granulométrie voulue. Les mélanges formant la pulpe ont été effectués selon les proportions désirées de façon à obtenir 400 ppm de zinc. L'analyse découlant des essais réalisés a été effectuée par absorption atomique à flamme. Le procédé de fusion alcaline au peroxyde de sodium a été utilisé pour la dissolution des solides récupérés. Une analyse granulométrique a également été réalisée pour chaque taille de particules utilisée. La méthode expérimentale adoptée dans le cadre de cette étude est élaborée au chapitre 3.

Des essais généraux de flottation ont d'abord été réalisés (chapitre 4). Cette démarche avait pour but une familiarisation avec l'appareil et une fixation de certains.

Par la suite, des expériences portant sur des tailles de particules supérieures à 5 μm ont été conduites. Les diamètres en jeu à ce moment étaient les suivants : 20 μm , 13 μm et 3 μm . Après le traitement analytique de ces manipulations, les résultats obtenus ont été comparés et discutés à ceux retrouvés dans la littérature pour les cellules de flottation. Cette mise en commun allait permettre de déterminer laquelle de ces deux méthodes était la plus appropriée pour traiter ce genre de matériel. Une optimisation du procédé a ensuite été réalisée (chapitre 4). Celle-ci faisait référence aux solides dont la taille était inférieure à 5 μm .

1.3 Objectifs de la recherche

- Déterminer la récupération de particules de sphalérite par flottation en colonne pour les fractions granulométriques suivantes : 20 μm , 13 μm et 3 μm ;
- Comparer les données obtenues avec celles de la littérature pour les cellules de flottation.
- Optimiser la méthode de récupération de la sphalérite par flottation en colonne pour la fraction inférieure à 5 μm .

Chapitre 2

Revue de la littérature : Principes de séparation et données pertinentes au projet en cause

2.1 Principes de séparation

2.1.1 Principes de base

Plusieurs articles et documents ont servi à élaborer ce bref résumé portant sur les fondements de la flottation. Il s'agit d'écrits provenant de Finch et Dobby (1990-a), de Huang (1992), de Klassen et Mokrousov (1963), de Wills (1992), de Kelly et Spottishwood (1980). Des explications plus complètes que celles mentionnées au cours des pages suivantes sont présentées dans ces ouvrages.

Les principes régissant la flottation trouvent leur fondement au niveau de la chimie de surface. C'est la différence entre les propriétés superficielles des composés qui permet ou non la séparation des particules par cette méthode.

Les composés chimiques diffèrent les uns des autres de par leurs caractéristiques physiques et chimiques. Ces propriétés deviennent encore plus importantes lorsqu'une diminution de taille est prise en considération. En effet, la réduction du diamètre d'une particule a comme conséquence une hausse du rapport surface/volume de cette dernière. Par le fait même, l'énergie de surface est augmentée ce qui signifie que le matériel est beaucoup plus réactif. Il cherchera donc à se combiner ou à réagir afin d'abaisser cette énergie et ainsi devenir plus stable.

L'hydrophobicité des matériaux constitue la base de cette méthode de séparation. En effet, cette technique vise à séparer les substances en tenant compte

de leur différence d'hydrophobicité. Une substance ayant une grande affinité pour l'eau (hydrophile) est attirée par cette dernière alors qu'une substance ayant une faible affinité pour l'eau (hydrophobe) a tendance à s'associer à un composé ou un médium correspondant davantage à ses propriétés. La circulation d'un courant d'air, à l'intérieur d'un milieu aqueux comportant ces deux types de particules, permet à celles plus hydrophobes de se lier aux bulles et ainsi d'être transportées et récupérées au sommet du contenant (colonne ou cellule). Cette liaison entre les phases (solide-air) est possible en raison des différentes collisions qui ont lieu entre les deux.

C'est ce phénomène qui se produit dans le cas de l'extraction d'un minerai de la gangue d'où il provient. Le courant d'air dirigé dans la pulpe (mélange eau-minerai) permet aux particules de minerai de se fixer aux bulles grâce aux contacts avec ces dernières. Pour ce qui est de la matrice, plus attirée par l'eau, elle ne sera pas retenue. Les solides hydrophobes suivent donc le courant ascendant (bulles d'air) et la gangue hydrophile le courant descendant (eau). Une séparation est alors créée.

Il est possible, lorsque l'hydrophobicité des constituants est similaire, d'ajouter certains réactifs qui vont permettre d'induire une plus grande différence. Ces additifs sont les activants (collecteurs, ...) et les dépresseurs. Ces composés permettent, dans un premier temps, d'augmenter l'hydrophobicité d'un composé et, dans un second temps, de la diminuer. Dans l'ordre, ces substances favorisent et inhibent la flottabilité. Il s'agit en fait de molécules hétéropolaires qui agissent à la surface des particules. Dans le cas du collecteur, la partie hydrophile de la molécule est attirée par la surface faiblement chargée du solide. Si le choix du réactif est approprié, un lien sera créé entre les deux entités (solide et partie hydrophile de la molécule) laissant la seconde section, hydrophobe, libre d'entrer en collision avec les bulles d'air générées par le système. De cette façon, la flottation est favorisée.

En ce qui a trait aux dépresseurs, c'est le processus inverse qui s'applique. La réaction, ou l'adsorption, ayant lieu à la surface de la particule est telle que l'hydrophobicité du solide est diminuée. Une baisse de la flottabilité est alors

marquée. Il est à noter qu'il existe des additifs spécifiques pour chaque classe de composés. Selon la nature du minerai à extraire (sulfure, sulfate, oxyde...), il y a référence à un additif spécifique : neutre, anionique ou cationique.

Les agents tensioactifs, ou moussants, sont également au nombre des réactifs qu'il est possible d'ajouter au mélange à traiter. Dans ce cas, il est question de molécules hétéropolaires agissant à l'interface eau-air. Cet additif a pour fonction première de diminuer la tension superficielle de l'eau et assurer ainsi un moussage plus facile. Un impact de cette addition est notable au niveau des trois points suivants : la stabilité de la mousse, la rigidité et le nombre de bulles d'air formées. Dans chacun des cas une augmentation est appréciable. L'explication du phénomène réside dans le mode d'action du tensioactif. En effet, ce réactif se positionne en monocouche à la surface de l'eau. Ainsi, lorsque le courant d'air traverse cette interface chaque bulle s'enrobe d'une couche de tensioactif. Le rôle de ce recouvrement est d'assurer une plus grande rigidité de la bulle. De ce fait, chacune d'entre elles est stabilisée et un nombre plus important peut être créé. Une plus grande quantité de mousse est ainsi observée.

2.1.2 Cellule vs colonne

Cette section se veut comme une brève introduction aux appareils de flottation, et ce, afin de faciliter la compréhension des points subséquents.

2.1.2.1 La cellule de flottation

La figure 1 représente une cellule de flottation. Cet instrument est composé de deux parties principales : la cellule et la turbine. L'introduction de la pulpe, dans l'appareil peut être réalisée de deux façons : en continu ou en fournée (une fois unique).

L'ensemble du procédé de flottation dépend de la turbine. En effet, cette section de l'appareil a pour fonction de générer les bulles d'air et d'instaurer un

mouvement de brassage dans la cellule. Elle assure donc la promotion des collisions de même que l'homogénéité de la pulpe.

Suite à l'ajout des réactifs appropriés, une mousse est formée à la surface de la pulpe, et ce, en raison de l'air traversant le milieu. Le débordement de la mousse se fait par le haut de la cellule (écumeur). Le concentré alors recueilli est constitué de particules adhérentes aux bulles de même que de particules entraînées par le courant ascendant. Le reste du matériel, non traité, demeure en suspension dans la cellule et retourne dans le fond de celle-ci une fois le brassage arrêté. Le temps de traitement est fonction de différents paramètres discutés en détail dans Wills (1992).

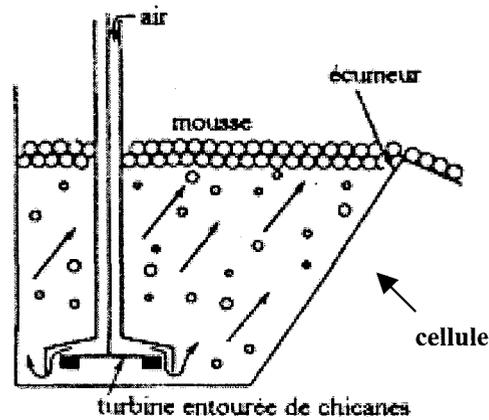


Figure 1 – Schéma d'une cellule de flottation

2.1.2.2 La colonne de flottation

Une illustration du montage ayant servi à effectuer les essais de flottation est présentée à la figure 2.

Cet appareil se divise en quatre parties :

- l'entrée;
- la sortie;
- le générateur de gaz;
- le concentré.

Dans ce cas, l'introduction de la pulpe se fait de façon continue. Par le fait même, un écoulement constant est nécessaire à la sortie afin d'assurer la circulation du matériel. C'est pour cette raison que les vitesses d'entrée et de sortie sont très importantes pour la réussite de la flottation. Ces dernières déterminent en fait le temps de résidence de la pulpe dans la colonne. Un temps plus ou moins long permet de favoriser, ou non, la séparation. Le réglage de ces débits est donc un point très important de la séparation.

Le générateur de gaz, pour sa part, est constitué d'un filtre alimenté par un réseau de gaz quelconque. Comme il est situé à la base de la colonne, ce mécanisme assure un plus grand nombre de collisions. Le matériel utilisé pour la fabrication de ce filtre influence le diamètre des bulles générées. Ainsi, il peut être adapté en fonction des solides à flotter.

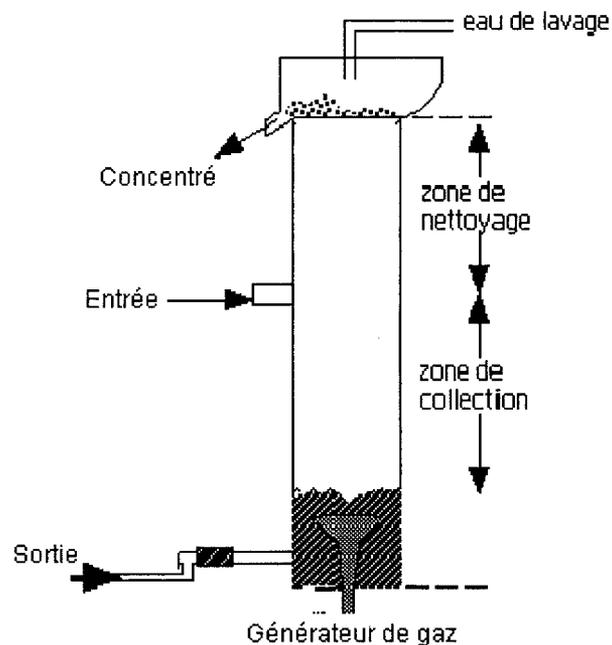


Figure 2 – Schéma d'une colonne de flottation

La section de la colonne appelée concentré est l'endroit où l'on retrouve l'eau de lavage. L'ajout de l'eau de lavage a pour fonction première de laver la mousse afin de la débarrasser des particules entraînées (non adsorbées) dans le sillon des bulles

d'air. Une meilleure pureté du concentré est alors obtenue. Une seconde fonction, ayant trait à la stabilité de la mousse, peut être associée à ce processus. En réalité, l'ajout de l'eau de lavage a un effet stabilisateur sur celle-ci. Ceci assure donc une efficacité accrue du procédé. Un détail de ces phénomènes est fourni au point 2.1.3.2.4.

Les principales différences entre la cellule et la colonne de flottation se retrouvent, d'une part, au niveau de la récupération et, d'autre part, au niveau de la qualité du concentré. En effet, un meilleur enlèvement et une plus grande pureté sont notés au niveau de la colonne, et ce, en raison des trois points suivants :

- l'ajout de l'eau de lavage minimise l'entraînement des particules parasites dans le concentré;
- l'absence, dans la colonne, d'agitation mécanique de la pulpe restreint la force de contact bulle-solide et, par le fait même, limite le décrochage des particules à la surface des bulles;
- la hauteur plus importante de la colonne qui favorise un plus grand nombre de collisions.

Il est à noter que les travaux entrepris pour cette recherche sont basés sur des essais en colonne. Ce document traite donc des expériences en colonne plutôt que de celles en cellule.

2.1.3 Facteurs affectant la flottation

La flottation est une technique de séparation dont le rendement est influencé par plusieurs paramètres. Voici une liste de quelques-uns d'entre eux :

- | | |
|--|---|
| • taille des particules (fines et grossières); | • débits de toute sorte (entrée, gaz, eau de lavage); |
| • le collecteur (type et concentration); | • le tensioactif (type et concentration); |
| • brassage de la pulpe (temps de réaction); | • pH de la solution; |
| • densité de la pulpe. | |

Il est important de noter que ces facteurs sont tous reliés entre eux, de près ou de loin.

2.1.3.1 Taille des particules

Pour que la méthode ait un rendement optimal il est préférable de procéder à la séparation de particules dont la taille varie entre 10 et 100 μm (Klassen et Mokrousov, (1963). Au-dessus et en dessous de ces limites la flottation est plus laborieuse et plus complexe. Ce phénomène est attribuable aux propriétés physiques et chimiques des particules.

La difficulté retrouvée au niveau des tailles inférieures provient, dans un premier temps, du diamètre des solides lui-même et, dans un deuxième temps, des énergies qui leur sont associées (surface et cinétique). La faible dimension des particules représente un problème important puisqu'elle diminue la probabilité de collisions entre les solides et les bulles. Moins de collisions implique moins de chance, pour les particules, d'être retenue par la bulle et, par le fait même, diminution de la séparation.

L'énergie de mouvement (énergie cinétique) de ces solides joue un rôle important sur le rendement de la flottation. Le déplacement rapide des particules dans l'appareil fait en sorte qu'au moment de la collision, le temps de contact entre la bulle d'air et la particule est très faible. Ceci signifie donc que le lien à établir entre les deux doit se faire rapidement si une certaine efficacité est visée.

L'énergie de surface des petites particules représente également un problème. En effet, comme les particules fines sont très réactives elles ont tendance à consommer beaucoup de réactifs. De ce fait, la concentration restant à la disposition des solides de taille supérieure est moins importante. Il y a moins d'adsorption et donc moins de flottation.

Les particules de taille supérieure à 100 μm flottent peu, et ce, en raison de leur masse élevée. Étant plus lourds ces solides nécessitent la présence de bulles

robustes capable de supporter leur poids. Comme elles sont d'un naturel fragile et peu enclines à tolérer une masse de cette envergure elles supportent difficilement les particules de diamètre élevé.

Il est possible cependant que la collision entre la bulle et la particule soit efficace et que la particule demeure attachée. Le lien établi à ce moment est très fragile et des collisions subséquentes peuvent facilement le briser. Conséquemment, un retour des particules, dans l'appareil de flottation, est observé d'où une diminution de la flottation.

Afin de contrer ce problème il est possible d'adapter la grosseur des bulles de même que la dilution de la pulpe à la taille en cause. En effet, dans le cas des fines, il est préférable d'utiliser de très petites bulles et une pulpe très dense. Ainsi, les énergies de surface et de mouvement des deux entités sont similaires ce qui favorise l'adhésion. De plus, la plus grande quantité de solides par volume de pulpe permet d'augmenter le nombre de collisions. La flottation est alors favorisée.

En ce qui a trait aux particules grossières l'inverse est à observer c'est à dire utiliser de grosses bulles et une faible densité de pulpe. Les bulles formées étant plus volumineuses, donc plus stables, sont plus aptes à soutenir un poids important. De l'autre côté, la faible densité favorise une arrivée graduelle des particules à séparer. Ainsi, un plus grand ratio bulle/particule est observé. Une plus grande probabilité de collisions efficaces est à prévoir, de là une amélioration de la flottation.

2.1.3.2 Les débits

2.1.3.2.1 Débit de gaz

L'influence de ce paramètre sur l'efficacité de la flottation est très importante. Il est en effet possible d'observer un impact direct du débit des gaz sur la profondeur de la mousse, sur le nombre et sur la grosseur des bulles de même que sur la pureté du

concentré recueilli. Dans chacun des cas la variation est dans le même sens que la modification du débit. D'une part, une augmentation de ce facteur amène une plus grande profondeur de la mousse puisque la quantité d'air dans le système est plus importante. De ceci, une meilleure efficacité de lavage et une pureté plus élevée du concentré sont observées. Cette hausse amène également un accroissement du nombre de collisions, et ce, en raison de la quantité et de la taille importante des bulles produites. Le volume important d'air dans le système amène une formation plus grande de bulles de diamètre élevé. Une modification de ce paramètre permet donc de rencontrer les exigences relative à la matrice à traiter.

L'impact du débit des gaz ce fait aussi sentir sur la quantité de collecteur requise. En effet, plus la vitesse est rapide plus la quantité de collecteur nécessaire est faible. Cette relation est attribuable aux contacts bulle-particule beaucoup plus fréquents à débit élevé. Ainsi, la probabilité de collisions efficaces est augmentée et la concentration de collecteur nécessaire est moindre.

Une augmentation trop importante du débit des gaz peut cependant avoir un impact contraire à ce qui a été décrit précédemment. À partir d'une certaine valeur, typique aux conditions en place, le diamètre des bulles générées n'est plus uniforme et le système passe à ce qui est appelé l'écoulement turbulent (*turbulent flow*) (Finch et Dobby (1990-a)). Cet état est caractérisé par une fluctuation importante du niveau de la mousse. Le brassage induit cause un décrochage des particules présentes à la surface des bulles et un retour de celles-ci dans la zone de collection. La flottation est alors inefficace. Avant cette valeur critique, le régime est caractérisé de « *bubbly flow* » (Finch et Bobby (1990-a)). À ce point, les bulles sont de taille et de vitesse constantes ce qui crée un environnement favorable à la séparation.

2.1.3.2.2 Débit d'entrée

Ce débit influence la pureté du concentré tout en limitant la masse totale récupérée. La relation entre ces deux paramètres est directement proportionnelle c'est-à-dire qu'une majoration du débit améliore la teneur du concentré. Ce phénomène est attribuable au fait que plus le matériel entre rapidement dans la colonne, ou dans la

cellule, plus les bulles d'air seaturent vite en particules hydrophobes. Elles sont alors incapables d'en fixer davantage. Il est question de surcharge de la mousse. Dans ce contexte, le reste du matériel qui pourrait être flotté retourne au bas du récipient par manque de collisions efficaces. Ceci résulte en une diminution de l'efficacité du procédé et en une augmentation de la pureté du concentré recueilli. Un débit intermédiaire doit donc être utilisé.

2.1.3.2.3 Débit de sortie

Le débit de sortie influence la vitesse de circulation de la pulpe dans la colonne. C'est pourquoi ce paramètre constitue un point important du processus de flottation en colonne. En fait, il coordonne en grande partie l'efficacité de la séparation.

Dans chaque cas, le débit de sortie doit être équivalent à la somme des débits d'entrée et d'eau de lavage. Si tel n'est pas le cas, il y aura vidange de la colonne (vitesse de sortie supérieure) ou transbordement de cette dernière par la section supérieure de l'appareil (vitesse de sortie inférieure). Une récupération moindre sera alors observée.

2.1.3.2.4 Débit de l'eau de lavage

L'impact de ce paramètre se retrouve en deux points du processus : sur la pureté du concentré de même que sur la stabilité de la mousse. Comme son nom l'indique cet ajout sert, entre autre, au lavage des particules montant dans le système. Une augmentation de ce débit permet donc un retour, dans la zone de collection, des particules entraînées (non fixées) dans la mousse. Une meilleure pureté du concentré de flottation est alors atteinte.

Un effet similaire est observable au niveau de la stabilité de la mousse. L'arrivée d'eau, à l'interface eau-air, permet une formation plus facile des bulles. Cette aisance confère de la stabilité à la mousse d'où une meilleure séparation. Par contre, si ce débit est trop élevé il aura pour effet de briser la mousse formée. Une efficacité moindre est alors observable puisque l'effondrement de la mousse a pour effet de

retourner l'ensemble des particules (hydrophiles et hydrophobes) dans la zone de collection, d'où une diminution de la récupération.

2.1.3.3 Collecteur (type et concentration)

L'influence de ce paramètre, en type ou en concentration, se remarque sur la flottation proprement dite. En effet, le collecteur utilisé a un impact direct sur la séparation. Lorsque le composé ajouté à la pulpe n'est pas spécifique au milieu en cause, l'adsorption sur les particules n'est pas optimale (mauvaise liaison de surface). À ce moment, le rendement de la flottation est réduit. Par contre l'ajout d'un additif approprié aux solides favorise une meilleure réaction superficielle et donc un plus grand enlèvement du minerai de la matrice.

Point important, le choix de la nature de ce réactif doit être tel que son action n'interfère pas avec celle du moussant. Étant de même nature (hétéropolaire) il est possible qu'une molécule agisse à la place d'une autre. À cet égard, des essais préliminaires sont à privilégier afin de s'assurer qu'il n'y ait aucune influence réciproque.

La concentration utilisée a également un impact important sur le processus. En réalité, il existe, pour chaque condition expérimentale, une concentration optimale en collecteur. En dessous et au-dessus de cette teneur la flottation diminue. Dans les faits, une teneur inférieure à celle requise a pour conséquence de ne pas rendre la surface des particules suffisamment hydrophobe pour flotter efficacement. À l'opposé, une concentration trop importante diminue la séparation en raison des trois phénomènes suivants (Huang, (1992)) :

- une diminution de la taille des bulles d'air jusqu'à ce qu'elles ne puissent plus soulever de particules;
- une orientation des molécules (seconde monocouche) de façon à reformer une barrière hydrophile;
- la création de micelles, la bulle d'air est emprisonnée par les molécules de collecteur ce qui réduit la quantité de collecteur pour le reste des particules.

D'autres essais sont, ici aussi, à effectuer afin de déterminer la teneur qui assure un meilleur rendement.

2.1.3.4 Tensioactif (type et concentration)

La stabilité de la mousse dépend en grande partie du tensioactif utilisé. En effet, selon les conditions en place, un moussant sera plus efficace qu'un autre amenant ainsi une stabilité plus ou moins grande de la mousse. Comme la qualité de cette zone (émulsion) est très importante pour le bon fonctionnement de la flottation il est nécessaire de faire un choix judicieux. Cette décision est d'autant plus importante que le tensioactif doit limiter les interactions avec le collecteur. Le choix doit donc être pris de façon à ce que chaque réactif joue son rôle.

Du point de vue de l'efficacité de flottation il est préférable d'utiliser un composé ayant une longue chaîne aliphatique. Ce réactif étant plus hydrophobe, il aura pour effet de créer des bulles plus résistantes et plus stables. La stabilité des bulles aura aussi pour effet d'augmenter la profondeur de la mousse. Ce phénomène favorise un meilleur lavage et une plus grande pureté du concentré.

En ce qui concerne l'impact de la concentration utilisée, il est question, comme au point précédent, de concentration optimale. En effet, une teneur trop élevée en tensioactif provoque la formation de micelles qui ont pour effet de déstabiliser la mousse et de diminuer l'efficacité de la flottation. À l'opposé, une faible teneur entraîne la génération de bulles fragiles et instables n'ayant pas la capacité de soutenir le poids des particules. Elles limitent donc de beaucoup la flottation.

La quantité de moussant ajoutée à la pulpe influence également la taille des bulles. À cet égard, une grande quantité de moussant provoque la formation de petites bulles alors qu'une faible quantité génère des bulles plus grosses. De ce fait, il est possible de modifier ce paramètre en fonction de la matrice à traiter (taille des particules).

2.1.3.5 Brassage de la pulpe (temps de réaction)

Le brassage de la pulpe est une étape importante de la flottation puisqu'elle permet de maintenir les particules en suspension, d'homogénéiser le mélange et de laisser les réactifs faire leur action. Dans certains cas, ce mouvement permet même de déloger les particules ou les substances adsorbées à la surface des solides afin qu'elles soient désorbées et éliminées de la pulpe. C'est donc dire que plus le temps alloué à cette étape est long meilleure est la séparation qui s'ensuit puisque les différentes réactions auront le temps de se produire.

2.1.3.6 pH de la solution

Le pH du mélange solide-liquide a un impact non-négligeable sur la conclusion du processus. En effet, la surface de certaines particules, de même que certains réactifs ajoutés au mélange, sont grandement influencés par le pH. Dès lors, si ce paramètre n'est pas ajusté à la valeur optimale, les additifs ne seront pas aussi efficaces que prévu et une diminution de potentiel flottable de la matière sera observée.

2.1.3.7 Densité de la pulpe

Comme il a été décrit au point 2.1.3.1 la densité de la pulpe influence le rendement de la flottation surtout lorsqu'il est question de particules de taille extrême (petite et grande). De ce fait, une modification de ce paramètre doit avoir comme but premier de promouvoir les collisions et d'améliorer la séparation. Il est donc important de connaître la granulométrie de l'échantillon à traiter afin d'utiliser la densité adéquate.

2.1.4 Nomenclature relative aux colonnes

Plusieurs termes sont utilisés spécifiquement en flottation. Afin de rendre la lecture de ce document plus facile une liste a été dressé avec les symboles associés.

εg (gas hold up) : fraction volumique, de liquide, déplacée par le gaz

fraction de gaz compris dans le mélange gaz-liquide ou gaz-pulpe

Q_i : vitesse volumique du médium (donné par le débit des pompes (mL/s ou mL/min))

g : gaz ww : eau de lavage t : sortie b : biais

J_i : vitesse superficielle du médium (Q_i / surface de la colonne)

g : gaz w : eau

Sortie : partie récupérée au bas de la colonne, rejet traité de la colonne

Concentré : partie récupérée au sommet de la colonne, concentré de la flottation

Zone de lavage : partie formée de la mousse

Zone de collection : partie formée de la pulpe

Pulpe : mélange utilisé au départ, mélange qui entre dans l'appareil de flottation

Enlèvement : $\frac{\text{Concentration à l'entrée} - \text{Concentration à la sortie}}{\text{Concentration à l'entrée}} \times 100$

À quelques reprises, le synonyme récupération sera utilisé pour désigner l'enlèvement

Fraction massique : $\frac{\text{Masse récupérée à la sortie}}{\text{Masse au concentré} + \text{Masse à la sortie}}$

Efficacité : $\frac{\text{Fraction massique} - [\text{Fraction massique} \times \text{concentration à la sortie}]}{\text{Concentration à l'entrée}}$
(tel que défini ci-dessus)

Concentration de solide dans la pulpe : $\frac{\text{masse, en gramme, de solide}}{\text{masse, en gramme, d'eau}} \times 100$

Ce paramètre est exprimé, dans ce texte, selon le vocable densité de la pulpe

Bilan de masse : $\frac{\text{masse de contaminant (concentré)} + \text{masse de contaminant (sortie)}}{\text{masse de contaminant entrée dans la colonne}}$

ppm : unité de concentration qui fait référence, selon le cas, à des mg/L lorsqu'il est question d'un liquide) ou des mg/kg dans le cas des solides

2.2 Revue de la littérature pertinente au projet en cause

Plusieurs travaux, ayant trait en grande partie à la flottation en cellule, ont été réalisés sur des particules fines ($< 5\mu\text{m}$). De l'ensemble de cette littérature, trois articles ont été retenus comme étant plus spécifiques au sujet de recherche en cause. Il est question des articles de Miles *et al.* (1975), de Trahar (1981), et de Trahar *et al.* (1997). Ces textes ont été utilisés à des fins de comparaison aux travaux réalisés dans le présent projet. Un quatrième article (Espinoza-Gomez *et al.* (1988-a)), établissant un lien entre les cellules et les colonnes, a également été examiné en détail.

Les conclusions présentées dans ces articles ont été utilisées avec certaines restrictions, et ce, en raison de l'absence de données se reliant au bilan de masse. Cette lacune, de la part des auteurs, laisse planer certaines interrogations au sujet des données fournies sur l'enlèvement. En effet, si la masse recueillie au concentré correspond à 50 % de la masse entrée dans le système il est impossible de parler d'une bonne efficacité du procédé. Par contre, si ce pourcentage est de 1 % alors les résultats deviennent beaucoup plus intéressants. Cette donnée étant manquante il est plus difficile de juger de l'efficacité de la récupération.

2.2.1 Effets de la granulométrie sur la flottation en cellule de la sphalérite

Cette section vise à présenter les différentes études qui ont été faites antérieurement sur la flottation des particules fines. Elle veut également mettre en place les données de comparaison qui seront utilisées pour vérifier l'efficacité des colonnes.

2.2.1.1 Miles *et al.*, (1975)

Cet article présente l'effet de certains réactifs sur la flottation de la sphalérite. À cette fin, différentes conditions expérimentales ont été mises en place par les auteurs. Il est question d'essais sans et avec collecteur de même que d'essais avec collecteur et activant.

Le matériel utilisé lors des expériences était une matrice synthétique composée de quartz (SiO_2) et de sphalérite (ZnS) de grande pureté. Pour ce qui est des réactifs employés, les auteurs ont choisi l'aéfroth 65 comme moussant, le KetX (potassium éthyl xanthane) comme collecteur et le sulfate de cuivre comme activant. Ce dernier réactif a été utilisé pour modifier la surface du sulfure de zinc de façon à faciliter sa réaction avec le collecteur. Le tableau 1 présente les différents paramètres établis pour ces essais.

Tableau 1- Conditions expérimentales mises en place par Miles *et al.* (1975)
(taille des particules; 4-147 μm)

Pourcentage solide %	Concentration de collecteur ppm	Concentration de moussant ppm	pH	Concentration de CuSO_4 ppm	Temps de conditionnement minutes
50	50	-	7-8	50	30

Les résultats obtenus suite aux expériences sont regroupés dans les figures ci-après. Comme il a été mentionné au paragraphe précédent, les expériences effectuées pour cette étude étaient de trois types. Dans un premier temps, des essais sans réactifs spécifiques, autre que le moussant, ont été réalisés. Les résultats obtenus (figure 3) démontrent que l'efficacité de la flottation est optimale lorsque les solides atteignent un diamètre de 10 μm . À ceci vient s'ajouter une faible récupération, et ce, quelque soit la taille des particules considérées. Ces caractéristiques ont permis aux auteurs de conclure que la flottation spontanée de la sphalérite n'était pas très importante.

Ensuite, des essais ont été réalisés avec l'ajout de collecteur (figure 3) et avec l'ajout de collecteur et de sulfate de cuivre (figure 4). L'impact de ces réactifs sur la flottation est clairement démontré sur ces graphiques. En effet, ces additifs modifient de façon importante les résultats obtenus lors des expériences sans réactifs.

Ces changements se remarquent en deux points distincts soit au niveau de la récupération et au niveau de l'étendue du domaine flottable. En termes de chiffres, il

est question d'une récupération passant, au fil des additions, de 10 % (sans réactifs) à 42 % (avec collecteur) à 95 % (avec collecteur et sulfate de cuivre). Cette amélioration importante démontre bien qu'une plus grande hydrophobicité des particules, par l'ajout de réactifs, améliore la flottation. En ce qui concerne l'effet de ces additifs sur la flottabilité des particules un agrandissement du domaine flottable est observable. Certaines particules grossières, de même que certaines particules fines, flottent davantage avec la présence de ces composés. Dès lors, le diamètre optimal n'est plus restreint de 10 à 15 μm .

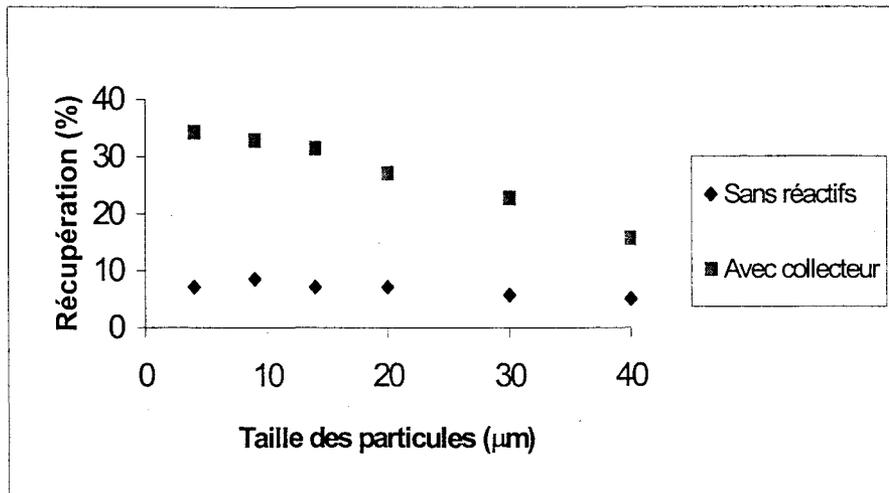


Figure 3 - Récupération en fonction de la taille des particules telle qu'obtenue par Miles *et al.* (1975) – flottation sans réactif et avec collecteur

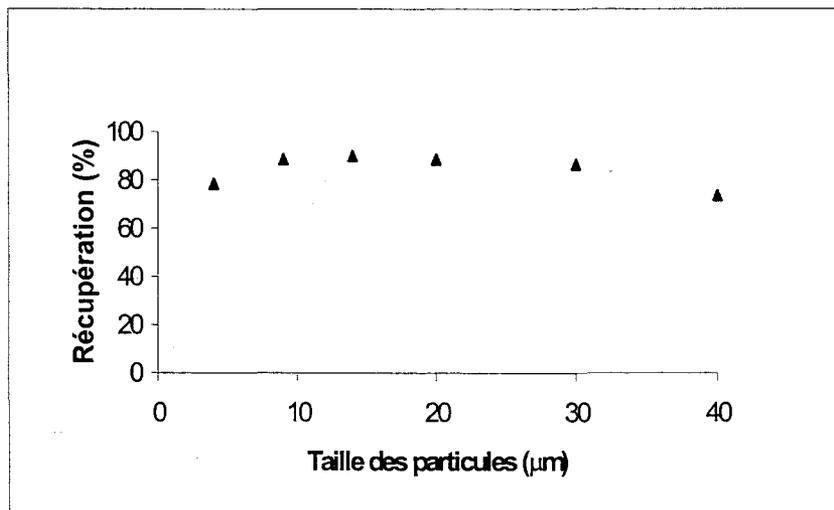


Figure 4 - Récupération en fonction de la taille des particules telle qu'obtenue par Miles *et al.* (1975) – flottation avec collecteur et sulfate de cuivre

En plus de prouver l'influence des réactifs sur la flottabilité des particules, les tracés démontrent à quelles tailles se rapporte l'action des additifs. En effet, la présence de collecteur n'influence pas l'allure générale de la courbe de récupération. Une augmentation de l'enlèvement est appréciable quel que soient les tailles des particules considérées. Ceci signifie donc que le collecteur agit de façon globale sur l'ensemble des solides et non sur un groupe spécifique.

L'aspect du tracé est cependant modifié lorsque le sulfate de cuivre est ajouté au système. Contrairement aux courbes de la figure 3, dans lesquelles la flottabilité des particules varie, celle de la figure 4 démontre un faible écart d'une taille à l'autre. Cette différence se remarque principalement par une récupération quasi identique pour toutes les tailles de particule. Les auteurs expliquent ce phénomène par une action privilégiée du sulfate de cuivre sur les particules ayant une vitesse de flottation plus élevée.

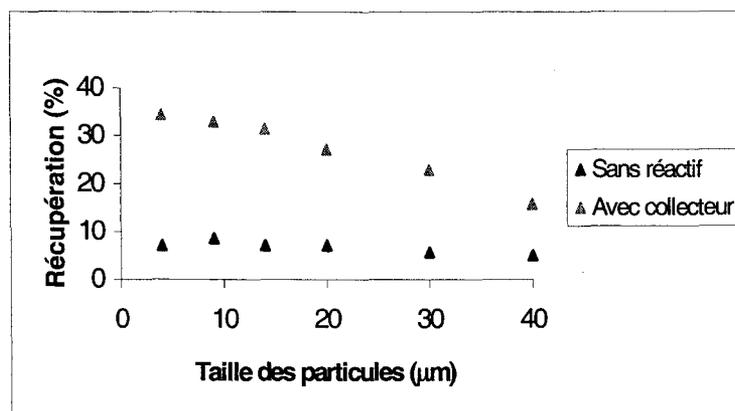
En résumé, les points importants à retenir de cet article sont les suivants :

- récupération de 10 % sans collecteur, 42 % avec collecteur et 95 % avec collecteur et sulfate de cuivre;
- maximum de flottation à 10 μm sans collecteur et à 20 μm avec collecteur et sulfate de cuivre;
- la flottation est de beaucoup améliorée par la présence de collecteur;
- la présence de sulfate de cuivre favorise la flottation des particules.

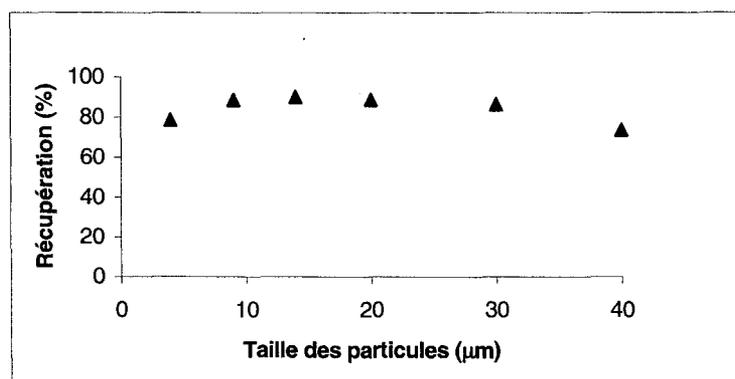
2.2.1.2 Trahar (1981)

Les essais réalisés dans cette étude sont identiques à ceux évoqués au point précédent. Une fois de plus, la matrice utilisée était synthétique. La granulométrie de cette dernière s'étendait de 5 μm à 100 μm . Les réactifs employés étaient également les mêmes à l'exception du moussant qui était, dans ce cas, le PPG 400 (polypropylène glycol de masse moléculaire 400). Contrairement à l'article mentionné au point 2.2.1.1, les auteurs ont négligé de fournir les conditions expérimentales de

leurs essais. Ils ont cependant précisé qu'il s'agissait des conditions optimales. Leurs résultats sont représentés aux figures 5 et 6.



Figures 5 - Récupération en fonction de la taille des particules telle qu'obtenue par Trahar (1981) – flottation sans réactif et avec collecteur



Figures 6 - Récupération en fonction de la taille des particules telle qu'obtenue par Trahar (1981) – flottation avec collecteur et sulfate de cuivre

Ces tracés ont été comparés à ceux de Miles. Plusieurs similitudes ont pu y être retrouvées. Ces rapprochements concernent plus particulièrement l'influence des additifs sur la flottabilité des particules, et ce, en fonction de la granulométrie. À cet effet, les conclusions tirées de cette analyse sont les mêmes que celles énumérées antérieurement soit :

- le collecteur agit sur l'ensemble des particules;

- l'allure générale de la courbe de récupération en fonction de la taille des particules n'est pas modifiée par l'ajout de collecteur mais change quelque peu en présence de sulfate de cuivre;
- dans le cas spécifique des essais avec collecteur. les particules de 10 à 15 μm offrent un maximum de flottabilité (35 % de récupération);
- l'ajout d'un activant favorise davantage la flottation des particules de 30 μm .

2.2.1.3 Trahar *et al.* (1997)

Cet article fait état de l'activation de la sphalérite par le nitrate de plomb. Il est à noter cependant que pour ce qui est des résultats énumérés ici aucune activation n'a été effectuée sur le minerai. La matrice utilisée était, comme dans les cas précédents, une matrice artificielle composée de sphalérite et de quartz. Les réactifs utilisés étaient le KAX (potassium amyl xanthate) comme collecteur et le Cyanamid A65 (polypropylène glycol, tensioactif de même type que le PPG 400) comme moussant. Les conditions expérimentales mises en place sont les suivantes :

Tableau 2- Conditions expérimentales mises en place par Trahar *et al.* (1997)

Taille des particules μm	Pourcentage solide %	Concentration de collecteur ppm	Concentration de NaCN ppm	pH	Temps de conditionnement minutes
2-95	50	90	200	12	14

Les résultats obtenus ont été portés en graphique (figure 7).

La comparaison de cette courbe avec celles présentées antérieurement a permis de déceler une différence importante. En effet, contrairement aux articles précédents qui faisaient état d'une gamme de particules flottables, le tracé de la figure 7 présente une taille spécifique de particules favorables à la flottation. Il est question, dans ce cas-ci, de solides de taille approximative à 20 μm comparativement à 10 μm dans les autres textes. Le pourcentage d'enlèvement est cependant identique à ceux retrouvés

dans les articles précédents. En effet des valeurs variant de 40 % à 70 % sont obtenues par Trahar *et al.*, (1997).

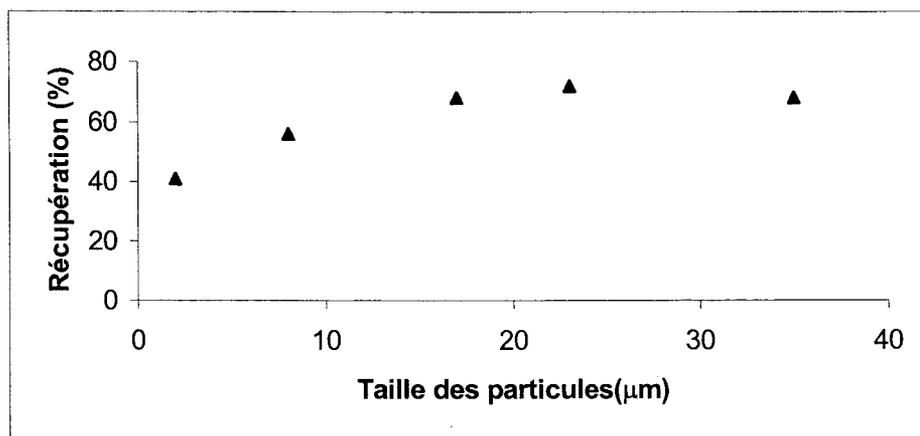


Figure 7 – Récupération en fonction de la taille des particules telle qu’obtenue par Trahar *et al.* (1997)

2.2.2 Flottation en colonne de particules fines

2.2.2.1 Espinoza-Gomez *et al.* (1988-a)

À l’opposé des articles précédents, celui-ci fait état d’essais utilisant une matrice réelle.

Le matériel utilisé dans le cadre de cette expérimentation était un minerai provenant du Mount Isa Mines Ltd, Australie. Aucune condition de traitement n’a été fournie dans ce texte mise à part l’éventail de tailles de particules qui s’étendait de 8 µm à 23 µm. Les conditions relatives à l’utilisation de la colonne ont cependant été données, elles sont décrites au tableau 3. Les résultats obtenus, suite aux différents essais, sont présentés à la figure 8.

Tableau 3- Conditions expérimentales mises en place par Espinoza-Gomez *et al.* (1988)

Dimension de la colonne cm	Diamètre des particules μm	J_g cm/s	J_B cm/s	J_{ww} cm/s	J_t cm/s	Temps de résidence min	Profondeur de la mousse cm
5 x 1035	9-23	0,8-3,2	-0,1-0,9	0,4-1,0	0,5-2,2	6-66	80-150

Jx : Voir définition à la section 2.1.4

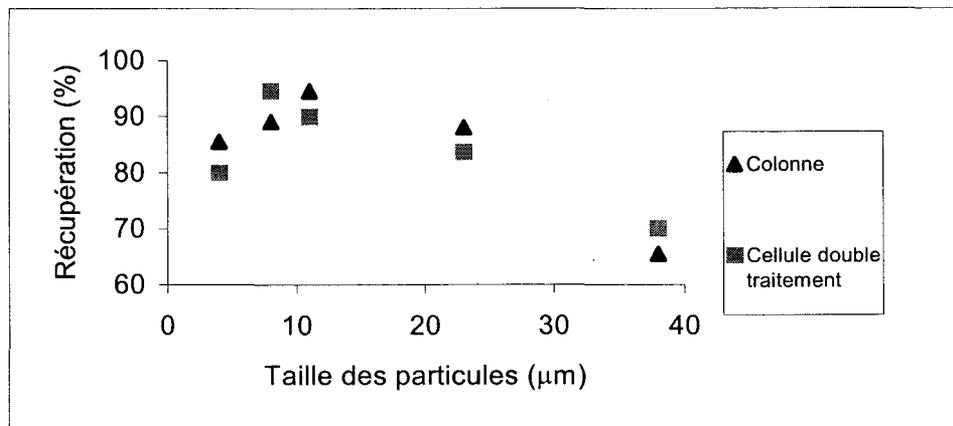


Figure 8 – Récupération en fonction de la taille des particules telle qu’obtenue par Espinoza-Gomez *et al.* (1988-a)

Ces courbes démontrent une récupération plus importante des colonnes face aux cellules. En effet, le traitement en cellule doit être répété à deux reprises si un enlèvement similaire veut être atteint. De ce fait, une plus grande efficacité peut être associée aux colonnes. Les auteurs expliquent ce phénomène par une réduction de l’entraînement causée par l’ajout d’eau de lavage retrouvé avec les colonnes.

Cette revue de la littérature démontre bien que très peu de travaux ont été réalisés sur le comportement en colonne des particules fines ($< 5 \mu\text{m}$). C’est pour cette raison que la recherche en cause a été entreprise. En effet, en plus de s’attaquer à la problématique spécifique de la récupération de la contamination métallique, l’étude réalisée ici a comme objectif d’augmenter la banque de données de base applicable à ce domaine de la flottation.

Les essais qui ont été effectués dans cet objectif sont similaires à ceux élaborés dans ce chapitre. En effet, le type de réactifs de même que la matrice utilisée sont les mêmes, à l'exception de ceux employés par Espinoza-Gomez *et al.* (1988-a). Il est donc question de matrice synthétique, de collecteur, de moussant et d'activant. Le prochain chapitre traite en détail de ces réactifs de même que des différentes conditions expérimentales qui ont été utilisées.

Chapitre 3

Méthode expérimentale

3.1 Matériel utilisé

3.1.1 Matrice et réactifs

Comme pour les articles cités au chapitre précédent, la matrice utilisée dans le cadre de cette étude était de type synthétique. Les composantes du mélange étaient donc du quartz relativement pur de même qu'un minerai de sphalérite.

Ce sulfure, fourni par le professeur Marc R. Laflèche (INRS-Géoresources), provenait d'un gisement canadien appelé Kidd Creek localisé dans la ville de Timmins en Ontario. Il s'agit en fait du plus gros gisement de sulfure massif du pays. Celui-ci est exploité par la compagnie Falcon Bridge.

Quatre réactifs typiques à la flottation ont été utilisés (tableau 4). Il s'agit du KAX 51 comme collecteur, du MIBC et du Dowfroth 250 comme moussants de même que du sulfate de cuivre comme activant.

Tableau 4- Détails des réactifs utilisés

Réactif	Type de tensioactif	Formule chimique
KAX 51 (potassium amyl xanthate)	-	$C_6H_{11}S_2OK$
MIBC (polypropylène glycol)	Anionique	$C_6H_{14}O$
Dowfroth 250	Anionique	$C_4H_{10}O_2$
Sulfate de cuivre	-	$CuSO_4$

3.1.2 Appareils

Les différents appareils utilisés au cours de cette recherche de même que leur fonction et leurs détails respectifs sont présentés au tableau 5 et sont décrits dans le texte qui suit.

Tableau 5 – Détails et fonctions des appareils utilisés

Appareil	Fonction	Marque/Modèle
Broyeur à anneaux	<ul style="list-style-type: none">• Broyer le matériel solide (quartz et sphalérite)	ARL/Bleuler rotary mill
Granulomètre lazer	<ul style="list-style-type: none">• Vérifier la granulométrie du matériel broyé• Vérifier la granulométrie des différents essais (entrée, sortie et concentré)	Fritsch/analysette 22
Cyclosizer	<ul style="list-style-type: none">• Séparer le matériel broyé en différentes fractions granulométriques	
Absorption atomique	<ul style="list-style-type: none">• Doser le zinc	Varian/spectrAA-300

3.1.2.1 Broyeur à anneaux

Une illustration de ce type de broyeur est présentée à la figure 1 de l'annexe 2. Très peu de pièces composent cet appareil. En fait, il est constitué d'une base vibrante et d'un récipient métallique contenant deux anneaux concentriques.

Le solide à broyer (dans le cas présent de la silice et de la sphalérite) est d'abord placé dans le récipient, à l'intérieur des espaces formés. Le tout est ensuite fermé et fixé sur le support pour un temps déterminé. C'est la friction des anneaux sur les parois du contenant, suite au mouvement oscillant, qui cause la pulvérisation du matériel.

3.1.2.2 Hydrocyclone

Cet appareil a pour fonction de séparer une matrice solide en fractions granulométriques. Une série de cônes inversés (figure 2 de l'annexe 2) permet cette classification.

La circulation forcée de la pulpe dans le système provoque la formation d'un cyclone à l'intérieur de chaque unité. Ce mouvement fait en sorte que les particules plus lourdes sont dirigées vers l'extérieur du vortex alors que celles de masse plus faible sont concentrées dans le centre du cône. Ces mêmes solides (faible diamètre) sont ensuite dirigés, par la sortie supérieure, vers un cône adjacent où le même processus est répété. Cette ascension des particules fines est due au rétrécissement du cône. Cette forme spécifique crée une force qui dirige les solides situés au centre du vortex vers le haut du récipient. C'est par cette succession d'unités qu'une séparation en fonction des tailles des particules est produite (Wills, 1992).

Les coupures granulométriques effectuées par ce montage varient en fonction des paramètres établis. En effet, les séparations ne sont pas les mêmes selon la pression appliquée dans le système ou selon la température de l'eau qui circule dans l'appareil.

3.1.2.3 Granulomètre laser

Une illustration de ce type d'appareil est présentée à la figure 3 de l'annexe 2. Comme indiqué dans le tableau 5, l'utilité de cet instrument est d'obtenir la granulométrie d'un échantillon donné. Le granulomètre laser est composé de deux sections principales : un boîtier à échantillon et une unité laser. Le fonctionnement de cet appareil est comme suit :

- un brassage vigoureux est d'abord provoqué dans le boîtier contenant de l'eau distillée exempte de tout solide;
- l'échantillon est ensuite introduit dans ce dernier et une suspension uniforme est alors créée;

- le mélange ainsi formé est dirigé vers un montage optique, formé de deux lentilles, traversé par un faisceau laser;
- l'obscurcissement du faisceau (par les solides en suspension) est mesuré et un programme informatique effectue une conversion afin de produire un spectre granulométrique équivalent.

3.1.2.4 Absorption atomique

Comme pour le granulomètre laser, le principe de base de cet appareil réside en un obscurcissement de faisceau lumineux. Dans le cas présent, le rayon lumineux est créé par une lampe à cathode creuse spécifique au métal d'intérêt. La direction donnée à cette lampe est telle que la lumière qu'elle génère traverse la flamme de l'appareil et atteint le détecteur. De là, un dosage peut être effectué.

L'analyse débute par une introduction de l'échantillon dans la flamme. À ce moment, une modification de l'intensité du faisceau lumineux est induite au niveau du détecteur. Une certaine absorbance peut alors être lue. La comparaison de cette valeur avec celles établies pour la courbe d'étalonnage permet d'associer à la solution une certaine concentration en analyte.

3.1.2.5 Montage de flottation

Une description des différentes unités constituant une colonne de flottation (entrée, sortie, eau de lavage et gaz) a déjà été faite au point 2.1.2.2. C'est pourquoi cette section traitera des instruments associés à ces parties.

Les débits ayant trait à l'entrée et à la sortie ont été contrôlés à l'aide de pompes péristaltiques de marque Flex-Flo (modèle Av-145-7). Il est à noter qu'au cours des expériences, seul le débit d'entrée a été fixé. Celui de la sortie a été ajusté de façon à ce que le niveau de la mousse demeure stable. Dans ces conditions, la vitesse de sortie était équivalente à la somme des débits d'entrée et d'eau de lavage.

Le générateur de gaz, pour sa part, était constitué d'un petit filtre alimenté par le réseau d'air du laboratoire. Sa vitesse a été contrôlée par un débitmètre de marque

Advanced fixé à la colonne. Les différentes valeurs associées à ces paramètres (entrée et gaz) sont présentées à la section 4.8.1.

Un contrôle du débit de l'eau de lavage a également été effectué mais cette fois de façon moins rigoureuse. Comme aucune pompe n'était associée à ce paramètre et que l'écoulement n'était pas toujours constant il était difficile de le mesurer avec exactitude. Une moyenne sur plusieurs lectures a donc été effectuée à l'aide d'un cylindre gradué. En ce qui a trait aux dimensions de la colonne, le diamètre était de 5 cm et la hauteur de 180 cm.

3.2 Traitement de l'échantillon

3.2.1 Préparation de l'échantillon

Le matériel grossier (quartz et sphalérite) a d'abord été broyé à l'aide du broyeur à anneaux. Les conditions d'utilisation de cet appareil ont été très variables. Le temps de broyage de même que la masse de solide employée ont été variés d'une fois à l'autre. C'est pourquoi, suite à l'analyse granulométrique, aucune distribution fixe n'a pu être retrouvée. Il est à noter que les tracés décrivant la répartition de taille des différents échantillons sont présentés à l'annexe 1.

Comme le broyage de la sphalérite n'a pas permis d'obtenir une tranche granulométrique spécifique, l'ensemble des solides a été passé à l'hydrocyclone. Les conditions d'utilisation de cet appareil sont données au tableau 6. Les tranches granulométriques obtenues suite à cette manipulation sont présentées au tableau 7.

Ce processus n'a pas été réalisé pour le quartz puisqu'il n'était pas nécessaire d'avoir une taille unique. En effet, ce minerai servait de matrice à la sphalérite. Il n'y avait donc aucune restriction granulométrique. Une analyse de la répartition des tailles a tout de même été effectuée. Un diamètre moyen de 8 μm a été établi à partir du spectre *Quartz chaudière 3* présenté à l'annexe 1.

Toutes les tailles obtenues lors de la classification de la sphalérite (tableau 7) ont été utilisées au cours de nos travaux. Elles ont servi, entre autres, à vérifier l'efficacité de la méthode pour des diamètres connus. Les paramètres d'utilisation établis sur ces solides ont constitué la base de l'optimisation pour les particules fines (inférieures à 5 μm).

Tableau 6- Paramètres d'utilisation de l'hydrocyclone

Masse de l'échantillon	Temps de nettoyage	Température de l'eau	Densité du solide	Pression dans le système	Débit de l'eau
g	min	°C	g/cm ³	livres	mL/min
50,0	10	16,5	5,6	46	180

Tableau 7- Tranches granulométriques obtenues suite au passage de la sphalérite dans l'hydrocyclone

Cyclone associé	Tranche granulométrique μm	Diamètre moyen μm
1	+ 25	61,5
2	10-90	36,0
3	10-40	20,0
4	5-25	13,0
5	3-25	12,0

3.2.2 Essais réalisés

Dans un premier temps, des expériences avec les cyclones 2, 2 broyé, 3 et 4 ont été effectuées. Les tailles correspondantes sont, dans l'ordre, 10-90 μm , 0,5-25 μm , 10-40 μm et 5-30 μm . Ces flottation visaient à :

- établir certaines relations telles que l'effet du moussant ou du débit de gaz sur la profondeur de la mousse;
- vérifier et comparer les rendements fournis dans la littérature (voir chapitre 3);
- déterminer la valeur des paramètres à optimiser pour la récupération des fines.

Des essais d'optimisation ont, par la suite, été effectués avec des solides de diamètre inférieur à 5 μm . Les conditions expérimentales établies à ce moment répondent aux critères relatifs à une matrice d'optimisation telle que décrite par Taguchi (1988). Le détail de cette dernière est donné au tableau 8. Il est à noter que la méthode d'analyse de Taguchi (1988) est décrite à la section 3.3.

3.2.3 Traitement des échantillons

Une fois les essais de flottation complétés, les échantillons récupérés à la sortie et à la partie supérieure (concentré) de la colonne étaient centrifugés et mis à l'étuve (85°C) afin d'en évaporer l'eau. Par la suite, les solides étaient pesés, mis en solution et analysés. Après quoi les différents calculs de rendement et de bilan de masse ont été être effectués.

La méthode utilisée, pour la mise en solution des solides, était la fusion alcaline au peroxyde de sodium. Cette technique consiste à peser, dans un creuset de zirconium, environ 500 mg de solide et d'y ajouter 7 fois sa masse en fondant (peroxyde de sodium). Le mélange est ensuite placé sur la flamme et remué de façon à ce que tout se liquéfie. Lorsque le mélange est fondu, le creuset est retiré de la flamme, refroidi et plongé dans l'eau nanopure tiède. Un volume équivalent à 10 % du volume final est ajouté en acide chlorhydrique. La solution est ensuite transvidée dans une fiole et jaugée au volume adéquat.

Le principe régissant ce procédé est basé sur l'abaissement du point de fusion. En effet, un solide qui se liquéfie modifie toujours la température de fusion du composé avec lequel il est mélangé. Ainsi, le peroxyde de sodium, qui possède une température de fusion inférieure à celle de la sphalérite, permet d'entraîner le minéral dans le processus de liquéfaction. L'ajout de pastilles d'hydroxyde de potassium favorise également ce phénomène.

Règle générale, une seule fusion était effectuée par échantillon. Cependant, des duplicata ont dû être réalisés dans les cas où les résultats, en regard à la concentration attendue en zinc, ne semblaient pas cohérents. Il est à noter que, dans chacun de ces cas, les concentrations mesurées étaient les mêmes que celles obtenues lors de la première analyse.

Tableau 8- Conditions expérimentales mises en place lors de l'optimisation

Essai	□ collecteur mg/L	□ moussant mL/L	Vitesse des gaz cc/min	Vitesse d'entrée mL/min	Densité de la pulpe %
1	7,5	0,125	600	120	2,5
2	14,3	0,250	800	150	3,6
3	22,7	0,400	950	180	4,5
4	7,5	0,125	800	180	3,6
5	14,3	0,250	950	120	4,5
6	22,7	0,400	600	150	2,5
7	7,5	0,250	600	180	4,5
8	14,3	0,400	800	120	2,5
9	22,7	0,125	950	150	3,6
10	7,5	0,400	950	120	3,6
11	14,3	0,125	600	150	4,5
12	22,7	0,250	800	180	2,5
13	7,5	0,250	950	150	2,5
14	14,3	0,400	600	180	3,6
15	22,7	0,125	800	120	4,5
16	7,5	0,400	800	150	4,5
17	14,3	0,125	950	180	2,5
18	22,7	0,400	600	120	3,6
19	14,3	0,050	1100	200	3,6
20	14,3	0,075	1300	200	3,6
21	14,3	0,075	1100	225	3,6
22	14,3	0,050	1300	225	3,6
23	30,0	0,075	1100	200	3,6
24	30,0	0,075	1100	200	3,6
25	41,5	0,075	1100	200	3,6
26	50,5	0,075	1100	200	3,6

3.2.4 Analyse des échantillons

Une fois la mise en solution complétée, les teneurs en zinc étaient analysées par absorption atomique. Les paramètres de l'appareil sont résumés au tableau 9.

Tableau 9 - Paramètres d'utilisation de l'absorption atomique

Volume d'air	Volume d'oxyde d'azote	Longueur d'onde de la lampe nm	Ouverture de la fente nm	Nombre de réplica
4	2	213,9	2	5

Une courbe d'étalonnage était d'abord déterminée. Il est à noter que plusieurs graphiques de ce genre ont été effectués au cours de cette recherche. Ces tracés montrent cependant très peu de différences entre eux. Les équations décrivant les droites sont sensiblement les mêmes. Seule la variance diffère et de très peu. Comme il est impossible d'inclure tous ces tracés, un seul est présenté à titre d'exemple. Le tableau 10 et la figure 9 résument cette étape préliminaire.

Les solutions utilisées pour cette première étape ont été obtenues par dilution d'une solution mère de 100 ppm de zinc, elle-même obtenue à partir d'un standard certifié. Cette matrice de sol est connue sous l'appellation KC-1a (référence rapport CANMET 84-6E). Afin d'être très rigoureux, une mesure de la concentration de cette solution a été prise sur ICP-AES. La valeur obtenue était bien celle attendue.

Suite à l'étalonnage, chaque échantillon était analysé et référé à la droite établie. Dans certains cas, des dilutions ont dû être effectuées. En tout, quinze mesures étaient effectuées sur chacune des solutions. En effet, chaque prise de mesure sur le spectromètre était une moyenne de cinq absorbances et trois lectures étaient faites par échantillon. Une fois ces résultats obtenus, les différents calculs relatifs à l'enlèvement et à l'efficacité étaient effectués. Une analyse statistique était ensuite réalisée.

Tableau 10- Absorbance d'une solution de zinc et la concentration à laquelle elle se rapporte

Concentration ppm	Absorbance Unité d'absorbance
0,00	0,003
0,204	0,049
0,510	0,128
0,816	0,195
1,220	0,274
1,530	0,329

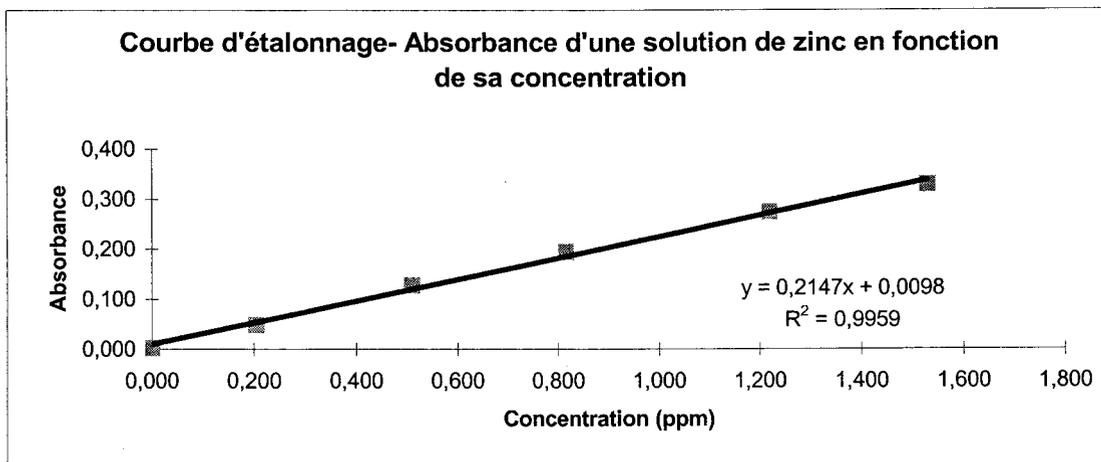


Figure 9 - Absorbance d'une solution de zinc en fonction de sa concentration

3.3 Analyse statistique (Taguchi, (1988))

Un des buts de cette recherche était d'optimiser la méthode de flottation en colonne pour la récupération des particules fines de sphalérite. Il était donc nécessaire de traiter les résultats obtenus de façon à déterminer les conditions optimales. Une méthode précise s'est avérée efficace pour ce traitement. Il s'agit de celle développée par Taguchi (1988).

Cette technique d'analyse est basée sur l'utilisation des matrices orthogonales. Ces dernières permettent de planifier un ensemble d'essais dans différentes conditions expérimentales. En fait, elles présentent une variation des paramètres à optimiser. Cette méthode permet de vérifier, dans différentes situations, l'effet des paramètres choisis sur l'enlèvement et l'efficacité du procédé.

L'analyse décrite par Taguchi se résume ainsi :

- une fois les essais réalisés, ceux ayant trait aux paramètres de même valeur, par exemple densité de pulpe de 2,5 %, sont regroupés;
- une moyenne est calculée à partir des résultats obtenus de ces expériences;
- un graphique est ensuite tracé avec les différentes moyennes et une parabole concave est alors obtenue.

Une valeur optimale peut ainsi être déduite. Il est à noter qu'un exemple complet de ce traitement est présenté au point 4.8.3.

3.4 Validation du protocole analytique

Cette étape a été réalisée afin de vérifier l'exactitude et la validité des résultats obtenus suite à l'analyse du zinc par absorption atomique. Les solutions qui ont servi à déterminer la limite de détection, la limite de quantification, la justesse et la récupération de l'appareil ont été obtenues par dilution d'une solution mère de 100 ppm de zinc (celle utilisée pour les solutions standards). Pour ce qui est de l'échantillon de réplicabilité, ce dernier a été choisi au hasard parmi ceux provenant des essais réalisés. Les paramètres vérifiés de même que les valeurs qui leur sont associées sont présentés au tableau 11.

Tableau 11- Résultats obtenus suite à la validation du protocole analytique

Paramètre	Valeur
Limite de détection	0,09 ppm
Limite de quantification	0,30 ppm
Justesse	94 %
Récupération	90 %
Répliquabilité	0,591 ± 0,003

3.4.1 Définition des termes relatifs à la mesure de la concentration de zinc par absorption atomique (Raymond *et al.* (1996))

Limite de détection : plus basse concentration d'un composé analysé dans une matrice réelle qui, lorsque traité à travers les étapes d'une méthode complète produit un signal détectable avec une fiabilité définie

Limite de quantification : concentration minimale qui peut être quantifiée à l'aide d'une méthode d'analyse avec une fiabilité définie

Justesse : étroitesse de l'accord, à un niveau donné dans la zone de quantification de la méthode, entre la valeur certifiée par un organisme reconnu et le résultat moyen obtenu en appliquant le procédé expérimental un grand nombre de fois.

Récupération : la différence en pourcentage entre la concentration mesurée d'un échantillon fortifié et la concentration mesurée du même échantillon non fortifié, divisé par la concentration de substance ajoutée

Répliquabilité : étroitesse de l'accord, à un niveau donné, dans la zone de quantification de la méthode, entre les résultats individuels successifs obtenus sur le même échantillon soumis à l'essai dans le même laboratoire et dans les conditions suivantes : même analyste, même appareil et même jour

Chapitre 4

Résultats et discussion des résultats :

essais préliminaires, comparatifs et optimisation

Des essais préliminaires ont été effectués avant la réalisation de l'optimisation. Ces expériences avaient deux buts précis :

- vérifier l'effet de certains paramètres sur la récupération de la sphalérite tels : l'influence de la concentration et du point d'ajout du surfactant sur la profondeur de la mousse et sur l'enlèvement du zinc, l'influence du pH sur l'efficacité de la flottation, la fiabilité des pompes, le débit de l'eau de lavage...;
- effectuer une comparaison entre les résultats de flottation obtenus (colonne) et ceux disponibles dans la littérature (cellules) (revue de la littérature chapitre 2).

Les essais de flottation ont été conduits dans diverses conditions expérimentales soit :

- sans réactifs;
- avec collecteur;
- avec collecteur et sulfate de cuivre.

Les expériences ont été effectuées à l'aide des échantillons obtenus lors de la classification granulométrique réalisée avec l'hydrocyclone. À ce moment, cinq fractions avaient été obtenues soit; +25 μm , 10-90 μm , 10-40 μm , 5-25 μm et 3-25 μm . Les résultats présentés dans ce chapitre sont discutés en fonction de ces distributions de particules.

Il sera question, à quelques reprises au cours de la présentation des résultats, d'erreur expérimentale. Cette dernière fait référence à l'ensemble des manipulations effectuées soit : les essais de flottation, la fusion des solides et l'analyse du zinc. La valeur nominale associée à ce paramètre est de $\pm 11\%$ (1σ , écart type). Cette donnée a été déterminée sur la base des manipulations effectuées suite à l'optimisation de la méthode pour les particules fines ($< 5\ \mu\text{m}$). Ceci signifie qu'elle a été évaluée dans

des conditions de traitement optimales. Elle représente donc l'erreur minimale pour les solides fins ($< 5 \mu\text{m}$). Pour des conditions non optimales (pour les fines), il est à supposer que cette erreur sera plus élevée.

Par contre, comme la flottation des solides plus grossiers est plus facile à réaliser, il est exact de prétendre que l'erreur associée à cette flottation sera inférieure à celle qui a été déterminée. Les essais réalisés pour déterminer cette variable ne sont pas présentés ici, et ce, afin de conserver l'ordre dans lequel les expériences ont été conduites. Il est possible de se référer au chapitre en cours, à la section 4.8.9.1, pour en avoir le détail.

4.1 Manipulations générales

4.1.1 Dosage du minerai

Un broyage de la sphalérite a d'abord été effectué à l'aide du broyeur à anneaux. La concentration en zinc de ce minerai a, par la suite, été déterminée par absorption atomique. La méthode utilisée pour cette analyse est la même que celle décrite aux points 3.2.3 et 3.2.4. Des dilutions importantes, de l'ordre de 100 fois, ont du être effectuées afin que le dosage demeure à l'intérieur du domaine de linéarité de l'appareil. Les résultats obtenus sont résumés au tableau suivant.

La moyenne de ces concentrations est de 49 975 ppm ce qui correspond à une teneur, en zinc, de 5 %.

4.1.2 Vérification des différents débits (pompes et mécanisme de l'eau de lavage)

Afin de s'assurer du bon fonctionnement des essais à venir, des vérifications ont été effectuées sur les différents mécanismes de la colonne. Il est question du débit de la pompe d'entrée et du débit de l'eau de lavage.

En ce qui concerne le débit d'entrée, 10 mesures de volume et de temps ont été prises, et ce, sur une période de 30 minutes. La valeur ainsi obtenue est de 183 ± 2 mL/min alors que celle attendue était de 180 mL/min. Ceci démontre bien que la pompe utilisée est fiable.

Le même procédé a été suivi pour ce qui est de l'eau de lavage. Cette fois 7 mesures ont été effectuées. La moyenne de débit obtenue est de 114 mL/min. Aucun écart type n'a été calculé sur cette valeur puisque le but de la manipulation était de vérifier le débit moyen de ce paramètre et non sa fiabilité.

Tableau 12 – Concentrations en zinc obtenues suite au dosage du minerai par absorption atomique

Échantillon	Concentration ppm
1	49100
2	49800
3	48200
4	52800

4.2 Cyclone 1 (+25 μm)

Une représentation du spectre granulométrique associé à cette tranche est présentée à l'annexe 1 (schéma 3).

L'utilité de cette plage était plutôt restreinte puisque la taille des particules qui lui étaient associées était trop étalée. En effet, le diamètre moyen observé était de 62 μm , ce qui est supérieur aux dimensions visées dans cette recherche. De plus des tailles atteignant 100 μm ont été retrouvées dans cette tranche granulométrique, ce qui n'est pas désirable dans cette étude. Cette coupure a donc servi à vérifier les paramètres généraux suivants :

- la concentration de la pulpe utilisée;

- l'impact du point d'ajout de tensioactif (lors du brassage avant l'entrée dans la colonne ou dans la colonne elle-même) sur la profondeur de la mousse;
- l'effet de la concentration de tensioactif sur la profondeur de la mousse;
- l'effet de la quantité de particules hydrophobes sur la profondeur de la mousse.

Chacun de ces points est détaillé aux sections 4.2.1 à 4.2.4.

4.2.1 Dosage de la pulpe

La concentration en zinc recherchée pour cette étape était, dans un premier temps, de 200 ppm et, dans un second temps, de 400 ppm. Afin de vérifier ces données, le quartz et la sphalérite ont été mélangés selon les proportions déterminées et amenés, avec de l'eau distillée, à un pourcentage en solide de 2,5 % (g/g) (voir définition section 2.1.4). Cette pulpe a ensuite été brassée vigoureusement pendant 30 minutes et trois parties aliquotes ont été prélevées et dosées. En tout, trois essais de ce genre ont été réalisés. Les résultats obtenus sont fournis au tableau 13.

Tableau 13 – Concentrations en zinc, attendue et mesurée, de la pulpe (par absorption atomique)

Aliquote	Concentration attendue (ppm)	Concentration mesurée (ppm)
1	200	238
2	200	345
3	200	323
4	200	263
5	200	213
6	200	243
Moyenne		271 ± 52
7	400	452
8	400	430
9	400	372
Moyenne		418 ± 34

L'échantillonnage de la pulpe a été réalisé au fond du récipient contenant le mélange. Une tige reliée à une pompe péristaltique a permis la récupération du mélange. Il est à noter que la position de la tige n'a pas été changée au fil des expérimentations. C'est donc dire qu'il s'agit des concentrations en un même point de la chaudière.

Les teneurs obtenues, bien qu'elles ne soient pas identiques, sont tout de même près les unes des autres. Ceci signifie que le dosage du minerai, de même que les manipulations associées à sa dilution (solide), étaient corrects. L'écart entre ces valeurs a été attribué principalement aux erreurs expérimentales de même qu'à l'hétérogénéité du brassage et du minerai.

4.2.2 Impact du point d'ajout du tensioactif sur la profondeur de la mousse

Le moussant (MIBC) a été additionné en deux points distincts de la colonne. Il a d'abord été ajouté dans la chaudière contenant la pulpe (récipient servant au mélange avant l'introduction dans la colonne) et, par la suite, dans la colonne directement. Ces manipulations avaient pour but de vérifier si une mousse plus abondante et plus profonde pouvait être obtenue dans un cas ou dans l'autre. Cependant, aucune différence n'a été notée, la quantité et la profondeur de la mousse sont demeurées identiques.

Fait important, l'ajout de l'eau de lavage, dans les deux cas, provoquait un bris de la mousse. En effet, contrairement à ce qui était attendu l'eau de lavage déstabilisait la mousse et l'amincissait. Ceci laissait donc supposer que la concentration utilisée n'était pas adéquate ou encore que le MIBC était inapproprié dans ces conditions. C'est pourquoi il a été changé suite à ces manipulations. À partir de ce moment, le Dowfroth 250 a été utilisé.

Malgré l'usage de ce second tensioactif, quelques essais de flottation ont été réalisés avec le MIBC. Ceux-ci avaient pour but de vérifier l'impact de la stabilité et de la profondeur de la mousse sur l'enlèvement du zinc. Ainsi, en comparant les deux résultats (avec chacun des moussants) il est possible de vérifier l'influence de ces paramètres.

4.2.3 Effet de l'augmentation de la concentration de tensioactif sur la profondeur de la mousse

Afin d'obtenir une mousse d'une profondeur adéquate (30-40 cm), des essais avec différentes concentrations de Dowfroth 250 ont été réalisés. Les teneurs vérifiées étaient de 250 ppm et 400 ppm.

Les observations expérimentales ont démontré qu'une hausse de la quantité de mousse dans la colonne correspondait à une augmentation de la concentration en Dowfroth 250. En effet, la profondeur de l'émulsion passait de 8 cm à 60 cm entre les deux teneurs. Ces mêmes constatations avaient déjà été réalisées précédemment avec le MIBC.

Une différence, ayant trait à l'eau de lavage, a cependant été notée entre ces deux moussants. Dans le cas présent (Dowfroth 250), l'eau additionnée au système améliorait la stabilité de la mousse (plus grande profondeur) ce qui n'était pas le cas pour le MIBC. C'est en fonction de cette stabilité que la concentration de moussant utilisé a été fixée à 250 ppm.

4.2.4 Effet de la quantité de particules hydrophobes sur la profondeur de la mousse

Selon Finch et Dobby (1990-a) la mousse générée dans une colonne de flottation est déstabilisée par la présence de particules hydrophobes. Un essai avec une pulpe contenant davantage de sphalérite a donc été effectué afin de vérifier cette affirmation.

À cette fin, une pulpe contenant 3,6 % (g/g) de sphalérite (comparativement à 0,8 % (g/g) en temps normal) a été mélangée et introduite dans la colonne. Par la suite, une mesure de la profondeur de la mousse a été effectuée. Cette dernière a alors été comparée à celles déjà obtenues lors des essais antérieurs. Le moussant utilisé au cours de cette expérience était le MIBC.

Aucune différence de profondeur n'a été notée entre les deux pourcentages. Ce qui signifie que ce facteur n'avait aucun impact. C'est pour cette raison que les essais ultérieurs ont été réalisés avec un pourcentage en sphalérite de 0,8 %.

4.3 Cyclone 2 (10-90 μm)

La distribution de cet échantillon (annexe 1, schéma 4), également répartie entre 10 μm et 90 μm , a permis de déterminer un diamètre moyen de 36 μm . Cette valeur est très réaliste puisque l'ensemble des solides a été analysé (courbe de pourcentage cummulatif de solide à 100 %).

Les essais préliminaires réalisés sur cette tranche granulométrique ont permis de vérifier :

- l'effet de la concentration de tensioactif sur l'enlèvement du zinc;
- l'homogénéité du brassage.

Les sections 4.3.1 et 4.3.2 font état des résultats obtenus suite à ces vérifications. Un broyage des particules constituant cette tranche a également été effectué. Une granulométrie étalée (de 0,5 à 25 μm) a alors été obtenue. Des essais standards de flottation ont été menés sur ces solides afin d'identifier le diamètre des particules de sphalérite montrant une plus grande flottabilité. Ces expériences sont élaborées au point 4.3.3. Le spectre granulométrique associé à cet échantillon est présenté à l'annexe 1.

4.3.1 Effet de la concentration du tensioactif sur l'enlèvement du zinc

Des essais de flottation ont été réalisés afin de déterminer la relation entre la teneur en tensioactif et l'enlèvement du zinc. Les conditions expérimentales mises en place pour cette vérification de même que les résultats obtenus sont rapportés au tableau 14.

Tableau 14 – Conditions expérimentales établies lors de l’essai de vérification de l’influence de la concentration de tensioactif sur l’enlèvement du zinc

Concentration de Dowfroth 250 (moussant) ppm	Concentration de KAX 51 (collecteur) ppm	Débit d’entrée mL/min	Débit des gaz cc/min	Densité de la pulpe* %	Bilan de masse* %	Enlèvement* %
250	18,4	150	800	3,6	97	100
400	18,4	150	800	3,6	91	100

* voir chapitre 2, section 2.1.4

L’analyse de ces données, a permis de conclure que les concentrations de moussant utilisées n’avaient pas de conséquences sur l’enlèvement du zinc (100 % d’enlèvement dans les deux cas).

En ce qui concerne le bilan de masse, le faible écart qui existe entre les deux valeurs (91 % et 97 %) peut facilement être attribuable à l’erreur expérimentale. Aucun lien ne peut donc être établi entre ces paramètres.

4.3.2 Vérification de l’homogénéité du brassage

Une pulpe d’une densité de 3,6 % et d’une concentration en zinc de 400 ppm a été utilisée pour cette vérification. Ce mélange a été agité un certain temps pendant lequel des parties aliquotes ont été prélevées. Contrairement à la vérification effectuée à la section 4.2.1, deux endroits précis de la chaudière ont été échantillonnés: le haut, à l’interface pulpe-air (échantillonnage manuel) et le fond (à l’aide d’un système de pompe). Ces positions sont demeurées constantes tout au long de la manipulation. Les teneurs en zinc obtenues suite aux différentes analyses sont rapportées au tableau 15.

Les différences de teneurs entre le haut et le bas du récipient démontrent bien que le brassage en place n’était pas uniforme. Comme ces écarts sont beaucoup trop importants pour être attribués à l’hétérogénéité du minerai il importait d’appliquer une méthode de brassage plus appropriée. Dès lors, une deuxième unité d’agitation a été

ajoutée dans le récipient de mélange assurant ainsi un meilleur mélange. Aucun autre test n'a été effectué par la suite (avec trois unités de brassage), et ce, en raison du fait qu'il était impossible d'ajouter d'autres unités de mélange au montage faute de place. De ce fait, il a été considéré que le brassage créé ne pouvait être amélioré. Deux agitateurs ont donc été utilisés pour les essais subséquents.

Tableau 15 – Concentrations en zinc obtenues lors de la vérification de l'homogénéité du brassage (valeur attendue de 400 ppm)

	<i>Essai</i>					
	1	2	3		4	
	Bas	Bas	Haut	Bas	Haut	Bas
Teneur (ppm)	107±20	270±40	338±30	216±40	483±30	70±30

4.3.3 Essais standards de flottation, cyclone 2 broyé (0,5-25 µm)

Trois essais de flottation ont été réalisés avec les solides de cet échantillon. Ces expériences avaient pour but de vérifier quelle taille de particules était la plus favorable à la flottation. Un spectre granulométrique de ce cyclone est présenté à l'annexe 1. Le diamètre moyen des particules considérées est de 9 µm. Les conditions expérimentales de ces manipulations sont présentés au tableau 16.

Suite à ces essais, une analyse des spectres granulométriques a été effectuée (voir annexe 1). Cette dernière révèle en fait que les particules qui flottent davantage sont celles dont le diamètre est supérieur. En effet, en comparant les graphiques de la sortie et du concentré il est possible de remarquer une plus grande concentration de « grossières » (> 10 µm) dans le concentré comparativement au rejet. En termes de chiffres, il est question de 82 % supérieur à 5 µm dans le concentré comparativement à 59 % au-dessus de 5 µm dans l'alimentation. Cette différence montre bien l'effet de concentration des particules de taille supérieure vers le haut de la colonne. De ces

tracés, il est possible de visualiser le fait que ce sont les particules grossières qui flottent le plus facilement.

Tableau 16 – Récupération du zinc : conditions expérimentales, cyclone 2 broyé (0,5-25 µm)

Concentration de KAX 51 (collecteur) ppm	Concentration de Dowfroth 250 (moussant) ppm	Quantité de CuSO ₄ (activant) mg	Débit d'entrée mL/min	Débit des gaz cc/min	Densité de la pulpe* %
16,1	250	1,30	150	800	3,6
16,0	250	-	150	800	3,6
-	250	-	150	800	3,6

* Voir chapitre 2, section 2.1.4

4.4 Cyclone 3 (10-40 µm)

La distribution granulométrique de cet échantillon est présentée au schéma 9 de l'annexe 1. Une distribution parabolique répartie entre 10 µm et 40 µm est observable. De celle-ci, un diamètre moyen de 20 µm a pu être extrapolé. Cette tranche granulométrique a permis de vérifier deux points précis :

- le pH optimal pour la flottation;
- la performance des colonnes de flottation pour les particules de 10-40 µm.

À cet effet, Klassen et Mokrousov, (1963) et Wills, (1992), écrivent que les solides ayant ce diamètre flottent très facilement. C'est donc ce qui a été vérifié par ces expériences. Les détails expérimentaux de celles-ci de même que les résultats obtenus sont présentés aux points 4.4.1 et 4.4.2.

4.4.1 Détermination du pH optimal

Cette évaluation a été réalisée par la mise en place d'essais de flottation normaux. Toutes les conditions expérimentales établies dans chacune de ces expériences étaient semblables à l'exception du pH. Ces paramètres sont présentés au tableau 17.

Le pH, pour sa part, a été fixé à deux valeurs distinctes soient 8 et 11. Ces dernières ont été choisies en fonction de l'efficacité du collecteur. En effet, le KAX offre un rendement supérieur lorsque son utilisation est faite à pH basique. Les résultats obtenus, en termes d'enlèvement, sont inscrits au tableau 17.

Tableau 17 – Vérification du pH optimal : conditions expérimentales et résultats cyclone 3 (10-40 µm)

Débit d'entrée	Débit des gaz	pH	Concentration de KAX 51 (collecteur)	Concentration de MIBC (moussant)	Densité de la pulpe*	Enlèvement*
mL/min	cc/min		ppm	ppm	% (g/g)	%
150	550	8	27,6	428	5	71
150	550	11	27,6	428	5	47

* Voir chapitre 2, section 2.1.4

Ces données montrent clairement l'impact du pH sur l'enlèvement du zinc. La différence marquée entre les enlèvements démontre très bien qu'il existe un effet direct entre les deux facteurs. La cause de cet écart est probablement attribuable à une ionisation plus importante du KAX 51 à pH 8. De cette façon, il y a plus d'ions dans la pulpe et, par le fait même, plus de possibilité d'adsorption à la surface des grains de sphalérite. Cette plus grande fixation sur les solides fait en sorte qu'un meilleur recouvrement est observé. Ainsi, les particules deviennent plus hydrophobes et flottent plus facilement. Par le fait même, un meilleur enlèvement est observé. Il a

donc été décidé, à partir de ces résultats, de mener chaque essai à un pH de 8, et ce, afin d'assurer un enlèvement maximal.

Réaction d'ionisation du KAX 51 :



4.4.2 Essais standards de flottation

Les conditions expérimentales de flottation de même que les résultats obtenus sont présentés au tableau 18. Le MIBC et le Dowfroth 250 ont tout deux été utilisés au cours de ces essais. Les trois premiers ont été effectués avec le MIBC alors que le Dowfroth 250 a été utilisé pour les trois derniers.

Tableau 18 – Récupération de zinc : conditions expérimentales et résultats, cyclone 3 (10-40 µm)

Concentration de KAX 51 (collecteur) ppm	Concentration de Dowfroth 250 (moussant) ppm	Quantité de CuSO ₄ (activant) mg	Débit d'entrée mL/min	Débit des gaz cc/min	Densité de la pulpe %	Enlèvement %
-	500 (MIBC)	-	150	600	3,6	50
16,8	500 (MIBC)	-	150	600	3,6	89
15,8	500 (MIBC)	1	150	500	3,6	100
-	250 (DF250) [□]	-	150	850	3,6	100
19,3	250 (DF250) [□]	-	150	850	3,6	100
19,3	250 (DF250) [□]	1	150	850	3,6	100

[□]DF250 : Dowfroth250

* Voir chapitre 2, section 2.1.4

Dans la première série de données (celle faisant référence au MIBC) il est possible d'apprécier une augmentation de l'enlèvement au fil des ajouts de composés (collecteur et activant). Des pourcentages de 50 %, 89 % et 100 % ont été obtenus avec l'addition, dans un premier temps, de collecteur et, dans un deuxième temps, de

sulfate de cuivre. Ces résultats démontrent bien que l'effet du sulfate de cuivre n'est pas très prononcé. La différence de 11 % observée est attribuable, en partie, à l'erreur expérimentale. Ceci signifie donc que, dans ce cas, l'impact de cet activateur est négligeable.

Au niveau de la deuxième série de résultats, des enlèvements totaux (100 %) ont été obtenus, et ce, quel que soit l'essai considéré. Aucune influence des additifs n'a été notée dans ce cas. Ces données portent donc à croire, qu'à la limite, la flottation sans réactifs pourrait fournir un excellent rendement.

L'écart entre les enlèvements calculés (pour le MIBC et le Dowfroth 250), pour les essais avec collecteur et avec collecteur et activateur, est faible ou inexistant. Il est donc possible de dire que ces essais sont quasi équivalents. De ce fait, il est possible de prétendre que, pour des conditions de traitement similaires et une taille de particule identique, l'impact du moussant et des réactifs est très négligeable.

Comme dans le cas des essais de flottation avec le cyclone 2 broyé, une granulométrie a été effectuée sur les solides récupérés suite aux expériences. Cette analyse a révélé qu'il y avait une plus grande quantité de particules grossières dans le concentré par rapport à la sortie. Ceci correspond à ce qui a été vérifié précédemment et à ce qui est rapporté dans la littérature soit que les particules grossières flottent plus facilement que les fines. Aucun spectre granulométrique n'a été fourni pour cette analyse puisqu'il y avait plusieurs similitudes avec les schémas 6, 7 et 8 de l'annexe 1.

4.5 Cyclone 4 (5-30 μ m)

Aucun paramètre n'a été vérifié avec ce cyclone. Seuls des essais standard de flottation ont été réalisés afin d'évaluer la performance des colonnes pour cette tranche granulométrique.

L'étendue des tailles de particules formant cette tranche granulométrique est de 5 μ m à 30 μ m. De cela, un diamètre moyen de 13 μ m a pu être établi. Le tracé décrivant la distribution de cet échantillon est présenté à l'annexe 1 (schéma 10).

Selon Klassen et Mokrousov, (1963) et Wills, (1992), la flottation de ce genre de matériel est efficace. À leur avis, il est encore possible, à ce stade, d'obtenir un bon enlèvement.

Les conditions expérimentales mises en place et les résultats obtenus pour chaque essais sont donnés au tableau 19. Il est à noter que tous les essais ont été réalisés avec le MIBC.

Tableau 19 – Récupération de zinc : conditions expérimentales et résultats, cyclone 4 (5-30 μm)

Essai	Concentration de KAX 51 (collecteur) ppm	Concentration de MIBC (moussant) ppm	Quantité de CuSO_4 (activant) mg	Débit d'entrée mL/min	Débit des gaz cc/min	Densité de la pulpe* %	Enlèvement* %
1	-	500	-	150	800	3,6	77
2	18,3	500	-	150	800	3,6	100
3	18,5	500	1,1	150	800	3,6	100
4	-	500	-	150	800	3,6	81
5	18,5	500	-	150	800	3,6	93
6	18,4	500	1,1	150	800	3,6	100

* Voir chapitre 2, section 2.1.4

Les essais 1, 2, 4 et 6 démontrent bien l'impact du collecteur sur l'enlèvement du zinc. En effet, les pourcentages augmentent lorsqu'il y a ajout de ce réactif. En terme de chiffre, il est question, pour les essais 1 et 2, de 77 % par rapport à 100 % suite à cette addition et de 81 % et 93 % pour les expériences 4 et 6. Ces résultats correspondent parfaitement avec la théorie fournie par Kelly *et al.*, (1982) et Wills, (1992) à l'effet qu'une augmentation de l'hydrophobicité améliore l'enlèvement. Aucun changement n'a cependant été observé lors de l'ajout du sulfate de cuivre. Ceci signifie donc, comme dans le cas des particules de 20 μm , que cet activant n'a pas vraiment d'impact. En réalité, ces expériences (avec collecteur et avec ou sans

Une observation du même type peut être faite du côté du type de moussant. En effet, peu de variation a été notée au niveau du rendement, et ce, malgré l'instabilité de la mousse retrouvée avec l'utilisation du MIBC. Des enlèvements de 100 % sont toujours observables après l'ajout de collecteur et d'activant.

Une analyse des spectres granulométriques a été effectuée sur les solides récupérés à l'entrée, à la sortie et au concentré de chaque essai. Cet examen a révélé, dans un premier temps, qu'une plus forte proportion de solides de taille supérieure à 10 μm était présente dans l'échantillon récupéré au sommet de la colonne. Il a également démontré qu'une proportion plus importante de solides de diamètre variant entre 10 et 50 μm y était retrouvée. Cette granulométrie correspond à la taille de la sphalérite utilisée pour la fabrication de la pulpe. Ces deux observations ont donc permis de vérifier, d'une part, la plus grande flottabilité des solides grossiers et, d'autre part, la spécificité de l'action du collecteur sur les grains de sphalérite.

4.6 Cyclone 5 (3-25 μm)

Le spectre granulométrique de cette tranche s'étendait initialement de 3 μm à 25 μm (schéma 11 de l'annexe 1). Comme cette dispersion se rapprochait de celle retrouvée précédemment, un broyage a été effectué à l'aide du broyeur à anneaux. À ce moment, des particules d'un diamètre moyen de 3 μm ont été obtenues. Ceci correspond à une distribution de taille de 0,10 à 10 μm .

Cet échantillon a servi, en totalité, à la réalisation d'essais de flottation. Les résultats obtenus des expériences effectuées ainsi que les conditions les régissant sont rassemblés au tableau 20.

L'effet des additifs est très peu marqué dans ces essais. En fait, l'analyse des expériences avec le MIBC démontre que la différence entre l'essai sans collecteur et avec collecteur est tellement faible qu'il est possible de dire qu'ils sont équivalents. En termes de chiffres il est question, dans l'ordre, de 20 % versus 24 %. De l'autre côté, le sulfate de cuivre fait augmenter l'enlèvement à 47 % ce qui est significatif. Même

termes de chiffres il est question, dans l'ordre, de 20 % versus 24 %. De l'autre côté, le sulfate de cuivre fait augmenter l'enlèvement à 47 % ce qui est significatif. Même en considérant l'erreur expérimentale de 11 % cette valeur demeure toujours supérieure aux autres. Ceci laisse donc supposer que ce composé a probablement un léger impact sur ces solides.

Au niveau des essais avec le Dowfroth 250, un impact est remarqué lors de l'ajout du KAX 51. Une augmentation de l'enlèvement de 29 à 51 % est remarquée ce qui n'est pas négligeable. Ce pourcentage diminue cependant à 39 % avec la présence d'activant (sulfate de cuivre). En considérant une erreur potentielle de ± 11 % ce résultat devient similaire à celui avec collecteur. De ce fait, il est probable que seul le collecteur a un impact sur l'enlèvement de ces particules.

En effectuant le parallèle entre les deux séries de résultats (MIBC-Dowfroth 250), il est possible de remarquer que le moussant n'a pas d'impact sur les valeurs obtenues. Certes, une faible différence peut être observable entre le MIBC et le Dowfroth 250 mais celle-ci devient négligeable avec la prise en considération de l'erreur.

Tableau 20 – Récupération de zinc : conditions expérimentales et résultats, cyclone 5 (0,10-10 μ m)

Concentration de KAX 51 (collecteur)	Concentration de (moussant)	Quantité de CuSO ₄ (activant)	Débit d'entrée	Débit des gaz	Densité de la pulpe*	Enlèvement*
ppm	ppm	mg	mL/min	cc/min	%	%
-	500 (MIBC)	-	150	800	3,6	20
16,8	500 (MIBC)	-	150	800	3,6	24
15,8	500 (MIBC)	1,2	150	800	3,6	47
-	250 (DF250) [□]	-	150	800	3,6	29
19,1	250 (DF250) [□]	-	150	800	3,6	51
19,2	250 (DF250) [□]	1,1	150	800	3,6	39

* Voir chapitre 2, section 2.1.4

Selon les auteurs Klassen et Mokrousov, (1963) et Wills, (1992), l'enlèvement est beaucoup moins important lorsque le diamètre des solides descend sous 5 μm . Ayant des particules en dessous de cette limite il est normal d'avoir un pourcentage moindre. C'est d'ailleurs à ce genre de matériel que s'applique l'optimisation présentée à la section 4.8.

Une analyse granulométrique des échantillons recueillis aux différentes sections de la colonne a une fois de plus été effectuée. Des conclusions similaires à celles retrouvées précédemment ont pu être tirées. En effet, le spectre du concentré démontre la présence, en plus grande quantité, de particules de diamètre supérieur à 10 μm . De ce fait, un appauvrissement est observé au niveau de la sortie. Une forte proportion de solides de taille de 0,1 à 10 μm a également été remarquée au sommet de la colonne. Ceci traduit une fois de plus l'action du collecteur qui est spécifique au sulfure de zinc.

4.7 Comparaison avec la littérature

Un des buts du présent projet était de comparer les résultats obtenus en colonne avec ceux cités dans la littérature pour les cellules. De cette façon, il était possible de vérifier laquelle des deux méthodes est la plus efficace pour l'enlèvement des fines.

À cette fin, des graphiques superposant les deux séries de données (expérimentales et de la littérature) ont été réalisés. Ces tracés sont présentés aux pages suivantes.

Les figures 10, 11 et 13 (Miles *et al.*, (1975), Trahar, (1981) et Trahar *et al.* (1997)), se rapportant aux données sans et avec collecteur, démontrent bien l'efficacité supérieure des colonnes face aux cellules. En effet, un plus grand enlèvement, pour une taille de particules spécifique, est observable lors du traitement en colonne. Cette différence de récupération se note, en termes de chiffres, par le double et même plus. Dans certains cas, un facteur dix est observable entre les deux

(figure 10) ce qui démontre bien la supériorité des colonnes. Il est à noter que les résultats des deux auteurs ont été réunis puisqu'ils étaient très près les uns des autres.

Cette augmentation de l'enlèvement, des colonnes face aux cellules, se remarque également lors des essais avec collecteur et activant (figure 12). La différence rencontrée est cependant moins importante que dans le cas précédent. En effet, une augmentation de 15 % est attribuable aux conditions de traitement en colonne. Une affirmation semblable ne peut cependant pas être faite pour les particules inférieures à 5 μm . En effet, comme aucune donnée n'est fournie, sur les particules fines, il est plus complexe d'émettre des conclusions.

Dans le cas de la comparaison avec les résultats d'Espinoza-Gomez (figure 14), la différence d'enlèvement est moins importante. Ceci est dû au fait que cet auteur fourni des résultats de flottation en colonne. En réalité, le seul point divergeant entre les données de la littérature et celles obtenues lors de cette recherche provient du fait que la matrice utilisée dans l'article est réelle alors que celle de l'étude est synthétique. Dans une matrice artificielle il n'y a aucune interaction possible entre les composés métalliques puisqu'il n'y a que du quartz et de la sphalérite dans le mélange. À l'opposé, un sol comporte plusieurs minéraux qui crée des forces attractives ou répulsives entre les solides. De ce fait, la flottation est plus difficile et, par le fait même, moins efficace.

De ces résultats, il est possible de conclure que les colonnes offrent une efficacité supérieure à celle des cellules, et ce, en regard à l'enlèvement de la sphalérite. Cette conclusion ne s'applique cependant qu'aux particules de diamètre supérieur à 5 μm . En effet, comme aucune donnée n'est fournie dans la littérature pour les solides de taille inférieure à 5 μm , il est plus difficile d'évaluer la performance obtenue lors des essais sur le matériel de 3 μm . C'est pourquoi une optimisation a été réalisée sur cette matrice.

4.8 Résultats : Optimisation (particules < 5 µm)

Comme il a été démontré au chapitre précédent, le pourcentage d'enlèvement associé aux particules fines (< 5 µm) est variable et relativement faible. Une optimisation a donc été réalisée sur cette fraction granulométrique afin de déterminer quelles seraient les conditions d'opération offrant un enlèvement maximal du zinc.

Un broyage supplémentaire de la sphalérite a été effectué par le Centre de recherche minérale afin d'obtenir une grande quantité de particules de taille inférieure à 5µm. Ceci a été réalisé dans le but précis d'optimiser la méthode de flottation pour ce genre de matériel. La granulométrie de la sphalérite obtenue, suite à cette manipulation, s'étendait de 39 à 0,13 µm. En terme statistique, 82 % des solides broyés étaient de taille inférieure à 5 µm ce qui correspond à un diamètre moyen de 0,16 µm. Le spectre traduisant cette donnée est fourni à l'annexe 1 (schéma 12).

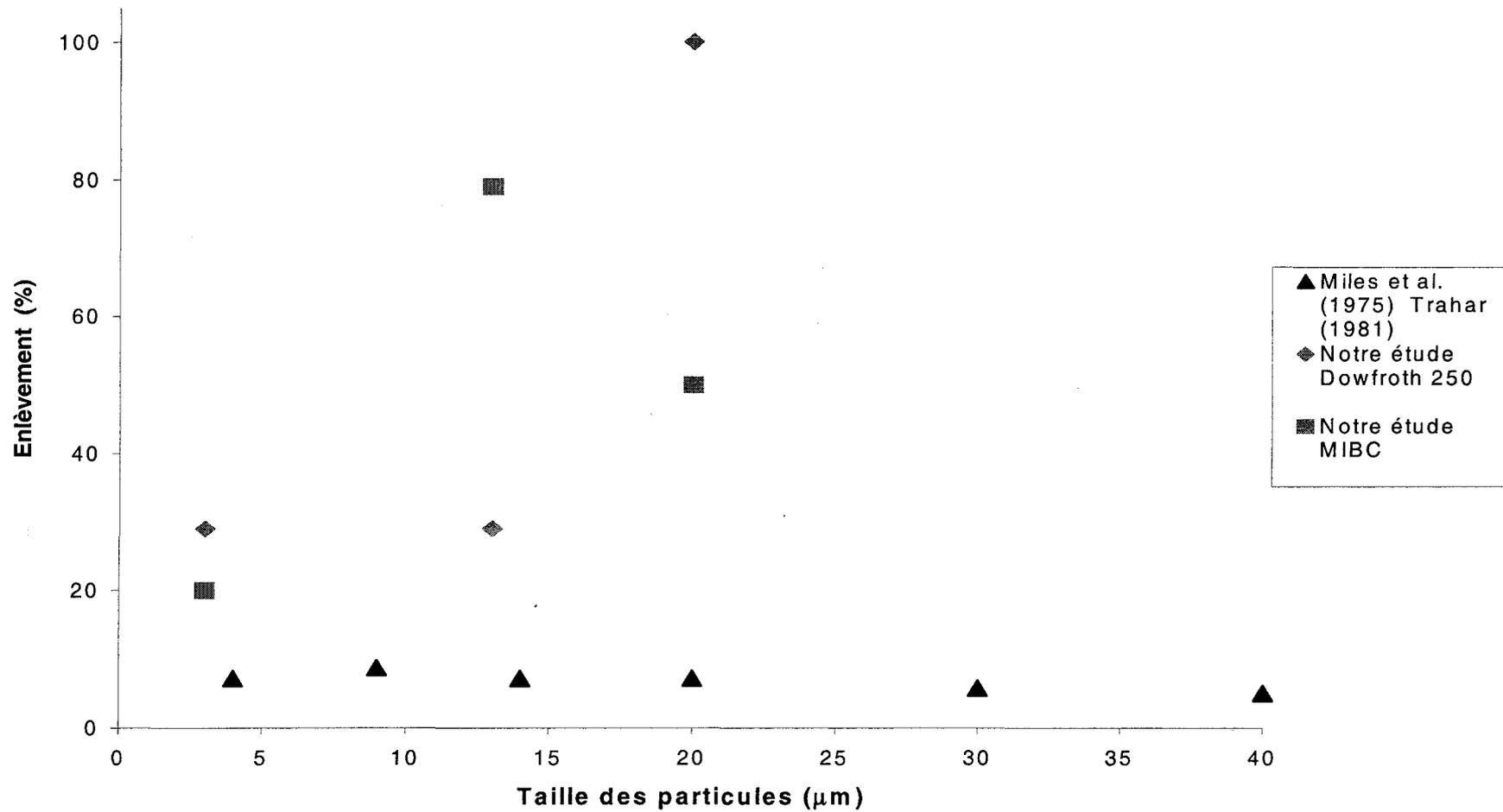


Figure 10- Comparaison des résultats obtenus en colonne avec ceux retrouvés dans la littérature pour les cellules (sans réactifs)

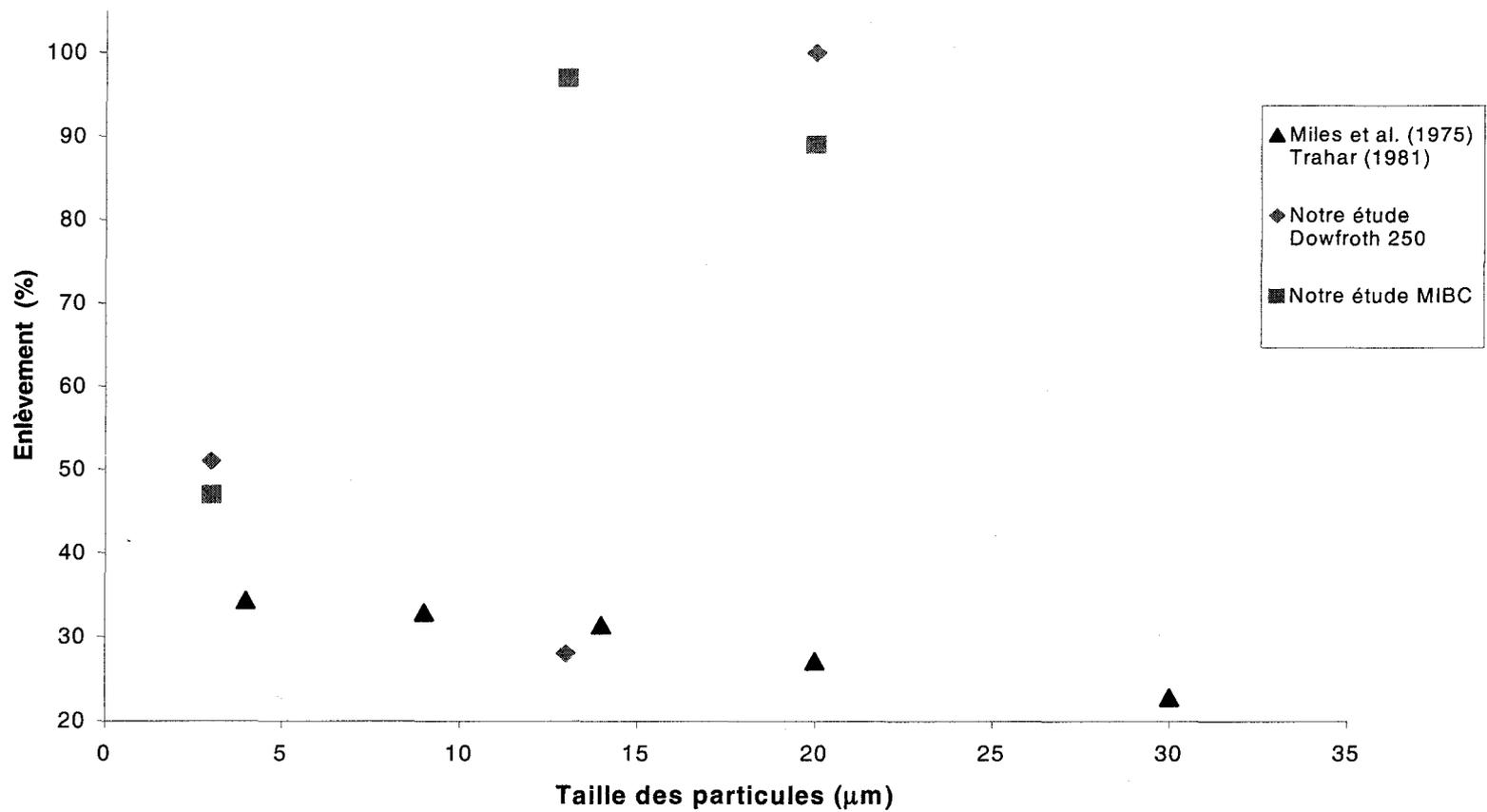


Figure 11- Comparaison des résultats obtenus en colonne avec ceux retrouvés dans la littérature pour les cellules (avec collecteur)

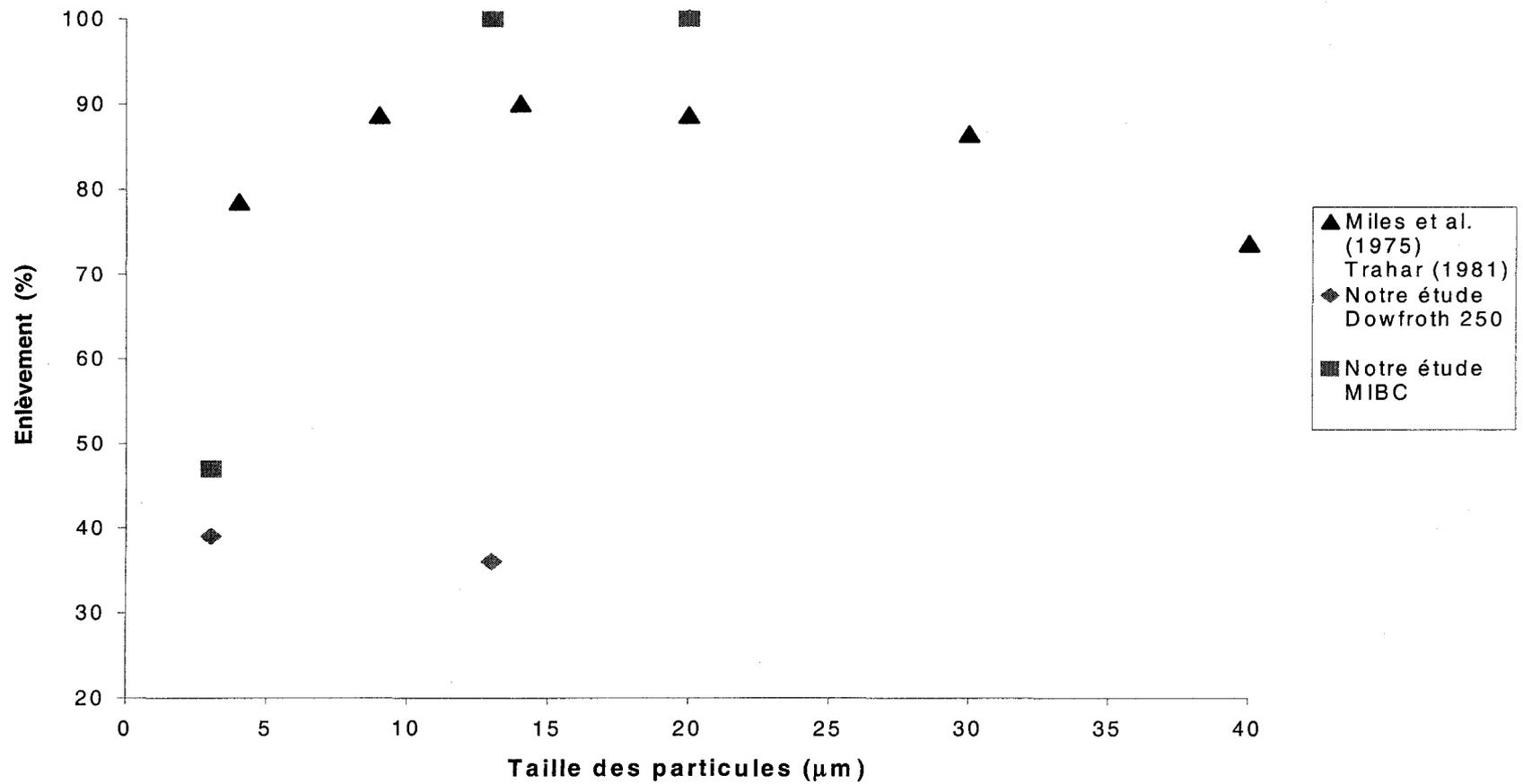


Figure 12 - Comparaison des résultats obtenus en colonne avec ceux retrouvés dans la littérature pour les cellules (collecteur et sulfate de cuivre)

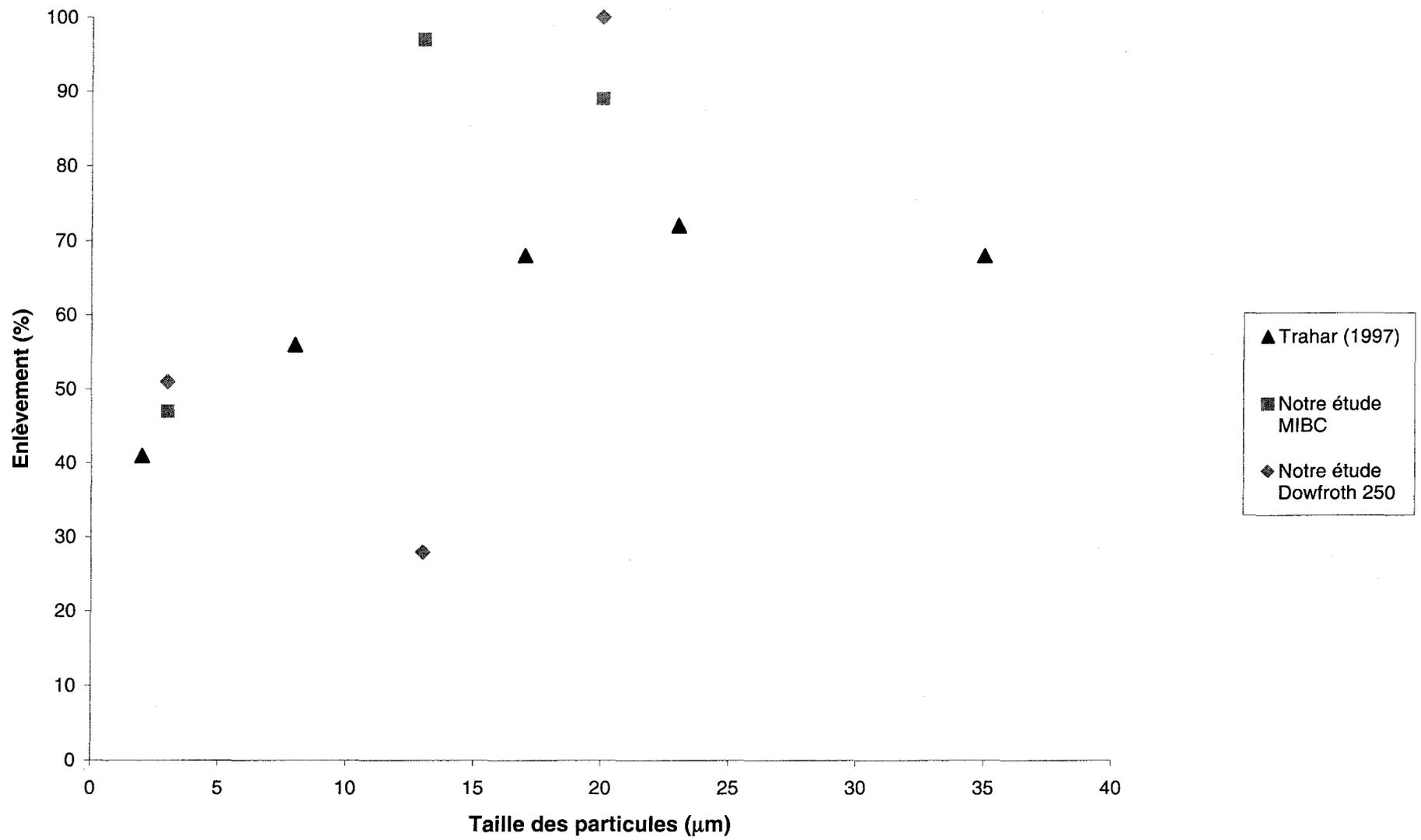


Figure 13 – Comparaison des résultats obtenus en colonne avec ceux de la littérature pour les cellules -flottation avec collecteur

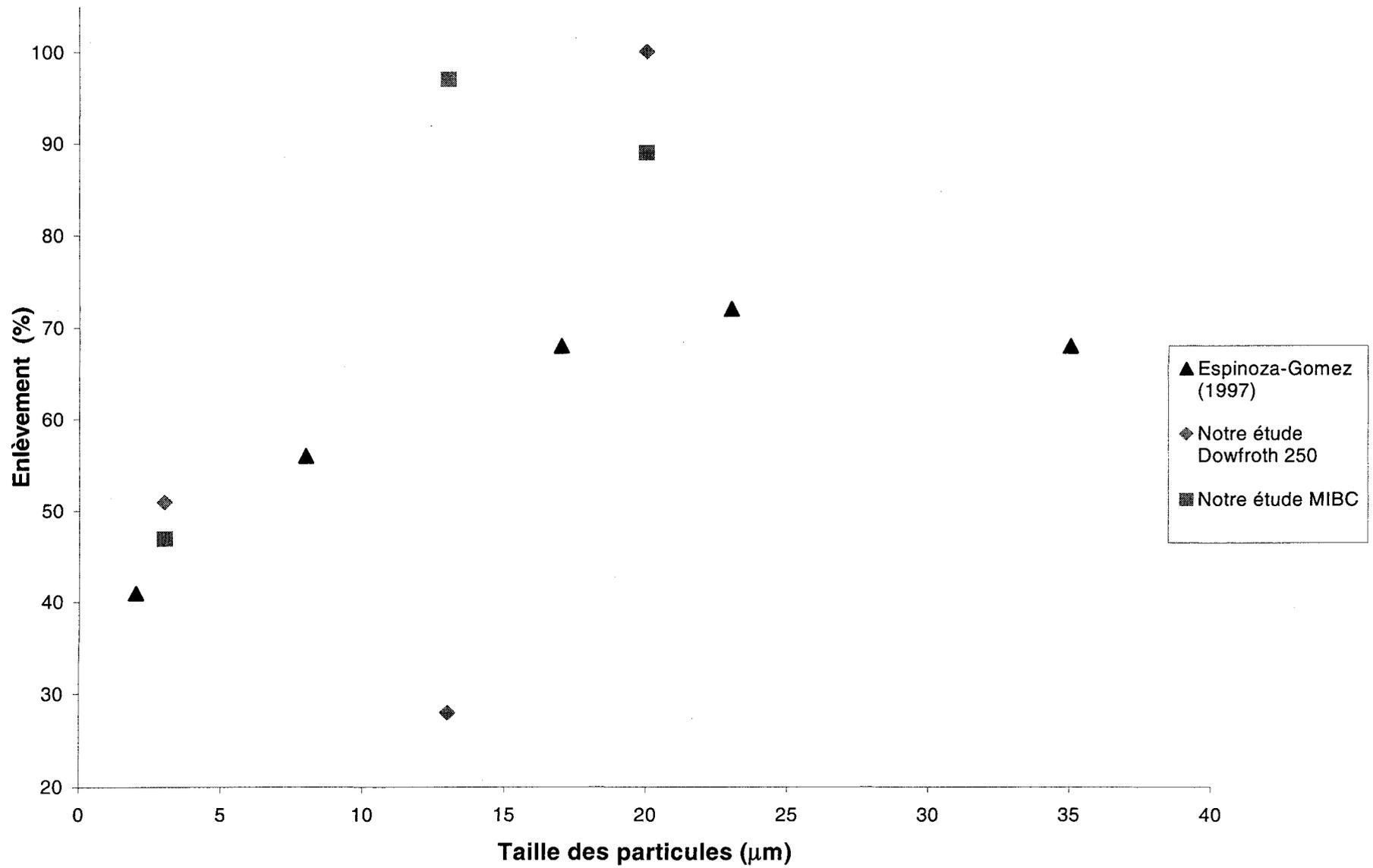


Figure 14 - Comparaison des résultats obtenus en colonne avec ceux retrouvés dans la littérature pour les colonne avec matrice réelle

Cet échantillon a été utilisé pour l'optimisation de la méthode. Les paramètres visés dans cette section de l'étude sont les suivants : le débit d'entrée, le débit des gaz, la concentration de collecteur, la concentration de moussant et la densité de la pulpe. Les valeurs décrivant ces facteurs sont présentées au tableau 21.

De façon générale six essais ont été réalisés pour chaque valeur de paramètre. Ce nombre est cependant moindre lorsqu'il est question des expériences ayant servi à compléter l'optimisation. À ce moment une ou deux ont été nécessaires.

L'analyse statistique réalisée à la suite des différentes flottations est basée sur la méthode de Taguchi (1988). Cette dernière a permis, entre autres, de déterminer les conditions expérimentales optimales pour ce genre de particules. Elle a également permis de calculer le pourcentage d'enlèvement théorique associé à ces conditions. Ce dernier résultat a aussi été vérifié puisque quelques essais ont été réalisés avec les paramètres optimums. Une explication de cette méthode est donnée au point 3.3 du chapitre 3.

4.8.1 Conditions générales de l'optimisation

Bien que plusieurs paramètres aient été variés au cours de cette optimisation, certains autres sont par contre demeurés constants. Il s'agit de la concentration en, du pourcentage en sphalérite, du pH de même que du temps de flottation.

La concentration utilisée à l'alimentation a été établie à 400 ppm ce qui correspond à un pourcentage en sphalérite de 0,8 %. La teneur mesurée à l'analyse n'était pas toujours identique à celle attendue de la dilution solide. Cet écart entre les deux valeurs a été attribué principalement à l'hétérogénéité du minerai.

Il se peut également que cette différence soit due à une erreur de manipulation. Lors de la fusion, un grain de solide, plus ou moins riche en zinc, a pu être utilisé provoquant alors une modification de la concentration. Afin de contrer ce problème,

un brassage vigoureux de chaque échantillon sec a été effectué. Ceci a permis une meilleure homogénéisation du mélange à fusionner.

Tableau 21- Conditions expérimentales mises en place lors de l'optimisation

Essai	□ collecteur mg/L	□ moussant mL/L	Débit des gaz cc/min	Débit d'entrée mL/min	Densité de la pulpe %
1	7,5	0,125	600	120	2,5
2	14,3	0,250	800	150	3,6
3	22,7	0,400	950	180	4,5
4	7,5	0,125	800	180	3,6
5	14,3	0,250	950	120	4,5
6	22,7	0,400	600	150	2,5
7	7,5	0,250	600	180	4,5
8	14,3	0,400	800	120	2,5
9	22,7	0,125	950	150	3,6
10	7,5	0,400	950	120	3,6
11	14,3	0,125	600	150	4,5
12	22,7	0,250	800	180	2,5
13	7,5	0,250	950	150	2,5
14	14,3	0,400	600	180	3,6
15	22,7	0,125	800	120	4,5
16	7,5	0,400	800	150	4,5
17	14,3	0,125	950	180	2,5
18	22,7	0,400	600	120	3,6
19	14,3	0,050	1100	200	3,6
20	14,3	0,075	1300	200	3,6
21	14,3	0,075	1100	225	3,6
22	14,3	0,050	1300	225	3,6
23	30,0	0,075	1100	200	3,6
24	30,0	0,075	1100	200	3,6
25	41,5	0,075	1100	200	3,6
26	50,5	0,075	1100	200	3,6

Le pH, pour sa part, a été fixé à une valeur de 8. Ce choix a été fait en raison du plus grand enlèvement que ce pH offrait. Le détail des manipulations concernant cette vérification est donné au point 4.4.1.

La durée de la flottation a été déterminée en fonction du temps nécessaire pour le remplissage de la colonne. En effet, ce délai a été associé au temps de résidence de la pulpe dans la colonne. Ce paramètre correspond au temps moyen que passe la pulpe dans la colonne entre son entrée et sa sortie. Pour qu'une séparation de ce genre

soit efficace, il importe que la matrice réside au moins tout ce temps dans la colonne. Sur cette base, la durée de traitement a été établie à environ 15 minutes. Cette valeur correspond approximativement à une fois le temps de résidence du matériel.

Ce temps, de même que celui relié à l'échantillonnage de l'entrée, étaient très importants dans ces manipulations puisqu'ils permettaient d'effectuer les différents calculs relatifs au bilan de masse.

4.8.2 Résultats généraux de l'optimisation

Le tableau qui suit présente les résultats moyens obtenus pour chaque paramètre. Ces valeurs ont trait à l'enlèvement (en concentration et en masse), à la pureté du concentré, à l'efficacité et au bilan de masse.

La différence entre les deux appellations de l'enlèvement réside dans le fait que celui appelé zinc réfère à la masse de zinc soutirée de la matrice alors que celui noté concentration fait état, en pourcentage, de la différence en concentration (de zinc) entre l'entrée et la sortie.

Quelques problèmes sont survenus lors du calcul du bilan de masse. En effet, il est arrivé, à quelques reprises, que la quantité de matière sèche entrée dans la colonne ait été inférieure à celle retrouvée au concentré et à la sortie. À ce moment, le bilan solide ne fermait pas et l'enlèvement était faussé. Dans ces cas, la masse associée à l'alimentation était déterminée en additionnant la sortie, le concentré et en ajoutant 10 grammes au total.

Cette façon de procéder a été employée en partant du fait que toute masse récupérée aux extrémités de la colonne devait d'abord y être entrée. La quantité supplémentaire (10 grammes) provient des solides retrouvés au fond de l'appareil de flottation. En effet, lors de l'évacuation du matériel par la sortie une bonne quantité de matériel demeurait à la base de la colonne. Ce solide a été évalué, en masse, à 10 grammes et c'est pourquoi cette valeur a été ajoutée au total.

Les résultats présentés aux sections suivantes ont été établis en tant qu'efficacité et non d'enlèvement (Voir chapitre 2, section 2.1.4). Cette décision a été prise en raison de la plus grande représentativité de ces données. Comme celles-ci tiennent compte à la fois de l'enlèvement et du bilan de masse, elles décrivent donc mieux le bon ou le mauvais fonctionnement des essais. Les résultats, ayant trait à chacun des paramètres, sont explicités aux sections 4.8.3 à 4.8.7.

Tableau 22 - Résultats moyens obtenus des différents essais d'optimisation

<i>Paramètre</i>	<i>% enlèvement</i>		<i>Bilan de masse</i>	<i>Pureté</i> %	<i>Efficacité</i>
	Concentration	Masse			
Débit (mL/min):					
120	22	40	77	29	21
150	30	41	86	26	30
180	34	45	91	39	34
200	39	64	79	7,6	37
225	32	64	62	20	32
Concentration de collecteur (ppm):					
7,5	25	42	87	27	27
14,3	31	45	78	36	28
22,7	30	39	89	31,2	30
30,0	72	76	31	45	72
41,5	67	74	42	39	69
50,5	30	15	126	41	30
Concentration de moussant (mL/L):					
0,05	35	58	81	15	34
0,075	37	71	60	12	35
0,125	29	44	79	29	31
0,250	35	46	77	31	30
0,400	24	37	90	33	21
Débit de gaz (cc/min):					
600	23	34	88	31	25
800	28	42	81	32	27
950	36	50	84	30	32
1100	36	59	70	12	35
1300	36	70	71	15	34
Densité de la pulpe (%):					
2,5	29	45	85	35	31
3,6	29	45	85	32	28
4,5	28	37	84	25	24

4.8.3 Optimisation du débit d'entrée

Cinq débits différents ont été vérifiées dans cette analyse; 120, 150, 180, 200 et 225 mL/min. Les résultats obtenus, dans les trois premiers cas, découlent de six essais de flottation. Pour ce qui est des débits de 200 et de 225 mL/min, deux expériences ont été réalisées pour chacun.

Afin de rendre la méthode d'analyse Taguchi plus accessible un exemple complet va être donné dans cette section. Les sections subséquentes, vont seulement rendre compte des résultats obtenus.

Tout d'abord, les données ayant trait au même facteur et à la même valeur sont regroupées ensemble. Dans le cas présent, le facteur réfère au débit d'entrée alors que la valeur représente la valeur nominale du débit, en mL/min. Dans le cas présent, le détail des efficacités obtenues est donné au tableau 23.

Par la suite des moyennes sont calculées à partir des résultats bruts. Le tableau 24 en fait état. Une fois qu'elles sont déterminées, un graphique comprenant ces valeurs en fonction du débit auquel elles sont associées est tracé. Une parabole convexe est alors obtenue. Par la forme du tracé, il est possible d'extrapoler une valeur assurant la meilleure efficacité possible. Le graphique ayant trait au débit d'entrée est présenté à la figure 15.

Une fois cette analyse complétée, la forme parabolique démontre bien que la valeur optimale, dans ce cas-ci, est de 200 mL/min.

Ce même procédé a été appliqué à l'ensemble des résultats obtenus pour chaque facteur. De cette façon toutes les conditions assurant un rendement optimal ont pu être déterminées.

Tableau 23 - Efficacités de récupération du zinc obtenues (%) suite aux essais d'optimisation du débit d'entrée

Débit d'entrée mL/min	Essai	Efficacité %	Débit d'entrée mL/min	Essai	Efficacité %
120	1	38	150	2	34
	5	25		6	12
	8	9		9	34
	10	1		11	22
	15	12		13	42
	18	38		16	35
180	3	42	200	19	36
	4	33		20	37
	7	10	225	21	33
	12	41			
	14	29			
	17	46			

Tableau 24 – Efficacités moyennes de récupération du zinc (%) obtenues lors des différents essais relatifs à l'optimisation du débit d'entrée (mL/min) selon l'approche Taguchi (1988)

Débit d'entrée mL/min	Efficacité moyenne %
120	21 ¹
150	34 ¹
180	34 ¹
200	37 ²
225	32 ²

¹ moyenne sur 6 essais

² moyenne sur 2 essais

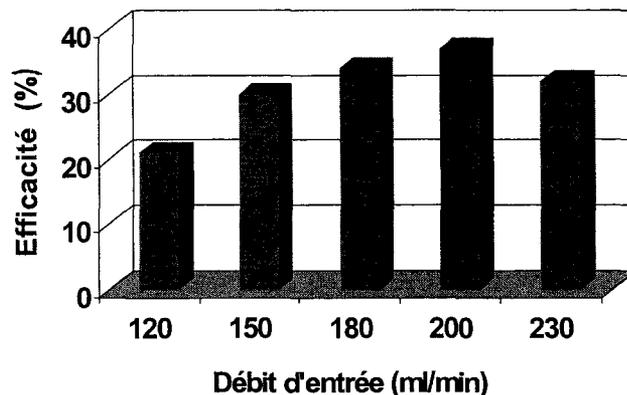


Figure 15 – Efficacités moyennes de récupération du zinc (%) en fonction du débit d'entrée (mL/min), analyse Taguchi, (1988)

4.8.4 Optimisation de la concentration de collecteur (KAX 51)

Dans ce cas, six concentrations différentes ont été analysées soit : 7,5, 14,3, 22,7, 30,0, 41,5 et 50,5 ppm. Les trois premières teneurs ont fait l'objet de six expérimentations chacune alors que les trois dernières ont été misent en place qu'une seule fois.

Les essais réalisés pour les concentrations de 30,0, 41,5 et 50,5 ppm ont été effectués dans les conditions optimales relatives aux autres paramètres. C'est pourquoi les efficacités obtenues lors de ces expériences sont de loin supérieures aux autres. Ces résultats ont tout de même été considérés en raison du fait que même en leur accordant une erreur expérimentale hypothétique de 40 % ils demeurent toujours plus élevés que les autres.

Un second point est venu appuyer cette démarche. Il s'agit du rendement retrouvé au niveau de la concentration de 50,5 ppm. En effet, l'enlèvement obtenu est d'une valeur de 30 % ce qui est équivalent aux essais antérieurs. Ceci laisse donc présumer que si les expériences à 30,0 et à 41,5 ppm avaient été moins efficaces que les autres cela aurait été visible sur le graphique.

Les efficacités moyennes obtenues pour ce paramètre sont données au tableau 25. Le graphique découlant de ces calculs est, pour sa part, présenté à la figure 16. Encore une fois, une parabole est observée. De celle-ci une valeur assurant une efficacité maximale peut être extrapolée. Cette dernière est de 72 % et correspond à une concentration de collecteur de 30,0 ppm.

Tableau 25 – Efficacités moyennes de récupération du zinc (%) obtenues à la suite de l’optimisation de la concentration de collecteur selon l’approche Taguchi, (1998)

Concentration de collecteur ppm	Efficacité moyenne %
7,5	27 ¹
14,3	28 ¹
22,7	30 ¹
30,0	72 ²
41,5	69 ²
50,5	30 ²

¹moyenne sur 6 essais

² un seul essai

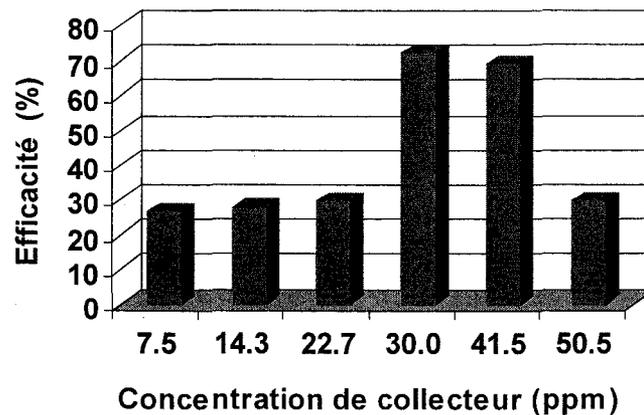


Figure 16 – Efficacités moyennes de récupération du zinc (%) en fonction de la concentration de collecteur (ppm), analyse Taguchi, (1988)

4.8.5 Optimisation de la concentration de moussant (Dowfroth 250)

Cinq concentrations de moussant ont été utilisées dans cette section. Ces teneurs sont de 0,05, 0,075, 0,125, 0,250 et 0,400 mL/L. Les raisons ayant guidé le choix du tensioactif ont déjà été énumérées au point 4.2.2 du présent chapitre. Il est donc possible de s'y référer pour avoir plus de détails.

Six expériences ont été réalisées dans le cas des trois dernières concentrations et de deux dans le cas des deux premières. En fait, les données des essais à 0,050 et 0,075 ppm ont permis de compléter l'optimisation. Sans l'ajout de ces expériences la parabole n'aurait pas été complète. Il aurait alors été impossible de déterminer la valeur optimale.

Les valeurs ayant permis l'extrapolation de cette donnée sont fournies au tableau 26. Le graphique associé à ces résultats est présenté à la figure 17.

Tableau 26 – Efficacités moyennes de récupération du zinc (%) obtenues lors de l'optimisation de la concentration de moussant (mL/L) selon l'approche Taguchi, (1988)

Concentration de moussant mL/L	Efficacité moyenne %
0,050	34 ¹
0,075	35 ¹
0,125	31 ²
0,250	30 ²
0,400	21 ²

¹ moyenne sur 2 essais

² moyenne sur 6 essais

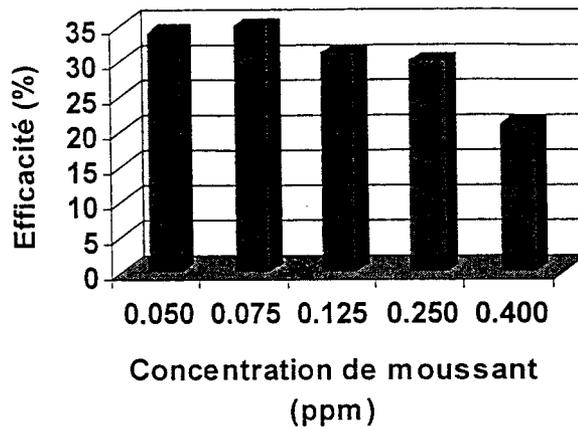


Figure 17 – Efficacités moyennes de récupération du zinc (%) en fonction de la concentration de moussant analyse Taguchi, (1988)

La concentration offrant un enlèvement maximal est de 0,075 ppm. Cependant, il serait possible d'utiliser une teneur inférieure à celle-ci soit 0,050 ppm. En effet, comme la différence en efficacité entre les deux teneurs n'est que de 1 % il est possible de supposer que le résultat suite au traitement serait le même. En réalité cet écart peut être facilement attribuable à des erreurs expérimentales. Ceci signifie donc que le choix de la quantité de moussant à ajouter ne dépend que du responsable de la manipulation. Il peut également reposer sur la pureté du concentré voulue. Selon la profondeur de mousse retrouvée la teneur obtenue au sommet de la colonne peut facilement varier.

4.8.6 Optimisation du débit des gaz

Cinq débits différents ont été vérifiés dans cette section. Il s'agit de débits de 600, 800, 950, 1100 et 1300 cc/min. Six essais de flottation ont été réalisés pour la mise en place des moyennes associées aux trois premiers débits. En ce qui a trait aux deux dernières, deux expériences ont été effectuées pour chacune d'entre elles.

Un changement de débitmètre a dû être effectué entre les débits de 950 et de 1100 cc/min. Il est cependant peu probable que cette modification ait eu un impact

sur les résultats. Les moyennes obtenues de même que le graphique qui s'y rapporte sont présentés au tableau 27 et à la figure 18.

Le débit optimal, mesuré au maximum de la courbe est de 1100 cc/min. Ici encore, une seconde valeur pourrait être utilisée. En effet, un écart de 1 % est toujours observable entre cette dernière et 1300 cc/min ce qui signifie qu'une valeur ou l'autre pourrait très bien permettre l'obtention de la même séparation, et ce si on considère l'erreur expérimentale de 11 %. Il reste au responsable de l'opération à décider.

Une fois de plus le facteur décisif peut être la pureté du concentré recueilli. Un débit plus élevé est plus près de l'écoulement turbulent (voir chapitre 2, section 2.1.3.2.1) et une pureté moindre peut alors être obtenue.

Tableau 27 – Efficacités moyennes obtenues de récupération du zinc (%) lors de l'optimisation du débit des gaz

Débit des gaz	Efficacité moyenne
cc/min	%
600	25 ¹
800	27 ¹
950	32 ¹
1100	35 ²
1300	34 ²

¹ moyenne sur 6 essais

² moyenne sur 2 essais

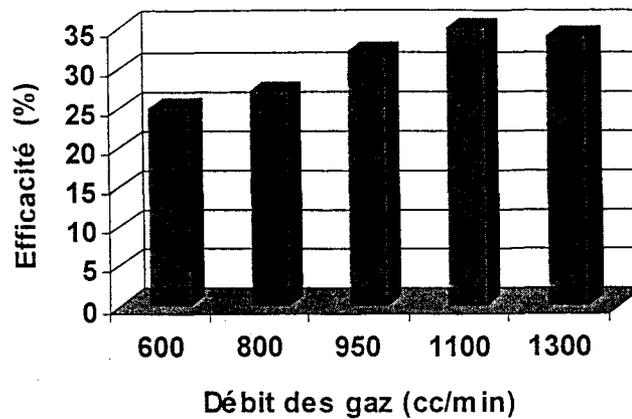


Figure 18 – Efficacités moyennes de récupération du zinc (%) en fonction du débit des gaz

4.8.7 Densité de la pulpe

Trois pourcentages solides ont été analysés pour cette partie de la recherche. Il est question de 2,5 %, 3,6 % et 4,5 %. Six expériences ont été effectuées pour chacune de ces valeurs.

Les moyennes calculées de ces essais sont présentées au tableau 28 alors que le schéma qui leur est associé est tracé à la figure 19.

Comme il est possible de le constater la parabole obtenue est incomplète et aucune autre expérience n'a été réalisée afin de la compléter. Cette décision a été prise puisqu'il est tout à fait normal que l'enlèvement soit meilleur lorsque la pulpe contient un faible pourcentage en solide. À la limite, un enlèvement de 100 % pourrait être obtenu si la densité était nulle. Il a donc été considéré que quelle que soit la valeur de ce paramètre, l'efficacité sera toujours plus élevée lorsque la densité diminuera.

Il est important de remarquer que la différence entre les pourcentages est relativement faible. En terme de chiffre il est question d'un écart d'au plus 7 %. En considérant les erreurs expérimentales il est même impossible de parler d'une

différence de rendement. Ceci signifie donc que, selon ces résultats, la densité de la pulpe n'aurait pas beaucoup d'impact sur l'enlèvement et le bilan de masse.

Cette constatation est parfaitement en accord avec ce qu'ont écrit Castillo *et al.* (1988) dans leur article *Fine particle separation performance in a flotation column under condition of heavy froth loading*. Selon ce qu'ont écrits ces auteurs, la densité de la pulpe influençait très peu les résultats finaux (récupération et pureté). Les essais réalisés dans cette optique ont donc permis de vérifier ce point caractéristique de ce type de séparation.

Avant de procéder à l'optimisation comme telle, trois essais généraux de flottation avaient été réalisés sur ce matériel. Ces derniers n'ont pas été inclus dans ce rapport puisque les résultats obtenus n'étaient pas représentatifs de la réalité. Des efficacités de 81 % et 85 % ont été calculées pour des solides ayant un diamètre moyen de 0,16 μm . De plus, il a été impossible de répéter ces résultats. En effet, en 26 essais d'optimisation, aucun enlèvement n'a permis de calculer un rendement aussi bon. Ceci porte donc à croire qu'il y a eu erreur de manipulations lors de la mise en place de ces traitements.

Tableau 28– Efficacités moyennes de récupération du zinc (%) obtenues à la suite des essais d'optimisation de la densité de la pulpe selon l'approche Taguchi, (1988)

Densité de la pulpe % (g/g)	Efficacité moyenne %
2,5	31
3,6	28
4,5	24

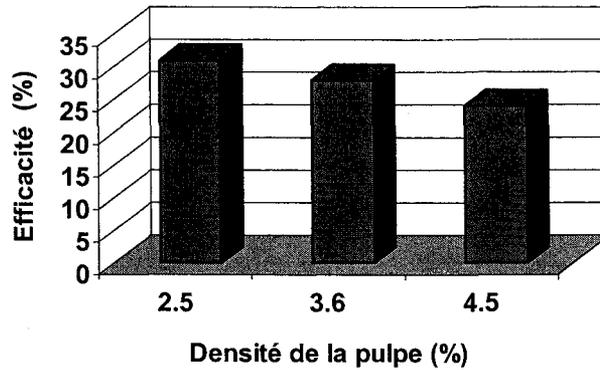


Figure 19 – Efficacités moyennes de récupération du zinc (%) en fonction de la densité de la pulpe

4.8.8 Résumé des paramètres optimaux

Bien que chacun des paramètres ait été explicité un par un il est maintenant intéressant de mettre le tout en commun. Le tableau qui suit présente donc l'ensemble des paramètres à utiliser pour la flottation de particules de sphalérite de taille inférieure à 5 μm . ou plus spécifiquement, pour des solides de 0,16 μm .

Tableau 29 – Résumé des conditions optimales, déterminées au maximum d'efficacité, pour des particules de sphalérite de diamètre moyen à 0,16 μm

Paramètre	Valeur
Débit d'entrée	200 mL/min
Concentration de collecteur	30,0 ppm
Concentration de moussant	0,075 mL/L
Débit des gaz	1100 cc/min
Densité de la pulpe	2,5 %

4.8.9 Comparaison avec la littérature

Les figures présentées aux pages suivantes (figure 20, 21 et 22) comparent les résultats de la littérature et expérimentaux à ceux obtenus suite à l'optimisation (particules de diamètre moyen de 0,16 μm). Ainsi, il est possible d'apprécier dans quelle mesure l'efficacité a pu être améliorée suite à cette étape.

Des conclusions similaires ont été tirées de chacun de ces tracés. En fait, ils ont permis de vérifier que l'optimisation effectuée a apporté une nette amélioration du rendement de la flottation des particules de diamètre moyen de 0,16 μm . Un pourcentage de loin supérieur à celui prédit par les courbes établies est observable. Il est question de 63 % d'efficacité suite à l'optimisation par rapport à une efficacité très faible ou pratiquement nulle dans les autres cas.

Le gain d'enlèvement se remarque également lorsque le résultat obtenu est comparé à ceux retrouvés pour les diamètres supérieurs. En effet, une efficacité plus élevée est retrouvée pour le matériel de 0,16 μm comparativement aux particules de dimension de 5 μm . La flottabilité de ces particules étant plus élevée que celles visées dans l'optimisation, il est possible de dire que la séparation de solides de cette taille (5 μm) est possible. Il est donc exact de présumer qu'avec une optimisation, le rendement d'une méthode peut être amélioré au point de rivaliser avec des tailles supérieures. Les figures 20, 21 et 22 démontrent ce résultat. Ils démontrent également que l'efficacité qui est associée à leur traitement est très appréciable. Ces données sont d'autant plus intéressantes puisque, selon la littérature, la flottabilité de ce genre de matériel est très faible. Quoiqu'il en soit, il est maintenant démontré qu'avec une optimisation il est possible d'effectuer la séparation de ce type de particules. Cette étape est cependant plus rigoureuse que celle reliée aux solides grossiers, et ce, en raison de leur flottabilité inférieure.

4.9 Essais dans les conditions optimales

4.9.1 Détermination de l'erreur sur les manipulations

L'erreur sur les manipulations, pour les essais à deux colonnes, a été évaluée par la répétition d'essais dans des conditions identiques. À cette fin, quatre essais (tableau 30) ont été effectués dans les conditions optimales. En calculant une moyenne sur les résultats obtenus il a été possible de déterminer la variance et ainsi de l'associer à l'erreur sur les manipulations. Cette façon de procéder évalue l'erreur totale de la manipulation c'est-à-dire qu'elle considère les erreurs dues à la flottation, à la fusion et à l'analyse par absorption atomique.

Cette erreur ne s'applique cependant qu'aux conditions optimales. En effet, il est impossible de l'associer à l'analyse Taguchi puisqu'il y a trop de variation au niveau des conditions expérimentales. Les paramètres étant trop différents au fil des essais l'erreur qui leur est associée est plus importante. Celle déterminée dans le cas présent ne peut donc être utilisée, face aux résultats obtenus, qu'à titre d'évaluation.

L'écart type calculé de ces essais est faible. Ceci démontre que la méthode employée est reproductible. Cette valeur prouve en fait que le traitement de flottation et l'analyse sont efficaces.

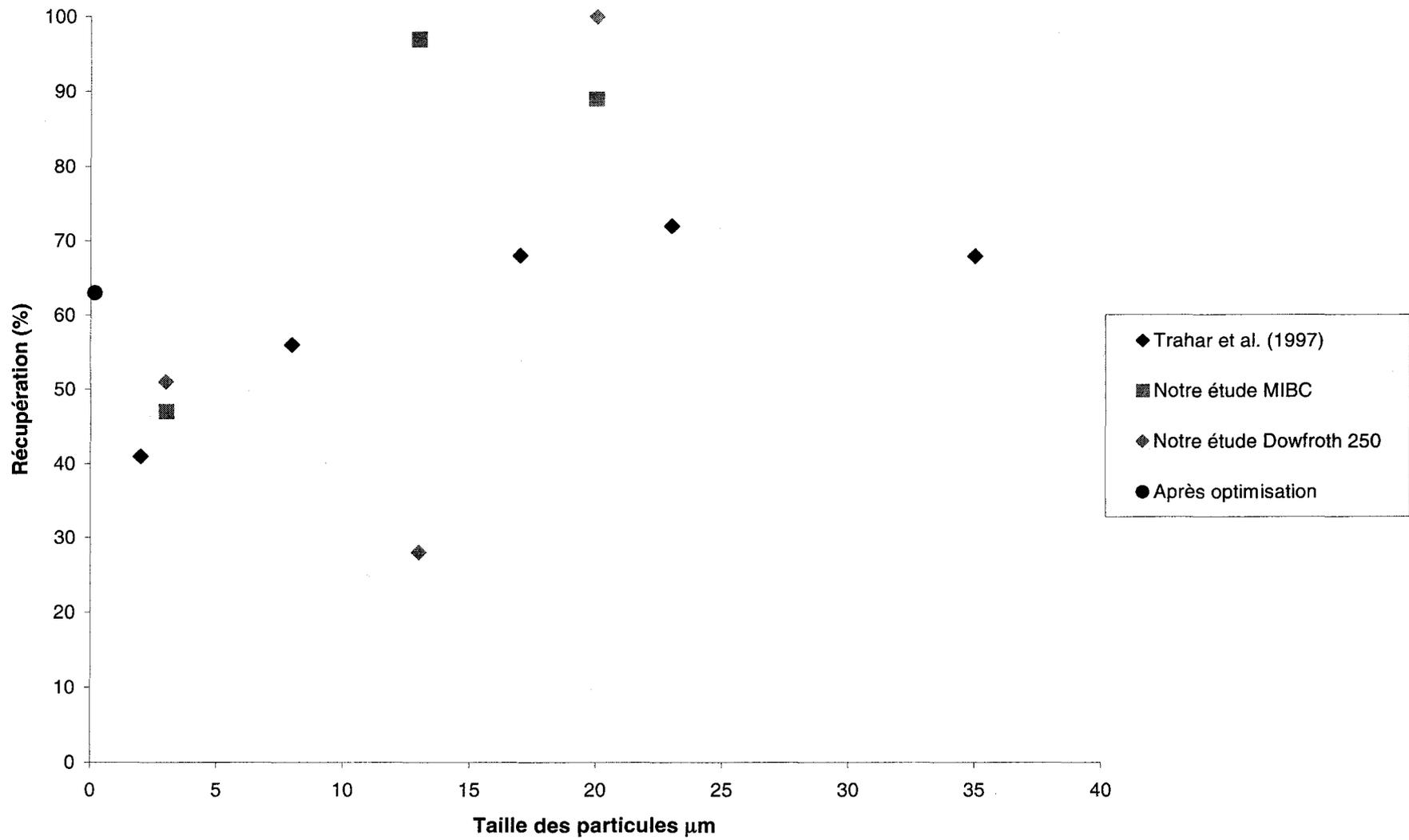


Figure 20- Comparaison des données de littérature, expérimentales et après optimisation

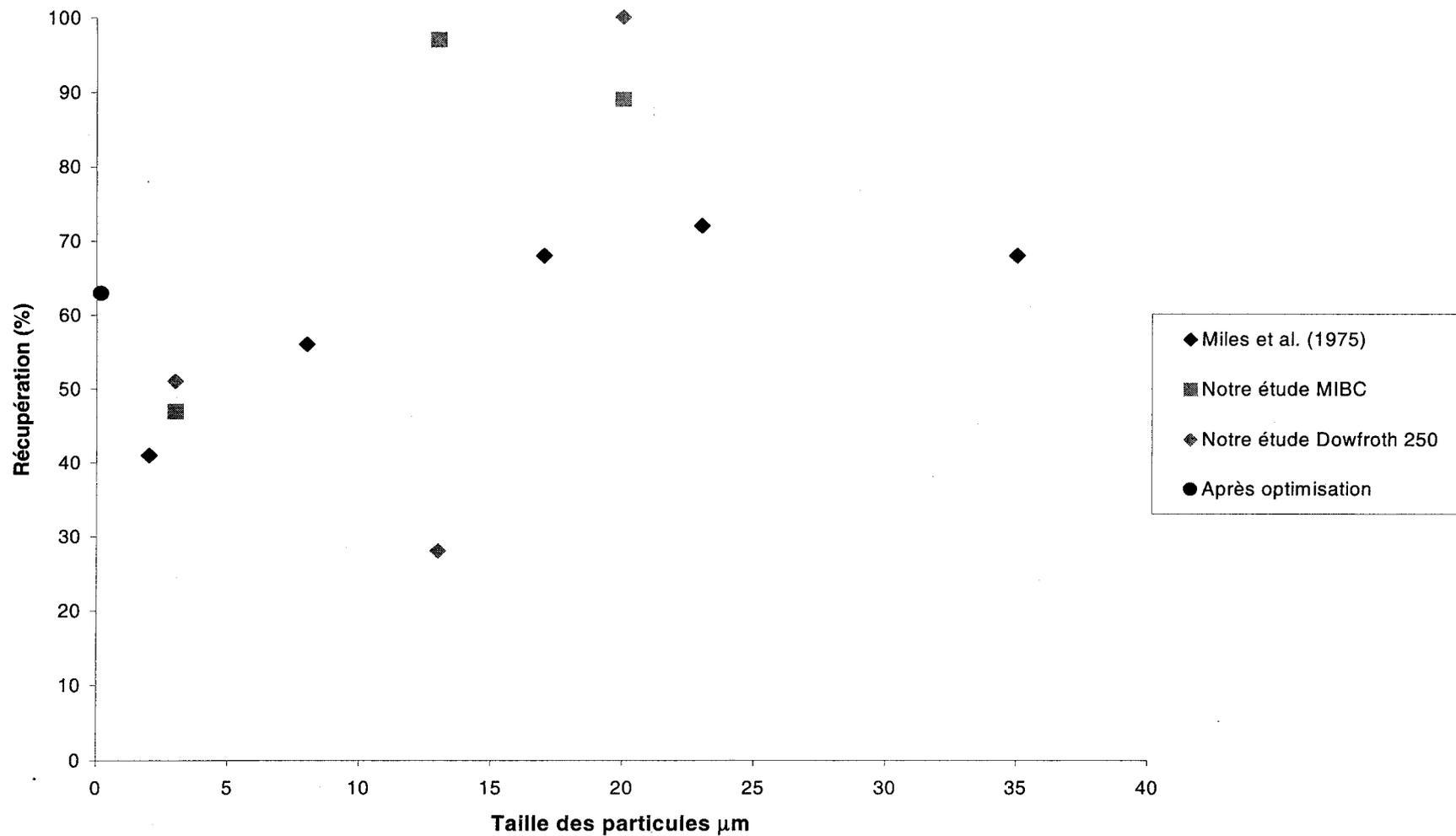


Figure 21 - Comparaison des données de littérature, expérimentales et après optimisation

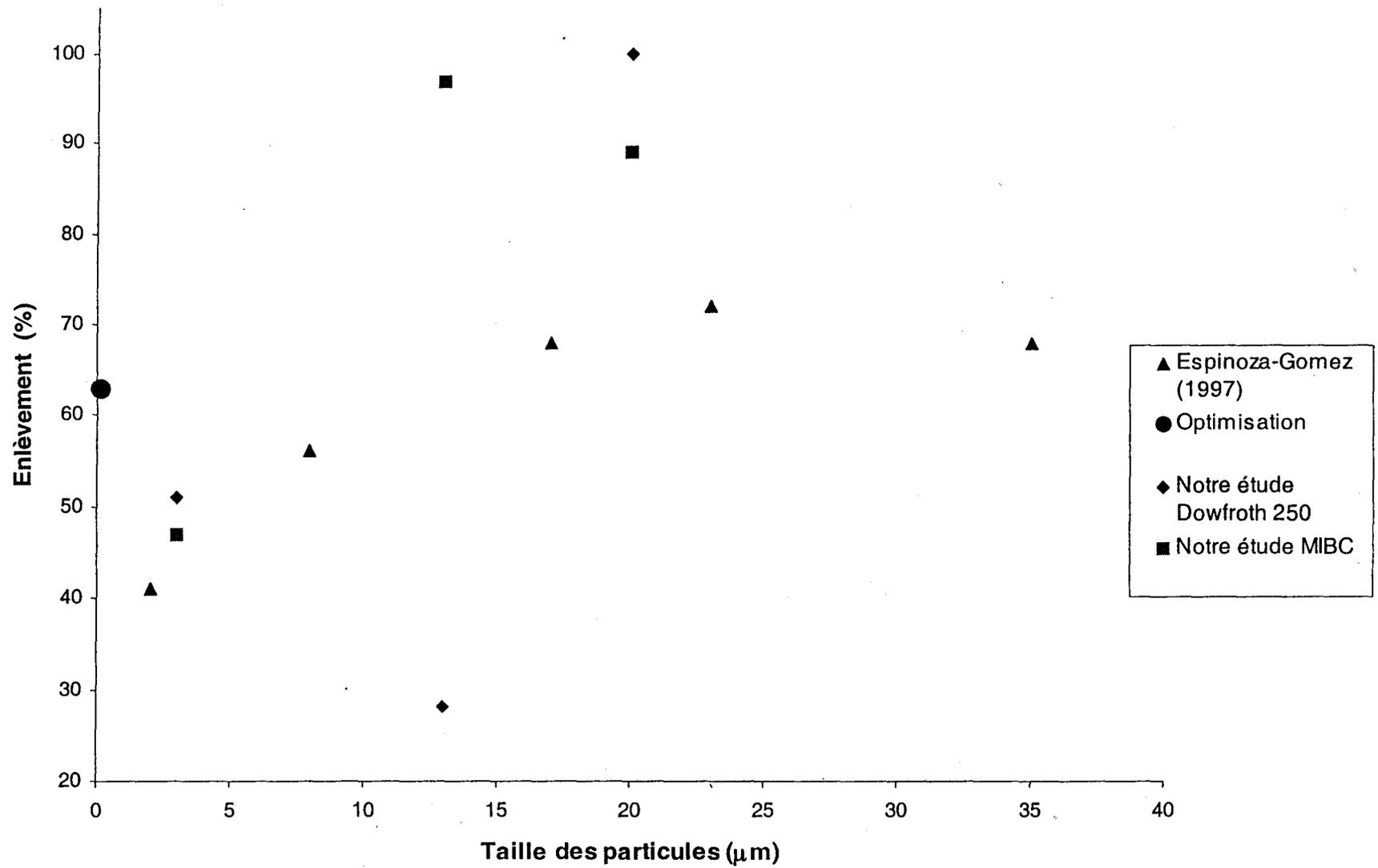


Figure 22- Comparaison des données de littérature, expérimentales et après optimisation

4.9.2 Évaluation de la prédiction de Taguchi

En plus de fournir une méthode de traitement des données, Taguchi (1988) offre une façon de calculer le rendement (théorique) de la méthode dans les conditions optimales. Dans le cas présent, la prédiction faite à ce niveau était de 54 %.

Tableau 30 – Résultats obtenus suite aux essais relatifs aux erreurs de manipulations

<i>Essai</i>	<i>Efficacité</i> %
1Op.1	52
1Op.4	55
Op.24	75
Op.25	68
Moyenne	63
Écart type	11

En réalité le pourcentage d'efficacité obtenu est de 63 %. Ce chiffre provient des essais présentés au point précédent. Comme il est possible de le constater l'écart entre la théorie (54 %), telle que calculée par Taguchi, et la réalité (63 %) est très faible. L'évaluation est donc relativement bonne.

4.9.3 Essais sur deux colonnes

Deux essais généraux de flottation ont été réalisés mais cette fois avec deux colonnes. Cette démarche visait à vérifier dans quelle proportion le rendement pouvait être amélioré avec un second passage dans le système. Tout comme dans le cas de l'optimisation, une matrice artificielle a été utilisée à cette fin. La sphalérite utilisée était la même que celle décrite dans le cas de l'optimisation. Il est donc

question de particules de diamètre moyen de 0,16 μm et d'une granulométrie étalée de 0,13 à 39 μm .

Les conditions établies à ce moment ne sont pas optimales. Quelques faibles modifications ont été mises en place, notamment au niveau du débit des gaz, et ce, afin que les deux colonnes aient des conditions identiques. Un détail de ces modifications est présenté à la page suivante.

Tableau 31 – Conditions expérimentales mises en place lors des essais comportant deux colonnes

Essai	Débit d'entrée mL/min	Débit des gaz cc/min	Concentration de collecteur ppm	Concentration de moussant ppm	Densité de la pulpe %	Enlèvement %
1	180	950	14,4	125	3,6	0
2	180	950	14,4	125	3,6	87

Il a été impossible de déterminer l'efficacité de ces essais puisqu'il est difficile d'évaluer, en raison de l'eau de lavage (modifie la densité), quelle est la quantité de solides exacte dans chaque colonne. Ainsi, il devient plus compliqué de calculer un bilan de masse. Quoi qu'il en soit, il est évident, dans le deuxième essai, qu'un second passage dans la colonne améliore de beaucoup le rendement de la méthode. En fait, une différence de 24 % est retrouvée entre une expérience à une colonne et une autre à deux colonnes. En effet, un enlèvement de 63 % de zinc est obtenu dans le premier cas alors qu'un enlèvement de 87 % est obtenu dans le second cas. À la limite, une troisième flottation pourrait peut-être amener un enlèvement plus important.

L'essai 1 a été rejeté de l'analyse en raison de l'enlèvement nul obtenu. En effet, toutes les expériences de flottation réalisées antérieurement ont démontré que l'enlèvement de la sphalérite était possible avec cette méthode (minimum 20 %, maximum 100 %). Une ou plusieurs erreurs expérimentales et/ou d'analyse ont dû se glisser et ainsi donner ce chiffre.

4.9.4 Résultats sur une matrice réelle

À la suite de l'optimisation, quelques essais, avec des matrices réelles, ont été réalisés. Les solides utilisés à ce moment étaient des sédiments provenant du quai 103 de la zone portuaire de Montréal de même que de sols contaminés du site Saint-Ambroise/Saint-Paul (Montréal). Ces manipulations avaient pour but premier de vérifier l'applicabilité de la méthode de flottation relativement à ce type de matériel.

Les conditions expérimentales mises en place dans le cas de ces essais ne sont pas celles déterminées au chapitre précédent (optimales). La raison de ceci est que la concentration en contaminant (zinc) était de loin supérieure à celle établie lors de l'optimisation. De ce fait, l'utilisation d'une quantité de collecteur beaucoup plus élevée devenait nécessaire. Comme les paramètres ayant trait à la flottation sont tous reliés ensemble de près ou de loin il était clair qu'avec ce changement ceux déclarés optimums ne l'étaient plus. Ainsi, il semblait moins important d'implanter chaque paramètre de façon rigoureuse. Néanmoins, les essais ont tout de même été réalisés le plus près possible des conditions optimales.

4.9.4.1 Sédiments du quai 103

Cinq essais ont été réalisés avec cette matrice. Les conditions relatives à ces expériences de même que les résultats obtenus sont présentés à la page suivante.

Les teneurs en collecteur et en surfactant ont été modifiées au fil de ces essais en raison des piètres résultats et de la grande quantité de mousse obtenue. Ainsi, en augmentant et en diminuant de façon significative la quantité de KAX 51 (collecteur) il a été possible de remarquer que le faible enlèvement n'était pas dû à ce paramètre. En fait, il est fort probable que ces faibles résultats soient dus à la conjonction de tous les paramètres qui maintenant ne sont plus optimums.

De l'autre côté, la modification du volume de tensioactif a permis de diminuer la profondeur de l'émulsion et ainsi de limiter l'entraînement parasite. La grande quantité de mousse observée est attribuable à la contamination présente dans la

matrice. En effet, cette dernière est de type mixte c'est à dire contenant à la fois des contaminants organiques et inorganiques. La présence d'huiles et graisses dans l'eau favorise grandement le moussage, et ce, en raison de la nature hydrophobe des composés. C'est pour cette raison qu'une étape préliminaire a été réalisée, en cellule de flottation, afin d'éliminer ce type de polluant. Comme l'enlèvement des hydrocarbures n'a pas été total il a été possible de retrouver une certaine quantité d'huile et graisse. Ainsi, une quantité de mousse plus importante a pu être observée.

L'essai 1 n'a pas été analysé puisque les conditions physiques de la matrice étaient inadéquates. En réalité, cette dernière avait été séchée suite à son passage dans la cellule, ce qui n'est pas souhaitable. En fait, la déshydratation du solide favorise un plus grand moussage. Ce phénomène vient fausser les valeurs des paramètres à établir (collecteur, débit des gaz).

Tableau 32 – Conditions expérimentales mises en place lors des essais avec les sédiments du quai 103

Essai	Débit d'entrée mL/min	Débit des gaz cc/min	Concentration de collecteur ppm	Concentration de moussant ppm	Densité de la pulpe % (g/g)
1	180	950	14,4	125	3,6
2	180	950	14,4	125	3,6
3	180	950	14,4	57	3,6
4	180	950	14,4	57	3,6
5	180	950	3,73	57	3,6

Ces résultats démontrent bien que les paramètres mis en place n'étaient pas adéquats pour ce genre de matériel. En effet, quelle que soit la quantité de collecteurs ajoutée à la pulpe, l'efficacité est toujours la même, soit nulle. Ceci laisse donc croire que lorsque la matrice change une optimisation complète doit être effectuée.

Tableau 33 – Résultats obtenus suite aux essais avec le sédiment du quai 103

Essai	Efficacité
	%
1	-
2	0
3	0,1
4	0,04
5	0,04

4.9.4.2 Sol Saint-Ambroise/Saint-Paul

Quatre expériences ont été effectuées dans ce cas. Encore une fois, les paramètres établis au chapitre précédent ont été quelque peu modifiés. Le but de ce changement était de vérifier ce qui influençait le plus le rendement. Les conditions expérimentales établies pour la réalisation de ces essais de même que les résultats obtenus sont présentés aux tableaux 34 et 35.

Tout comme au point précédent, les chiffres calculés ne sont pas très convaincants. Des efficacités nulles sont encore rencontrées ici. En réalité, seul l'essai 4 démontre un bon rendement. Ce résultat est très surprenant puisqu'il correspond à l'expérience comportant le moins de collecteur. Ceci porte donc à croire qu'il y a eu, à ce niveau, erreurs de manipulation. Ces dernières sont probablement reliées à la fusion des échantillons. Il se peut que l'entrée ait été fortifiée par un composé de zinc quelconque pris lors de l'échantillonnage ou alors que la sortie ait été mal homogénéisée et que très peu de zinc ait été récupéré pour la mise en solution.

En excluant cet essai, il est possible de dire, comme dans le cas précédent, qu'une optimisation séparée devrait être effectuée dans ce cas. Les deux essais tendant vers cette même conclusion il est très possible qu'il s'agisse de la méthode à suivre.

Chapitre 5

Conclusion

Les objectifs de ce travail étaient de :

1. déterminer la récupération de particules de sphalérite par flottation en colonne pour les fractions granulométriques suivantes : 20 μm , 13 μm et 3 μm ;
2. comparer les données obtenues avec celles de la littérature pour les cellules de flottation;
3. optimiser la méthode de récupération de la sphalérite par flottation en colonne pour la fraction inférieure à 5 μm .

Les résultats découlant de la réalisation de l'objectif 1) montrent que la récupération de la sphalérite varie de 50 à 100 % pour les fractions granulométriques de 13 et 20 μm . L'utilisation du collecteur KAX 51 est le facteur déterminant en regard de l'obtention d'un enlèvement élevé. Pour les particules de diamètre de 3 μm , la récupération du sulfure de zinc obtenue varie de 20 à 51 %, la plus élevée étant associée à la présence de collecteur.

La comparaison des données expérimentales avec celles de la littérature, tel que défini par l'objectif 2, démontre que les colonnes offrent une efficacité accrue par rapport aux cellules de flottation, et ce, pour une matrice synthétique identique quartz-sphalérite. Selon les conditions expérimentales mises en place, la différence d'enlèvement de la sphalérite, entre les deux appareils, varie de 20 à 200 %, le plus grand écart étant observé pour les essais sans réactifs.

En regard à l'objectif 3), 26 expériences ont été effectuées. Ces dernières ont été conçues de manière à répondre à une matrice orthogonale. Celle-ci permet en fait de dresser une liste d'essais dans différentes conditions expérimentales. Chaque critère préétabli est alors vérifié dans diverses situations.

L'analyse qui a suivi ces manipulations a été tirée d'un ouvrage écrit par Taguchi (1988). Cet auteur donne en fait une technique de traitement mathématique permettant de déterminer les paramètres optimums. Cette méthode vise à regrouper les mêmes paramètres et à effectuer une moyenne de leur rendement. Ces données sont, par la suite, placées sous forme graphique. Une forme parabolique est alors obtenue. De ce fait, il est possible d'extrapoler une valeur optimale en déterminant la valeur correspondant au maximum d'efficacité.

Cinq paramètres ont été ciblés dans cette analyse. Il s'agit du débit d'entrée, du débit des gaz, de la concentration de collecteur, de la concentration de tensioactif et de la densité de la pulpe. Dans l'ordre les valeurs maximales obtenues des différents graphiques sont les suivantes : 200 mL/min, 1100 cc/min, 30,0 ppm, 0,075 mL/L et une densité de pulpe la plus faible possible. Pour les essais subséquents un pourcentage solide de 3,6 % a été utilisé.

Afin de vérifier ces résultats, des expériences en conditions optimales ont été effectuées. Ces dernières ont également permis de déterminer l'erreur globale sur les manipulations. Six essais de ce type ont été effectués. Parmi ceux-ci, quatre essais ont été retenus. L'efficacité moyenne de 63 ± 11 % a été obtenue. Cette valeur est supérieure à toutes celles déterminées avant l'optimisation. Les paramètres optimaux sont donc ceux pour lesquels on obtient un rendement maximal.

Les conditions optimales ont également été appliquées à une matrice réelle (sol et sédiments). Les résultats obtenus montraient une efficacité inférieure à 5 %. Cette observation souligne que les conditions assurant un meilleur rendement pour une matrice donnée, n'apparaissent pas applicables à une autre. Il est donc nécessaire, pour un solide donné, de procéder à des essais d'optimisation spécifiques. Ces résultats sont préliminaires, il serait donc intéressant que, dans un avenir rapproché, des essais soient réalisés afin de vérifier de façon approfondie la possibilité de la méthode pour une matrice réelle.

Annexe 1

Schémas des granulométries

Schéma 1 : zinc après un broyage de 4 minutes

Schéma 2 : quartz utilisé lors des différents essais

Schéma 3 : cyclone 1

Schéma 4 : cyclone 2

Schéma 5 : cyclone 2 broyé 30 minutes

Schéma 6 : matériel entré dans la colonne lors d'un essai de flottation

Schéma 7 : matériel sorti de la colonne lors d'un essai de flottation

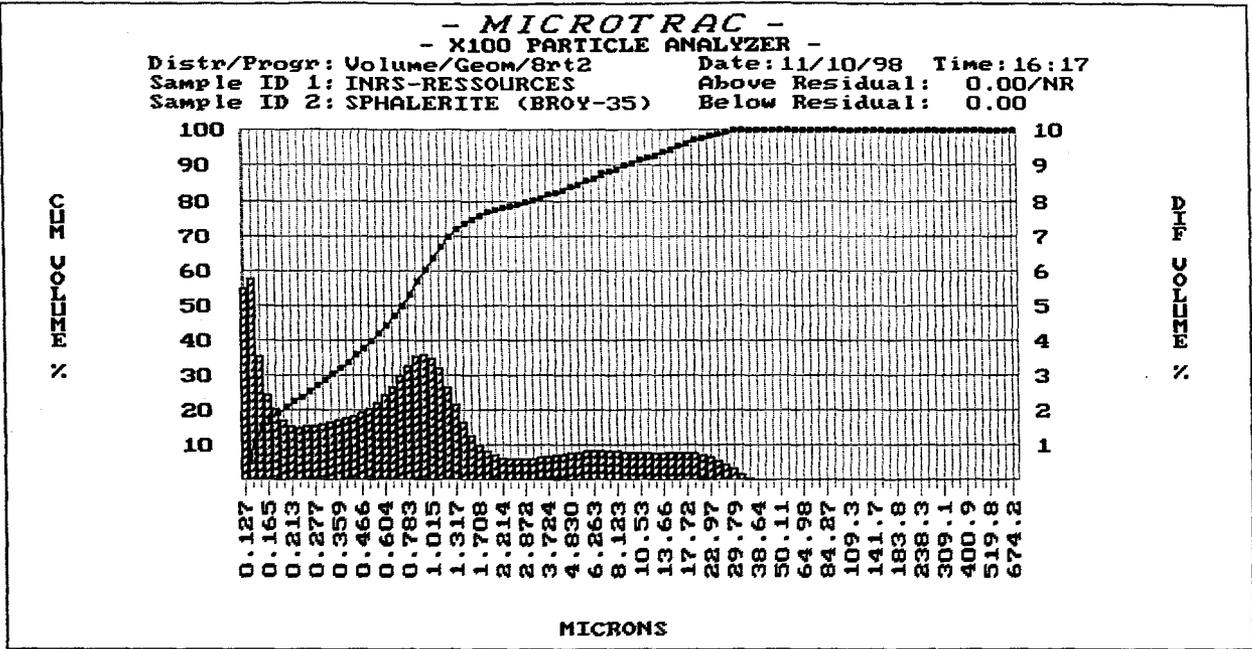
Schéma 8 : matériel retrouvé au sommet de la colonne lors d'un essai de flottation

Schéma 9 : cyclone 3

Schéma 10 : cyclone 4

Schéma 11 : cyclone 5 broyé

Schéma 12 : échantillon CRM



- MICROTRAC X100 PARTICLE ANALYZER -
Percent Passing Data
Version 6.01

Centre de Recherches Minerales		ASVR Parameters	
		Flow Rate: n/a ml/sec	
		Ultrasonic Power: n/a watts	
		Ultrasonic Time: n/a seconds	
Meas/Pres #:	706 - 1	Param #2:	0.000
Param #1:	0.000	Param #3:	0.000
		Lot code:	CD/YSL
		Account#:	9842001
Id #1: INRS-RESSOURCES		Summary Data	
Distrib. Format: Volume		dv = 0.0143	
Filter: On		10% = 0.142	
Run Time: 30 seconds		50% = 0.746	
Run Number: Avg of 3 runs		90% = 9.313	
Transmission: 0.90		mv = 2.845	
Laser Int: 1.002/1.001/1.009		mn = 0.160	
Residuals: Disabled		ma = 0.405	
Above Residual: 0.00		cs = 14.82	
Below Residual: 0.00		sd = 2.367	
Id #2: SPHALERITE (BROY-35)		Date: 11/10/98 Time: 16:17	
		Chan. Progression: Geom/8rt2	
		Upper Channel Edge: 704.0	
		Lower Channel Edge: 0.122	
		Number of Channels: 100	
		Fluid Refractive Index: n/a	
		Particle Transparency: Absorb	
		Spherical Particles: n/a	
		Part. Refractive Index: n/a	

ch top	%pass	%-chn	ch top	%pass	%-chn	ch top	%pass	%-chn	ch top	%pass	%-chn
704.0	100.00	0.00	80.70	100.00	0.00	9.250	89.94	0.80	1.060	64.14	3.51
645.6	100.00	0.00	74.00	100.00	0.00	8.482	89.14	0.81	0.972	60.63	3.62
592.0	100.00	0.00	67.86	100.00	0.00	7.778	88.33	0.82	0.892	57.01	3.55
542.9	100.00	0.00	62.23	100.00	0.00	7.133	87.51	0.83	0.818	53.46	3.28
497.8	100.00	0.00	57.06	100.00	0.00	6.541	86.68	0.82	0.750	50.18	2.99
456.5	100.00	0.00	52.33	100.00	0.00	5.998	85.86	0.81	0.688	47.19	2.68
418.6	100.00	0.00	47.98	100.00	0.00	5.500	85.05	0.79	0.630	44.51	2.43
383.9	100.00	0.00	44.00	100.00	0.00	5.044	84.26	0.76	0.578	42.08	2.22
352.0	100.00	0.00	40.35	100.00	0.00	4.625	83.50	0.74	0.530	39.86	2.06
322.8	100.00	0.00	37.00	100.00	0.07	4.241	82.76	0.71	0.486	37.80	1.95
296.0	100.00	0.00	33.93	99.93	0.17	3.889	82.05	0.68	0.446	35.85	1.86
271.4	100.00	0.00	31.11	99.76	0.33	3.566	81.37	0.65	0.409	33.99	1.79
248.9	100.00	0.00	28.53	99.43	0.46	3.270	80.72	0.62	0.375	32.20	1.72
228.2	100.00	0.00	26.16	98.97	0.58	2.999	80.10	0.61	0.344	30.48	1.67
209.3	100.00	0.00	23.99	98.39	0.68	2.750	79.49	0.60	0.315	28.81	1.61
191.9	100.00	0.00	22.00	97.71	0.74	2.522	78.89	0.60	0.289	27.20	1.57
176.0	100.00	0.00	20.17	96.97	0.79	2.312	78.29	0.63	0.265	25.63	1.54
161.4	100.00	0.00	18.50	96.18	0.80	2.121	77.66	0.70	0.243	24.09	1.51
148.0	100.00	0.00	16.96	95.38	0.80	1.945	76.96	0.81	0.223	22.58	1.55
135.7	100.00	0.00	15.56	94.58	0.79	1.783	76.15	1.01	0.204	21.03	1.70
124.5	100.00	0.00	14.27	93.79	0.77	1.635	75.14	1.28	0.187	19.33	2.03
114.1	100.00	0.00	13.08	93.02	0.77	1.499	73.86	1.67	0.172	17.30	2.45
104.7	100.00	0.00	12.00	92.25	0.76	1.375	72.19	2.17	0.158	14.85	3.55
95.96	100.00	0.00	11.00	91.49	0.77	1.261	70.02	2.68	0.145	11.30	5.80
88.00	100.00	0.00	10.09	90.72	0.78	1.156	67.34	3.20	0.133	5.50	5.50

Schéma 12 : échantillon CRM

Annexe 2

Schémas des instruments

Figure 1 – Schéma du broyeur à anneaux

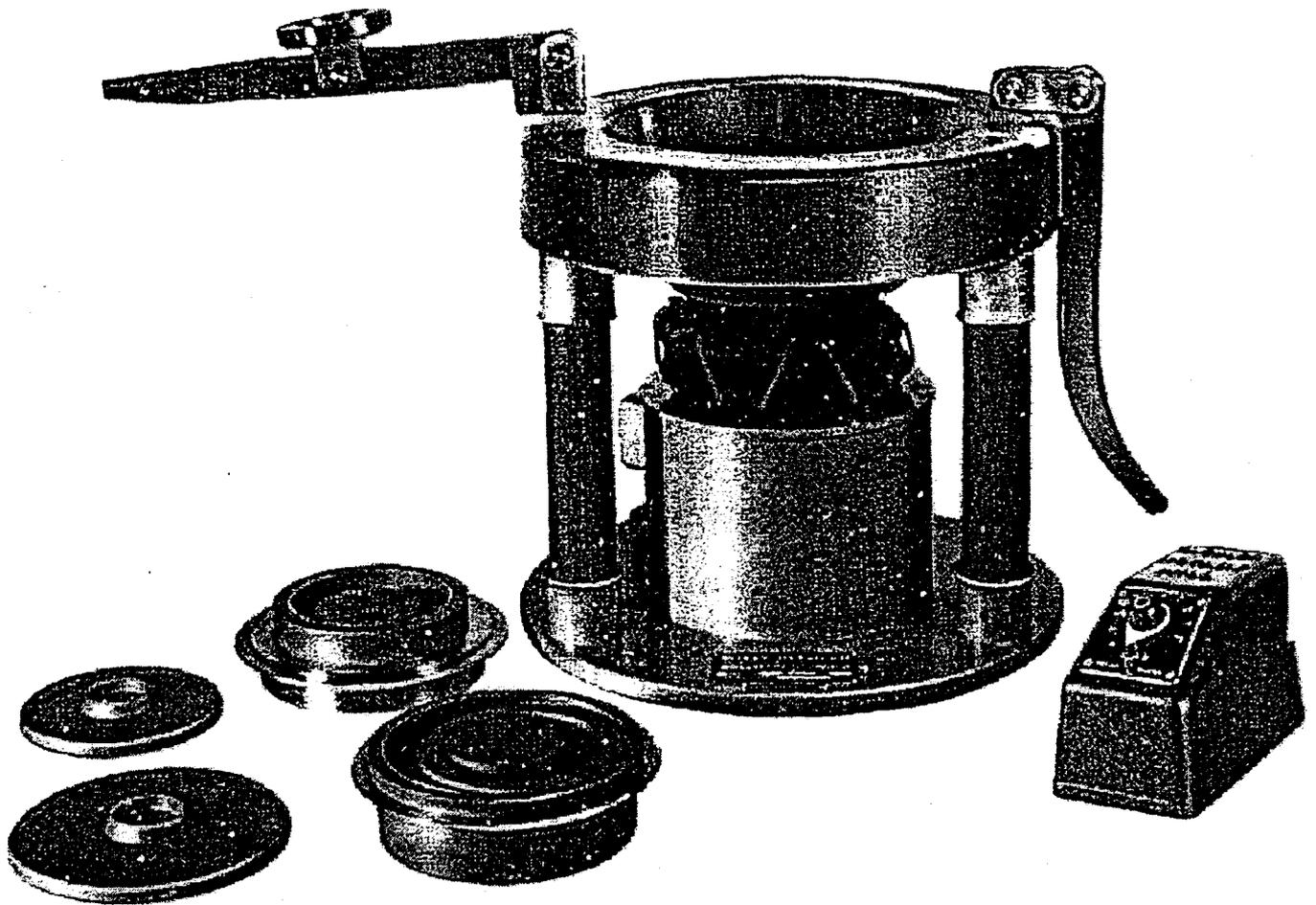


Figure 2 – Schéma de l'hydrocyclone

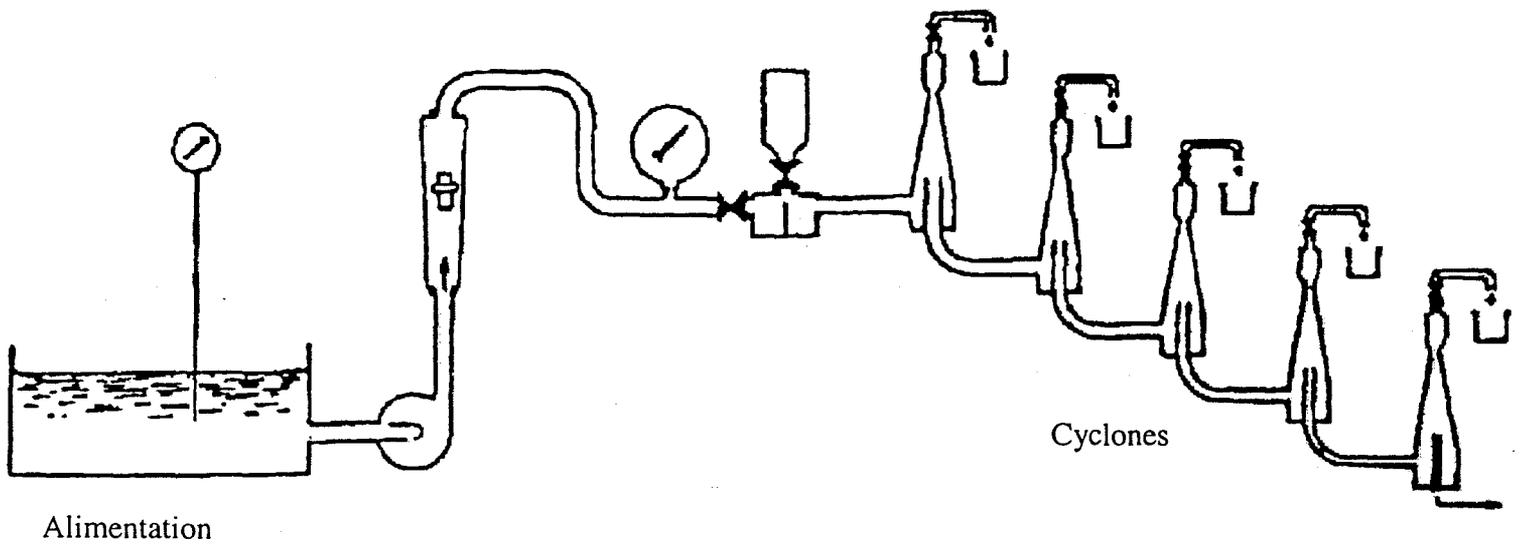
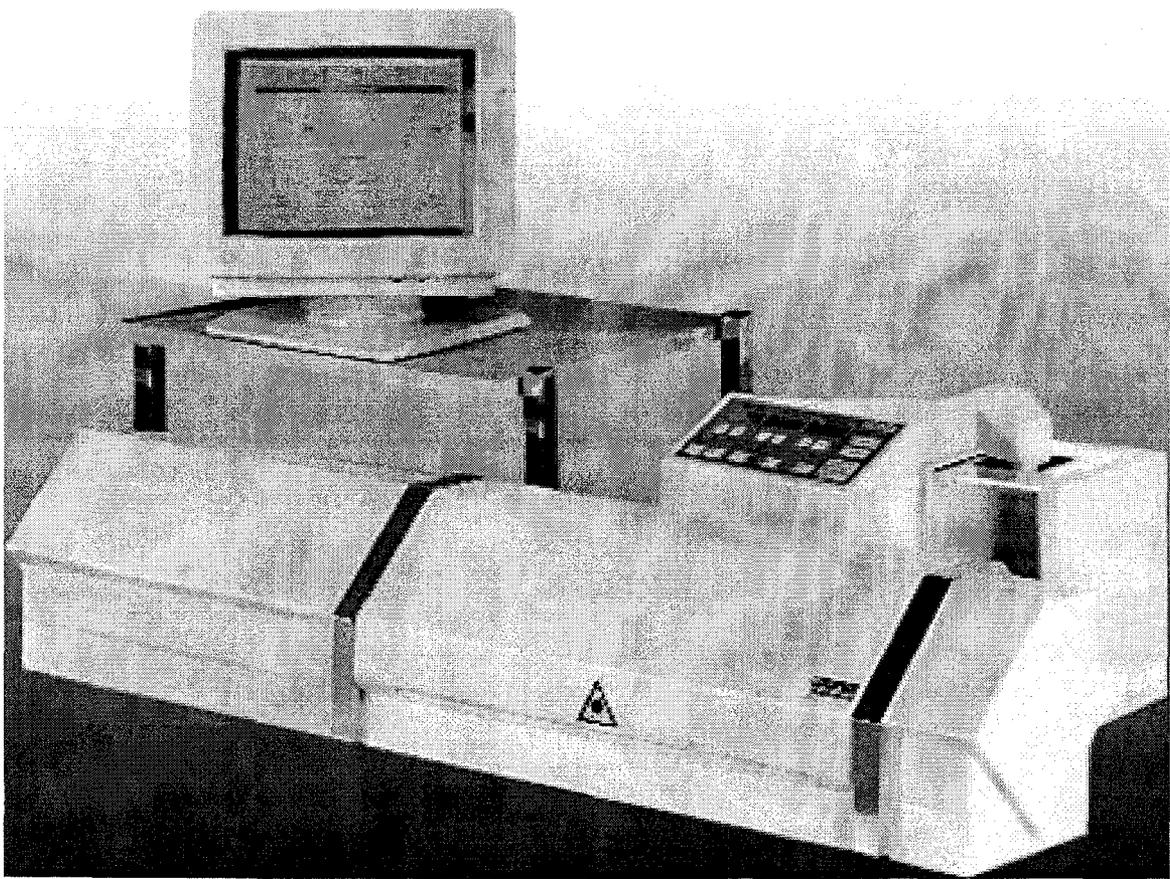


Figure 3 – Schéma du granulomètre laser



Références

- Castillo et al., 1988. *Fine particle separation performance in a column under condition of heavy froth loading.*, Production and processing of fine particles, pp. 169-180.
- Espinoza-Gomez, R., Finch, J.A et Johnson, N.W., 1988. *Column flotation of very fine particles.* Minerals Engineering, **1**, pp 3-18.
- Espinoza-Gomez, R., Finch, J.A., Yianatos, J.B. et Dobby G.S., 1988. *Technical note: Flotation column carrying capacity: Particle size and density effects.* Minerals Engineering, **1**, pp. 77-79.
- Finch, J.A. et Dobby, G.S. (a), 1990. *Particle collection in columns-Gas rate and bubble effects.* Can. Met. Quat., **25(1)**, pp.9-13.
- Finch, J.A. et Dobby, G.S., 1990. (b) *Column flotation.* Oxford. New York
- Finch, J.A., 1993. *Column flotation: A selected review-Part IV: Novel flotation devices.* Minerals Engineering, **6**, pp. 587-602.
- Gosselin et al., 1997. *Protocole d'évaluation de la traitabilité des sédiments, des sols et des boues à l'aide de technologies minéralurgique.* 133p.
- Kelly et al., 1982. *Introduction to mineral processing.* pp. 301-322
- Klassen, V.I. et Mokrousov, V.A., 1963. *Flotation.* Butterworths, London.---
- Raymond, N., *Guide des procédures Assurance et contrôle de la qualité pour les travaux analytiques contractuels en chimie.*, Sainte-Foy, Québec, Les publications du Québec, Beauport, 1996, 52p.
- Miles et al., 1975. *The effect of particle size on the activation and flotation of sphalérite.* Proc Australas. Inst. Metall., **254**, pp.47-58.
- Trahar, W.J., 1981. *A rational interpretation of the role of particle size in flotation.* Int. J. Miner. Process., **8**, pp. 289-327.
- Trahar et al., 1997. *The activation of shpalerite by lead- a flotation perspective.* Int. J. Process., **49**, pp. 121-148.