

Université du Québec
Institut national de la recherche scientifique
Eau, Terre et Environnement

**ÉVALUATION DE LA FLOTTATION SÉLECTIVE DES MINÉRAUX DU GROUPE
DU PLATINE D'UN MINÉRAI DE CHROMITE DU COMPLEXE DE MÉNARIK**

par

François Larouche
Ing. Jr. - Génie métallurgique

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

Jury d'évaluation

Examineur Externe	Monsieur René del Villar Département de génie métallurgique Université Laval
Examineur Interne	Monsieur Guy Mercier INRS-ETE Université du Québec
Directeur de recherche	Monsieur Mario Bergeron INRS-ETE Université du Québec
Codirecteur de recherche	Monsieur Marc Richer-Laflèche INRS-ETE Université du Québec

Mai 2008

Remerciements

Je remercie mon directeur de thèse Mario Bergeron et mon co-directeur Marc Richer-Laflèche pour leurs conseils et leur disponibilité tout au long de mes travaux de recherche. Je tiens également à gratifier les évaluateurs interne et externe pour leurs précieux avis. Je salue le dévouement de tout le personnel technique de l'INRS-ETE pour l'avancement de mes travaux. Je souhaite aussi souligner l'apport de conseils techniques par Vicky Dodier. Merci de tout mon cœur à Geneviève et Philippe pour leur soutien et leur amour. Enfin, merci à l'INRS-ETE pour son soutien financier et à tout son personnel.

Résumé

Les métaux nobles tels que le platine, le palladium, le rhodium, le ruthénium, l'iridium et l'osmium sont très recherchés pour leurs propriétés physico-chimiques exceptionnelles. D'ailleurs, cette demande se traduit par une forte croissance des prix ces dernières années. Alors, la recherche de nouveaux gisements et le développement de nouvelles technologies d'extraction s'accroissent.

Le présent travail s'inscrit dans cette tendance générale. Il visait à identifier et à optimiser les paramètres permettant une flottation sélective de sulfures étroitement associés aux métaux du groupe du platine. L'échantillon sélectionné provenait d'un gîte de chromites platinifères récemment découvert dans le secteur de la Baie James, le complexe de Ménarik.

Les chromitites du gîte de Ménarik titrant à près de 3 ppm en éléments du groupe du platine, ont déjà fait l'objet d'études géologiques approfondies (Houlé, 2000). Les résultats des campagnes de forage réalisées récemment ont démontré le potentiel économique de ce dépôt de chromite de type stratiforme qui renferme aussi des sulfures de nickel, de cuivre et de fer ainsi que du palladium, du platine et du rhodium. Dans le cadre de la présente étude, l'échantillon de chromitite de l'indice Cr-1 utilisé a également fait l'objet d'une étude minéralogique démontrant la présence de chalcopyrite, de pentlandite, de millérite et de sulfures de fer à une granulométrie moyenne de 116 μm . Ces sulfures sont encaissés dans une matrice silicatée principalement composée de clinocllore, mais également d'actinolite et de lizardite. On y retrouve également la chromite qui présenterait également un potentiel économique. Dans la chromitite de l'indice Cr-1, les éléments du groupe du platine y sont présents en tant que minéraux tels que la sudburyite, la michénérine et la coopérine, en tant qu'alliage avec le fer, le nickel, l'antimoine, le tellure ou le bismuth ainsi qu'en solution solide dans les sulfures. La granulométrie des minéraux platinifères est en moyenne de 3,2 μm .

La flottation sélective des sulfures, qui a été réalisée avec une cellule Denver, a permis de déterminer l'influence de cinq variables soit la granulométrie, les concentrations en agents de flottation (collecteur et moussant), en activant et en déprimant ainsi que le pH sur plusieurs indices de performances minéralurgiques. Le xanthate a été employé comme collecteur, un mélange de polypropylène glycol et d'éther de polyglycole alkyle comme moussant, le sulfate de cuivre hydraté comme activant et le carboxyméthylcellulose comme déprimant des silicates. Lors de ces essais, des taux de récupération du cuivre, du nickel et du soufre ont respectivement atteint 94%, 52% et 77%. La récupération des ÉGP n'a pas fait l'objet d'une étude complète, mais les résultats démontrent que leurs performances minéralurgiques suivent celles du soufre. Ainsi, la récupération des ÉGP correspondant à la meilleure récupération du soufre était de 46% avec un taux de récupération du palladium de 61% ainsi que des taux de récupération du rhodium et du platine de 34% et 22% respectivement. Leur concentration cumulative a atteint 28 ppm. Par ailleurs, la récupération du soufre et du nickel semblait favorisée par une granulométrie ultra fine à 80% passant 20 μm . L'amyle e xanthate de potassium s'est révélé un collecteur bien adapté à la flottation des sulfures de cuivre, mais les sulfures de nickel y ont moins bien réagis. D'autre part, l'ajout d'activant n'a pas eu l'effet escompté sur la récupération du nickel.



François Larouche
(étudiant)



Mario Bergeron
(directeur de recherche)

Table des matières

REMERCIEMENTS	III
RÉSUMÉ	V
LISTE DES FIGURES	XI
LISTE DES GRAPHIQUES	XIII
LISTE DES TABLEAUX.....	XV
INTRODUCTION.....	1
1. REVUE DE LITTÉRATURE	5
1.1. DÉFINITIONS ET GÉNÉRALITÉS	5
1.1.1. Définitions et propriétés des éléments du groupe du platine.....	5
1.1.2. Définitions et propriétés des minéraux du groupe du platine.....	6
1.1.3. Histoire et impacts des métaux du groupe du platine.....	7
1.1.4. Ressources et approvisionnement.....	11
1.1.4.1. Abondances et états des ressources primaires.....	11
1.1.4.2. Développement du recyclage des ÉGP	11
1.2. GÉOLOGIE ET MINÉRALOGIE DES RESSOURCES PRIMAIRES	12
1.2.1. Type de dépôt et classification des gisements.....	12
1.2.2. Caractéristiques géologiques, géochimiques et minéralogiques des principaux gisements platinifères similaires au complexe de Ménarik.....	14
1.2.2.1. Upper Group 2 (UG-2), Afrique du Sud	14
1.2.2.2. Le complexe de Stillwater, Montana (É.U.).....	15
1.2.2.3. Le dépôt d'Akanvaara, nord de la Finlande	16
1.3. CONTEXTE GÉOLOGIQUE, GÉOCHIMIQUE ET MINÉRALOGIQUE DU COMPLEXE DE MÉNARIK	17
1.3.1. La géologie générale du complexe de Ménarik	18
1.3.1.1. Géologie générale.....	18
1.3.1.2. Minéralisations en ÉGP	20

1.3.2.	<i>Géochimie du CDM</i>	21
1.3.2.1.	Éléments majeurs.....	21
1.3.2.2.	Éléments du groupe du platine	21
1.3.2.2.1.	Géochimie des ÉGP.....	21
1.3.2.2.2.	Comportement géochimique des ÉGP.....	23
1.3.3.	<i>Chimie minérale</i>	23
1.3.3.1.	Minéraux primaires	23
1.3.3.1.1.	Pyroxènes	24
1.3.3.1.2.	Chromites	24
1.3.3.2.	Minéralogie secondaire	25
1.3.3.3.	Éléments du groupe de platine	26
1.3.4.	<i>Résumé du contexte géologique du complexe de Ménarik</i>	27
1.4.	TECHNOLOGIE DE CONCENTRATION MINÉRALURGIQUE DES ÉGP PAR FLOTTATION SÉLECTIVE	28
1.4.1.	<i>Définition et mécanismes de la flottation sélective</i>	28
1.4.1.1.	Modification des propriétés d'interfaces.....	31
1.4.1.1.1.	Les collecteurs.....	31
1.4.1.1.2.	Les moussants.....	37
1.4.1.1.3.	L'activation.....	38
1.4.1.1.4.	Les déprimants.....	40
1.4.1.2.	Influence des conditions opératoires	42
2.	APPROCHE SCIENTIFIQUE	45
2.1.	PROBLÉMATIQUE ET OBJECTIFS	45
2.2.	SOURCES DE BIAIS ET HYPOTHÈSES	46
3.	MÉTHODOLOGIE EXPÉRIMENTALE	47
3.1.	MATÉRIEL ET CHOIX DES PRODUITS.....	47
3.1.1.	<i>Préparation du minerai et échantillonnage</i>	47
3.2.	DÉMARCHE EXPÉRIMENTALE	51
3.2.1.	<i>Sélection des conditions d'opération de la cellule Denver</i>	51
3.2.2.	<i>Design du plan d'expériences</i>	54

3.2.3.	<i>Protocole expérimental</i>	58
3.3.	MÉTHODES ANALYTIQUES	60
4.	CARACTÉRISATION MINÉRALOGIQUE	61
4.1.	CONTEXTE ET OBJECTIFS DE L'ÉTUDE MINÉRALOGIQUE	61
4.1.1.	<i>Démarche de l'étude minéralogique</i>	62
4.2.	MÉTHODOLOGIES.....	62
4.2.1.	<i>Analyse des éléments majeurs et traces</i>	62
4.2.1.1.	Analyse à l'ICP-AES	63
4.2.1.2.	Analyse du soufre, du carbone et de l'azote total (CSN)	64
4.2.2.	<i>Les éléments en ultra-traces</i>	64
4.2.3.	<i>Les minéraux majeurs</i>	65
4.2.4.	<i>Caractérisation microscopique</i>	65
4.2.4.1.	Microscopie optique.....	65
4.2.4.2.	Microscopie électronique à balayage	66
4.2.4.3.	Microsonde électronique	66
4.2.5.	<i>Interprétation modale</i>	67
4.3.	RÉSULTATS ET DISCUSSION SUR LA MINÉRALOGIE	68
4.3.1.	<i>Éléments majeurs et traces</i>	68
4.3.2.	<i>Résultats des éléments en traces et en ultra-traces</i>	70
4.3.3.	<i>Minéraux majeurs</i>	71
4.3.3.1.	Minerai brut.....	72
4.3.3.2.	Fraction légère d'une séparation par liquides denses.....	72
4.3.3.3.	Fraction lourde d'une séparation par liquides denses	73
4.3.3.4.	Concentré de flottation	74
4.3.4.	<i>Microscopie</i>	75
4.3.4.1.	Microscope optique	75
4.3.4.2.	Microscope électronique à balayage	77
4.3.4.3.	Microsonde électronique	81
4.3.5.	<i>Interprétation modale</i>	82
4.4.	RÉSUMÉ DE L'ÉTUDE MINÉRALOGIQUE	83

5. MODÉLISATION DES RÉSULTATS	85
5.1. MODÉLISATION DE LA RÉPONSE Y_1 : RÉCUPÉRATION DU SOLIDE	86
5.2. MODÉLISATION DE LA RÉPONSE Y_2 : CONCENTRATION EN SOUFRE.....	92
5.3. MODÉLISATION DE LA RÉPONSE Y_3 : RÉCUPÉRATION DU SOUFRE	96
5.4. MODÉLISATION DE LA RÉPONSE Y_4 : CONCENTRATION EN CUIVRE DANS LE CONCENTRÉ.....	103
5.5. MODÉLISATION DE LA RÉPONSE Y_5 : RÉCUPÉRATION EN CUIVRE.....	105
5.6. MODÉLISATION DE LA RÉPONSE Y_6 : CONCENTRATION EN NICKEL	111
5.7. MODÉLISATION DE LA RÉPONSE Y_7 : RÉCUPÉRATION DU NICKEL.....	117
6. DISCUSSION	125
7. CONCLUSIONS ET RECOMMANDATIONS	131
8. RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....	135
9. ANNEXES.....	141
9.1. ANNEXE A : COMPOSITION DES DIFFÉRENTES LITHOLOGIES DU COMPLEXE DE MÉNARIK	141
9.2. ANNEXE B : COMPLÉMENTS DE L'ANALYSE MINÉRALOGIQUE.....	143
9.3. ANNEXES C : CARTES DU COMPLEXE DE MÉNARIK	146
9.4. ANNEXE D : RÉSULTATS D'ANALYSES À LA SONDE EDS	149
9.5. ANNEXE E : COMPLÉMENTS D'OBSERVATION DU CONCENTRÉ DE FLOTTATION.	153
9.6. ANNEXE F : ALGORYTHME DE PROGRAMMATION UTILISÉ POUR LA MODÉLISATION STATISTIQUE DES RÉSULTATS DE FLOTTATION	155

Liste des figures

Figure 1 : Localisation de la propriété Ménarik de Ressources minières Pro-Or inc., Baie-James (Qc) (tirée de Laflèche et Bergeron, 2005)-----	17
Figure 2 : Observation démontrant le litage magmatique des roches du complexe de Ménarik. -----	18
Figure 3 : Minéralisations de sulfures de Cu-Ni riches en ÉGP (secteur de l'indice Cr-4) (tirée de Laflèche et Bergeron, 2002). -----	19
Figure 4 : Carte géologique simplifiée du Complexe intrusif de Ménarik (tirée de Laflèche et al., 2006).-----	20
Figure 5 : Différents sulfures emprisonnées dans la matrice (200X)-----	26
Figure 6 : Phases de sulfures et de chromite étroitement reliées (200X) -----	26
Figure 7 : Schématisation de la double couche électronique-----	30
Figure 8 : Mécanisme d'adsorption d'un collecteur sur un minéral (tirée de Bouchard, 2001)-----	31
Figure 9 : Illustration des types de collecteurs polaires (inspirée de Bouchard, 2001)-----	32
Figure 10 : Section transversale des indices Cr-1et Cr-16 (tirée de Laflèche et Bergeron, 2005)-----	47
Figure 11 : Cellule de flottation Denver -----	52
Figure 12 : Solutions des réactifs utilisées lors des essais de flottation (de gauche à droite : moussant Ore prep F-579, sulfate de cuivre et collecteur Aero 350). -----	53
Figure 13 : Filtre à pression d'air-----	54
Figure 14 : Aspect de la mousse lors des essais de flottation -----	59
Figure 15 : Spectre de diffraction X du minerai brut -----	72
Figure 16 : Spectre de diffraction X de la fraction légère d'une séparation par liqueur dense -----	73
Figure 17 : Spectre de diffraction X de la fraction lourde d'une séparation par liqueur dense-----	74
Figure 18 : Spectre de diffraction X d'un concentré de flottation -----	75
Figure 19 : Exemple de photos ayant servi aux mesures granulométriques (50X) -----	76
Figure 20 : Photo en lumière réfléchie (50X) -----	76
Figure 21 : Photo en lumière transmise avec un léger éclairage en lumière réfléchie (50X)-----	77
Figure 22 : Photo en lumière transmise polarisée avec un léger éclairage en lumière réfléchie (50X)-----	77
Figure 23 : MGP isolé dans la matrice (500X) -----	78
Figure 24 : Agrandissement de la figure 10 (2000X) -----	78
Figure 25 : MGP dans la matrice près d'un sulfure (1200X) -----	78
Figure 26 : Agrandissement de la figure 12 (3500X) -----	78
Figure 27 : MGP dans la matrice près d'un grain de chromite (1000X) -----	78
Figure 28 : Agrandissement de la figure 14 (5000X) -----	78
Figure 29 : MGP très près d'un grain de chromite (1000X) -----	79
Figure 30 : MGP collé à un grain de chromite (3500X)-----	79

<i>Figure 31 : MGP prisonnier d'un grain de chromite spongieux (1500X)</i>	79
<i>Figure 32 : MGP prisonnier d'un grain de chromite (3500X)</i>	79
<i>Figure 33 : MGP collé à un grain de pentlandite près de la chromite (3150X)</i>	80
<i>Figure 34 : MGP collé à un grain de pentlandite isolé dans la matrice silicatée (1890X)</i>	80
<i>Figure 35 : Concentré de flottation observé au MEB</i>	127
<i>Figure 36 : Carte de localisation des zones de chromitites qui ont été étudiées dans le cadre de ce projet (tirée de Laflèche et al., 2006)</i>	146
<i>Figure 37 : Carte géologique du secteur Nord du complexe de Ménarik (tirée de Laflèche et Bergeron, 2002).</i>	147
<i>Figure 38 : Section transversale des indices chromifères Cr-1 et Cr-16.</i>	147
<i>Figure 39 : Photographies de terrain montrant les caractéristiques de la zone de dynamitage sélectionnée pour le prélèvement de l'échantillon métallurgique (Indice Cr-1, secteur Nord du complexe de Menarik) (tirée de Laflèche et Bergeron, 2002).</i>	148
<i>Figure 40 : Spectre EDS du MGP des figures 28</i>	152
<i>Figure 41 : Spectre EDS du MGP de la figure 29</i>	152
<i>Figure 42 : MGP non libérés emprisonnés dans un silicate (1000X)</i>	153
<i>Figure 43 : Agrandissement figure 42 (5000X)</i>	153
<i>Figure 44 : Aspect général de la taille des particules dans un concentré de flottation (1000X)</i>	153
<i>Figure 45 : Aspect général du degré de libération (2500X)</i>	153
<i>Figure 46 : Phase platinifère (Pd) non libérée dans un grain de sulfure de nickel (2000X)</i>	154
<i>Figure 47 : MGP libéré (5000X)</i>	154

Liste des graphiques

Graphique 1 :	Évolution de la production des ÉGP selon les continents-----	8
Graphique 2 :	Part de l'utilisation des ÉGP des secteurs d'activité majeurs (2000)(Barnes et Fredette, 2001) -----	9
Graphique 3 :	Évolution du prix du platine et du palladium durant la dernière décennie -----	10
Graphique 4 :	Granulométrie obtenue avec le broyeur à barres -----	49
Graphique 5 :	Courbe granulométrique des échantillons broyés au broyeur à anneaux-----	51
Graphique 6:	Graphique de probabilité normale des paramètres de Y_1 -----	87
Graphique 7:	Analyses des résidus de régression de la modélisation Y_1 -----	91
Graphique 8:	Graphique de probabilité normale des paramètres pour Y_2 -----	93
Graphique 9:	Analyses des résidus de la régression sur Y_2 -----	95
Graphique 10:	Graphique de probabilité normale des paramètres pour Y_3 -----	96
Graphique 11:	Analyses des résidus de la régression sur Y_{3c} -----	99
Graphique 12:	Réponses estimées en fonction des Y_3 observés-----	100
Graphique 13:	Influence des facteurs X_1, X_2, X_4 et X_7 sur la récupération du soufre-----	100
Graphique 14:	Surface des réponses pour le modèle Y_{3c} lorsque $X_2 = -1$ et $X_4 = 1$ -----	102
Graphique 15:	Graphique de probabilité normale des paramètres pour Y_4 -----	103
Graphique 16:	Réponses estimées en fonction des Y_4 observés-----	104
Graphique 17:	Graphique de probabilité normale des paramètres pour Y_5 -----	105
Graphique 18:	Analyses des résidus de régression Y_{5d} -----	107
Graphique 19:	Réponses estimées en fonction des Y_5 observés-----	108
Graphique 20:	Influence des facteurs X_1, X_3, X_6 et X_7 sur la récupération du cuivre-----	108
Graphique 21:	Surface des réponses pour le modèle Y_{5d} lorsque $X_2 = 1$ et $X_7 = 1$ -----	110
Graphique 22:	Graphique de probabilité normale des paramètres pour Y_6 -----	112
Graphique 23:	Analyses des résidus de régression Y_{6b} -----	113
Graphique 24:	Réponses estimées en fonction des Y_6 observés-----	114
Graphique 25:	Influence des facteurs X_1, X_3, X_6 et X_7 sur la concentration en nickel dans le concentré de flottation-----	115
Graphique 26:	Surface des réponses pour le modèle Y_{6b} lorsque $X_3 = 1$ et $X_7 = 1$ -----	116
Graphique 27:	Graphique de probabilité normale des paramètres pour Y_7 -----	118
Graphique 28:	Analyses des résidus de régression Y_7 -----	119
Graphique 29:	Réponses estimées en fonction des Y_7 observés-----	120
Graphique 30:	Influence des facteurs X_1, X_4 et X_7 sur la récupération du nickel -----	121
Graphique 31:	Surface des réponses pour le modèle Y_{7a} lorsque $X_1 = -1$ -----	122
Graphique 32 :	Corrélation entre la récupération des ÉGP et celle du soufre-----	129
Graphique 33 :	Corrélation entre la teneur en ÉGP et celle en soufre-----	130

Liste des tableaux

Tableau 1 :	Prix moyens des ÉGP en 2006 (dollars américains l'once troy) -----	10
Tableau 2 :	Teneur moyenne, maximale et minimale en éléments du groupe du platine des lithologies du CDM (tiré de Houllé, 2000) -----	22
Tableau 3 :	Noms et propriétés des xanthates produits par Cyttec -----	33
Tableau 4 :	Liste des tamis utilisés pour la granulométrie.-----	49
Tableau 5 :	Facteurs étudiés et leur plage de variation-----	55
Tableau 6 :	Plan d'expériences à 3 facteurs et 2 niveaux-----	56
Tableau 7 :	Plan d'expériences fractionné-----	57
Tableau 8 :	Éléments analysés et leur longueur d'onde correspondante -----	63
Tableau 9 :	Isotopes analysés au ICP-MS -----	64
Tableau 10 :	Éléments analysés à la microsonde électronique de l'université Laval-----	67
Tableau 11 :	Teneurs moyennes des éléments majeurs et traces dans l'échantillon utilisé pour les essais de flottation -----	68
Tableau 12 :	Résultats des analyses carbone, azote et soufre total -----	69
Tableau 13 :	Teneurs en ÉGP pour deux appareils d'analyse différents-----	70
Tableau 14 :	Granulométrie des phases sulfurées et de la chromite-----	76
Tableau 15 :	Granulométrie des phases platinifères observées -----	80
Tableau 16 :	Tendances des compositions des MGP analysés à la microsonde (%M) -----	81
Tableau 17 :	Résultats de l'interprétation modale sur les minéraux majeurs de l'échantillon du CR-I ---	82
Tableau 18 :	Résultats de l'interprétation modale sur les sulfures-----	83
Tableau 19 :	Réponses et leur désignation respective -----	85
Tableau 20 :	Résultats des essais de flottation issus du plan d'expériences -----	85
Tableau 21 :	Estimés des paramètres de la première régression Y_{1a} -----	88
Tableau 22 :	Table d'Anova du modèle Y_{1a} -----	90
Tableau 23 :	Intervalles de confiance sur les paramètres de la première régression de la réponse Y_1 ----	90
Tableau 24 :	Intervalles de confiance sur les paramètres de la troisième régression de la réponse Y_1 ----	92
Tableau 25 :	Résultats des tests d'hypothèses pour chaque paramètre de la réponse Y_2 -----	93
Tableau 26 :	Résultats de la table d'Anova du paramètre β_7 pour la réponse Y_2 -----	94
Tableau 27 :	Estimés des paramètres et leur intervalle de confiance de la troisième régression de Y_3 ----	98
Tableau 28 :	Table d'Anova du modèle Y_{3c} -----	98
Tableau 29 :	Estimés des paramètres et leur intervalle de confiance de la troisième régression de Y_5 ---	106
Tableau 30 :	Table d'Anova du modèle Y_{5d} -----	106
Tableau 31 :	Estimés des paramètres et leur intervalle de confiance de la seconde régression de Y_6 -----	112
Tableau 32 :	Table d'Anova du modèle Y_{6b} -----	113

Tableau 33 : Estimations des paramètres et leur intervalle de confiance de la première régression de Y_7 ---	118
Tableau 34 : Évaluation statistique du modèle Y_{7a} -----	119
Tableau 35 : Teneurs et récupération des ÉGP dans les concentrés de flottation sélective -----	128
Tableau 36 : Teneurs et récupération en soufre des essais A à E -----	129
Tableau 37 : Composition en éléments majeurs des lithologies du CDM (tiré de Houlié, 2000) -----	141
Tableau 38 : Composition en éléments majeurs des lithologies du CDM (tiré de Houlié, 2000) -----	142
Tableau 39 : Teneurs moyennes des éléments majeurs et traces -----	143
Tableau 40 : Résultats détaillés des analyses à l'ICP-MS des ÉGP sur le minerai de départ et le standard-----	144
Tableau 41 : Composition des minéraux sélectionnés pour les calculs de l'interprétation modale des minéraux majeurs-----	144
Tableau 42 : Composition des minéraux sélectionnés pour les calculs de l'interprétation modale des sulfures -----	145
Tableau 43 : Spectre EDS de la figure 24 -----	149
Tableau 44 : Spectre EDS de la figure 26 -----	149
Tableau 45 : Spectre EDS de la figure 30 -----	150
Tableau 46 : Spectre EDS de la figure 31 -----	150
Tableau 47 : Spectre EDS de la figure 32 -----	150
Tableau 48 : Spectre EDS de la figure 33 -----	151
Tableau 49 : Spectre EDS de la figure 34 -----	151

Introduction

Les éléments du groupe du platine (ÉGP), par leurs propriétés physiques et chimiques, sont d'une importance cruciale pour l'activité humaine contemporaine. Ils forment un ensemble de six éléments aux propriétés semblables incluant le platine, le palladium, l'iridium, le ruthénium, le rhodium et l'osmium. Ces métaux nobles sont utilisés principalement comme catalyseurs dans l'industrie automobile et industrielle ainsi qu'en joaillerie. Ils sont aussi utilisés comme conducteurs dans les nanotechnologies, comme électrodes pour les piles à combustible et comme principal alliage dans les outils de dentisterie (Barnes et Fedette, 2001). Ils proviennent majoritairement de l'industrie minière sud-africaine. Plus particulièrement du complexe intrusif de Bushveld, une région minière très riche en sulfures de nickel, en chromite et en minéraux platinifères. Néanmoins, grâce au bassin minier de Sudbury, le Canada en est le troisième producteur en importance au monde derrière la Russie.

Par ailleurs, deux types de gîtes platinifères sont reconnus dans le milieu scientifique, soit les gîtes primaires et les dépôts alluviaux (Habashi, 1997). Les gîtes primaires proviennent du refroidissement de magmas chargés en éléments du groupe du platine ou d'une transformation métamorphique subséquente de complexes intrusifs. Pour leur part, les gîtes dits secondaires sont originaires d'un processus d'altération et d'effritement de gîtes primaires. La minéralogie des métaux platinifères est très complexe. En effet, ces métaux précieux sont retrouvés sous forme de minéraux ou d'alliages en inclusion dans d'autres minéraux porteurs et sont très réfractaires à leur extraction. Parmi ces minéraux porteurs, on retrouve principalement la chromite et les sulfures de fer, de nickel et de cuivre. En minéralurgie, la concentration des éléments platinifères se fait principalement par la flottation des sulfures métalliques qui y sont associés ou par des méthodes de séparation densimétriques ou gravimétriques (Xiao et Laplante, 2004). Chez les exploitants sud-africains, les procédés de flottation utilisent généralement de puissants collecteurs anioniques tels le xanthate et le dithiophosphate qui sont utilisés afin de flotter les sulfures porteurs des métaux du groupe du platine (Wiese, Harris et Bradshaw, 2005b). Plusieurs recherches ont été réalisées afin de déterminer les conditions

d'opération optimales des cellules de flottation. Elles serviront de référence pour appliquer cette technique de concentration au minerai du complexe de Ménarik. Toutefois, il est reconnu que l'étape de flottation cause la majeure partie des pertes diminuant ainsi la récupération des métaux précieux.

À la lumière de ces informations, il est possible d'affirmer que les technologies actuellement employées pour exploiter ces ressources requièrent une grande quantité d'énergie et représentent un impact considérable sur l'environnement. Toutefois, une nouvelle approche (Bergeron et Laflèche, 2005) permet d'extraire ces métaux précieux en évitant les coûts énergétiques associés aux méthodes conventionnelles. De plus, cette percée scientifique offre la possibilité d'utiliser les ressources primaires ou secondaires. Ce procédé pilote de lixiviation au chlore gazeux a affiché des taux de récupération de 100% pour plusieurs éléments du groupe du platine lors d'essais de laboratoire sur des minerais standardisés. La technique met en contact du chlore gazeux, du monoxyde de carbone ainsi qu'une ressource platinifère dans un chlorurateur chauffé entre 450°C et 700°C (Bossé, 1996). Cette étape complexifie les métaux du groupe du platine qui sont ensuite solubilisés dans de l'acide chlorydrique dilué.

Suite à un projet d'exploration minière dans la région du lac de Ménarik, un gisement chromifère riche en éléments du groupe du platine a été découvert près de Radisson. Cette ressource platinifère pourrait être utilisée comme alimentation pour la nouvelle technologie d'extraction préalablement à une concentration du minerai par la flottation sélective des sulfures porteurs des ÉGP. C'est donc dans l'optique d'extraire ces métaux avec le chlorurateur à partir du minerai provenant du complexe de Ménarik que le présent projet de recherche s'inscrit. Ainsi, il devra inclure une caractérisation de l'indice minéral à l'étude en commençant d'abord par une analyse des éléments et des minéraux le composant. Ensuite, une observation par microscopies optiques et électroniques permettra d'identifier et de caractériser les minéraux platinifères et de déterminer la taille de libération des différentes phases minérales d'intérêt. Enfin, l'interprétation modale pourra évaluer semi-quantitativement la présence des principaux minéraux. Ces analyses se feront au moyen d'un microscope électronique à balayage, d'un spectrophotomètre

d'émission atomique au plasma, d'une microsonde électronique et d'un appareil de diffraction des rayons X. Lorsque ces informations auront été obtenues, il sera possible de réaliser les essais de flottation afin de déterminer les conditions d'opération qui permettent l'extraction des minéraux du groupe du platine contenus dans le minerai de l'indice chromitite Cr-1. La première étape des études de flottation sera d'effectuer des essais sur une cellule de flottation de laboratoire de type Denver D1 qui permettront de spécifier le choix des agents chimiques adéquats. Ensuite, la réalisation d'un plan d'expériences complètera les informations nécessaires à la modélisation des variables d'influences.

Les résultats attendus amèneront des informations supplémentaires pour l'élaboration d'un projet minier d'extraction du chrome et des éléments du groupe du platine sur le site proposé avec l'aide des partenaires industriels déjà impliqués dans le projet de recherche. Cet essor minier permettra sans aucun doute l'émergence d'une nouvelle richesse dans une région qui dépend grandement des ressources naturelles, particulièrement au sein des communautés autochtones de la Baie James. De plus, les retombées socio-économiques majeures qu'engendrerait l'exploitation du gisement de chromite platinifère du complexe de Ménarik sur la région et pour la société québécoise sont d'autant plus intéressantes que les impacts sur l'environnement seraient minimisés.

Ce rapport est divisé en plusieurs parties dont la première révisé les concepts de bases de l'étude et résume l'ensemble des documents faisant référence à un travail similaire. Le chapitre suivant aborde les problématiques et présente les objectifs de la recherche. Par la suite, la méthodologie expérimentale et la planification des expériences sont détaillées. La cinquième partie caractérise la minéralogie du minerai. Enfin, les résultats des expériences de flottation sont présentés et discutés en suivant une approche de modélisation statistique.

1. Revue de littérature

1.1. Définitions et généralités

1.1.1. Définitions et propriétés des éléments du groupe du platine

Les éléments du groupe de platine (ÉGP) comprennent principalement les six éléments du tableau périodique suivants : le platine (Pt), le palladium (Pd), l'iridium (Ir), l'osmium (Os), le rhodium (Rh) et le ruthénium (Ru). Ces métaux présentent plusieurs caractéristiques très recherchées telles qu'une bonne résistance à la corrosion, un point de fusion élevé, une inertie chimique, une excellente capacité catalytique ainsi que de bonnes propriétés thermoélectriques et mécaniques. Ceci explique pourquoi ils sont utilisés dans de nombreuses situations sous forme d'alliages ou à l'état pur. Leur aspect métallique lustré similaire à l'argent, d'où l'origine du mot platine, ainsi que leur rareté en font des métaux précieux prisés par les joailliers (Habashi, 1997). Leur utilité première est sans contredit due à leur bonne propriété catalytique. Du point de vue mécanique, ils présentent généralement une structure cubique face centrée à l'exception du ruthénium et de l'osmium qui ont une structure hexagonale compacte. Ces deux derniers sont d'ailleurs très difficiles à travailler à l'état pur même à haute température (Cabri, 1981). À l'inverse, le platine et le palladium sont les métaux du groupe du platine les plus malléables et les plus ductiles. D'autre part, l'iridium a une faible ductilité même à l'état pur et le rhodium peut être laminé en feuilles à partir de 350°C. Ces derniers forment d'ailleurs un métal ductile et très résistant lorsqu'ils sont alliés au platine et au palladium.

Les ÉGP ont également une bonne résistance chimique face aux réactifs aqueux communs (Carbi, 1981). Pour dissoudre ces éléments, il est préférable d'utiliser des mélanges d'acides forts comme l'aqua regia. Ce mélange est efficace pour solubiliser les six éléments, toutefois il forme un oxyde volatil avec l'osmium. Il faut donc être très prudent avec cette méthode de dissolution en raison des pertes d'osmium qu'elle peut engendrer. L'aqua regia doit sa capacité à attaquer les ÉGP grâce notamment au fort pouvoir oxydant du chlore et des chlorures nitriques formés, mais aussi parce que l'acide

chlorhydrique se complexifie avec les ions métalliques pour former des produits de corrosion très stables.

Certains spécialistes classent les ÉGP en deux groupes par rapport à leur densité respective soit les plus lourds que l'or (ÉGP-lourds), comprenant l'osmium, l'iridium et le platine, et les plus légers (ÉGP-légers), rassemblant alors le ruthénium, le rhodium et le palladium. La densité spécifique des ÉGP-légers varie entre 12,0 et 12,4 alors que celle des ÉGP-lourds varie plutôt entre 21,0 et 22,5 (Cabri, 1981). Cependant, la classification couramment utilisée est basée selon leurs comportements géochimiques communs. On distingue alors le groupe de l'iridium (I-ÉGP) dont fait partie l'Ir, l'Os et le Ru et le groupe du palladium (P-ÉGP) constitué du Pd, du Pt et du Rh. Certains complexes correspondent bien à cette subdivision, d'autres beaucoup moins (Houlé, 2000).

1.1.2. Définitions et propriétés des minéraux du groupe du platine

Les ÉGP se retrouvent que très rarement à l'état natif en milieu naturel. Ils forment généralement des composés, des alliages ou des complexes qui se cristallisent en minéraux (Habashi, 1997). Selon la base de données minéralogiques *webmineral.com*, il existerait quelque 129 espèces minérales platinifères reconnues par l'Association Minéralogique Internationale (IMA) en 2005 (www.ima-mineralogy.org), plus de 500 phases d'ÉGP non-identifiées ou non-approuvées par l'IMA ainsi que 20 minéraux autres que des MGP qui contiennent des ÉGP à différentes concentrations. En plus des phases minérales, les ÉGP peuvent se retrouver en solution solide avec d'autres minéraux principalement avec le nickel. Également, ils se présentent sous forme binaire (Laurite, RuS_2), tertiaire (Maslovite, PtBiTe) ou quaternaire (Inaglyite, $\text{PbCu}_3(\text{Ir,Pt})_8\text{S}_{16}$) dans lesquelles les platinoïdes s'associent avec un, deux ou plusieurs éléments (Cabri, 1981). À noter que les substitutions entre ÉGP sont fréquentes de part leurs similitudes (Cabri, 1981).

Ceux qui possèdent un potentiel minéralogique significatif sont listés ci-après :

As, Bi, Cu, Fe, Hg, In, Ni, Pb, S, Sb, Se, Sn et Te.

1.1.3. Histoire et impacts des métaux du groupe du platine

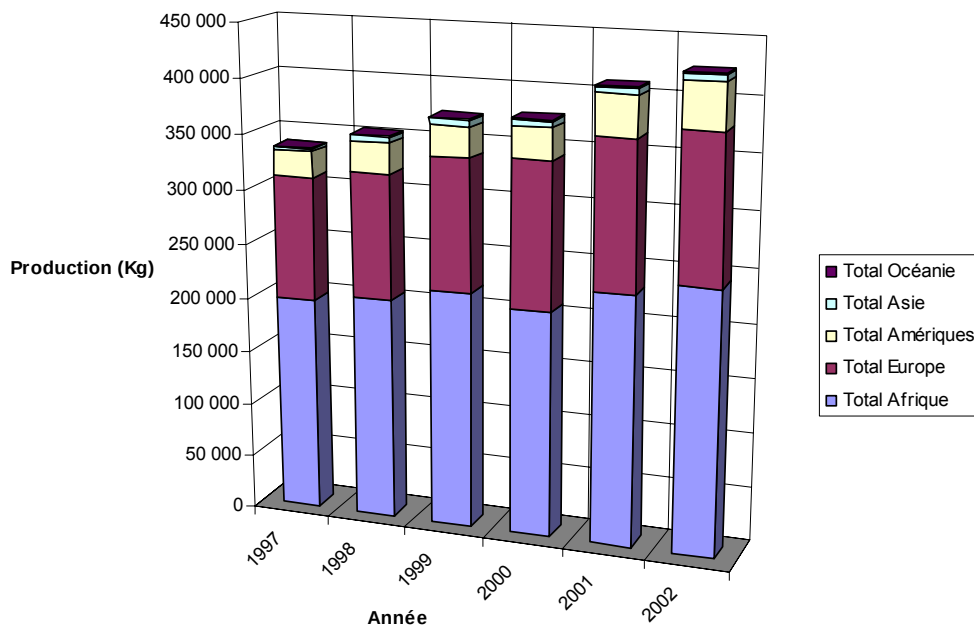
La présence des métaux précieux dans l'empire égyptien a été mise en évidence par la découverte d'un étui en or datant du septième siècle Av. J.-C. recouvert d'inscriptions en argent dont un caractère du hiéroglyphe était en platine (McDonald, 1982). Au 16^e siècle, les espagnols dans leur recherche d'or au nouveau monde auraient trouvés des gisements alluviaux de platine. Ce métal était, à cette époque, considéré comme une nuisance. L'or blanc, ainsi dénommé au 18^e siècle, pris de l'importance lorsqu'il eut été possible de le fondre. En raison de sa densité comparable à celle de l'or et de son faible prix, il était le métal idéal pour altérer l'or (Habashi, 1997). C. Wood (1702-1774), considéré comme le découvreur officiel du platine, a initié l'investigation scientifique du platine avec l'aide de plusieurs collaborateurs tels que W. Watson (1715-1787) et W. Lewis (1708-1781) (McDonald, 1982). Au début du 19^e siècle, le palladium, le rhodium, l'osmium et l'iridium furent découverts. Le ruthénium quant à lui sera découvert au milieu du 19^e siècle. Par ailleurs, les premiers gisements platinifères ont été découverts dans la première moitié du 19^e siècle plus précisément dans les montagnes de l'Oural. Le procédé Wollaston dans lequel le matériel brut est dissout dans l'aqua regia, puis purifié par la précipitation de l'hexachloroplatinate d'ammonium a mené à la formation de la compagnie Johnson, Matthey & Co. à Londress en 1817. Ce procédé avait son équivalent russe qui fut développé dans les mêmes années (McDonald, 1982).

C'est à partir de la fin du 19^e siècle que le marché du platine prend de l'expansion avec la Russie en tant que plus grand producteur et les États-Unis en tant que plus grand consommateur. Après l'abandon de l'industrie par les russes, la Colombie est redevenue le premier producteur de platine. La ressource provenait alors exclusivement de dépôts alluviaux. La Première Guerre mondiale marque également l'entrée en scène de l'industrie canadienne du platine en raison de l'ouverture de plusieurs mines de nickel dans lesquelles les métaux du groupe du platine étaient des sous-produits d'extraction. À ce moment, les deux plus grands producteurs étaient nuls autres que Mond Nickel Co. (INCO) et Falconbridge Nickel Mines. L'augmentation de la demande mondiale en platine a permis à l'Afrique du Sud de devenir un important producteur avec la découverte de nombreux gîtes associés au complexe de Bushveld et plus spécifiquement

au renommé Merensky Reef (1925). Dès la Deuxième Guerre mondiale, ce pays devint le principal producteur de métaux du groupe du platine au monde.

De nos jours, le second producteur en importance est la Russie. En outre, ce pays est le plus gros producteur de palladium. Grâce à l'exploitation du complexe de Stillwater, les États-Unis se place au 4^e rang, juste devant le Canada où la production en ÉGP de première fusion était de 18,5 tonnes en 2003. Au niveau mondial en 2003, c'est 194,1 tonnes de platine de première fusion et 20 tonnes de platine récupérées qui ont été produites. Le graphique suivant montre l'évolution de la production mondiale de métaux du groupe du platine et celle spécifique des continents producteurs pour les années 1997 à 2002 (Chevalier, 2004).

Graphique 1 : Évolution de la production des ÉGP selon les continents

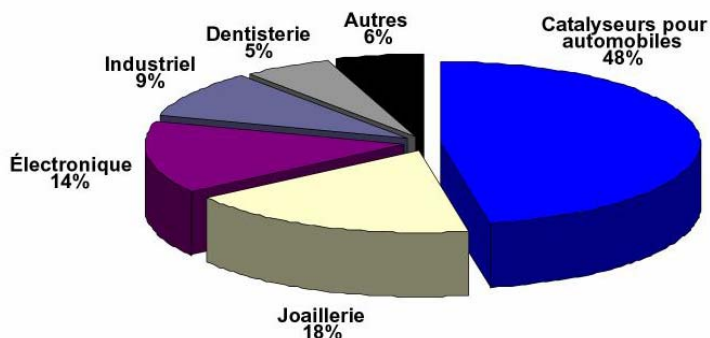


Les productions élevées de l'Afrique et de l'Europe sont largement dues aux performances respectives de l'Afrique du Sud et de la Russie.

La plus grande partie de la production d'ÉGP se retrouve dans les catalyseurs automobiles et industriels (Chevalier, 2004). D'ailleurs, les plus grands consommateurs sont les pays producteurs d'automobiles soit les États-Unis, l'Europe et le Japon. D'autre

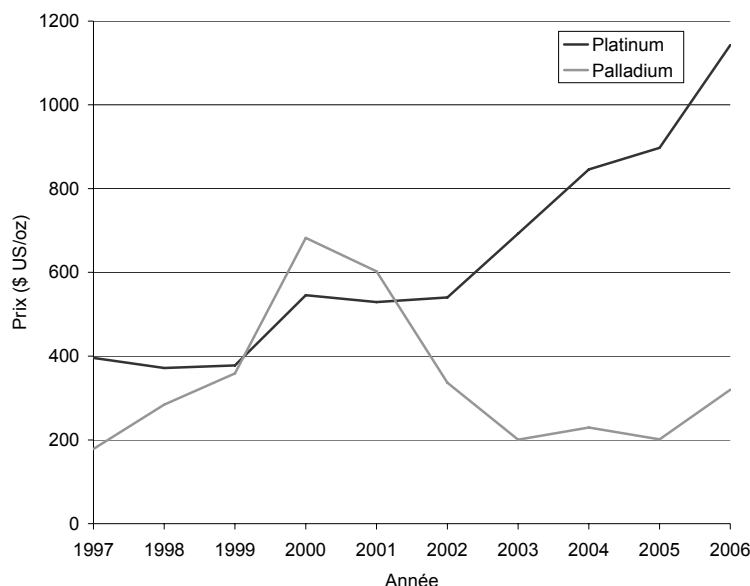
part, les réglementations environnementales contraignant les émissions atmosphériques des automobiles deviennent de plus en plus strictes faces aux compagnies automobiles. Elles doivent alors augmenter la teneur en ÉGP contenue dans les catalyseurs ce qui par le fait même met de la pression supplémentaire sur la demande mondiale. Il est à noter que le platine transforme efficacement les hydrocarbures et le CO des gaz d'échappement en composés moins nocifs alors que le rhodium est spécialisé pour le traitement des NOx (Barnes et Fredette, 2001). Le palladium est apte à traiter ces trois types de polluants atmosphériques, toutefois avec une efficacité moindre. La joaillerie et l'électronique sont les seconds domaines en importance pour l'utilisation des métaux platinifères. Les autres domaines de consommation sont l'industrie du verre, l'industrie chimique et électrique, la dentisterie, la finance et les piles à combustibles. Le graphique 2 présente l'utilisation relative des ÉGP selon les secteurs d'activité économique.

**Graphique 2 : Part de l'utilisation des ÉGP des secteurs d'activité majeurs (2000)
(Barnes et Fredette, 2001)**



Tous les détails sur le marché des ÉGP sont bien résumés dans l'annuaire des minéraux du Canada (Chevalier, 2004) et dans l'ouvrage de Sarah Jane Barnes (Barnes et Fredette, 2001). La bonne gestion de la production du platine et du rhodium et l'équilibre de la demande ont maintenus le marché du platine et du rhodium entre les années 1996 et 2005 en constante augmentation. Par contre, dans le cas du palladium, de fortes variations de l'offre et de la demande ont eu cours durant cette période. Le graphique suivant montre bien l'évolution de l'offre et de la demande entre 1996 et 2005.

Graphique 3 : Évolution du prix du platine et du palladium durant la dernière décennie



Source : Platts Metals Week (www.platts.com)

Aujourd'hui, la demande en ÉGP a fortement augmentée. Les prix moyens en 2006 sur le marché londonien sont résumés dans le tableau 1.

Tableau 1 : Prix moyens des ÉGP en 2006 (dollars américains l'once troy)

Métaux	Prix (\$US/oz)
Platine	1144,42
Palladium	322,93
Iridium	349,45
Rhodium	4561,06
Ruthénium	193,09

Source : Platts Metals Week (www.platts.com)

À la lumière de l'historique du marché des platinoïdes, ces métaux précieux n'ont jamais eu autant d'intérêt qu'aujourd'hui tant pour l'exploitation minière que pour le développement de nouvelles technologies de recyclage. L'émergence des applications industrielles, le maintien de leur prix à un niveau élevé et la diminution des réserves de certains des plus grands gisements platinifères créent cette demande.

1.1.4. Ressources et approvisionnement

1.1.4.1. Abondances et états des ressources primaires

L'abondance des ÉGP dans la croûte terrestre serait estimée entre 1 ppb et 0,1 ppb selon l'Agence Internationale d'Énergie Atomique (AIEA) (International Atomic Energy Agency, 2005). Même si la quantité globale de ces métaux nobles est énorme, seule une infime fraction se retrouve dans des gisements économiquement exploitables. La plupart des réserves connues à ce jour sont situées en Afrique du Sud, dans le Complexe de Bushveld. En 2001, les réserves mondiales d'ÉGP viables étaient estimées à 71 000 tonnes (Free, 2001).

1.1.4.2. Développement du recyclage des ÉGP

Une source majeure de métaux nobles provient du recyclage de déchets industriels et résidentiels de toutes sortes. Parmi ces matériaux usagés se trouve des catalyseurs industriels, des retailles de joaillerie, des pièces électroniques, du matériel de communication et des catalyseurs automobiles. Ces derniers sont d'ailleurs la plus importante source de métaux du groupe du platine de deuxième fusion. Malgré tout, le marché du recyclage est encore très peu développé. Selon la firme Johnson Matthey (Kendall, 2005), seule la fabrication des catalyseurs d'automobiles tolère l'insertion de métaux nobles de seconde fusion. Elle indique également que seulement 800 000 oz des 3 860 000 oz de platine utilisé dans la fabrication des catalyseurs d'automobiles en 2005 provenaient du marché du recyclage. Toutefois, aucune donnée précise sur l'état du recyclage des autres résidus industriels ou résidentiels ne sont disponibles. Néanmoins, il existe cinq grandes catégories de rejets à fortes teneurs en platinoïdes soit : les rejets métalliques, les déchets industriels, les pots catalytiques, les solutions chargées en platinoïdes et les résidus industriels (Habashi, 1997).

1.2. Géologie et minéralogie des ressources primaires

1.2.1. Type de dépôt et classification des gisements

Il existe deux types de dépôts soit : primaires ou secondaires. Les dépôts primaires sont le résultat d'une multitude d'événements géologiques majeurs où des intrusions de magma se solidifient ou se transforment sous l'effet de la pression et de la température. Les ÉGP se concentrent alors localement par l'action de processus physico-chimiques. Lorsque ces dépôts sont altérés et transportés par l'action naturelle de l'hydrosphère ou de l'atmosphère, des dépôts secondaires se forment. Ce sont des placers ou des gisements alluvionnaires dans lesquels les phases lourdes sont concentrées mécaniquement par l'écoulement de l'eau et par dissolution et précipitation. Ces types de dépôt sont décrits plus précisément dans la littérature (Habashi, 1997).

Il existe un grand nombre de minéraux platinifères comme la sperrilyte (PtAs_2), la coopérite (PtS) ou la stibiopalladinite (Pd_3Sb) ou plusieurs formes d'alliages. Les éléments du groupe du platine se retrouvent également en solution solide dans les sulfures notamment de cuivre et de nickel.

Il existe plusieurs classifications des types de gisements platinifères. Parmi celles-ci, la classification Cole et Ferron repose notamment sur une combinaison entre les teneurs en ÉGP des gisements et leurs modes d'accumulation géologique (Merkl et McKenzie, 2002). Ainsi, trois classes de gisements sont distinguables soient :

1. **Gisement à prédominance en ÉGP** : où l'attrait économique est majoritairement dû à la présence de métaux nobles. Les autres métaux associés (tels que Ni, Cu, Fe ou Co) sont des sous-produits de l'exploitation des ÉGP.
2. **Gisements à prédominance de Ni et de Cu** : où les ÉGP sont des sous-produits de l'extraction des sulfures de nickel et de cuivre.
3. **Gisements divers** : où les ÉGP sont présents qu'en petites quantités. Leur valeur économique y est d'ailleurs petite ou absente.

Plusieurs subdivisions suivent pour chacun des groupes. Le premier englobe donc les gisements chromifères, alluvionnaires, les cheminées de dunites et ceux du type Merensky. Ces derniers sont stratifiés et contiennent relativement peu de sulfures disséminés. Les ÉGP y sont associés tant avec la chromite qu'avec les sulfures. Les gisements chromifères montrent une corrélation certaine entre la chromite et les teneurs en métaux du groupe du platine. Le dépôt de chromite peut être stratiforme dans les grands complexes intrusifs ou podiforme dans les copeaux de roches ophiolitiques. Les gisements économiquement viables sont surtout stratiformes tels que ceux du complexe de Bushveld (UG-2), le Great Dyke ou le complexe de la Stillwater. Plus de détails sont disponibles sur les autres types de gisements dans l'article de Xiao et Laplante (Xiao et Laplante, 2004).

Une autre classification se rapporte plutôt à la séparation minérale (Bulatovic, 2003). Le premier type est caractérisé par un dépôt magmatique dans lequel les ÉGP sont essentiellement associés aux principaux sulfures métalliques. La prédominance du gisement vers ces derniers varie en fonction des teneurs en ÉGP et en sulfures. Le Merensky Reef (Afrique du Sud), le Great Dyke (Zimbabwe), le complexe de Stillwater (États-Unis) et la mine de Lac des Îles (Ontario, Canada) font partie de ce type. Le second type est plus chromifère. Il existe deux sous-groupes qui s'y distinguent soient : les dépôts podiformes et stratiformes. Dans ce dernier sous-groupe, une large proportion des ÉGP forment des minéraux qui sont alors associés à la chromite ou aux sulfures. Enfin, un dernier type de gisements est ceux à haute teneur en chromite (ex. UG2 du complexe de Bushveld). Ils démontrent généralement de faibles performances de récupération et de concentration des ÉGP qui se trouvent généralement associés aux sulfures ou sous la forme d'alliages.

1.2.2. Caractéristiques géologiques, géochimiques et minéralogiques des principaux gisements platinifères similaires au complexe de Ménarik

Le complexe de Ménarik est un système géologique qui comprend une zone ultramafique riche en ÉGP. On y retrouve des chromitites stratiformes qui alternent avec des péridotites et pyroxénites. La minéralisation en ÉGP est associée à une forte présence de chromite, de sulfures de nickel et de cuivre disséminés. La teneur sommative en éléments du groupe du platine des chromitites s'élève à environ 3 ppm.

Selon la classification Cole et Ferron, le complexe de Ménarik serait un gisement à prédominance en ÉGP de type chromitique semblable à celui de l'UG-2, du Great Dyke et de Stillwater. En utilisant la classification proposée par Bulatovic, le complexe de Ménarik ressemble plus à ceux du complexe de Bushveld. Il se classifierait donc comme un gisement de chromite stratiforme contenant une concentration en ÉGP élevée. Le complexe UG-2, le complexe de Stillwater et le dépôt d'Akanvaara possèdent certaines caractéristiques minéralogiques similaires au complexe de Ménarik.

1.2.2.1. Upper Group 2 (UG-2), Afrique du Sud

Les informations décrites dans cette partie sont tirées des références suivantes: Penberthy et al. (2000), Barnes et Maier (2002) et Merkl et McKenzie (2000). Le dépôt platinifère de l'Upper Group 2 est considéré comme la plus grande réserve d'éléments du groupe du platine au monde. Par conséquent, on y retrouve plusieurs mines qui exploitent cette ressource. Il est constitué d'une chromitite stratiforme composée de 60 à 90% de chromite et de 5 à 25% d'orthopyroxène interstitiel. Les autres minéraux tels que la diopside, le clinopyroxène et la chlorite forment moins de 5% de la roche. Pour leur part, les sulfures de métaux de bases représentent moins de 0,1% des minéraux présents. La teneur moyenne en sulfure est donc plus basse que celle du Merensky Reef (2-3%). Dans l'UG2, les sulfures les plus communs sont la chalcopryrite, la pyrrhotite, la pyrite, la pentlandite et, en moindre proportion, la millérite. Ils ont une granulométrie moyenne d'environ 30µm. Toutefois, leur teneur et leur minéralogie dénotent de grandes variations régionales à travers le UG-2. Ce phénomène influence beaucoup la flottation, particulièrement lorsqu'il y a présence de millérite. En effet, ce minéral aurait un impact

négalif sur la récupération de nickel en raison notamment de sa cinétique de flottation plus lente que celle de la pentlandite. Le gisement est aussi caractérisé par sa teneur en nickel de 1300 ppm, en cuivre de 800 ppm et en ÉGP de 4 à 10 ppm (6 ppm en moyenne). Ces derniers constituants se retrouvent surtout (50%) en tant que minéraux sulfurés comme la laurite, la coopérite, la malanite et la braggite. Ils forment également des alliages avec le fer, le tellure et le bismuth ou des minéraux d'arséniures et de sulfarséniures. L'ÉGP le plus abondant est le platine dans une proportion de 46 à 52%. Ensuite, vient le palladium (23 à 27%), le ruthénium (8,5 à 16%) et le rhodium (7,5 à 8,5%). Enfin, l'iridium et l'osmium sont présents seulement en traces. Les minéraux platinifères ont un diamètre équivalent qui ne dépasse que très rarement les 10 µm et dont la médiane est de 2µm à 4µm. Ceci oblige un broyage très fin pour libérer les particules platinifères (Cramer, 2001). Les études ont aussi démontrées que les MGP se présentent de six façons dans le minerai :

- Grains libérés
- Emprisonnés dans une particule de gangue
- Attachés à une particule de gangue
- Associés à une particule de sulfure libérée
- Associés à une particule de sulfure emprisonnée dans la gangue
- Associés à une particule de sulfure attachée à la gangue

Cependant, ces caractéristiques minéralogiques des minéraux platinifères varient constamment de façon régionale à l'intérieur du complexe, particulièrement par rapport aux concentrations en ÉGP, à leurs minéralogies et à leurs associations minéralogiques.

1.2.2.2. Le complexe de Stillwater, Montana (É.U.)

Cette section se base sur les renseignements trouvés dans les travaux de Polovina et al. (2004), Merkl et McKenzie (2002) ainsi que du site internet de la Stillwater Mining Company (www.stillwatermining.com). Le complexe de Stillwater est une intrusion ultramafique à mafique stratifiée qui est renommée pour contenir la plus haute teneur en

ÉGP parmi les gisements semblables connus dans le monde. En effet, sa teneur moyenne en Pt et en Pd combinée totalise 16,5 ppm (données de 2005) (George, 2006). Ces minéraux sont surtout associés aux sulfures disséminés dans la roche (Polovina et al., 2004). D'ailleurs, il existe une corrélation tangible entre la teneur en soufre et celle en métaux du groupe du platine. Les minéraux platinifères sont essentiellement des sulfures, des tellures, des arséniures ou des alliages. Parmi ces composés, les plus communs sont la braggite, la coopérite, la moncheite, la vysotskite et l'isoferroplatine. Ils peuvent être trouvés en inclusion dans les sulfures et dans les silicates, mais surtout aux limites entre les minéraux sulfurés et la gangue. Par contre, le palladium est majoritairement en solution solide dans la pentlandite. La granulométrie des phases platinifères est évaluée entre une à quelques dizaines de microns. Les phases riches en palladium par exemple ont une granulométrie plus fine, soit entre 1 et 5 μm . Par contre certains minéraux telluriques ont atteint jusqu'à 130 μm de diamètre. Enfin, les sulfures de métaux de bases présents sont la pyrrhotite, la pentlandite, la chalcoppyrite et, en moindre proportion, la pyrite. Bref, le complexe de Stillwater possède plusieurs caractéristiques de l'UG-2, mais aussi du Merensky Reef.

1.2.2.3. Le dépôt d'Akanvaara, nord de la Finlande

Le dépôt d'Akanvaara est également caractérisé par la présence de plusieurs zones de chromitites stratifiées. Les références qui y font mention et d'où l'information a été tirée sont l'ouvrage de Gornostayev et Mutanen (2003), le site internet de la Commission géologique de Finlande (www.gsf.fi) et le site internet du département de géologie de la Royal Holloway University of London (www.gl.rhul.ac.uk). Il fait parti d'un projet d'étude exploratoire, tout comme le complexe de Ménarik. Son attrait économique majeur est sa teneur en chromite qui peut mener à la production de ferrochrome. Cette chromite contient une faible proportion de magnésium, environ 11% de Al_2O_3 et une grande quantité de fer (environ 40% FeO total). Il y a aussi une quantité assez importante de vanadium pour en faire un sous-produit valorisable. Les éléments du groupe du platine demeurent à l'étude quant à leur potentiel économique. Toutefois, leurs minéralogies ressemblent à plusieurs dépôts de chromitites platinifères tels que l'UG-2. Les couches

chromitiques les plus profondes contiennent entre 18 et 32% de Cr_2O_3 et peuvent titrer jusqu'à 1,4 g/t en ÉGP.

Les minéraux platinifères sont de tailles très petites soit entre 3 et 10 μm . Ce sont surtout des sulfures, des arséniures, des sulfarséniures, des tellurures, des alliages et d'autres phases non-identifiées. Ils sont retrouvés en inclusion au centre ou près des bords des grains de chromite, attachés aux grains de chromite ou emprisonnés dans la matrice silicatée. Dans ce dernier cas, ils sont parfois associés avec différents sulfures de métaux de base. Enfin, une certaine partie des ÉGP sont en solution solide dans les sulfures de métaux de bases. Cette distribution des minéraux platinifères n'est cependant pas uniforme dans les différentes zones stratifiées du dépôt.

1.3. Contexte géologique, géochimique et minéralogique du complexe de Ménarik

Le complexe de Ménarik est un système géologique archéen exceptionnel qui doit son attrait à sa forte teneur en chromite et à ses concentrations anormales en éléments du groupe du platine (ÉGP). Ce complexe est situé à 40 kilomètres au sud de la ville de Radisson sur le territoire de la Baie-James. La figure suivante présente le plan de localisation du CDM.

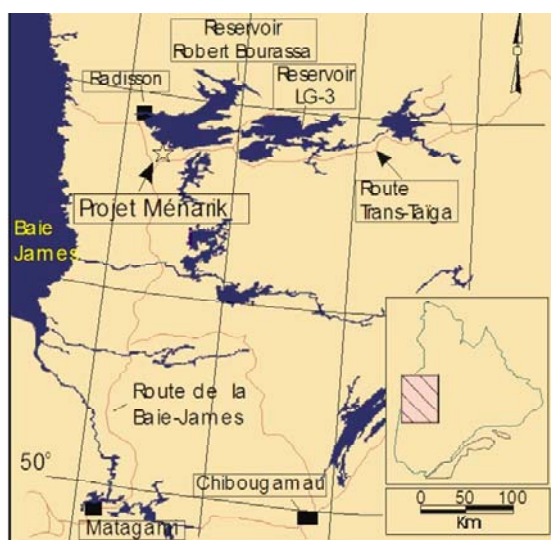


Figure 1 : Localisation de la propriété Ménarik de Ressources minières Pro-Or inc., Baie-James (Qc) (tirée de Laflèche et Bergeron, 2005)

Il a été le sujet de plusieurs investigations ces dernières années. Notamment sur la séparation physique des diverses phases minérales (Laflèche et al., 2006). De plus, un mémoire de maîtrise déposé à la faculté des études supérieures de l'Université Laval a permis de caractériser et d'étudier l'origine des types de minéralisations du complexe de Ménarik (Houlé, 2000). Dans le cadre de la présente recherche, comprendre le contexte géologique et les caractéristiques du complexe s'avère un atout important. La section suivante se base essentiellement sur ce mémoire de maîtrise.

1.3.1. La géologie générale du complexe de Ménarik

1.3.1.1. Géologie générale

Le Complexe de Ménarik (CDM) est situé à l'intérieur d'un ensemble de roches archéennes du Bouclier canadien qui font partie de la sous-province volcano-plutonique de La Grande (Houlé, 2000). C'est une intrusion ultramafique à mafique stratifiée, composée, dans le premier cas, de couches de péridotites et, dans le second, principalement de roches gabbroïques. Par ailleurs, les observations réalisées antérieurement sur le complexe démontrent que la zone ultramafique fait partie, comme pour les autres complexes ignés majeurs tels que le Great Dykes et celui du Bushveld, d'un ensemble stratiforme plutôt que podiforme. Cette structure stratiforme est soulignée par l'alternance de couches de chromitites platinifères et de péridotites telle qu'illustrée à la figure 2. La figure 38 en annexe C montre une section transversale des indices chromifères Cr-1 et Cr-16.



Figure 2 : Observation démontrant le litage magmatique des roches du complexe de Ménarik.

On retrouve également dans la zone ultramafique quelques filons de sulfures localisés (figure 3) sur des failles dont les concentrations en éléments du groupe du platine (ÉGP) sont très élevées. Cependant, ces filons ne représenteraient pas une valeur économique élevée en raison de leur petit volume.



Figure 3 : Minéralisations de sulfures de Cu-Ni riches en ÉGP (secteur de l'indice Cr-4) (tirée de Laflèche et Bergeron, 2002).

La zone ultramafique est caractérisée par les chromitites qui la constituent. On y retrouve plus de 50% de chromite généralement finement grenue, mais aussi de la serpentine, de la chlorite et des trémolites. Par ailleurs, plusieurs types de minéralisations sont distinguables dans lesquels les métaux tels que le chrome, le titane, le nickel, le cuivre, le cobalt, le vanadium et les éléments du groupe du platine y sont concentrés. Enfin, les autres unités sont les péridotites à chromites, les péridotites et les pyroxénites.

Pour ce qui est de la zone mafique, ses principales composantes sont l'actinote, la chlorite et l'épidote. Deux unités divisent cette zone soient les pyroxénites à magnétites et les pyroxénites (Houlé, 2000). La figure suivante présente une carte géologique simplifiée du complexe de Ménarik.

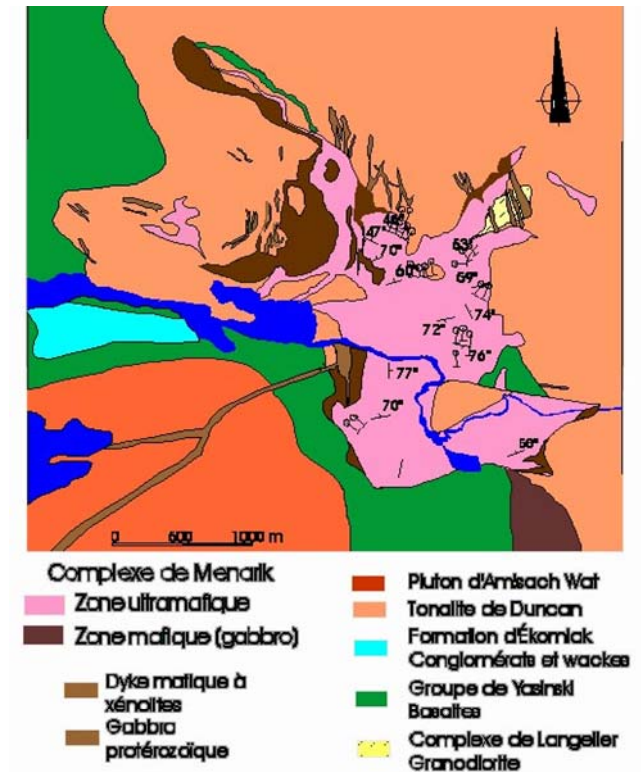


Figure 4 : Carte géologique simplifiée du Complexe intrusif de Ménarik (tirée de Laflèche et al., 2006).

1.3.1.2. Minéralisations en ÉGP

Les horizons stratiformes de chromitites platinifères et les sulfures filoniens riches en ÉGP-Ni-Cu représentent les deux principaux types de minéralisations dans la zone ultramafique du complexe de Ménarik (Houlé, 2000). Pour l'ensemble du complexe, deux types de minéralisations en ÉGP ont été déterminés. D'abord, des inclusions de minéraux du groupe du platine (MGP) dans ou près de la chromite caractérisent une minéralisation probablement syngénétique (magmatique). Notez que statistiquement, relativement peu de MGP se retrouvent en inclusions dans les grains de chromites. Ils sont majoritairement présents dans la matrice silicatée. Ils sont également pour la plupart concentrés dans les chromitites enrichies en sulfures tels que la pentlandite, la pyrrhotite et la chalcopryrite. Les ÉGP qui y sont concentrés sont principalement du palladium (Pd) et du platine (Pt). Postérieurement à la cristallisation et au refroidissement des roches magmatiques, certains ÉGP se sont combinés à basse température avec l'antimoine (Sb), le bismuth (Bi), l'arsenic (Ar) et le tellure (Te) ou forment des sulfures disséminés. On

retrouve également des minéralisations de sulfures filoniens associées à des failles tardives. Globalement, près de 90% à 95% des MGP du gisement sont trouvés près des grains de chromite et généralement associés à une matrice de silicates riche en sulfures (Houlé, 2000).

1.3.2. Géochimie du CDM

La zone ultramafique du CDM comporte plusieurs lithologies. Leurs compositions en éléments majeurs et en éléments traces auront permis de caractériser les principaux faciès lithologiques (Houlé, 2000).

1.3.2.1. Éléments majeurs

C'est principalement par fluorescence X que les éléments majeurs (SiO_2 , TiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , MgO , Cr_2O_3 , CaO , MnO , Na_2O , K_2O , P_2O_5) ont été analysés. D'autres échantillons du CDM ont été analysés par ICP-AES. Les tableaux 36 et 37 en annexe A présente la composition moyenne et les résultats de pertes au feu (PAF) des lithologies d'intérêts obtenus par Houlé (2000). Selon les résultats qu'il présente, le chrome, le fer, la silice, l'aluminium et le magnésium sont les éléments majeurs retrouvés dans le minerai du complexe de Ménarik. Le nickel se retrouve dans plusieurs lithologies contrairement au cuivre qui serait surtout présent dans les chromitites à silicates, les harzburgites et les harzburgites à chromite.

1.3.2.2. Éléments du groupe du platine

1.3.2.2.1. Géochimie des ÉGP

Les méthodes d'analyses utilisées pour déterminer les teneurs en ÉGP des roches du CDM sont la fusion plombreuse, la fusion au sulfure de nickel suivie d'une analyse par activation neutronique et finalement une analyse par ICP-AES (Houlé, 2000). Le tableau 2 montre les teneurs moyennes, maximales et minimales en platinoïdes selon les différentes lithologies de CDM (Houlé, 2000).

Tableau 2 : Teneur moyenne, maximale et minimale en éléments du groupe du platine des lithologies du CDM (tiré de Houlié, 2000)

Lithologie	x	Chr min	max	x	Chr Sil min	max	x	Harzb min	max	x	Harzb à chro min	max
Ni (ppm)	1013	825	1200	1489	194	3105	1950	1456	2444	1690	1171	3500
Os (ppb)	62	60	63	34	15	60	n.a.	n.a.	n.a.	15	12	17
Ir	47	44	49	31	17	46	7			10	3	17
Ru	293	288	298	145	60	281	12	n.d.	7	47	16	94
Rh	64	46	81	89	46	209	28	5	19	31	5	86
Pt	124	99	149	243	100	680	103	3	53	82	13	310
Pd	402	381	423	877	107	2680	495	48	194	316	31	1476
Cu (ppm)	24	17	31	254	0	1200	1427	74	2781	351	173	508
Σ - GP	991	928	1053	1404	645	3777	641	69	1213	485	65	1899
n		2			16			2			19	

Lithologie	x	Lhers min	max	x	Lhers à chro min	max	Webst (ZU)	Webst (D)	Webst à OI à chro	x	Pilon Sf min	max
Ni (ppm)	1625	1488	1664	1791	1339	2485	778	996	1400	20400	15500	25300
Os (ppb)	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	16	22	9	36
Ir	n.d.	n.d.	n.d.	4	n.d.	3,58	n.d.	n.d.	15	31	22	40
Ru	8	7	11	23	7	49	4	1	74	73	26	119
Rh	3	2	5	14	6	24	6		48	151	105	197
Pt	7	4	6	47	21	78	58	4	133	388	196	580
Pd	12	4	23	99	41	151	49	3	518	2316	1909	2723
Cu (ppm)	48	5	124	256	28	348	25	23	678	26150	26700	23600
Σ - GP	30	16	51	185	75	280	117	9	804	2981	2359	3603
n		3			3		1	1	1		2	

x = concentration moyenne
min = concentration minimale
max = concentration maximale
n = nombre d'analyses
n.a. = non analysé
n.d. = non détecté

x = moyenne
s = écart-type

À l'exclusion des sulfures filoniens, les chromitites et les chromitites à silicate présentent les teneurs moyennes les plus élevées en ÉGP soient respectivement 991 ppb et 1404 ppb. De plus, le palladium est en moyenne 3,5 fois plus abondant que le platine. Ainsi, dans les chromitites, le platine est présent en moyenne à 124 ppb alors que le palladium l'est en moyenne à 402 ppb. Par contre, dans les chromitites à silicate, les teneurs moyennes sont respectivement 243 ppb et 877 ppb. Les teneurs maximales en ÉGP total, en palladium et en platine dans cette lithologie peuvent atteindre respectivement près de 3700 ppb, 2700 ppb et 700 ppb. Le ruthénium (Ru), dont les valeurs moyennes dans les chromitites et les chromitites à silicate sont respectivement de 293 ppb et de 145 ppb, représente aussi une source de métaux platinifères. Enfin, « malgré une grande variabilité de concentrations, les harzburgites et les harzburgites à chromite sont des lithologies localement très enrichies en ÉGP totaux »¹, c'est-à-dire que leurs teneurs maximales sont localement très élevées, mais en moyenne elles sont pauvres

¹ Extrait tiré de Houlié 2000

en ÉGP. Le même phénomène est observable dans les webstérites à olivine et les webstérites à chromite.

1.3.2.2.2. Comportement géochimique des ÉGP

Dans les roches du CDM, l'Os et le Ru semblent se comporter similairement à l'iridium conformément au groupe I-ÉGP. Par contre, le Rh montrerait des caractères ambivalents entre les groupes P-ÉGP et I-ÉGP (Houlé, 2000). Le Pt et le Pd quant à eux se retrouvent fortement liés. D'une façon générale, le rapport Pd/Pt de ces minéralisations se situe entre 3,5 et 4,5. Des études détaillées réalisées par Michel Houlé (Houlé, 2000) et par LaFlèche et al. (2001) ont montrées que les zones enrichies en ÉGP sont généralement associées à des lits particuliers de chromitites, et parfois à leurs épontes immédiates; dans ce dernier cas, elles pourraient aussi être reliées à la présence de concentrations de sulfures de nickel ou de cuivre. Néanmoins, malgré le caractère normalement chalcophile des ÉGP, du nickel et du cuivre en présence du soufre, ces métaux ne présenteraient aucune corrélation significative (Houlé, 2000).

1.3.3. *Chimie minérale*

Des analyses chimiques des phases minérales en vue de connaître leurs compositions ont été réalisées à l'aide d'une microsonde électronique et d'un microscope électronique à balayage (MEB) (Houlé, 2000).

1.3.3.1. Minéraux primaires

Au fil du temps et des événements géologiques, la minéralogie primaire des roches du CDM s'est transformée. Le métamorphisme régional n'aurait conservé que certains minéraux comme la chromite et plus rarement les pyroxènes (Houlé, 2000).

1.3.3.1.1. Pyroxènes

Seul le clinopyroxène a pu être localement analysé (Houlé, 2000). Il a été observé comme une phase interstitielle associée à la chromite. Les résultats de la microsonde montrent qu'ils sont riches en magnésium (Houlé, 2000).

1.3.3.1.2. Chromites

La chromite serait le seul minéral du complexe de Ménarik à s'être réellement bien conservé (Houlé, 2000). Il a été divisé en huit textures différentes selon les observations réalisées au MEB par Wilhelmy et Lacoste en 1990.

- 1) La chromite homogène dont l'intérieur d'un même grain est uniforme.
- 2) La chromite zonée qui présente des variations de teintes du centre des grains vers leur périphérie (cas très fréquent dans les chromitites platinifères du CDM).
- 3) La chromite effritée dont les contours sont irréguliers. Elle peut être homogène ou zonée.
- 4) La chromite lessivée s'apparente à la chromite homogène dont la réflectibilité est similaire à celle des zones pâles de la chromite zonée.
- 5) La chromite spongieuse est parsemée d'inclusions silicatées et de petites cavités dont la composition se résume fondamentalement à de la chlorite, de la serpentine, des amphiboles et des micas dans certains cas.
- 6) La chromite cataclastique résulte de processus géologiques qui éclatent les grains de chromite.
- 7) La chromite associée à des sulfures a, pour sa part, des masses de sulfures en périphérie, dans les fractures ou en association avec les contours des grains de chromite.
- 8) La chromite riche en inclusions de sulfures contient des inclusions de pyrite, de pyrrhotite avec des effluents de pentlandite, de chalcopyrite, de pentlandite, de millérite et plus rarement d'arséniures et de sulfoarséniures disséminées dans

les grains de chromite. De plus, en certains endroits, des MGP ont été retrouvés en inclusion dans la chromite.

Ces textures sont présentées en détails dans la thèse de Houlé (2000). La chromite est un oxyde de chrome pouvant contenir du fer et du magnésium selon la formule chimique suivante : $\text{Cr}_2(\text{Mg,Fe})\text{O}_3$. Le rapport de Fe par rapport au Cr caractérise bien ces variations. Ainsi, plusieurs indices chromifères ont été établis. Dans l'ensemble, les chromitites montrent un ratio massique Cr/Fe est-ce un ratio atomique ou de masse équivalent ou supérieur à 1,5 (Houlé, 2000). Ces valeurs correspondent à un indice chromifère industriel typique. Par ailleurs, la taille des grains de chromite est très fine dans le CDM. Les études réalisées antérieurement par Laflèche M.R. ont permis d'établir un diamètre moyen de 180 μm et une granulométrie de 80% passant 280 μm (Laflèche et Bergeron 2005).

1.3.3.2. Minéralogie secondaire

Quelques minéraux tels que la serpentine, les amphiboles et les carbonates sont considérés comme des minéraux secondaires. La chlorite aussi est un minéral très important dans le complexe de Ménarik. Ce minéral est divisé en deux groupes dont le premier est plus magnésien. Dans les roches ultramafiques, la chlorite magnésienne est plus fréquemment observée autour de la chromite. Les phases observées sont surtout les clinochlores, les penninites et les talc-chlorites (Houlé, 2000).

Pour les sulfures, dans les roches du Ménarik, on note la présence de chalcopryrite (CuFeS_2), de pyrite (FeS_2), de pyrrhotite (Fe_{1-x}S), de pentlandite ($(\text{Ni, Fe})_9\text{S}_8$), de millérite (NiS), de cobaltite (CoAsS), de gersdorffite (NiAsS) et d'arséniures. Les figures suivantes montrent des minéraux de sulfures observés au binoculaire.

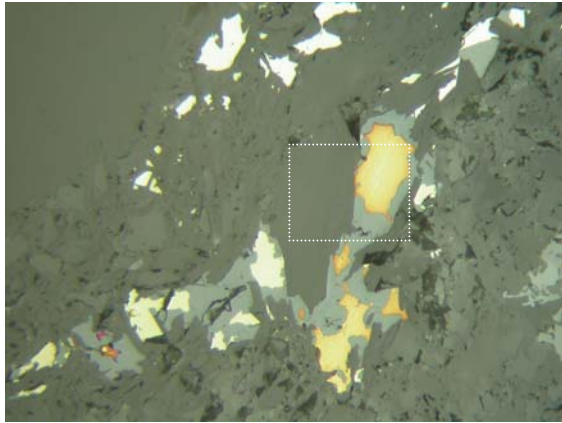


Figure 5 : Différents sulfures emprisonnés dans la matrice (200X)

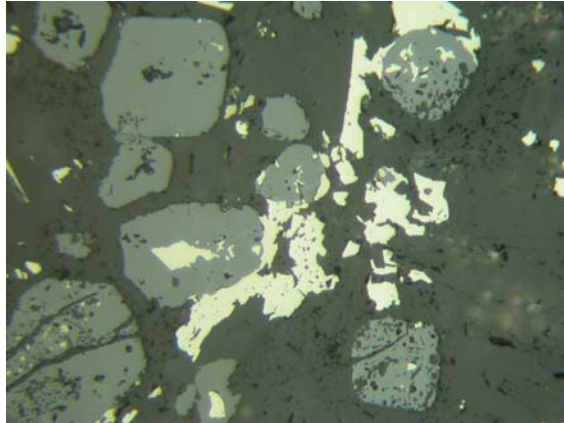


Figure 6 : Phases de sulfures et de chromite étroitement reliées (200X)

1.3.3.3. Éléments du groupe de platine

Dans le CDM, les ÉGP se retrouvent sous deux formes distinctes soit en tant que minéraux (MGP) ou en solution solide dans des minéraux comme les sulfures, les arséniures et les tellurures.

Certains minéraux du groupe du platine observés dans les roches du complexe de Ménarik sont identifiés et reconnus par l'International Mineralogical Association, alors que d'autres ne sont pas encore répertoriés. Les ÉGP forment également des alliages en s'associant avec le fer, le cuivre ou le nickel.

Dans les roches ultramafiques du CDM, les MGP sont associés avec la chromite, la gangue silicatée et les sulfures (Houlé, 2000). Deux catégories sont associées à la chromite. La première se résume à des inclusions de minéraux du groupe du platine comme la laurite d'un diamètre d'environ 2 à 3 μm dans les grains de chromite. La seconde désigne des inclusions de MGP tel que la sudburyite d'une grosseur d'environ 3 à 4 μm associés à la serpentine et la chlorite dans la matrice. De plus, il y a fréquemment des sulfures de nickel près des MGP. Dans les chromitites du CDM, les phases riches en palladium sont beaucoup plus fréquentes que celles riches en platine. Dans les chromitites et les filonets de sulfures, les grains de MGP sont présents en petites gouttelettes de près de 1 μm ou de cristaux hypidiomorphes de la taille de gouttelettes dans la millérite. Les

analyses ont démontré également que les MGP ne dépassent que très rarement 10 μ m et que le diamètre moyen des grains se situe plutôt entre 3 et 5

Par ailleurs, les ÉGP se substituent parfois dans certains minéraux. Ce phénomène est marginal dans les roches du CDM. Par contre, il a été possible de mesurer des teneurs élevées dans les sulfures en inclusion dans les grains de chromite. Il a même été observé que la morphologie des grains de chromite se révèle un bon indicateur de la présence d'éléments du groupe du platine (Houlé, 2000). Ainsi, la chromite spongieuse, c'est-à-dire qui présente des inclusions de matrice silicatée ou de nombreuses fractures, semble avoir des concentrations plus faibles en éléments platinifères.

1.3.4. Résumé du contexte géologique du complexe de Ménarik

Le contexte géologique du complexe de Ménarik a été résumé essentiellement à l'aide de la thèse de Houlé (2000) intitulée « Pétrologie et métallogénie du complexe de Ménarik ». Il comporte plusieurs ressemblances avec ceux de l'UG-2, de Stillwater ou du dépôt d'Akanvaara, mais se distingue sur d'autres aspects. Par exemple, sa concentration en ÉGP est un peu plus élevée que celle de l'Akanvaara, mais beaucoup plus faible que celle de l'UG-2 et de Stillwater (MRL dit que les teneurs du Ménarik sont semblables à celles du Stillwater). De plus, la distribution des MGP dans le complexe de Ménarik ressemble plus à celle retrouvée dans le dépôt d'Akanvaara. Sa teneur en soufre par contre se rapproche plus de celle du complexe de Stillwater. Ensuite, la granulométrie des phases platinifères est semblable à celle du dépôt d'Akanvaara et du complexe UG-2. Ce dernier montre des concentrations en cuivre et en nickel similaires à celles du complexe de Ménarik, mais est légèrement moins riche en soufre. La granulométrie des sulfures y est également un peu plus fine.

1.4. Technologie de concentration minéralurgique des ÉGP par flottation sélective

1.4.1. Définition et mécanismes de la flottation sélective

La concentration des ÉGP se fait traditionnellement par la flottation sélective des sulfures et des minéraux platinifères. Cette technique minéralurgique utilise la différence d'hydrophobicité des minéraux afin de les séparer les uns des autres. Cette propriété intrinsèque est fonction de la polarité des minéraux. Elle peut également être modifiée sélectivement par des agents de surfaces.

Le degré de polarité d'un minéral dépend principalement des liaisons chimiques qui le constituent. Dans une liaison ionique, les électrons sont souvent d'un seul côté de la molécule. Cette asymétrie des charges crée un dipôle fort, la molécule a donc une forte polarité (Bouchard, 2001). Les liaisons covalentes pour leur part possèdent souvent deux centres de charges, un positif et l'autre négatif. Elles peuvent varier de non-polaire à fortement polaire.

Conséquemment à ce qui a été énoncé précédemment, un minéral est polaire lorsque sa surface présente une alternance aléatoire de sites positifs et négatifs. Cette charge de surface résulte de la rupture des réseaux cristallins qui constituent le minéral. Sa polarité lui permet d'être hydrophile, c'est-à-dire de créer des forces intermoléculaires similaires à celles présentes entre deux molécules d'eau. Les molécules non-polaires préfèrent côtoyer l'air. Elles sont dites hydrophobes. Par ailleurs, l'adsorption de molécules hétéropolaires, c'est-à-dire qui possèdent une section hydrophobe reliée à une autre hydrophile, à la surface du minéral peut modifier sa polarité (Bouchard, 2001).

La flottation utilise donc cette particularité des molécules pour séparer les minéraux selon trois types de contact avec l'air. Le premier concerne la flottation des minéraux non-polaires qui n'ont pas besoin d'altérer leur surface par des molécules hétéropolaires pour flotter. Dans le deuxième cas, un agent de surface hétéropolaire est adsorbé physiquement à la surface de la particule à l'aide uniquement de forces électrostatiques.

Cette interaction, qui vise à rendre la particule hydrophobe, est réversible et non-spécifique. Enfin, certaines molécules hétéropolaires réagissent chimiquement avec des minéraux. Le caractère de ces réactions chimiques est leur irréversibilité, leur spécificité et la production d'un composé de surface. Ces composés hétéropolaires sont appelés des collecteurs (Bouchard, 2001).

Le mécanisme de la flottation interagit avec trois phases (solide, liquide et gazeuse) qui forment trois interfaces soit : solide-liquide, liquide-gaz et solide-gaz. La jonction des trois phases met également en évidence un système triple. À chaque interface se développent des tensions qui mènent à une équation d'équilibre mettant en jeu l'angle de contact entre la surface minérale et celle de la bulle. La somme de ces tensions donne l'énergie, ou le travail, nécessaire pour briser ces interfaces. Les propriétés spécifiques de ce système triple, soit l'angle de contact et l'adhésion, déterminent la flottabilité d'un minéral donné. La première caractérise l'hydrophobicité d'une surface. Un angle de contact élevé signifie que la bulle d'air est bien accrochée à la surface et que, par conséquence, le minéral est hydrophobe. L'adhésion est un état qui se définit par l'équation d'équilibre décrite précédemment. Pour qu'elle soit effective, une barrière énergétique doit être franchie afin de mettre en contact les phases gazeuses et solides. La stabilité du système n'est assurée que si l'énergie du système est inférieure dans son nouvel état (Bouchard, 2001).

L'interface solide-liquide implique la théorie de la double couche électronique. Le premier phénomène actif à cette interface est l'acquisition de charge à la surface de la particule minérale. Il s'explique selon trois mécanismes qui sont bien expliqués dans la littérature (Bouchard, 2001) (B Wills, 1992) :

- 1- La dissolution
- 2- La substitution
- 3- La chimisorption

Une fois la charge acquise, il y a apparition d'un potentiel électrique entre la surface et la solution qui est neutralisé par les ions présents dans la solution aqueuse. Les contre-ions juxtaposés à la surface forment la couche de Stern. Cette première couche n'est pas toujours suffisante pour neutraliser complètement la particule de sorte que d'autres contre-ions s'accumulent de façon diffuse et forment la couche du Gouy. La figure suivante schématise ce phénomène :

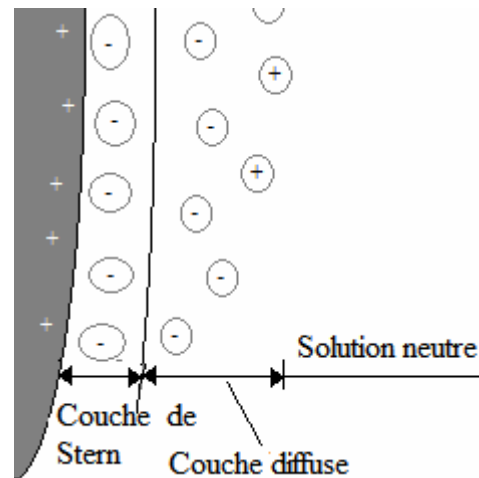
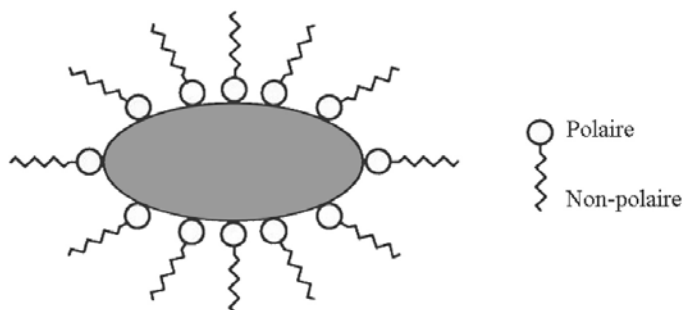


Figure 7 : Schématisation de la double couche électronique

Lorsque la particule est mise en mouvement, une pellicule ionique y reste accrochée laissant ainsi apparaître une tension nommée potentiel Zeta (ξ). C'est un attribut mesurable qui varie principalement selon le pH, la minéralogie, les éléments de substitution dans les réseaux cristallins des minéraux, la présence de certains ions et la force ionique de l'eau. En présence d'un pH acide, certains minéraux ont un potentiel zéta positif, mais qui devient négatif lorsque le pH augmente. Cette variation passe par une valeur nulle qui correspond à un certain pH qui est désigné par le point isoélectrique.

Un second phénomène en importance à l'interface solide-liquide est l'adsorption. Elle peut concerner différents ions, des molécules d'eau, des collecteurs, etc. L'adsorption du collecteur dépend notamment de la concentration en réactifs, la longueur de sa chaîne hydrocarbonée, du pH, de la température ainsi que de la présence d'oxygène. Lorsqu'il y

a adsorption physique d'un collecteur à une surface minérale, le potentiel zéta est affecté. La figure 8 schématise l'adsorption d'un collecteur à la surface d'un minéral.



**Figure 8 : Mécanisme d'adsorption d'un collecteur sur un minéral
(tirée de Bouchard, 2001)**

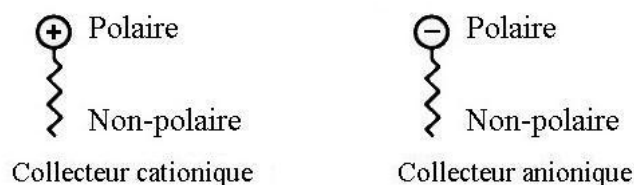
Par ailleurs, l'interface liquide-gaz concerne l'interaction entre la solution aqueuse et les bulles d'air. La tension interfaciale impliquée régit la stabilité des bulles d'air. Elle peut être modifiée par la présence de composés tensioactifs tels que les moussants. Ces agents, utilisés pour abaisser la tension de surface, aident à maintenir les bulles d'air sphériques et stables.

1.4.1.1. Modification des propriétés d'interfaces

Comme il a été mentionné plus haut, il est fréquent d'utiliser certains réactifs pour modifier les propriétés d'interfaces, l'ultime objectif étant d'améliorer les performances de la flottation.

1.4.1.1.1. Les collecteurs

Ces agents de surface agissent sélectivement ou non afin de rendre hydrophobe une surface minérale. Ce sont des produits à longues chaînes organiques qui se divisent en trois groupes soient : non-ioniques, anioniques et cationiques. Le premier est généralement non-polaire et est utilisé pour flotter des produits déjà hydrophobes. Les cationiques sont des molécules hétéropolaires dont la tête est positive. De plus, ils libèrent un anion lors de leur dissociation. À l'inverse, les collecteurs anioniques possèdent une extrémité négative tel que démontrée par la figure 9.



**Figure 9 : Illustration des types de collecteurs polaires
(inspirée de Bouchard, 2001)**

Les collecteurs anioniques sont subdivisés en oxhydrides et en sulfhydrides selon la présence ou non d'un atome de soufre et de l'état d'oxydation de ce dernier.

L'utilisation d'un collecteur anionique sulfhydryle fonctionne généralement très bien pour la flottation des sulfures. Le xanthate est le plus connu et le plus utilisé de ce type de collecteurs. Sa formule chimique est $ROCS_2^-$ où R désigne la chaîne d'hydrocarbure qui varie généralement d'une longueur située entre 2 et 6 atomes de carbone. Cette longueur détermine la sélectivité et la puissance du collecteur, soit sa capacité à récupérer les minéraux valorisables. Ces deux propriétés suivent une relation inversement proportionnelle qui procure au xanthate à longues chaînes une grande puissance comparativement à une faible sélectivité. Le potassium ou le sodium forment le cation qui équilibre les charges. La limite de solubilité élevée des xanthates n'est rarement contraignante et leur intervalle de pH de stabilité varie de 8 à 13. Toutefois, ils ne sont pas très stables en présence d'oxygène, d'ions Fe^{3+} et d'ions Cu^{2+} avec lesquels ils forment le dixanthogène (Bouchard, 2001).



Le dithiophosphate (DTP) est le second collecteur sulfhydryle en importance. Comparé à son homologue, il est plus sélectif, mais moins puissant. Il est souvent utilisé en combinaison avec le xanthate. Sa formule chimique est $(RO)_2PS_2^-$.

Il existe plusieurs types de xanthates dont les différences sont essentiellement basées sur la puissance et la sélectivité de leur action. Sur le marché, plusieurs compagnies fabriquent et commercialisent des produits qui sont souvent composés de mélanges de collecteurs. La compagnie Cytec présente une gamme de xanthates dont leur nom et leurs propriétés sont résumés dans le tableau 3 (American Cyanamid Company (ACC), 1972).

Tableau 3 : Noms et propriétés des xanthates produits par Cytec

Produits	Noms	Propriétés
Éthyl xanthate de sodium	AERO 325	Le plus sélectif des xanthates de Cytec.
Isobutyle xanthate de sodium	AERO 317	Un collecteur pour les sulfures puissant et non-sélectif.
Isopropyl xanthate de sodium	AERO 343	Un collecteur peu dispendieux souvent utilisé pour flotter les sulfures de Pb, Cu et Zn.
Amyle xanthate de potassium	AERO 350	Le plus puissant des xanthates de Cytec. Utilisé dans la flottation des mélanges de sulfures de Cu-Pb et Cu-Ni. Spécialisé pour la pyrrhotite et la pentlandite en raison de sa non-sélectivité.
Amyle xanthate de sodium	AERO 355	Collecteur très puissant et non-sélectif similaire au AERO 350.

En plus des xanthates, beaucoup d'autres produits sont disponibles sur le marché. De plus amples renseignements sur ces produits sont disponibles notamment dans la littérature (Bouchard, 2001).

La plupart des concentrateurs du complexe de Bushveld et du Merensky Reef utilisent le xanthate comme collecteur principal et le DTP comme collecteur secondaire (Bulatovic, 2003). Dans la région minière du Merensky, le dosage des collecteurs se situe à plus de 200g/t alors que pour le UG-2, il peut atteindre plus de 250g/t pour le concentré à teneur élevée en ÉGP et 40g/t pour celui à faible teneur. Toutefois, les tests réalisés sur le minerai UG-2 ont montré que l'augmentation du dosage du collecteur SIBX de 50 à 150 g/t n'a aucun effet sur la flottation de la chromite (Ekmekçi et al., 2003). Le mélange xanthate-dithiophosphate a fait l'objet de plusieurs études au cours des dernières années. Par exemple, des tests ont montré que l'influence de différentes combinaisons de réactifs sur la flottation des MGP donne une récupération de ÉGP d'environ 80% lorsque l'isobutyle xanthate de sodium (SIBX) ou l'amyle xanthate de potassium (PAX) sont

utilisés avec le DTP à l'étape de dégrossissage, comparée à 55% pour le PAX utilisé seul (Bulatovic, 2003). De façon similaire, suite à une étape d'épuisage additionnelle, les mêmes mélanges de collecteurs donnent une récupération des ÉGP de 90% comparée à 80% pour le PAX seul. Par contre, les teneurs observées ne suivent pas cette tendance, n'affichant aucune variation notable. Il est à noter que ni les conditions dans lesquelles les tests ont été réalisés, ni le dosage des différents collecteurs ne sont spécifiés. Par ailleurs, l'ajout de DTP ne semble pas avoir une influence significativement supérieure sur la récupération des sulfures à l'utilisation de xanthate seul à dosage molaire équivalent (Wiese, Harris et Bradshaw, 2005a) (Wiese, Harris et Bradshaw, 2005b) (Wiese, Harris et Bradshaw, 2006) (Bradshaw et al., 2006). De plus, le collecteur secondaire améliorerait l'efficacité de collection et stabiliserait l'écume (Bradshaw et al., 2006). Ainsi, le DTP influencerait à la hausse la récupération du nickel, mais en diminuerait la teneur dans le concentré en raison d'une augmentation de la masse et de la quantité d'eau se rapportant au concentré (Wiese, Harris et Bradshaw, 2005a). D'une part, cette observation s'expliquerait par la forte adsorption du complexe cuivre-DTP sur les particules de gangue, même en présence de déprimant. Ensuite, le DTP influencerait la capacité moussante favorisant ainsi la rétention d'eau de l'écume. Par ailleurs, il n'aurait aucun effet significatif sur la flottation de la chalcopryrite ni de la pyrrhotite. Ceci est tout à fait cohérent, car la flottation de la chalcopryrite et de la pyrrhotite dépend de l'association entre le cuivre, provenant du minéral ou de son activation par le CuSO_4 , et le collecteur. La flottation du complexe cuivre-collecteur ne serait pas influencée par la nature du collecteur, en autant qu'il soit sulfhydryle. En résumé, le rôle du DTP dans la flottation des sulfures de métaux de bases est d'augmenter la capacité moussante, d'améliorer l'activation de la pyrrhotite avec le CuSO_4 lorsqu'il est ajouté au broyage et de favoriser l'activation de la gangue en présence de CuSO_4 . Par contre, la récupération des sulfures n'est pas favorisée par l'ajout de DTP par rapport à l'utilisation de xanthate seul (Wiese, Harris et Bradshaw, 2005a).

D'autre part, « la flottation des sulfures est une opération relativement facile comparativement à la flottation des oxydes, des silicates et des sels. »² Malgré cela, lorsqu'il s'agit d'un mélange de plusieurs sulfures, leur flottation est plus difficile. Néanmoins, l'adsorption des collecteurs suit deux mécanismes différents qui peuvent réagir séparément ou de façon conjointe selon la nature du minéral. D'abord, l'hydrophobisation peut se produire par chimisorption du collecteur. Lors de ce processus, l'ion xanthate, par exemple, forme un composé de surface avec l'atome métallique du minéral (Pb^+ par exemple). Avec la progression de cette réaction, la surface devient hydrophobe et réagit à la flottation. Le second mécanisme d'adsorption est celui que suit la pyrite. Lors de l'acquisition de l'hydrophobicité par la pyrite, l'espèce adsorbée serait le dixanthogène (X_2). La production de ce composé est rendue possible grâce au caractère catalytique de la surface de la pyrite qui oxyde le xanthate en dixanthogène. D'autres minéraux possèdent également une surface pouvant catalyser la réaction d'oxydation du xanthate, notamment l'arsénopyrite, la pyrrhotite et la chalcoppyrite. Par ailleurs, ce serait un processus similaire qui régit l'hydrophobisation de la covelline (CuS) à l'exception près que le dixanthogène est produit par les ions Cu^{2+} provenant de la dissolution du minéral (Bouchard, 2001). Certains minéraux suivent ces deux mécanismes pour rendre hydrophobe leur surface tel que la chalcoppyrite qui réagit avec le xanthate pour former un xanthate de cuivre. Ce processus de chimisorption se produit simultanément avec une oxydation électrochimique du xanthate en dixanthogène suivie d'une adsorption du dixanthogène à la surface du minéral. La flottation de la chalcoppyrite suit une cinétique rapide et est peu influencée par le type de collecteurs et l'ajout d'activant.

La flottation de la pentlandite suivrait également un processus de formation du dixanthogène. Ainsi, la chimisorption du xanthate se fait directement sur les sites nickélifères de la pentlandite à pH 9 (Malysiak et al., 2002). Il s'en suit la formation de dixanthogène à partir du xanthate formé. Il apparaît également que les ions calcium s'adsorbent aussi sur la surface de la pentlandite entrant donc en compétition avec les

² Extrait tiré de Bouchard 2001

ions xanthate. Néanmoins, le dixanthogène serait le produit majoritairement adsorbé. Ce processus est influencé par l'oxydation de la surface comme pour la plupart des sulfures.

La pyrrhotite est un composé non-stœchiométrique dont la composition varie ce qui se traduit par une densité oscillant entre 4,58 à 4,65 (Miller et al., 2005). Sa structure cristalline possède deux symétries selon sa teneur en soufre. La flottabilité de ce sulfure est donc fortement influencée par ces deux aspects. La réponse à la flottation dépend également de cinq facteurs soit : l'aire surfacique du minéral, le potentiel d'oxydation ou la pression d'oxygène, le pH, la température et le temps de flottation. Ces paramètres et l'aspect électrochimique de la flottation de la pyrrhotite sont discutés par Miller (Miller, 2005). Par ailleurs, le point de charge zéro de la pyrrhotite serait à pH 6,5 avec l'éthyl xanthate. De meilleurs résultats de flottation ont été obtenus à pH 5,5 qu'à pH 9.

Par ailleurs, la présence d'autres espèces minérales peut avoir une influence marquée sur la flottabilité de chacune des espèces en présence. Par exemple, il a été prouvé que la pyrrhotite a une influence positive sur l'adsorption de dixanthogène sur la pentlandite (Bozkurt, Xu et Finch, 1998). Ce phénomène s'explique par une réaction d'oxydoréduction où la pyrrhotite agit comme cathode (formation d' OH^-) et la pentlandite comme anode (oxydation du xanthate en dixanthogène). La présence d'ions hydroxydes mène probablement à la formation d'hydroxydes de fer à la surface de la pyrrhotite ce qui diminue sa flottabilité. Le phénomène inverse se produirait lorsque la pyrrhotite est en présence de chalcopryrite et de pyrite (Bozkurt, Xu et Finch, 1998).

Dans le cas du minerai du complexe de Ménarik, les MGP se retrouvent généralement associés ou en inclusion avec les sulfures de métaux de base dont les principaux sont la pentlandite, la chalcopryrite, la pyrrhotite et en moindre importance la millérite et la pyrite. Ces sulfures contiennent également des ÉGP en solution solide. Les teneurs en ÉGP dans la pentlandite sont généralement plus élevées que dans les autres sulfures à 350 g/t et 74 g/t pour le Pd et le Rh respectivement (Houlé, 2000). Par conséquent, la récupération des ÉGP est intimement liée à celle des sulfures de métaux de bases, particulièrement de la pentlandite (J. D. Miller, 2006). La flottation des diverses espèces

de sulfures de métaux de bases décroît selon l'ordre suivant : chalcopryrite > pentlandite > pyrrhotite (Ekmekçi et al., 2005).

1.4.1.1.2. Les moussants

Comme la plupart des collecteurs, les moussants sont des molécules hétéropolaires qui permettent d'abaisser la tension interfaciale liquide-gaz (Bouchard, 2001). La concentration nécessaire pour minimiser cette tension est inversement proportionnelle à la longueur de la chaîne hydrocarbonée. Ils sont utilisés pour accroître la qualité des bulles d'air et de l'écume à la surface de la pulpe. Leur effet permet de réduire la taille des bulles à environ 0,1 mm à 1 mm et de maintenir leur forme sphérique. Ces petites bulles sphériques remontent plus lentement à la surface ce qui favorise leur mise en contact avec les particules hydrophobes. Les bulles s'agglomèrent à la surface de la pulpe pour former l'écume qui forme le concentré en minéraux de valeur. Elle doit être assez stable pour permettre aux particules hydrophobes de sortir de la cellule et à celles hydrophyles de se drainer vers la cellule (Ekmekçi et al., 2003). La qualité de la mousse est donc un facteur important des performances minéralurgiques. Elle est fortement influencée par le débit d'air alimenté à la cellule. Lorsque celui-ci est plus élevé, la récupération d'eau et de gangue au concentré augmentent également. La hauteur d'écume permet aussi de diminuer la récupération de gangue et d'augmenter la teneur du concentré en permettant de mieux libérer les particules de gangues emprisonnées entre les bulles. La mousse ne doit pas être persistante ni trop fragile; la variation du type de moussant et du dosage doit permettre d'ajuster la texture de la mousse. Chaque type procure au film de moussant à l'interface liquide-gaz une viscosité et une perméabilité aux gaz qui lui sont propres. Cette capacité se résume comme étant le pouvoir moussant qui varie selon les caractéristiques chimiques de la molécule organique. Il existe plusieurs catégories de moussants dont les acides crésyliques, l'huile de pin, les propylènes glycols, etc. (Bouchard, 2001). Les propylènes glycols et leurs éthers sont très solubles et non-ioniques. La mousse qu'ils forment est compacte et durable dont la destruction finale est relativement facile. De plus, même à concentration élevée, ils ne produisent aucune effervescence.

Par ailleurs, le type de moussants et la hauteur de l'écume a un effet important sur la flottation de la chromite pour le minerai de l'UG-2 (Ekmekçi et al., 2003). Ainsi, l'épaisseur de mousse, le débit d'air, le type de moussant et son dosage sont tous des paramètres influençant l'efficacité de la flottation. Des changements sur le dosage (de 15 à 40g/t) amène des changements dans la récupération et la teneur de chromite au concentré. Pour étudier le type de moussant, il a fixé le dosage à 60g/t. D'après une étude réalisée sur différents types de moussants à un dosage fixe (60 g/t) sur la chromite platinifère de l'UG-2, il existe deux catégories de moussants soit : les forts et les fragiles. Elles sont respectivement représentées par le polyéthylène glycol (PEG) et le triéthoxybutane (TEB). Selon les essais réalisés, le premier donnerait une plus grande récupération d'eau, de chromite et de solide pour des hauteurs d'écumes similaires ainsi que de plus grosses bulles dans les premières minutes de la flottation. Par contre, la teneur en chromite dans le concentré serait relativement similaire pour les deux moussants. Bref, le PEG semblerait former une écume plus stable. Toutefois, le caractère fragile du TEB ne permettrait pas de réduire la teneur en chromite dans le concentré même si la récupération de chromite est inférieure. Son instabilité le rendrait inapte à travailler à une hauteur d'écume élevée.

1.4.1.1.3. L'activation

L'activation est un processus qui donne à une surface des propriétés qui permettent une meilleure adsorption des collecteurs. Les mécanismes sont très divers et généralement peu connus. Il existe néanmoins quelques cas qui sont relativement bien définis tel l'activation de la blende (ZnS) par le sulfate de cuivre. Le mécanisme simplifié proposé dans la littérature démontre que l'ion Cu^{2+} remplace le zinc de la blende pour former du CuS (covelline), une espèce qui flotte très bien avec un collecteur approprié. L'activation de la blende pourrait se faire avec plusieurs autres ions (Hg^{2+} , Ag^+ , Cd^{++} , Pb^{++} , etc.). Ce type d'activation démontre l'importance de la charge ionique de l'eau et de la nature des ions en présences. Ainsi, plusieurs minéraux peuvent être activés de façon non-prématurée par les ions en solution. Leur surface pourrait alors devenir sensible à la chimisorption des collecteurs ou les adsorber physiquement par l'acquisition d'une nouvelle charge.

Par exemple, la présence d'espèces cationiques dans l'eau aurait un effet positif sur la cohésion du complexe pyrrhotite-xanthate-dixanthogène à pH 8,4 (Malysiak et al., 2002). Le calcium, en particulier, forme du Ca(OH)^+ à la surface de la pyrrhotite provoquant l'apparition de sites positifs qui attirent électrochimiquement le xanthate. La nature de cette réaction et les interactions qui la composent sont décrites dans la littérature (Rao et Finch, 1991).

Par ailleurs, il a été prouvé que l'activation de la pyrrhotite peut aussi se faire par l'ajout de sulfate de cuivre (Miller et al., 2005) (Ekmekçi et al., 2006). L'ion cuprique remplace directement l'ion ferreux pour former de la covelline. Par contre, en milieux alcalins, l'activation semble moins bien définie et controversée. Certaines études ont prouvé que le cuivre est insoluble à des pH supérieurs à 8 et qu'il ne serait conséquemment pas disponible pour l'activation de la pyrrhotite (Miller et al., 2005). De plus, les particules de pyrrhotite étant très sensibles à l'oxydation, elles seraient alors recouvertes d'hydroxyde de fer qui empêcherait toute réaction avec le minéral. Par contre, d'autres études confirment que la récupération de l'espèce nickélique affiche une nette amélioration avec l'ajout de sulfate de cuivre, même en milieux alcalins.

L'activation de la pentlandite suivrait un processus similaire à celui de la blende. Des essais de microflotation (Malysiak et al., 2002) ont démontré pour des conditions expérimentales données que l'ajout de CuSO_4 active la pentlandite. Le processus s'effectuerait par chimisorption des ions Cu^{2+} . L'interaction chimique serait assez forte pour empêcher la précipitation de Cu(OH)_2 à pH supérieur à 6,5. Par ailleurs, la présence d'ions de calcium n'influence pas la flottation de la pentlandite. Cette interaction entre le calcium et la pentlandite est purement électrostatique de sorte qu'elle n'empêche aucunement l'adsorption des ions Cu^{+2} ou d'ions X^- .

Enfin, l'ajout de sulfate de cuivre n'active cependant pas que la pentlandite ou la pyrrhotite. En effet, les feldspaths seraient également activés (Malysiak et al., 2002). Ce phénomène se produit par l'adsorption d'ions cuivriques et de Cu(OH)^+ ou $\text{Cu}_2(\text{OH})_2^+$ à pH alcalins. Les tests de microflotation effectués montrent qu'à pH 9, la récupération des

feldspaths activés est deux fois plus grande. Dans une dynamique semblable, la chromite dénote une sensibilité à l'activation (Wesseldijk et al., 1999). Les mesures du potentiel zeta prises en présence de sulfate de cuivre montrent une inversion de charge entre les pH 5 et 9. Alors, il y aurait adsorption d'espèces cuivriques positivement chargées comme le $\text{Cu}(\text{OH})^+$ ou le $\text{Cu}_2(\text{OH})_2^+$ à la surface de la chromite. Les tests de microflotation effectués affichent des résultats qui confirment cette hypothèse. En effet, la récupération de la chromite en présence de CuSO_4 dépasse largement celle obtenue sans activant. Cette situation rend difficile la diminution de la teneur en chromite dans les concentrés de flottation à l'UG-2. Par exemple, dans la plupart des fonderies de métaux du groupe du platine, la chromite ne doit pas être présente à plus de 3% en moyenne étant donné qu'elle forme des composés stables à plus de 2000°C qui affectent sérieusement l'efficacité de la mise en fusion (Wesseldijk et al., 1999). Pour l'industrie des ÉGP, il est donc important de minimiser la flottation ou l'entraînement de la chromite. Enfin, en comparant la masse de gangue obtenue par la flottation avec du SIBX avec ou sans sulfate de cuivre, l'activation de la gangue est fortement probable (Wiese, Harris et Bradshaw, 2005b).

L'ajout d'activants améliore également la récupération du nickel et de la pyrrhotite, mais pas celle du cuivre. Par contre, l'utilisation de CuSO_4 n'affecte pas ou peu la récupération du nickel (Wiese, Harris et Bradshaw, 2006). Par contre, d'autres affirment que l'addition de CuSO_4 augmente la récupération du nickel due à l'activation de la pentlandite (Ekemekçi et al., 2005). L'effet d'activation est beaucoup plus marqué pour la pyrrhotite dont l'optimum se situe à un pH alcalin. Le sulfate de cuivre diminuerait la quantité d'eau se rapportant au concentré (Ekemekçi et al., 2006). L'effet néfaste de l'activant serait de favoriser la coalescence des bulles d'air et la déstabilisation de l'écume.

1.4.1.1.4. Les déprimants

Lors de la flottation, certains minéraux indésirables se retrouvent dans le concentré. La plupart du temps, les particules de gangue y aboutissent par entraînement. Certaines particules de gangue se retrouvent coincées entre des agglomérats de bulles d'air et de particules flottables et remontent alors à la surface. La gangue provient également de la

flottation des particules mixtes formées de gangue et de minéraux de valeur. Il est à noter que ces processus peuvent parfois agir en même temps. C'est le cas du talc qui est le minéral de gangue flottable le plus commun dans les mines de platinoïdes.

Il existe plusieurs moyens pour contrer ces différents processus. Certains, d'ailleurs, entrent en action naturellement de sorte que des minéraux de valeurs sont parfois déprimés involontairement. L'ajustement du pH est un facteur clé de la flottation. Il devient alors un outil de dépression très utilisé, notamment pour déprimer la pyrite. En effet, à pH élevé, il y a la formation d'hydroxydes à la surface des minéraux ce qui empêche l'adsorption de collecteurs.

Certains agents modificateurs du pH peuvent également avoir des propriétés déprimantes. C'est le cas du $\text{Ca}(\text{OH})_2$ sur la pyrite et la pentlandite. Les ions Ca^{2+} s'adsorbent physiquement par attraction électrostatique lorsque la surface minérale est de charge opposée (Bouchard, 2001). Cette dépression est fonction du potentiel zeta de la particule et du pH. Certains affirment cependant que la force d'adhésion des ions de calcium n'est pas assez puissante pour enfreindre la chimisorption du xanthate; l'effet du calcium serait donc minimisé.

La dépression de la gangue peut également se faire par l'ajout de polymères organiques. Ces molécules à masse moléculaire très élevée sont utilisés comme déprimants, dispersants ou flocculants. Leur mécanisme d'adsorption est variable et n'est pas encore connu avec certitude. Il peut résulter d'une association hydrophobique, de la création de liaisons hydrogène, de l'attraction électrostatique ou d'une interaction chimique (Bouchard, 2001). Les déprimants sont classifiées sous quatre catégories selon leur polarité soit : non-ioniques, anioniques, cationiques et amphotériques (Bulatovic, 1999). Les espèces anioniques sont utilisées fréquemment dans la flottation des sulfures. Un de ceux-ci est le carboxyméthylcellulose (CMC) dont la masse moléculaire varie entre 50 000 et 800 000 g/mol. Il a de bonnes propriétés de dépression des minéraux magnésiens flottables, des silicates activés et du talc. La dépression de ce dernier est influencée par la force ionique et le pH de la solution. La présence d'ions Mg^{+} dans la

solution améliore l'efficacité du CMC sur le talc (Bulatovic, 1999). Toutefois, il agirait surtout comme dispersant qui nettoie la surface des particules de sulfures de nickel de leur film de silicates magnésiens (Liu, Wannas et Peng, 2006). Sur une base industrielle, le CMC est un déprimant utilisé dans la flottation des minéraux du groupe du platine, tout comme la gomme de guar modifiée, qui est plus efficace sur les aluminosilicates, les pyrophyllites, les chlorites et la calcite activée. Par contre, à dosage égal, le CMC serait un déprimant plus faible que la gomme de guar dû à une concentration moindre en éléments actifs et à une adsorption plus faible (Wiese, Harris et Bradshaw, 2005b).

Les colloïdes organiques de types cationiques ont prouvé leur efficacité afin d'améliorer la flottation de la pentlandite et de la chalcopryrite. Ils comprennent le EDTA et le diéthylène triamine (DETA). Ils influenceraient la sélectivité de l'adsorption du xanthate entre les sulfures de cuivre ou de nickel et la pyrrhotite (Bulatovic, 1999). L'activation du pyroxène peut être réduite par l'ajout d'amines complexes telles que l'EDTA, le DETA et le TETA (O'Connor, Malysiak et Shackleton, 2006). L'abondance du cuivre à la surface des particules de pyroxène diminue significativement lorsque ces déprimants sont ajoutés.

D'autres déprimants peuvent être utilisés dans la flottation des MGP. L'utilisation de l'acide sulfonique de naphthalène améliore significativement les teneurs en ÉGP des concentrés (Bulatovic, 1999).

1.4.1.2. Influence des conditions opératoires

En plus de la sélection des réactifs et de leur dosage, la flottation est contrôlée par une multitude de paramètres opératoires plus ou moins maîtrisables qui sont, pour la plupart, relativement bien corrélés entre eux. Par exemple, le débit d'air est un facteur important sur la hauteur d'écume. Étant donnée leur diversité, les effets de tous les facteurs ne seront pas énumérés dans ce présent travail.

En premier lieu, les conditions de broyage peuvent avoir un effet déprimant sur la flottation des sulfures. En effet, l'utilisation d'un broyeur en acier crée un milieu plus réducteur due à la corrosion de l'acier qui relâche du fer dans la solution formant à pH alcalins des hydroxydes (Bradshaw et al., 2006). Ces composés recouvrent la surface des particules de sulfures ce qui freine l'adsorption de collecteurs. Toutefois, l'ajout de CuSO_4 contrebalance cet effet négatif sur la flottation (Ekmekçi et al., 2005). L'utilisation d'un broyeur en acier inoxydable de laboratoire n'aurait pas autant d'influence sur la récupération de la chalcopirite (Bradshaw et al., 2006). L'utilisation d'un broyeur en acier combiné à l'ajout d'activant donne une meilleure stabilité de l'écume ainsi qu'une plus grande récupération d'eau, de solide et de nickel (Ekmekçi et al., 2005).

La densité de la pulpe est aussi un facteur relativement déterminant. Un mélange trop chargé nuit au contact bulle-particule. Les densités observées dans la littérature varient entre 25% et 35% massique en solide. L'agitation est également un facteur clé car elle permet de mettre en contact les bulles et les particules. Dans la cellule Denver, c'est également le moyen de créer les bulles. En effet, le rotor de l'agitateur aspire l'air au centre de la cellule puis la disperse par les pales. La vitesse d'agitation standard est 1200 rpm. Par contre, l'augmentation de la vitesse de rotation de l'agitateur aurait un effet bénéfique sur le taux de flottation des minerais platinifères, mais la teneur du concentré s'en trouverait significativement affectée (Deglon, 2005).

Le temps de conditionnement permet aux surfactants de compléter leur réaction. Il varie selon les protocoles suivis par les différents auteurs (Fend et Aldrich, 1999) (Ekmekçi et al. 2003) (Ekmekçi et al., 2005) (Ekmekçi et al. 2006) (Wiese, Harris et Bradshaw, 2005a) (Wiese, Harris et Bradshaw, 2005b) (Wiese, Harris et Bradshaw, 2006) (Buswell et al., 2002). Le conditionnement du sulfate de cuivre se fait généralement pendant 5 minutes. Le conditionnement du moussant et du collecteur varie de 2 à 10 minutes. Enfin, la plupart du temps, le déprimant est conditionné pendant 1 minute, mais exceptionnellement il peut ne pas subir de conditionnement (Wiese et al., 2005).

Une dernière variable est la fréquence d'écumage de la mousse qui peut jouer sur la récupération des minéraux valorisables ou leur teneur. Elle n'est pas toujours spécifiée par les auteurs. En générale, elle est plus rapide dans les premières minutes de la flottation (15 à 30 secondes), puis diminue à 1 minute. À noter que la façon d'écumer est aussi importante et doit demeurer constante tout au long des tests.

2. Approche scientifique

2.1. Problématique et objectifs

L'objectif principal du projet est d'évaluer les facteurs influençant les performances minéralurgiques de la concentration des minéraux du groupe du platine par la flottation sélective des sulfures contenus dans les chromitites du complexe de Ménarik. Ils ont été évalués en variant de façon orthogonale différents paramètres qui contrôlent la flottation selon un plan prédéterminé d'expériences. Pour atteindre cet objectif principal, les sous-objectifs suivants doivent être réalisés :

- 1) Caractérisation minéralogique et chimique de l'indice chromifère Cr-1 du minerai du complexe de Ménarik.
- 2) Développement du protocole de flottation sélective des minéraux du groupe du platine et préparation des échantillons.
- 3) Élaboration et exécution du plan d'expériences.
- 4) Évaluation du rendement de la technique d'extraction et modélisation des résultats.

Par ailleurs, le projet se résume par les problématiques suivantes :

- Déterminer la composition chimique du minerai et sa teneur en ÉGP.
- Caractériser la minéralogie du minerai.
- Préparer des échantillons homogènes et similaires.
- Établir un protocole de laboratoire clair et un plan d'expériences permettant de distinguer l'effet des variables considérées.
- Évaluer les performances minéralurgiques obtenues.
- Déterminer les effets des variables et leurs interactions.

2.2. Sources de biais et hypothèses

Quelques étapes du projet de recherche ont été ciblées afin de mieux anticiper les difficultés qui pourraient biaiser les résultats. D'abord, la caractérisation des minéraux du groupe du platine peut être une tâche difficile en raison de leur diversité et de leurs tailles très fines. Ensuite, l'homogénéisation du minerai demande une grande vigilance pour éviter l'effet de pépites. Les méthodes de digestion des ÉGP peuvent également générer des erreurs expérimentales importantes. Enfin, les essais de flottation sélective sont régis par de nombreuses variables contrôlées ou non qui peuvent influencer la variance des résultats. Ces sources d'erreurs sont inévitables et impossibles à contrer totalement. Néanmoins, plusieurs moyens ont été mis en place pour diminuer l'ampleur de leurs incidences. Par exemple, la caractérisation des MGP s'est fait autour de 120 particules observées de façon aléatoire au microscope électronique à balayage. L'homogénéisation s'est effectuée par alternance de procédures d'échantillonnage et de comminution. Troisièmement, des standards de référence ont été utilisés afin de vérifier la digestion des échantillons. Enfin, les erreurs générées par les manipulations expérimentales et les variables incontrôlées lors de la flottation ont pu être quantifiées par une série d'essais de flottation répétés.

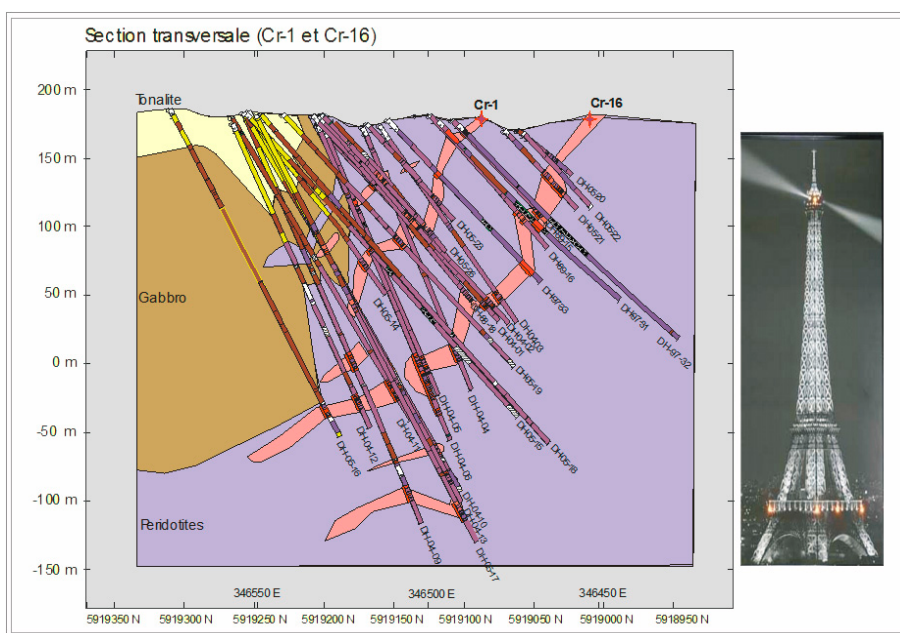
Malgré tout, quelques hypothèses de départ ont été posées afin soutenir la démarche suivie. D'abord, l'échantillon prélevé est réputé être représentatif de l'indice chromifère correspondant. Ensuite, il est considéré que les minéraux platinifères sont distribués de façon homogène dans l'échantillon et que conséquemment, les effets de pépites sont négligeables. En outre, l'extraction des ÉGP par la fusion aux sulfures de nickel est jugée complète à l'exception de l'osmium qui est dispersé en tant que composé volatil. Finalement, les teneurs et les rendements minéralurgiques en ÉGP sont assumés proportionnels à ceux du soufre total dû à la forte association entre les sulfures et les MGP. Cette hypothèse est également retrouvée dans la littérature (Wiese, Harris et Bradshaw, 2005a) (Bradshaw et al., 2006). De plus, elle a été vérifiée expérimentalement comme étant valable en comparant la récupération des ÉGP pour différentes récupération en soufre.

3. Méthodologie expérimentale

3.1. Matériel et choix des produits

3.1.1. Préparation du minerai et échantillonnage

Le minerai utilisé est un échantillon prélevé sur l'indice chromifère Cr-1 situé dans la partie nord du complexe de Ménarik. L'échantillon prélevé provient d'une campagne d'échantillonnage métallurgique sur l'indice Cr-1. Une vue transversale des indices chromifères Cr-1 et Cr-16 présentant l'emplacement des forages effectués est schématisée à la figure suivante :



**Figure 10 : Section transversale des indices Cr-1 et Cr-16
(tirée de Laflèche et Bergeron, 2005)**

Elle donne également un aperçu de leurs profondeurs. Le volume de l'indice Cr-1 est évalué à environ 1 380 000 tonnes titrant en moyenne à 7,6% Cr_2O_3 (Laflèche et Bergeron, 2005). La figure 36 en annexe C montre la carte du complexe avec la localisation de quelques indices chromifères dont l'indice Cr-1.

L'échantillon se compose de quelques tonnes de minerais de l'indice Cr-1 entreposés dans un conteneur duquel 316 kg de roches de grosseurs variées ont été prélevées aléatoirement pour les besoins de la présente étude. Ce sous-échantillon a été préparé minutieusement afin d'homogénéiser le minerai qui rencontre des variations dans ses propriétés intrinsèques telles que sa composition chimique, sa texture, sa structure et ses propriétés minéralogiques.

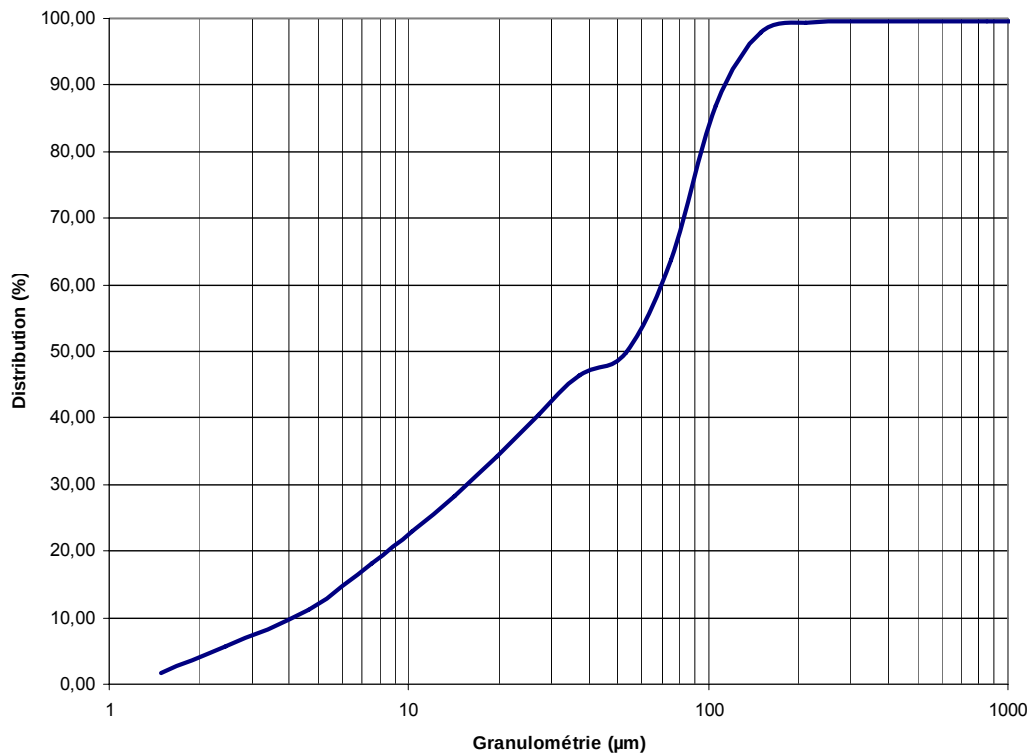
Par la suite, de ce sous-échantillon, environ 120 kg de roches de plusieurs centimètres cubes ont été échantillonnées aléatoirement et concassées avec un concasseur à mâchoires dont l'ouverture était fixée à 8 mm. Le produit de cette comminution a été homogénéisé en mélangeant tout l'échantillon à l'aide d'une pelle, puis en le distribuant aléatoirement dans quatre chaudières dont le contenu a été mélangé par agitation. Cette démarche a été répétée deux fois afin de favoriser l'uniformité du minerai de départ.

Par la suite, un premier échantillon de 6 kilogrammes, sélectionnés aléatoirement parmi les quatre chaudières, a été broyé au broyeur à disques rotatifs avec une ouverture de 1 mm. Une fois le minerai broyé, quatre étapes d'homogénéisation à l'aide d'un appareil à cloisons ont été réalisées en série afin de réduire la taille de l'échantillon de façon homogène à près de 700 grammes. Finalement, 640 grammes de minerai broyé ont été pulvérisés avec un broyeur à anneaux. Cet échantillon final, qui a subi une dernière étape de quartage pour fin d'homogénéisation, a servi à la caractérisation minéralogique.

Dans un deuxième temps, suite à la détermination de la taille de libération des minéraux lors de la caractérisation minéralogique, les échantillons en vue des essais de flottation sélective ont été préparés. L'exercice visait d'atteindre une granulométrie plus grossière s'approchant du degré de libération des sulfures soit 70 μ m. Pour se faire, environ 12 kg de minerai concassé ont été broyés dans un broyeur à disques rotatifs dont l'ouverture entre les disques a été fixée à 1 mm. Près de 50% du produit obtenu était plus grand que 1,18 mm. La comminution a été finalisée dans un broyeur à barres de laboratoire de 30 cm de diamètre chargé de 18 barres de diamètres variables. Le broyeur était alimenté par lots de 2 kg d'une pulpe à 50% solide pendant 15 minutes avec une

révolution de 77 rpm. Le broyeur avait préalablement été nettoyé avec de la silice puis avec de la chromite pour éviter la contamination de l'échantillon. Le graphique 4 montre la granulométrie obtenue :

Graphique 4 : Granulométrie obtenue avec le broyeur à barres



Cette courbe granulométrique a été obtenue en tamisant d'abord par voie humide le produit du broyeur à barres à l'aide d'un tamis de 53 µm. Un tamisage à sec réalisé sur le solide retenu avec les tamis suivants a permis de compléter la granulométrie.

Tableau 4 : Liste des tamis utilisés pour la granulométrie.

Tamis	Tamis
1,7 mm	212 µm
1,18 mm	150 µm
850 µm	106 µm
600 µm	75 µm
425 µm	53 µm
300 µm	

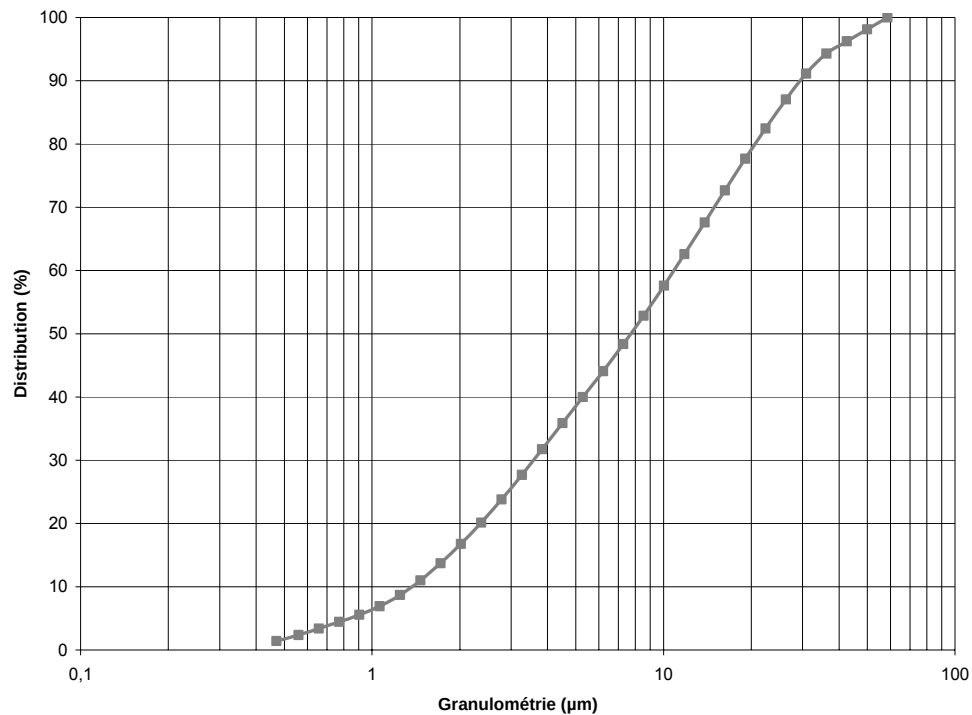
Les particules plus fines que 53 μm ont été analysées avec un granulomètre au laser Analysette 22 de la compagnie Fritsch. La distribution obtenue a été multipliée par un facteur de correction appliqué comme suit afin de tenir compte des différences de mesures entre les deux méthodes d'analyses granulométriques (Wills, 1992).

$$\text{diamètre en tamisage/diamètre projeté} = 2.0 \quad \text{Éq. 2}$$

Ce facteur est composé d'un multiple (1,4) tenant compte de la disparité entre l'analyse granulométrique par tamisage et celle par granulomètre au laser ainsi que d'un facteur de forme pour des particules aplaties, car la chromite se fragmente en lamelles de tailles et de formes très diverses.

Enfin, le broyage s'est poursuivi jusqu'à l'obtention d'une granulométrie ultrafine se rapprochant de la libération des minéraux du groupe du platine. Un pulvérisateur à anneaux, alimenté par lots de 100g de solides avec un temps de cycle d'une minute, a été utilisé pour atteindre ces dimensions. La granulométrie de ces échantillons a été analysée avec un granulomètre au laser. Il est à noter qu'aucun facteur de forme n'a été appliqué pour corriger les résultats. Le graphique 5 présente la courbe granulométrique moyenne évaluée avec le granulomètre au laser.

Graphique 5 : Courbe granulométrique des échantillons broyés au broyeur à anneaux



3.2. Démarche expérimentale

3.2.1. Sélection des conditions d'opération de la cellule Denver

Les essais de flottation sélective se sont déroulés dans une cellule de laboratoire de marque Denver modèle Sub-A présentée à la figure 11. La sélection des conditions opératoires a été effectuée selon des conclusions tirées de la littérature et les objectifs du projet.



Figure 11 : Cellule de flottation Denver

Les collecteurs ont été sélectionnés afin de favoriser la flottation des sulfures et, plus précisément, de la pentlandite. Dans l'industrie du platine, les agents de surface les plus fréquemment utilisés sont : 1) un mélange de dithiophosphate (DTP) et de SIBX, 2) le sodium isobutyle xanthate (SIBX) seul, 3) un amyle xanthate utilisé seul ou 4) le amyle xanthate avec le DTP. Malgré le fait qu'il soit souvent utilisé dans l'industrie, les informations obtenues dans la littérature démontrent cependant que le DTP n'améliore pas la performance minéralurgique de la flottation des sulfures. Toutefois, le DTP joue un rôle de stabilisateur de l'écume et il améliore l'efficacité de la flottation des sulfures. Par contre, il favorise l'activation de la gangue. D'autre part, selon le manuel des xanthates (ACC, 1972) fourni par la compagnie Cytec, l'amyle xanthate de potassium serait un collecteur des sulfures très puissant et peu sélectif. Ces caractéristiques en font un agent de surface de choix pour la flottation des complexes de sulfures de cuivre et de nickel, particulièrement pour la pyrrhotite et la pentlandite. Il a donc été sélectionné comme agent de surface et utilisé seul afin de simplifier les manipulations et limiter les variables. Le produit AERO[®] 350 de Cytec est acheminé en granules afin de conserver son efficacité. La compagnie Cytec a également fourni un agent moussant spécialement fait pour la flottation des particules fines. Le produit Ore-prep[®] F-579, composé d'un mélange de polyéther-glycol, a également été utilisé seul. Le $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ a été utilisé en guise d'activant et le carboxyméthylcellulose (CMC) comme déprimant des silicates et des

oxydes. Le déprimant était introduit sous forme d'une poudre sec alors que les autres réactifs étaient préalablement mis en solution. La figure suivante montre les solutions obtenues :

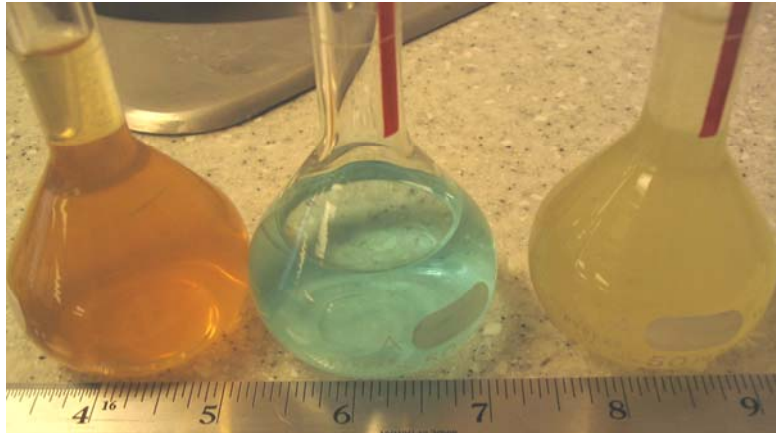


Figure 12 : Solutions des réactifs utilisées lors des essais de flottation (de gauche à droite : moussant Ore prep F-579, sulfate de cuivre et collecteur Aero 350).

Ces réactifs étaient introduits dans un ordre précis et séparés par un temps de conditionnement spécifique à chacun soit 1 minute pour l'activant, 4 minutes pour le moussant et le collecteur et 1 minute pour le déprimant. Le temps de conditionnement cumulatif total a été conservé à 6 minutes peu importe le choix des réactifs ajoutés. Ainsi, pour un essai n'ayant pas d'ajout d'activant, un temps de mélange équivalent à son conditionnement était ajouté au début de l'essai. Après l'étape de conditionnement, la période de flottation s'étendait sur 20 minutes. Par ailleurs, tous les essais ont été réalisés dans une cellule de 3 litres à 30 % solides sur une base massique composée de 750g de solides avec une agitation de 1800 rpm. Cette dernière valeur est systématiquement plus élevée que celle observée dans la littérature (1200 rpm). La raison de ce choix est purement mécanique. En effet, l'appareil de flottation utilisé présentait de grandes variations de vitesse sous cette révolution du moteur. Enfin, le pH a été mesuré avec un pH mètre électronique et ajusté avec de la chaux Ca(OH)_2 ou du HCl . Par ailleurs, l'eau de la ville de Québec a été utilisée malgré la possibilité d'avoir des variations dans sa charge ionique afin de respecter les conditions aléatoires qu'un concentrateur à échelle

industrielle pourrait subir. Sa température a varié entre 9°C et 24°C. D'autre part, la pulpe résiduelle était d'abord filtrée à l'aide d'un filtre à pression d'air présenté à la figure 13.



Figure 13 : Filtre à pression d'air

Le gâteau obtenu était ensuite asséché dans une étuve à 105°C pendant un minimum de deux heures. Le concentré quant à lui était simplement asséché directement dans l'étuve à 105°C pendant au moins 2 heures afin d'enlever toute trace résiduelle d'eau. Le protocole expérimental sera détaillé plus loin.

3.2.2. *Design du plan d'expériences*

Le design du plan d'expériences a été réalisé à l'aide d'un plan factoriel fractionné à cinq facteurs. L'analyse des résultats a été réalisée par la modélisation statistique des surfaces de réponses à l'aide de régressions par moindres carrés (Drapper & Smith, 1998) (Box, Hunter & Hunter, 1978) (Montgomery et Runger, 1999). Les calculs menant aux surfaces de réponses ont été programmés à l'aide du logiciel de programmation Matlab.

Les cinq facteurs de la flottation sélective des sulfures et des ÉGP étudiés sont regroupés dans le tableau ci-dessous. Les essais ont été réalisés à partir des valeurs

maximales et minimales spécifiées dans le tableau 5. Deux essais centraux ont aussi été accomplis avec les valeurs moyennes pour les cinq facteurs étudiés.

Tableau 5 : Facteurs étudiés et leur plage de variation

Facteurs	Granulométrie	Collecteur et moussant (g/t)	Activant (g/t)	pH	Déprimant (g/t)
Valeur pour 1	P80 = -100 μ m	100	50	11	100
Valeur pour -1	P80 = -20 μ m	80	0	8	0
Valeur pour 0	P80 = -60 μ m	90	25	9,5	50

La granulométrie a un effet important sur le degré de libération des particules. Par contre, lorsqu'elle est très fine, la flottation peut devenir difficile, car la probabilité de contact air-particule est fortement réduite. Les granulométries maximales et minimales s'approchent respectivement du degré de libération des sulfures et MGP. Le second facteur étudié est la concentration en collecteur et en moussant qui a varié de 80 à 100 g/t. Cette plage englobe les concentrations fréquemment rencontrées dans la littérature. La présence d'activant et de déprimant sont également des facteurs clés qui peuvent avoir un effet sur les performances minéralurgiques de la flottation. Les valeurs maximales correspondent également à celles rencontrées dans la littérature. Enfin, la flottation des MGP et des sulfures avec le xanthate se fait en milieux alcalins. La plage de valeurs du pH respecte donc cette condition en variant de 8 à 11.

Par ailleurs, l'utilisation d'un plan d'expériences fractionné permet de vectoriser l'influence des paramètres étudiés et ainsi obtenir un aperçu de la surface des réponses dans la plage étudiée en minimisant le nombre d'expériences à réaliser. D'autre part, l'optimisation de ces variables requiert un processus itératif d'expérimentation au bout duquel l'optimum de la surface des réponses est atteint. De surcroît, ce dernier est généralement obtenu grâce à un plan d'expériences complet. Par conséquence, la présente étude ne prétend pas avoir comme objectif l'optimisation des paramètres régissant la flottation sélective des métaux du groupe du platine. Elle permet d'établir la direction et l'intensité de la variation des performances minéralurgiques pour des paramètres sélectionnés. Par contre, comme elle se base sur les résultats d'études précédentes, une partie du processus itératif d'optimisation a donc été réalisée.

Le plan d'expériences a été planifié de façon orthogonale selon la méthode de Yates (Box, Hunter & Hunter, 1978) c'est-à-dire que chaque facteur a varié indépendamment les uns des autres. Ceci permet de minimiser la confusion entre les effets des différents facteurs et de distinguer les relations de causes à effets des simples corrélations fortuites. Les cinq facteurs sélectionnés ont été étudiés sur deux niveaux, c'est-à-dire que leur plage respective présentait un minimum et un maximum, mais aucune valeur intermédiaire. Ainsi, un plan complet aurait été composé de 2^5 expériences (total = 32). Par ailleurs, le plan inclut également deux expériences répétées qui donnent des degrés de liberté supplémentaires pour l'établissement de la variance des essais. Le fractionnement du plan a permis de réduire le nombre d'expériences à 2^{5-2} expériences (total = 8). Pour se faire, un plan d'expériences à 3 facteurs doit être désigné tel que présenté dans le tableau 5.

Tableau 6 : Plan d'expériences à 3 facteurs et 2 niveaux

No essai	Facteur 1	Facteur 2	Facteur 3	Interaction entre les facteurs 1 et 2	Interaction entre les facteurs 1 et 3	Interaction entre les facteurs 2 et 3	Interaction entre les facteurs 1, 2 et 3
1	1	1	1	1	1	1	1
2	-1	1	1	-1	-1	1	-1
3	1	-1	1	-1	-1	-1	-1
4	-1	-1	1	1	1	-1	1
5	1	1	-1	1	-1	-1	-1
6	-1	1	-1	-1	1	-1	1
7	1	-1	-1	-1	1	1	1
8	-1	-1	-1	1	-1	1	-1
9	0	0	0	0	0	0	0
10	0	0	0	0	0	0	0

En ordre, les trois premier facteurs sont facteur 1 : la granulométrie (P_{80})³, facteur 2 : la concentration en collecteur et en moussant (g/t solide), facteur 3 : la concentration en activant (g/t solide). Par la suite, chacun des deux derniers facteurs ont été associés à une des interactions. Ainsi, le facteur 4, soit le pH, et le facteur 5, soit la concentration en déprimant (g/t solide), ont respectivement été associés à l'interaction entre les facteurs 1 et 3 et l'interaction entre les facteurs 2 et 3. Ce processus permet de distinguer les effets des facteurs principaux, mais certaines interactions à deux niveaux demeurent confondues

³ La taille pour laquelle 80% des particules passent en μm .

avec ces facteurs principaux ou avec d'autres interactions. Pour bien comprendre quels sont ces enchevêtrements, le patron de confusion qui suit a été déterminé. Il est à noter que toutes les interactions impliquant trois facteurs ou plus ont été éliminées car, selon la littérature, leur probabilité d'exister est très faible (Drapper & Smith, 1998) (Box, Hunter & Hunter, 1978) (Montgomery et Runger, 1999).

Voici le patron de confusion du plan $2^{5-2}_{III} \rightarrow 134 = 235$.

$$\hat{\beta}_0 \rightarrow \bar{Y}$$

$$\hat{\beta}_1 \rightarrow 1 + 34 + \dots$$

$$\hat{\beta}_2 \rightarrow 2 + 35 + \dots$$

$$\hat{\beta}_3 \rightarrow 3 + 14 + 25 + \dots$$

$$\hat{\beta}_4 \rightarrow 12 + 45 + \dots$$

$$\hat{\beta}_5 \rightarrow 4 + 13 + \dots$$

$$\hat{\beta}_6 \rightarrow 5 + 23 + \dots$$

$$\hat{\beta}_7 \rightarrow 24 + 15 + \dots$$

Les $\hat{\beta}$ correspondent à chacun des paramètres de la modélisation. Ainsi, le paramètre $\hat{\beta}_1$ modélise l'effet du facteur 1 et de l'interaction entre le facteur 3 et le facteur 4. Le paramètre zéro quant à lui représente la moyenne des réponses. Le tableau suivant montre le plan d'expériences fractionné réalisé dans le cadre de la présente étude :

Tableau 7 : Plan d'expériences fractionné

Ordre expérimental	Facteur 1	Facteur 2	Facteur 3	Facteur 4	Facteur 5
5	1	1	1	1	1
7	-1	1	1	-1	1
2	1	-1	1	-1	-1
3	-1	-1	1	1	-1
1	1	1	-1	-1	-1
8	-1	1	-1	1	-1
4	1	-1	-1	1	1
6	-1	-1	-1	-1	1
9	0	0	0	0	0
10	0	0	0	0	0

Les expériences ont été réalisées aléatoirement afin d'éliminer toute possibilité d'interaction entre elles. Cette randomisation permet d'assurer des réponses indépendantes les unes aux autres.

3.2.3. *Protocole expérimental*

La partie suivante détaille comment les expériences sur la flottation des MGP se sont déroulées. Le protocole expérimental a été déterminé de façon itérative en gardant quelques critères en vue soit :

- Conserver une hauteur d'écume relativement constante.
- Conserver un pH relativement constant tout au long des essais.
- Avoir un protocole répétable.
- Éviter les débordements d'écume.

Pour respecter le premier critère, de l'eau était ajoutée de deux façons tout au long des essais. D'abord par le lavage continu des bords de la cuve. Ensuite, par l'ajout d'une quantité d'eau (100 ml) correspondant à environ la moitié de l'entraînement de l'eau dans l'écume. Cet ajout se faisait à la 11^e minute de flottation, soit peu après l'écoulement de la moitié du temps de flottation. Le pH a été ajusté avec de la chaux éteinte Ca(OH)_2 en suspension aqueuse ou avec une solution d'acide chlorhydrique dilué selon les besoins. La méthode d'écumage a été conservée tout au long des essais. La figure suivante montre l'aspect de la mousse lors d'un essai de flottation.

Figure 14 : Aspect de la mousse lors des essais de flottation



Afin d'éviter les débordements subits de l'écume, l'ajout des agents collecteurs et moussants a été divisé en deux étapes soit au début de la flottation puis à la 4^e minute. Cette séparation permet également une meilleure répartition des réactifs tout au long de l'expérience.

Le protocole suivant a été déterminé :

- 1- Nettoyer la cuve de 3 L.
- 2- Calibrer le pHmètre.
- 3- Peser 750g de solides et mélanger avec 1750ml d'eau (30% massique) dans la cuve. Puis agiter le mélange en laissant la valve d'air fermée.
- 4- Insérer d'abord l'activant, conditionner pendant 1min. Ensuite, ajouter le 60% de la solution de xanthate puis le 2/3 de celle de moussant. Conditionner la pulpe pendant 4 minutes. Enfin, ajouter le déprimant et conditionner pour une dernière minute. Le temps de total de conditionnement devrait toujours être égale à 6 minutes. Lorsqu'un produit n'est pas utilisé, déplacer son temps de conditionnement avant l'ajout des autres réactifs.
- 5- Ouvrir la valve d'air et recueillir la mousse par intervalles de 20 secondes en écumant d'abord l'arrière de la cuve en raclant de gauche à droite pour ramener la mousse vers l'avant par le côté droit et enfin en écumant la partie avant gauche de la cuve. Ajuster le pH lorsque nécessaire. Laver régulièrement les rebords de la cuve avec de l'eau.

- 6- Changer de panne après la première minute, la seconde et la quatrième.
- 7- À la 4^{ième} minute, ajouter le reste de la solution de xanthate et le reste de celle de moussant selon les proportions préalablement calculées. Prolonger l'intervalle d'écumage à 1 minute.
- 8- Changer de panne à la 8^{ième} minute.
- 9- Ajouter 100ml d'eau à la 11^{ième} minute afin d'ajuster le niveau d'eau de façon à réduire l'épaisseur de l'écume à 4 centimètres.
- 10- Arrêter la flottation après 20 minutes. Recueillir les rejets dans une autre panne.
- 11- Faire sécher les concentrés et les rejets.

3.3. Méthodes analytiques

Les rendements minéralurgiques des essais ont été évalués à partir des résultats d'analyse obtenus sur les concentrés et le matériel de départ. Les éléments analysés sur l'ensemble des essais sont le soufre, le cuivre et le nickel. L'analyse des rejets n'a pas été jugée nécessaire pour plusieurs raisons. D'abord, les teneurs en soufre analysées dans les rejets étaient presque tous sous les limites analytiques ou équivalentes à l'erreur analytique. Pour les métaux, leur concentration se rapproche également beaucoup de l'erreur analytique de sorte que leur valeur n'est pas significative. Le minerai de départ a quant à lui été analysé par rapport au soufre, aux éléments majeurs, aux éléments en traces et aux éléments en ultra-traces. Les détails de ces analyses et leurs méthodologies sont présentés dans le chapitre suivant. Enfin, les teneurs en soufre et en métaux ont été analysées sur tous les concentrés. Après les essais, ces derniers ont été séchés à l'étuve à plus de 105°C pendant au moins 2 heures. Une fois tamisé pour désagglomérer le solide sec, les concentrés ont été homogénéisés par quartage. Par ailleurs, cinq concentrés de flottation ont fait l'objet d'analyses des ÉGP. Deux des rejets correspondant à ces essais ont été analysés également. Les méthodes d'analyses des ÉGP sont détaillées dans le chapitre suivant.

4. Caractérisation minéralogique

4.1. Contexte et objectifs de l'étude minéralogique

La caractérisation minéralogique de l'échantillon de l'indice chromifère Cr-1 du complexe de Ménarik vise à fournir l'information nécessaire afin de réaliser un bon plan d'expériences sur la flottation sélective. Pour se faire, une bonne identification minérale est primordiale afin de savoir quels minéraux sont susceptibles de réagir ou non à la flottation et ceux qui peuvent entraver le travail des réactifs. Elle a été complétée par des observations au microscope optique (binoculaire) et au microscope électronique à balayage (MEB) de l'université Laval (JEOL 840-A) et de l'INRS-ETE. Des analyses par diffraction des rayons (DRX) ont également été réalisées à l'université Laval à l'aide d'un diffractomètre theta-theta Siemens D5000. Cette identification s'est poursuivie par une analyse semi-quantitative qui permet de réaliser grossièrement des bilans massiques. Ensuite, il importe de connaître quelles sont les associations qui caractérisent les éléments du groupe du platine par des observations au MEB couplées à des analyses élémentaires avec la sonde EDS⁴ et des analyses quantitatives à la microsonde (sonde WDS⁵) de l'université Laval (Cemeca SX-100). Finalement, la taille de libération des différentes phases doit être évaluée afin de mieux définir le protocole de préparation des échantillons.

Par conséquent, il y a cinq principaux objectifs visés par l'étude minéralogique. D'abord, elle vise à identifier et à quantifier les minéraux majeurs présents dans le minerai. La démarche recherche également la reconnaissance des principaux minéraux du groupe du platine (MGP) et l'évaluation des teneurs en ÉGP de l'échantillon. De même pour les minéraux sulfurés, la minéralogie tend à les identifier ainsi qu'à les quantifier. Finalement, elle est un outil de base pour l'analyse granulométrique des différentes phases minérales d'intérêts afin de déterminer leur degré de libération.

⁴ EDS : Energy Diffraction Spectroscopy.

⁵ WDS : Wave length Diffraction Spectroscopy.

Bref, cette étude minéralogique a permis d'élaborer un protocole de préparation du minerai adapté aux besoins du projet, d'établir le protocole de flottation et le plan d'expériences avec le bon choix de réactifs.

4.1.1. Démarche de l'étude minéralogique

L'étude minéralogique se divise en plusieurs parties. Elle s'attaque d'abord aux éléments majeurs et ceux en traces. La seconde étape s'arrête sur les éléments en ultra-traces, plus spécifiquement sur les ÉGP. Enfin, les analyses se concentrent sur l'identification des minéraux. Enfin, ces derniers sont caractérisés puis soumis à une évaluation semi-quantitative à l'aide d'outils statistiques.

4.2. Méthodologies

4.2.1. Analyse des éléments majeurs et traces

L'analyse des éléments majeurs et de ceux présents en traces permet de connaître quantitativement la composition modale générale moyenne du minerai. Les résultats obtenus aident à identifier les minéraux présents dans la roche et même à quantifier certains d'entre eux. Les analyses ont été effectuées sur un analyseur élémentaires Leco (CSN)⁶ pour le soufre, le carbone et l'azote et sur un ICP-AES⁷ Optima 3000 pour les éléments majeurs et les traces. Le CSN a été choisi pour la simplicité de sa préparation pré-analyse et sa rapidité analytique, alors que l'ICP-AES offrait une large plage d'analyse en très peu de temps, une limite de détection suffisamment faible ainsi qu'une bonne rapidité analytique.

⁶CSN : Carbon, Sulfur & Nitrogene analyser, de marque Leco.

⁷ICP-AES : Inductive Coupled Plasma – Atomic Emission Spectroscopy, de marque Optima 3000.

4.2.1.1. Analyse à l'ICP-AES

Afin de réaliser les analyses à l'ICP-AES, la roche doit être mise en solution. La chromite est un minéral assez réfractaire à sa mise en solution. Plusieurs méthodes de dissolution comme la digestion dans l'acide sont présentées dans la littérature (Balcerzak, 2002). La méthode retenue est la fusion alcaline en raison de sa rapidité, de la disponibilité des équipements au laboratoire de l'INRS-ETE et de l'expertise des membres de l'équipe. La procédure consiste à chauffer dans des creusets de platine un mélange de métaborate de lithium, de bromure de lithium et de fluorure de lithium avec environ 10 mg d'échantillon. Cette petite quantité de matériel amène à être vigilant sur la qualité des échantillons prélevés afin de s'assurer de la représentativité des résultats. La démarche d'échantillonnage est présentée à la section 3.1.1. Pour s'assurer de la représentativité des résultats, les analyses ont été complétées en triplicata durant lesquelles 80 mg d'échantillon ont été prélevés. Le tableau suivant présente la liste des éléments analysés à l'ICP-AES.

Tableau 8 : Éléments analysés et leur longueur d'onde correspondante

Al₂O₃	Al_396,153	Cd	Cd_226,502
CaO	Ca_317,933	Co	Co_230,786
Fe₂O_{3T}	Fe_238,204	Cr	Cr_205,560
K₂O	K_766,490	Cu	Cu_324,752
MgO	Mg_280,271	Ni	Ni_231,604
MnO	Mn_257,610	Sc	Sc_361,383
Na₂O	Na_589,592	Sr	Sr_421,552
P₂O₅	P_213,617	V	V_292,402
S	S_180,669	Zn	Zn_206,200
SiO₂	Si_212,412	Y	Y_371,029
TiO₂	Ti_334,940	Zr	Zr_343,823
As	As_193,696	Pb	Pb_220,353
Ba	Ba_455,403	La	La_408,672

Pour vérifier la méthode de dissolution, un blanc analytique et quatre standards (SARM8, SAMR9, BCR 2, BHVO 2) ont également suivi le traitement des échantillons.

4.2.1.2. Analyse du soufre, du carbone et de l'azote total (CSN)

L'analyse du soufre, du carbone et de l'azote total du minerai de départ a d'abord été effectuée sur un appareil Leco dont la limite analytique est de 0,01 %. La masse d'échantillon prélevée pour l'analyse est de 2 mg. Ce dernier est inséré dans une nacelle d'argent à laquelle du pentoxyde de vanadium est ajouté comme oxydant. L'analyse comprend 12 répliques du même produit. Les concentrés de flottation et certains rejets ont également été analysés de la sorte.

Ensuite, afin de diminuer l'erreur analytique, le minerai de départ a été analysé en cinq répliques au COREM sur un appareil Leco dont la limite de détection était de 0,005 % et la précision à 0,2 %. De plus, la masse d'échantillon utilisée est de 0,2 g soit 100 fois supérieure à l'analyse précédente.

4.2.2. Les éléments en ultra-traces

L'analyse des ultra-traces vise d'abord à déterminer s'il y a bel et bien la présence d'éléments du groupe du platine, puis à quantifier leur teneur dans le minerai. Elles ont été réalisées sur un spectromètre de masse (ICP-MS) Optima 3000 du laboratoire des éléments ultra-traces de l'INRS-ETE et sur un ICP-AES. Le tableau suivant montre les éléments analysés et leurs isotopes :

Tableau 9 : Isotopes analysés au ICP-MS

Ru_102	Ir_191
Rh_103	Os_192
Pd_105	Ir_193
Pd_106	Pt_194
Pd_108	Pt_195
Os_189	Pt_196
Os_190	Au_197

L'ICP-MS se caractérise par sa bonne résolution et ses limites de détection très faibles, mais aussi par une forte interférence entre le nickel et les ÉGP. Malgré ses limites de détection plus élevées, son vis-à-vis l'ICP-AES provoque moins d'interférence entre le nickel et les ÉGP. Un échantillon, un standard SARM 7 et un blanc ont été analysés sur

chacun des appareils. La mise en solution s'est faite par fusion au sulfure de nickel (Gros, Lorand et Luguët, 2002) en prenant 15g d'échantillon. À noter que lors cette dissolution, une bonne partie des éléments volatils tels que le chlorure d'osmium et tétraoxyde d'osmium ont été perdus. Plusieurs autres méthodes d'analyses sont proposées par Barefoot (1999), Barefoot (2004) and Iglesias (2003), , mais la méthode de Gros, Lorand et Luguët était la plus appropriée en raison des ressources matérielles, techniques et de l'expérience déjà présente à l'INRS-ETE.

4.2.3. Les minéraux majeurs

L'analyse des minéraux majeurs a été réalisée sur quatre échantillons différents à l'aide d'un diffractomètre à rayons X (DRX) theta-theta de marque Siemens D5000. D'abord, le minerai de départ a été analysé. Ensuite, une séparation par liquides denses sur un échantillon de minerai de granulométrie entre 250µm et 150µm a permis d'obtenir une fraction légère riche en silicates et une fraction lourde riche en chromite. Cette séparation minéralurgique a été réalisée dans une ampoule à décanter à l'aide d'iodure de méthylène (CH_2I_2) d'une densité de 3,3 g/cm³ à 20°C, soit entre la densité de la chromite (environ 4,8 g/cm³) et des silicates (environ 2,5 g/cm³)⁸. Finalement, un échantillon d'un concentré de flottation à 80% passant 100µm a été analysé. Toutes ces analyses ont été effectuées après une pulvérisation au broyeur à anneaux.

4.2.4. Caractérisation microscopique

4.2.4.1. Microscopie optique

Pour observer les minéraux sous un microscope optique, quatre lames minces polies ont été préparées de la façon suivante : des particules d'environ 3 mm de diamètre ont été sélectionnées au hasard puis collées sur une lame mince qui est polie par la suite. L'observation au binoculaire a permis l'identification de régions intéressantes à investiguer davantage au MEB. Une analyse granulométrique des principales phases

⁸ Les données sur la densité des minéraux sont tirées du site Internet webmineral.com.

d'intérêt a aussi été réalisée en mesurant toutes les particules de même phase dans plusieurs régions déterminées. Les lames ont également été observées en mode de lumière transmise polarisée afin de caractériser la matrice. Malheureusement, cette méthode est limitée par le grossissement maximal qu'il est possible d'atteindre au microscope optique. Les minéraux du groupe du platine peuvent alors être difficilement observés. Des exemples de photos sont présentés dans la section 4.3. *Résultats et discussion sur la minéralogie.*

4.2.4.2. Microscopie électronique à balayage

Les lames minces observées au microscope optique ont été recouvertes d'une couche micrométrique de carbone pour les observer et identifier les phases minérales d'intérêts au microscope électronique à balayage (MEB). Deux appareils ont été utilisés soit celui de l'INRS-ETE de modèle Evo 50 de Zeiss couplé à un système d'analyse EDS INCA X-Sight de chez Oxford Instruments et celui du département de génie géologique de l'université Laval de marque Jeol 840-A couplé à un système d'analyse par énergie dispersive PGT Avalon et un système d'acquisition d'images Orion. L'examen des lames permet également de repérer les MGP, d'identifier quels minéraux y sont associés et de déterminer les éléments qui les constituent à l'aide de la sonde EDS. Une analyse granulométrique des MGP est réalisée en mesurant le diamètre maximal des particules afin d'évaluer leur taille de libération. La difficulté de cette analyse est de repérer les minéraux platinifères en raison de leur taille extrêmement fine. Les lames sont alors balayées minutieusement à une magnification d'environ 1000 X sous un réglage ne laissant scintiller que les MGP. Une lame polie d'un concentré de flottation a également été observée tant au microscope électronique à balayage qu'au microscope binoculaire.

4.2.4.3. Microsonde électronique

L'analyse à la microsonde permet de préciser la composition des MGP. L'appareil utilisé est un CAMECA SX-100 situé au département de géologie de l'université Laval. Les éléments sélectionnés pour l'analyse sont présentés dans le tableau 10.

Tableau 10 : Éléments analysés à la microsonde électronique de l'université Laval

Cristaux	LIF	LPET	LPET	TAP	TAP
Éléments	Pt-La	Sb-La	Te-La	As-La	Al-Ka
	Fe-Ka	Pd-La	Rh-La		Si-Ka
	Cr-Ka	S-Ka	Bi-Ma		

La très faible taille des MGP est une problématique délicate lors de l'analyse à la microsonde, car la sphère d'interaction du faisceau d'électron est plus grande que la taille moyenne des phases platinifères étudiées. Ceci explique pourquoi la silice, le fer, le chrome et l'aluminium, éléments majoritairement retrouvés dans la roche, ont été analysés avec les ÉGP. Par ailleurs, le nombre d'éléments analysés lors d'une routine à la microsonde est restreint. Alors, seuls le platine, le palladium et le rhodium ont été sélectionnés, car ils représentent les ÉGP les plus fréquemment rencontrés lors des analyses au MEB dans les chromitites du Ménarik. Pour compléter la composition des minéraux platinifères, le Sb, le S, le Te, le Bi et l'As ont également été analysés car ce sont des constituants propres au MGP du CDM.

4.2.5. Interprétation modale

L'analyse de la composition chimique de l'échantillon comparée à la composition minérale théorique permet de réaliser une estimation semi-quantitative des proportions modales minérales de l'échantillon. Étant donné la complexité du minerai et l'hétérogénéité de la composition de certains minéraux comme la chromite et le clinocllore, il est très difficile de réaliser une étude quantitative. La minimisation d'un critère des moindres carrés permet toutefois d'estimer les variations de proportions modales des différents échantillons de roche (Le Maître, 1982)

4.3. Résultats et discussion sur la minéralogie

4.3.1. Éléments majeurs et traces

La chromite est un minéral assez réfractaire de sorte que, même à la suite d'une dissolution par fusion alcaline, les solutions ne restent pas stables longtemps. Elles ont donc été analysées rapidement. D'ailleurs, aucun dépôt n'était visible au fond des fioles. Les principaux résultats sont présentés dans le tableau suivant :

Tableau 11 : Teneurs moyennes des éléments majeurs et traces dans l'échantillon utilisé pour les essais de flottation

Analyse	Unité	Limite instrumentale	Moyenne	Erreur moyenne	Écart-type
Al ₂ O ₃	%	0,03	11,6	0,1	0,1
CaO	%	0,003	1,97	0,01	0,08
Fe ₂ O ₃ T	%	0,04	22,3	0,1	0,2
MgO	%	0,05	18,0	0,1	0,1
Cr ₂ O ₃	%	0,01	20,62	0,05	0,20
S	%	0,01	0,16	0,01	0,01
SiO ₂	%	20	17,4	0,1	0,2
Co	ppm	20	240	25	3
Cu	ppm	10	877	15	110
Ni	ppm	50	2128	67	10
V	ppm	20	781	27	7
Zn	ppm	6	515	9	2
PAF	%		5,4	-	0,0
Total majeurs et traces	%		99	-	0,5

Pour les résultats détaillés, veuillez vous référer au tableau 39 de l'annexe B. Les trois échantillons analysés proviennent de la même source de minéral ; ils ont donc subi le même traitement. Aucun élément n'est apparu anormalement élevé dans le blanc expérimental. Les résultats pour les standards BCR 2 et BHVO 2 suivent très bien les valeurs de référence alors que les standards SARM 8 et SARM 9 affichent tout les deux de légères différences dans les teneurs en Si, S et Ca ainsi que celles du Cr et du Fe pour le SARM 9. De plus, les bilans ferment respectivement à 103% et à 111%. Toutefois, aucune explication n'a été trouvée pour cette marge d'erreur compte tenu que les autres standards affichent des valeurs exactes. Par ailleurs, l'erreur moyenne est la moyenne des erreurs de chaque analyse, alors que l'écart-type représente la variation des résultats entre

chaque analyse. Enfin, la limite de détection analytique se définit comme les résultats du blanc de fusion multipliée par la dilution.

Certains résultats sont considérés non-significativement éloignés des erreurs expérimentales et analytiques. Plusieurs situations appuyant cette conclusion sont rencontrées. Par exemple, certains éléments sont sous les limites analytiques comme le plomb et l'arsenic. D'autres sont présents à des teneurs avoisinant l'erreur expérimentale comme le cadmium et le potassium. Finalement, des éléments comme le zirconium ont un écart-type dont la soustraction à la teneur moyenne est sous l'erreur expérimentale moyenne ; ce qui signifie qu'au moins un résultat des trois réplicas est sous l'erreur expérimentale. Bref, suite à cette analyse, il est possible d'affirmer que les éléments majeurs présents dans le minerai étudié sont l'aluminium, le fer, le magnésium, le silicium et le chrome. Ils constituent donc les principaux éléments des minéraux majeurs qui peuvent être considérés comme de la chromite et des silicates ferromagnésiens. Comme éléments de second ordre, il y a le calcium, le manganèse, le sodium, le soufre, le titane, le cuivre, le nickel et le vanadium. Le zinc et le cobalt s'y retrouvent à quelques centaines de ppm également. Par ailleurs, le cuivre, le nickel, le zinc et une certaine partie du fer forment probablement les sulfures qui réagiront à la flottation sélective. La perte au feu enregistrée est de 5,4 % et le bilan total ferme à 99,0% en moyenne.

Quant aux analyses du carbone, du soufre et de l'azote, elles ont données les résultats suivants :

Tableau 12 : Résultats des analyses carbone, azote et soufre total

	Nombre de réplicas	Teneur moyenne	Écart-type	Limite analytique
Soufre	14	0,18	0,02	0,01
Azote	3	<0,01	-	0,01
Carbone	3	0,25	0,02	0,02
Soufre (COREM)	5	0,20	0,01	0,005

Malgré leur plus petit nombre de répliques, les teneurs en soufre obtenues par le Consortium de Recherche en Minéralurgie (COREM) ont un écart-type deux fois plus petit. Ces analyses sont donc de meilleure qualité et serviront de base pour les calculs des bilans de matières. Néanmoins, les valeurs moyennes sont relativement similaires. Pour l'analyse du soufre des concentrés de flottation, nous n'avons pas jugé nécessaire d'utiliser l'appareil du COREM, la précision du précédent étant suffisante.

4.3.2. Résultats des éléments en traces et en ultra-traces

En plus des analyses à l'ICP-MS suite à la fusion au sulfure de nickel (NiS), un autre échantillon a été analysé à l'ICP-AES également suite à une fusion au NiS. Chaque dissolution par fusion au NiS a été vérifiée par un blanc expérimental et le standard SARM 7. Le tableau 13 compare les résultats d'analyse de l'ICP-MS à ceux de l'ICP-AES.

Tableau 13 : Teneurs en ÉGP pour deux appareils d'analyse différents

Démarches	Unité	Rh_103	Pd_108	Pt_196	Total
Cr1 ICP-MS	ppm	0,163	1,870	1,104	3,134
<i>Erreur</i>		<i>0,001</i>	<i>0,004</i>	<i>0,007</i>	<i>0,012</i>
Cr1 NiS ICP-AES	ppm	0,14	1,66	1,08	2,88
<i>Erreur</i>		<i>0,14</i>	<i>0,35</i>	<i>0,34</i>	<i>0,82</i>
SARM7 NiS ICP-MS	ppm	0,189	1,311	3,438	4,938
<i>Erreur</i>		<i>0,001</i>	<i>0,004</i>	<i>0,007</i>	<i>0,012</i>
SARM7 NiS ICP-AES	ppm	0,21	1,24	3,59	5,04
<i>Erreur</i>		<i>0,14</i>	<i>0,14</i>	<i>0,16</i>	<i>0,44</i>
SARM7 valeurs de références	ppm	0,24	1,53	3,74	5,51

Les résultats détaillés sont présentés au tableau 40 en annexe B. Pour des raisons de rationalité, un seul échantillon par type d'analyse a été mis en solution, la fusion au NiS étant une procédure expérimentale longue et coûteuse. Les résultats détaillés en page 141 montrent que le blanc expérimental des fusions réalisées pour l'analyse à l'ICP-MS affiche des teneurs anormalement élevée en platine (Pt_196 = 238 ppb) et en or (Au_197 = 190 ppb). Le standard SARM7 donne également une concentration en or trop élevée à 742 ppb en comparaison à la valeur de référence de 310 ppb. Ces résultats laissent croire

à une contamination externe lors de l'analyse ou lors de la dissolution. Par contre, les valeurs de palladium obtenues sont inférieures d'environ 200 ppb à celles de référence. Par ailleurs, les analyses à l'ICP-AES, comprenant un échantillon de minerai, le standard SARM7 et un blanc expérimental, donnent des résultats relativement similaires. Toutefois, comme l'ICP-AES donne des limites de détection beaucoup plus élevées, seuls le platine, le palladium et le rhodium ont pu être décelés.

Les teneurs en rhodium sont sensiblement les mêmes d'une démarche à l'autre tant pour la chromitite de Ménarik (Cr1) que pour le standard SARM7. Cependant, il est à noter qu'elles sont relativement semblables à l'erreur pour les analyses à l'ICP-AES. Par ailleurs, il semble que les résultats d'extraction des ÉGP pour le standard sont systématiquement inférieurs de quelques dizaines de ppb aux valeurs de référence. En valeur relative, le taux d'extraction des ÉGP par rapport aux valeurs de références varie entre 80 et 90 %. Il est logique de croire que le même phénomène s'applique aux échantillons de l'indice chromifère Cr-1. D'après les résultats, ce dernier contient environ 3 ppm d'ÉGP. À noter également que le chlorure d'osmium (OsCl_4) et le tétraoxyde d'osmium (OsO_4) est une espèce volatile qui se disperse presque totalement lors de la fusion au NiS.

4.3.3. Minéraux majeurs

Les analyses de diffraction des rayons X ont été effectuées sur quatre échantillons différents préalablement pulvérisés à une granulométrie d'environ 80% passant 10 μm . Les conditions d'analyses ont été les mêmes d'une fois à l'autre. Une anode de Cu a été utilisée et la plage d'analyse s'est étendue de 1 à 70 degré pour l'angle 2 θ . Les sections suivantes rapportent les différents résultats obtenus. Toutes les analyses ont été réalisées au laboratoire de microanalyse des départements de génie géologique et de génie des mines, des matériaux et de la métallurgie de l'Université Laval par le technicien Jean Frenette.

4.3.3.1. Minerai brut

Le spectre de la figure 15 est le résultat de l'analyse sur le minerai de départ. Quatre minéraux en sont ressortis soient : le clinochlore, la chromite, la vermiculite et la lizardite. La complexité du spectre amène à réaliser des analyses sur des produits purifiés.

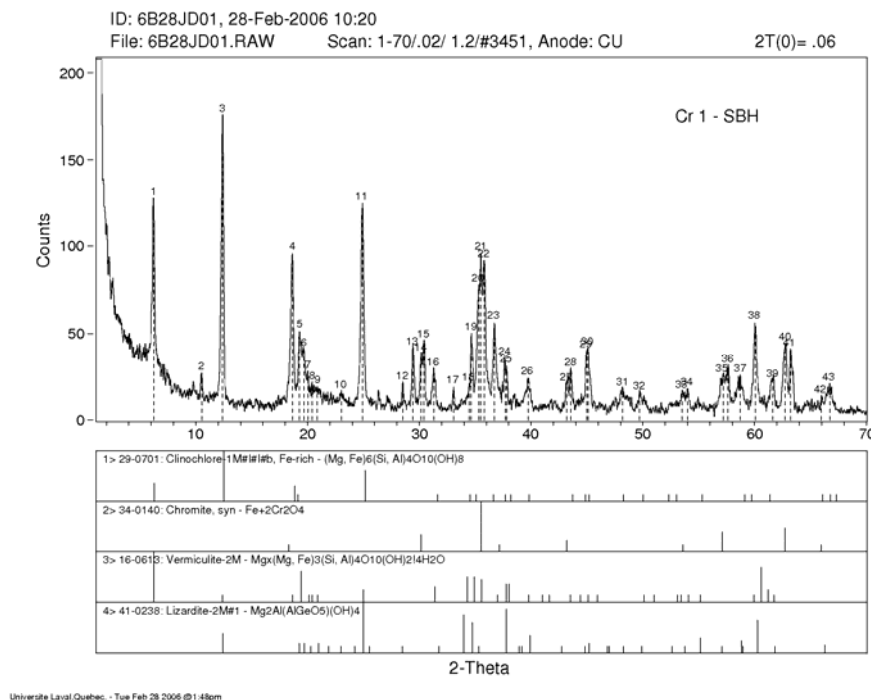


Figure 15 : Spectre de diffraction X du minerai brut

4.3.3.2. Fraction légère d'une séparation par liquides denses

Le spectre de la fraction légère (figure 16) est beaucoup plus clair que le précédent. Il a été obtenu suite à l'analyse de la fraction légère d'une séparation gravimétrique par liquides denses. La chromite (pic 26) apparaît faiblement ce qui diminue l'interférence qu'elle crée sur les autres pics. Les minéraux qui ont été identifiés sont le clinochlore, la chromite, la lizardite et la hornblende. Toutefois, la présence de potassium dans la composition de la hornblende met en doute ce résultat. D'autres minéraux dont les raies correspondent à ceux du spectre ont été trouvés. Ainsi, la magnésio-hornblende et l'actinolite sont considérés comme des minéraux potentiellement présents.

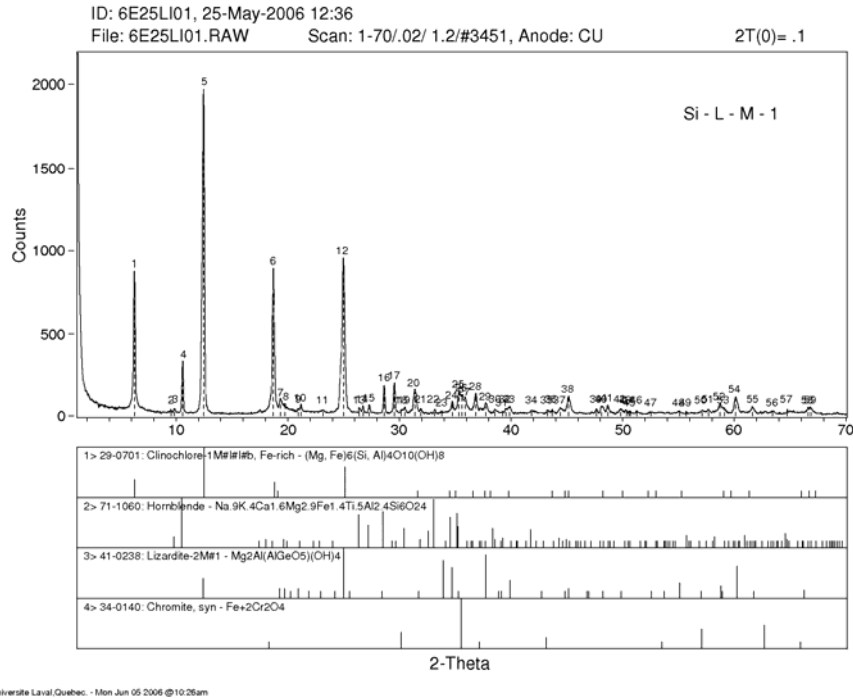


Figure 16 : Spectre de diffraction X de la fraction légère d'une séparation par liquer dense

4.3.3.3. Fraction lourde d'une séparation par liquides denses

Avec l'analyse sur la fraction lourde, la coulsonite (oxyde de vanadium) et la magnétite ont été observés. Le spectre à la figure 17 montre aussi la présence de clinocllore. La présence de ce minéral montre que la séparation par liquides denses n'était pas parfaite. D'ailleurs, plusieurs grains mixtes étaient perceptibles dans les différentes fractions de séparation. D'autre part, les raies de la chromite et de la magnétite sont identiques de sorte que leur distinction relève plutôt de la logique. De plus, sachant que la chromite est très riche en fer, elle a des propriétés para-magnétiques. Avec la composition élémentaire de l'échantillon, on déduit que la chromite est le minéral détecté par la diffraction X au lieu de la magnétite. Toutefois, il peut y avoir tout de même la présence de ce dernier minéral en faibles proportions.

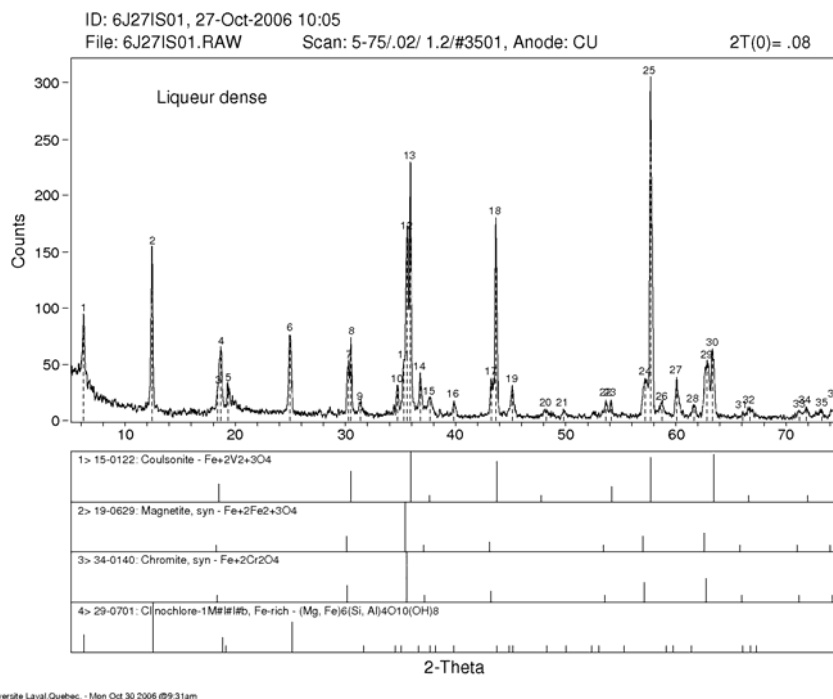


Figure 17 : Spectre de diffraction X de la fraction lourde d'une séparation par liqueur dense

4.3.3.4. Concentré de flottation

La diffraction des rayons X sur le concentré de flottation met en évidence les mêmes minéraux que les spectres précédents, c'est-à-dire la chromite, le clinocllore, la lizardite et la magnésio-hornblende ou l'actinolite. Par contre, la chalcoppyrite y est également détectée. Le spectre présenté à la figure 18 montre également par l'intensité des pics que le clinocllore est un minéral très présent. Il est possible qu'il ait réagi à la flottation ou qu'il ait été entraîné dans le concentré.

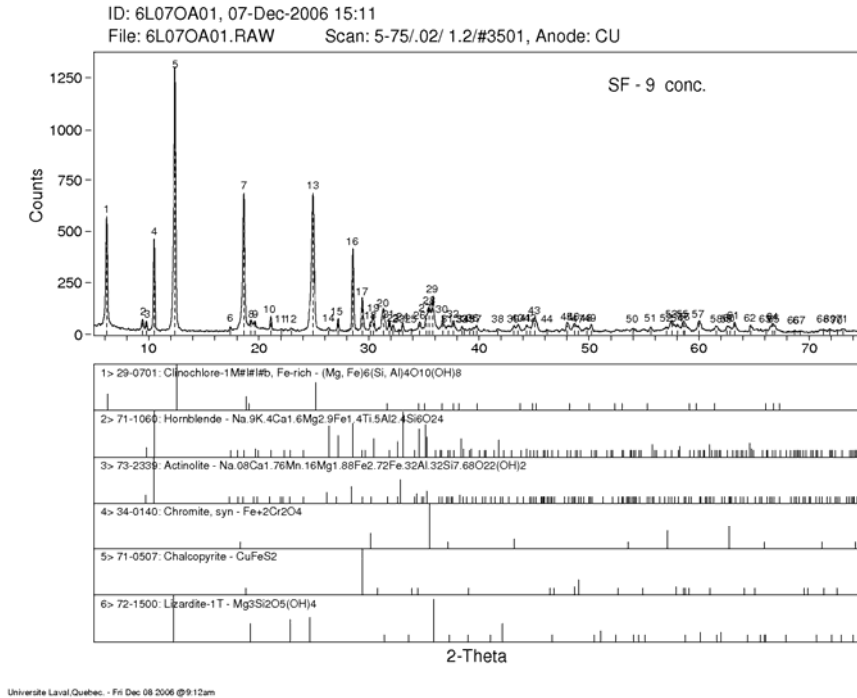


Figure 18 : Spectre de diffraction X d'un concentré de flottation

En résumé, il en ressort une tendance claire de toutes ces analyses. L'échantillon de l'indice chromifère Cr-1 est constitué de chromite, de chlorite, d'amphibole, de serpentine et de sulfures. De plus, la présence de carbonates tels que la dolomite ou de la magnésite et de pyroxènes comme la diopside semble très probable (Houlé, 2000). Du côté des sulfures, la chalcopyrite, la pentlandite, la pyrrhotite, la millérite et la pyrite sont des espèces retrouvées dans le minerai. Ils ont d'ailleurs tous été observés au MEB.

4.3.4. Microscopie

4.3.4.1. Microscope optique

La granulométrie de la chromite et des sulfures a été évaluée en mesurant le plus grand diamètre des grains présents sur une photo puis en le comparant à une mesure de référence préalablement mesurée à l'aide d'une lame micrométrique calibrée pour les différents objectifs. Le tableau 14 présente les informations ainsi recueillies.

Tableau 14 : Granulométrie des phases sulfurées et de la chromite

	Sulfures	Chromite
Nombre de particules	46	229
Moyenne (μm)	116	471
R_{80} (μm)	70	256
Min (μm)	42	66
Max (μm)	452	1318

Comme la figure 19 le démontre, les grains de chromite sont nettement plus gros que ceux des sulfures. En effet, 80% des particules de chromite ont un diamètre supérieur à 256 μm (R_{80}) comparativement à 70 μm pour les sulfures. Cette mesure correspond à la taille de libération complète de 80% des particules. Un exemple de photos ayant été utilisées pour le calcul granulométrique est présenté à la figure ci-dessous. La méthode de mesure utilisée est limitée par le grossissement maximal pouvant être obtenu avec le microscope binoculaire et la résolution des photos. Ainsi, il est très difficile de mesurer et d'identifier des particules plus petites que 30 μm . Par ailleurs, sur les photos, les phases visibles sont la matrice en gris, les grains de chromite en gris pâle et les sulfures en jaune clair. Les lames minces ont aussi été observées en lumière transmise polarisée. Toutefois, la microstructure très fine de la matrice n'a pas permis l'identification des silicates qui la constitue. Les figures suivantes donnent un aperçu des résultats obtenus à l'aide du binoculaire.

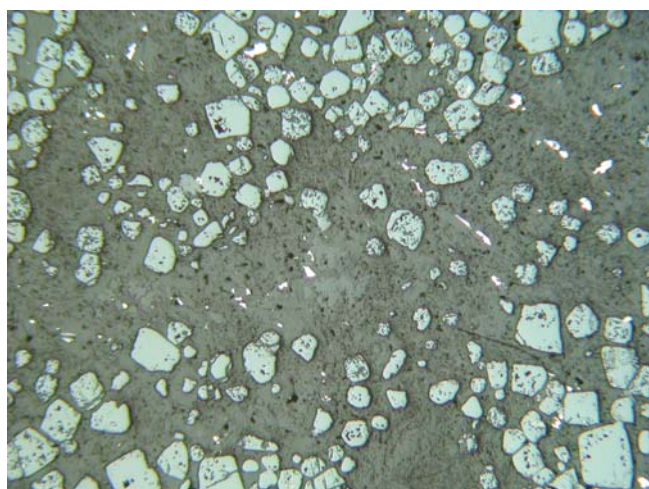


Figure 19 : Exemple de photos ayant servi aux mesures granulométriques (50X)

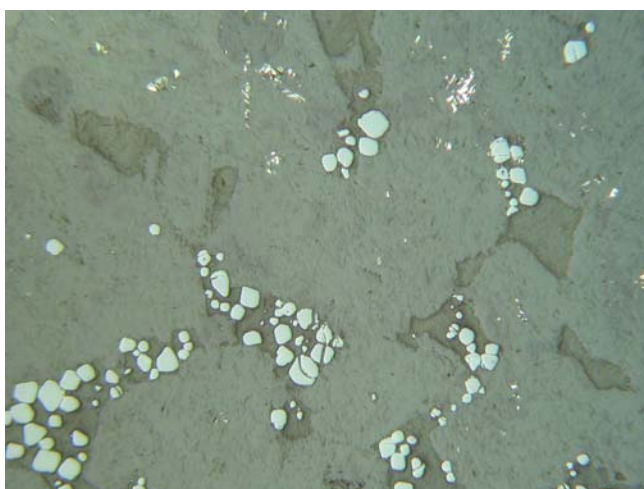


Figure 20 : Photo en lumière réfléchie (50X)

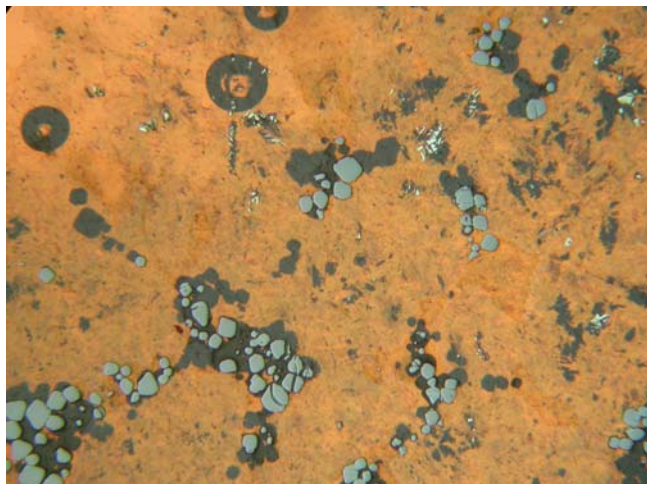


Figure 21 : Photo en lumière transmise avec un léger éclairage en lumière réfléchie (50X)

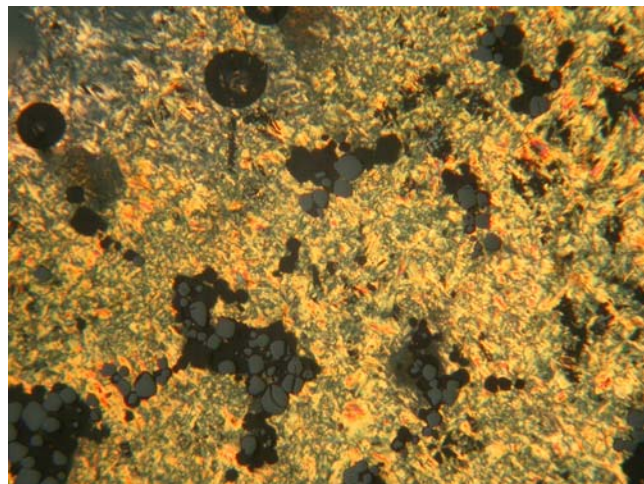


Figure 22 : Photo en lumière transmise polarisée avec un léger éclairage en lumière réfléchie (50X)

4.3.4.2. Microscope électronique à balayage

L'utilisation du microscope électronique avait comme but d'une part de caractériser les phases platinifères et d'autre part d'effectuer étude approfondie de la granulométrie, la composition et l'environnement minéralogique des MGP. Une lame mince polie d'un concentré de flottation recouverte de carbone a également été examinée. Le degré de libération des phases minérales d'intérêt a pu être observé ainsi que la composition des phases ayant réagi positivement à la flottation. Les résultats de ces études seront abordés ultérieurement. Lors de l'observation du minerai de départ, quatre contextes minéralogiques des MGP ont été déterminés. D'abord, les MGP se retrouvent régulièrement dans la matrice silicatée isolés des autres phases minérales, près d'un grain de chromite ou d'un sulfure. Les photos suivantes exposent cette situation :

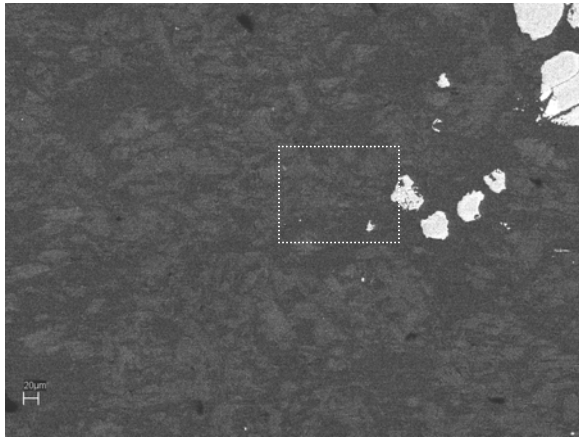


Figure 23 : MGP isolé dans la matrice (500X)

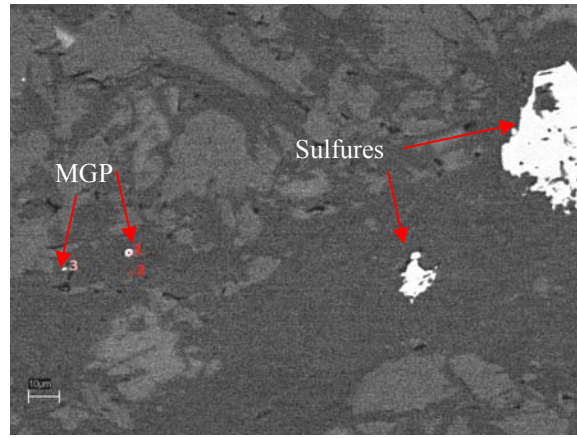


Figure 24 : Agrandissement de la figure 10 (2000X)

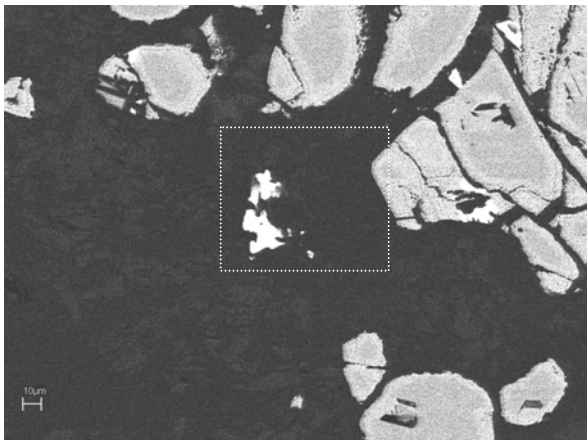


Figure 25 : MGP dans la matrice près d'un sulfure (1200X)

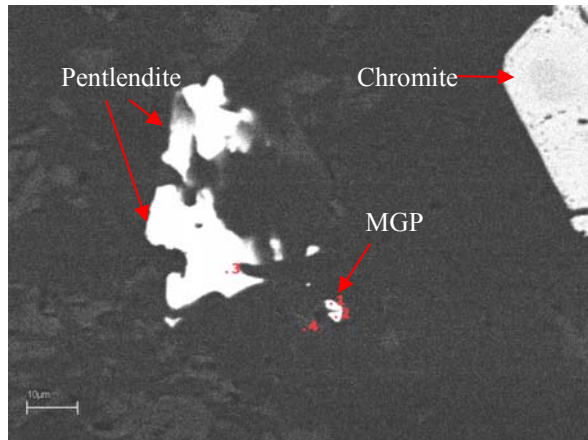


Figure 26 : Agrandissement de la figure 12 (3500X)

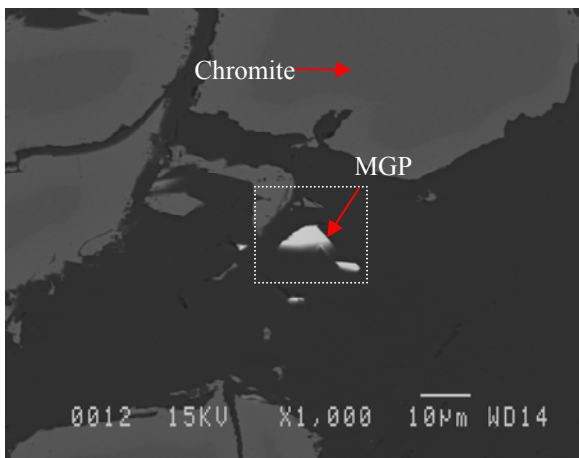


Figure 27 : MGP dans la matrice près d'un grain de chromite (1000X)

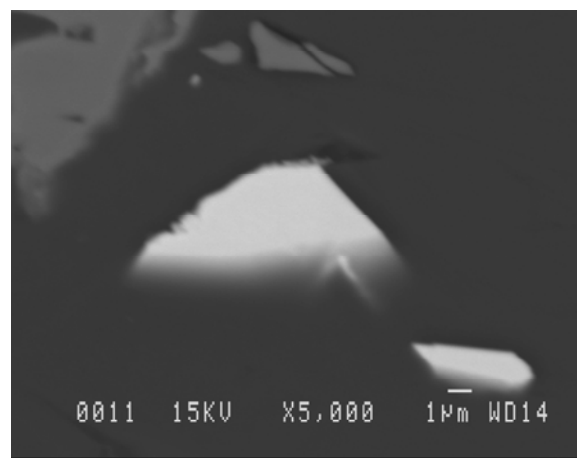


Figure 28 : Agrandissement de la figure 14 (5000X)

Les MGP se retrouvent également collés ou très près des grains de chromite et même pris à l'intérieur de cavités dans la chromite. À très fort grossissement, certains apparaissent libérés (figure 29), d'autres non (figure 30). En voici quelques exemples :

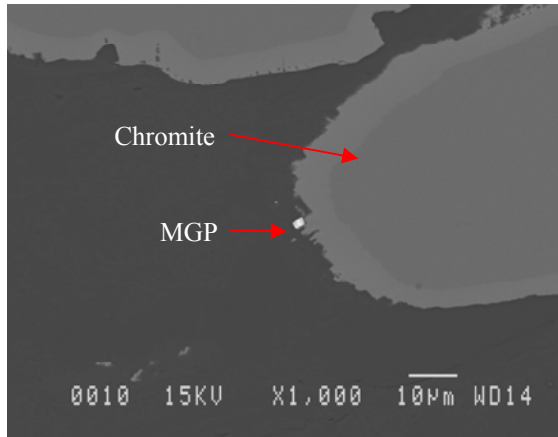


Figure 29 : MGP très près d'un grain de chromite (1000X)

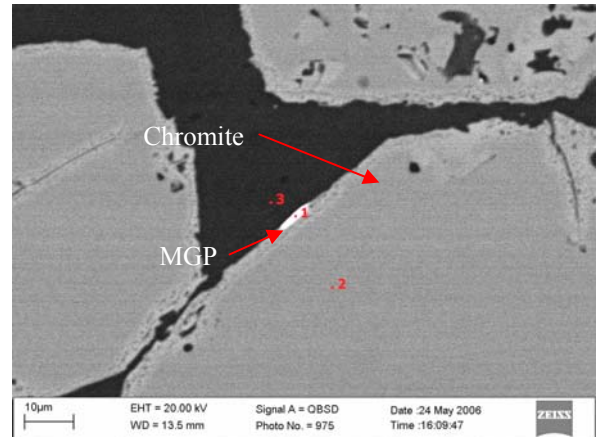


Figure 30 : MGP collé à un grain de chromite (3500X)

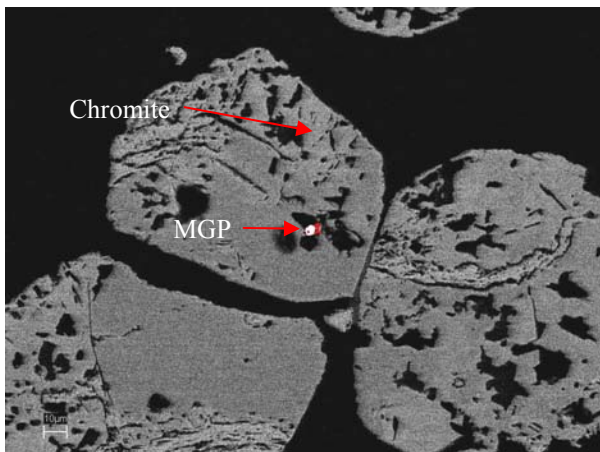


Figure 31 : MGP prisonnier d'un grain de chromite spongieux (1500X)

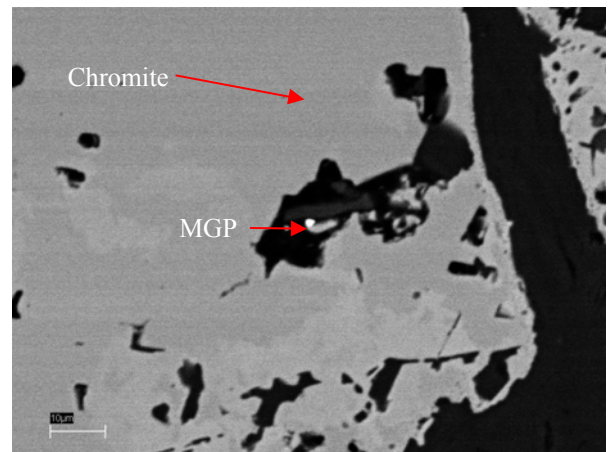


Figure 32 : MGP prisonnier d'un grain de chromite (3500X)

Finalement, quelques MGP non-libérés se retrouvent collés à des grains de sulfures comme les figures 33 et 34 le démontrent. En plus de ces quatre circonstances, les ÉGP se retrouvent probablement en solution solide dans les minéraux sulfurés, particulièrement ceux composés de nickel. Néanmoins, ce phénomène n'a pas été observé lors de la présente étude, mais il est abordé dans la littérature (Houlé, 2000). Par ailleurs, la présence d'ÉGP dans les grains de chromite altérés par le métamorphisme (état spongieux

ou craquelé) n'a pas été observée. Toutefois, il est vrai que les régions où les grains de chromite étaient spongieux comme démontré à la figure 31, l'observation de phases platinifères était moins fréquentes.

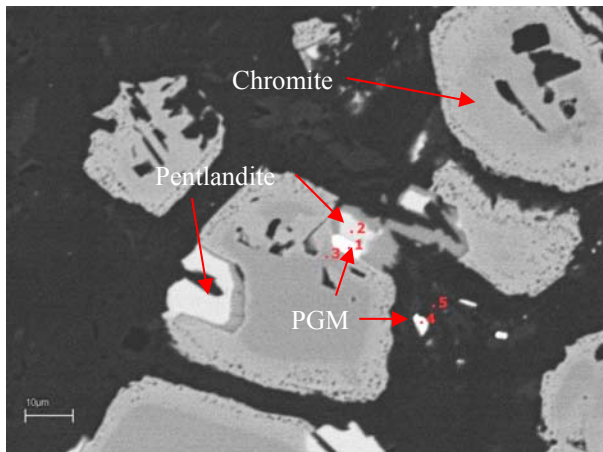


Figure 33 : MGP collé à un grain de pentlandite près de la chromite (3150X)

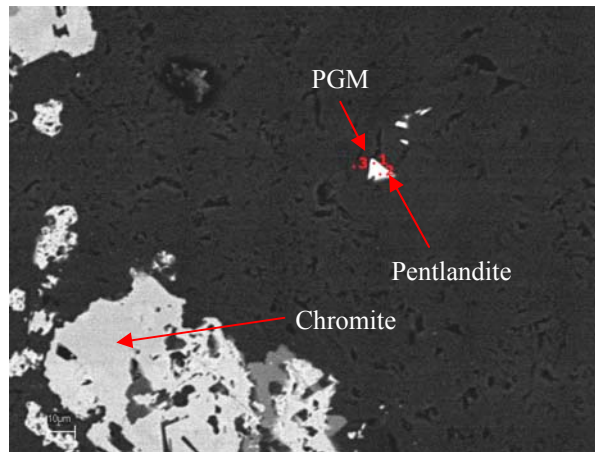


Figure 34 : MGP collé à un grain de pentlandite isolé dans la matrice silicatée (1890X)

Les annotations inscrites sur les photos correspondent à l'emplacement des analyses chimiques réalisées avec la sonde EDS. Les résultats de ces analyses sont joints en annexe D dans les tableaux 43 à 49 ainsi qu'aux figures 40 et 41. La granulométrie des MGP a été évaluée en mesurant le diamètre de chaque particule identifiée. Le tableau ci-dessous présente les résultats obtenus :

Tableau 15 : Granulométrie des phases platinifères observées

Nombre de particules	58
Moyenne (µm)	3,22
R₈₀ (µm)	1,50
Min (µm)	0,95
Max (µm)	13,79

Les grains platinifères sont donc très petits ; à 1,50 µm, 80% d'entre eux seraient complètement libérés. Cette caractéristique en fait des particules difficiles à repérer. La comminution doit permettre de libérer complètement ou partiellement les MGP. De plus, à cette taille, la sphère d'interaction du faisceau d'électrons est plus grande que la

particule. L'analyse EDS n'est donc pas une source fiable pour en connaître la composition. Malgré tout, elle permet de vérifier quels éléments sont majoritairement présents. Les éléments du groupe du platine rencontrés se limitent au palladium, au platine et au rhodium. Pour ce qui est des éléments qui les accompagnent, il y a le bismuth, l'antimoine, le soufre, l'arsenic, le tellure et le cuivre.

4.3.4.3. Microsonde électronique

Les travaux à la microsonde avaient pour but de spécifier la composition des MGP pour pouvoir les identifier. Toutefois, la taille extrêmement fine des minéraux platinifères de l'indice Cr-1 a donné des résultats peu concluants. En effet, la sphère d'interaction du faisceau électronique dépassait régulièrement les particules intéressantes de sorte que les minéraux juxtaposés étaient simultanément analysés. Afin de pallier à ce problème, les résultats ont été normalisés afin d'éliminer les éléments caractéristiques des phases adjacentes. Malgré tout, aucun résultat normalisé n'a permis d'identifier clairement les MGP. En fait, les informations qui peuvent être tirées de l'analyse sont des tendances dans la composition des MGP qui peuvent être associées dans certains cas à des minéraux reconnus. À noter que les analyses ont été réalisées sur une lame polie d'un concentré de flottation. Par conséquent, les minéraux platinifères qui s'y trouvent sont essentiellement ceux qui ont réagi à la flottation. Par ailleurs, aucune trace de rhodium n'a été trouvée dans l'échantillon analysé à la sonde WDS. Il est probable qu'aucune particule de ce type n'ait été rencontrée. Le tableau 16 montre ces résultats.

Tableau 16 : Tendances des compositions des MGP analysés à la microsonde (%M)

Nombre de particules	Pt	Pd	S	Te	Bi	Sb	Minéral associé
5	-	44,0%	-	9,0%	8,0%	38,0%	Sudburyite
5	0,5%	25,0%	-	30,0%	41,0%	4,0%	Michenerite ou kotulskite
1	-	63,0%	-	7,5%	7,5%	22,0%	n.d.
1	14,0%	-	85,0%	-	-	1,0%	Coopérite

4.3.5. Interprétation modale

La minimisation du critère des moindres carrés s'est effectuée sous deux conditions. D'abord, la somme des teneurs élémentaires et minérales doivent être comprises entre 0 et 1. Ensuite, la teneur de chaque minéral doit également respecter cette condition. Les minéraux majeurs suivants ont été inclus dans la régression : le clinochlore, la chromite, l'actinolite, la lizardite, le diopside et la dolomite. Pour simplifier les calculs, les compositions théoriques de ces minéraux ont été utilisées. Le tableau 41 en annexe B présente ces compositions minérales dont les informations sont tirées du site Internet *webmineral.com*. Le tableau 17 présente les résultats.

Tableau 17 : Résultats de l'interprétation modale sur les minéraux majeurs de l'échantillon du CR-1

Minéraux	Teneurs
Clinochlore	55%
Actinote	3%
Lizardite	0
Chromite	36%
Diopside	4%
Dolomite	2%

Malgré une bonne correspondance entre les teneurs vraies et estimées, les résultats obtenus sont sommaires et ils doivent être interprétés avec prudence. Par exemple, la teneur de la lizardite obtenue suite aux calculs est égale à 0, car sa composition est similaire à celle du clinochlore. Les résultats doivent être considérés comme des tendances. Par conséquence, les deux minéraux les plus présents sont le clinochlore suivi de la chromite, ce qui correspond aux conclusions de l'analyse DRX. Les autres minéraux sont présents en plus faibles proportions ce qui confirme également les analyses aux DRX.

Le même exercice a été réalisé pour évaluer la proportion de chacun des sulfures dans l'échantillon avant flottation. Les minéraux sélectionnés pour les calculs sont la chalcopryrite, la pentlandite, la pyrrhotite, la pyrite et la millérite. Les compositions

théoriques provenant du site Internet webminerals.com sont affichées au tableau 42 à l'annexe B. Les mêmes conditions de calculs de l'interprétation modale précédente ont aussi été respectées. Par contre, les données minéralogiques et les résultats ont été normalisés sur une base unitaire. Ainsi, les résultats obtenus présentés dans le tableau 18 correspondent à la distribution des sulfures par rapport à leur ensemble.

Tableau 18 : Résultats de l'interprétation modale sur les sulfures

Minéraux	Teneurs
Chalcopyrite	35%
Pentlandite	49%
Pyrrhotite	0%
Pyrite	0%
Millérite	16%

Les résultats de l'interprétation modale montrent que le sulfure le plus abondant est la pentlandite. Le second en importance est la chalcopyrite. Par contre, la millérite serait probablement plus présente que prévu. Ces conclusions corroborent les observations aux MEB, à la différence qu'un nombre égal de grains de chalcopyrite et de pentlandite a été constaté. Pareillement pour les sulfures de fer, ils ont été également observés au microscope électronique. Leur valeur nulle est relative à leur composition similaire et peu distincte de celles des sulfures de nickel. Il est également très important de préciser qu'une fraction non-négligeable du nickel est contenue dans les silicates Fe-Mg.

4.4. Résumé de l'étude minéralogique

Les éléments majeurs et en traces ont été d'abord quantifiés. Les méthodes utilisées ont démontré leur fiabilité. Les éléments du groupe du platine ont également été analysés. Les résultats des deux méthodes d'analyse montrent des résultats généralement similaires avec une teneur globale d'environ 3 ppm de platinoïdes dans l'échantillon du Cr-1. Par contre, des teneurs en Pt et en Au anormalement élevées dans le blanc expérimental laisse croire à une contamination externe en platine et en or.

Les principaux minéraux qui ressortent de la diffraction des rayons X sont la chromite, le clinochlore, la lizardite et l'actinolite ou la magnesio-hornblende. Par contre, de ceux-ci, seuls la chromite et le clinochlore sont récurrents dans les analyses. La lizardite est également un minéral potentiel, mais son spectre est souvent confondu avec celui du clinochlore.

Les observations au microscope optique ont permis de mesurer la granulométrie des phases sulfurées et de la chromite. Ces mesures permettent de déterminer la taille à laquelle le minerai doit être réduit. Le même exercice s'est déroulé par rapport aux particules platinifères. Le diamètre maximal moyen de ces dernières a été évalué à 3,22 μm . Les observations ont également distinguées quatre types d'environnement dans lesquels se retrouvent les MGP. De ces quatre types, le plus fréquemment rencontré est celui dans lequel les MGP sont dans la matrice. Alors, ils se retrouvent sous trois situations. Soit qu'ils sont près d'un grain de chromite, qu'ils sont près de grains de sulfure ou qu'ils sont isolés dans la matrice (majorité des observations). L'analyse spectrale à l'EDS montre que les ÉGP rencontrés se limitent essentiellement au palladium, au platine et au rhodium. Les autres éléments qui composent les minéraux platinifères sont le bismuth, l'antimoine, le tellure, le soufre, l'arsenic et le cuivre. À la microsonde électronique, aucune trace de rhodium n'a été repérée. De plus, malgré leur interprétation difficile, les résultats démontrent qu'il y a certaines tendances dans la composition des minéraux du groupe du platine de l'échantillon.

Finalement, même si les résultats de l'interprétation modale ne sont pas précis, ils montrent que le clinochlore et la chromite forment la majeure partie des minéraux de la gangue. Du côté des sulfures, les principales phases sont la chalcopyrite et la pentlandite. Par contre, il y aurait une quantité non négligeable de millérite.

5. Modélisation des résultats

La modélisation des résultats obtenus après la réalisation du plan d'expériences expliqué à la section 3.2.2 a pour objectifs de visualiser et de qualifier l'effet des cinq variables sélectionnées sur le processus d'enrichissement en ÉGP. Elle a été réalisée à l'aide de la régression linéaire par moindres carrés et vérifiée par des outils statistiques communs (Drapper & Smith, 1998) (Box, Hunter & Hunter, 1978) (Montgomery et Runger, 1999). La modélisation s'est fait pour chacune des sept réponses (désignées par Y) obtenues après les différentes analyses. Les tableaux suivants présentent d'abord la désignation de chacune des réponses puis les résultats obtenus selon les essais effectués (se référer aux tableaux 5 et 6 respectivement en page 54 et 55 pour connaître les conditions d'opération des essais).

Tableau 19 : Réponses et leur désignation respective

Réponses	Désignation
Y ₁	Récupération du solide dans le concentré
Y ₂	Concentration en soufre dans le concentré
Y ₃	Récupération du soufre dans le concentré
Y ₄	Concentration en cuivre dans le concentré
Y ₅	Récupération du cuivre dans le concentré
Y ₆	Concentration en nickel dans le concentré
Y ₇	Récupération du nickel dans le concentré

Tableau 20 : Résultats des essais de flottation issus du plan d'expériences

No de l'essai	Y ₁ (%)	Y ₂ (%)	Y ₃ (%)	Y ₄ (ppm)	Y ₅ (%)	Y ₆ (ppm)	Y ₇ (%)
1	5,64	2,18	61,48	10929,63	70,33	13463,69	35,69
2	5,32	2,36	62,78	12977,50	78,77	15688,83	39,23
3	7,71	1,99	76,76	8358,58	73,57	11590,13	42,03
4	11,20	1,14	63,82	6649,44	84,94	8361,02	44,00
5	8,86	1,46	64,69	9288,97	93,91	9254,54	38,54
6	8,70	1,66	72,18	8734,18	86,65	9567,30	39,10
7	8,19	1,50	61,41	7995,56	74,69	11558,20	44,48
8	14,92	0,86	64,17	4567,23	77,76	7417,64	52,03
9	11,57	1,09	63,06	6872,73	90,73	7906,50	43,00
10	11,51	1,07	61,60	6843,18	89,90	8270,05	44,76

Les spécifications du plan d'expériences sont $2_{III}^{5-2} \rightarrow 134 = 235$, c'est-à-dire un plan de résolution 3 qui évalue 5 facteurs à 2 niveaux avec 8 expériences et dont le facteur 4 est confondu avec l'interaction entre les facteurs 1 et 3, puis le facteur 5 est confondu avec l'interaction entre les facteurs 2 et 3. Chacun de ces facteurs et de ces interactions sont désignés sous une variable X. Ainsi, on dénombre 7 variables soit de X_1 à X_7 . En outre, les paramètres de la régression sont désignés sous la variable β . Enfin, un modèle prend la forme d'une équation comme celle-ci :

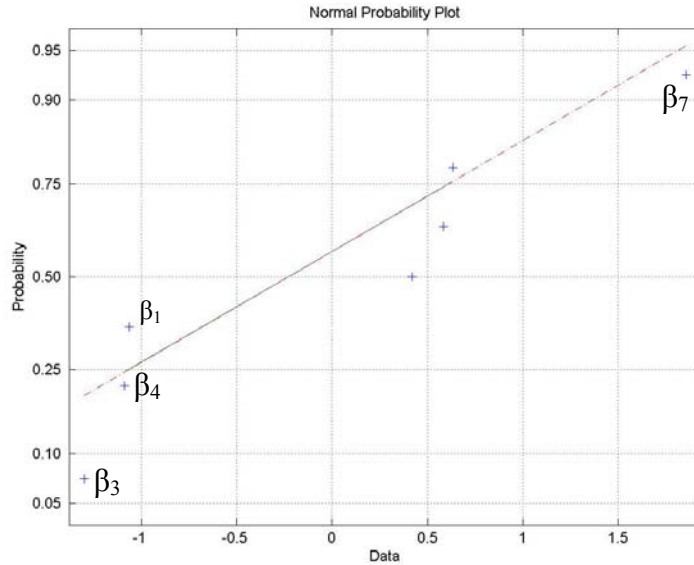
$$Y_x = \beta_0 + \beta_1 X_1 + \beta_2 X_2 + \beta_3 X_3 + \beta_4 X_4 + \beta_5 X_5 + \beta_6 X_6 + \beta_7 X_7 \quad \text{Éq. 3}$$

Lorsque les modèles ont un degré supérieur à 1, un paramètre s'ajoute pour chaque variable d'ordre quadratique ou plus. Par ailleurs, la modélisation est un processus itératif par lequel des paramètres sont enlevés ou ajoutés selon les résultats des tests statistiques. Ainsi, les calculs de la première réponse Y_1 sont détaillée ci-dessous à titre d'exemple afin d'expliquer la démarche suivie. Le logiciel utilisé est MatLab. L'algorithme est présenté en annexe F.

5.1. Modélisation de la réponse Y_1 : Récupération du solide

La première réponse observée est la récupération du solide, c'est-à-dire le rapport entre la masse de concentré récupérée et celle de l'alimentation. La masse de concentré devrait être fonction de la concentration en collecteur, en moussant et en déprimant et de la granulométrie. Elle représente le signe d'un entraînement élevé de gangue. Plus la masse récupérée est élevée par rapport à l'alimentation, plus la récupération en solide est élevée.

D'abord, avec les données en X et les réponses Y_1 , une régression par moindres carrés linéaire a été réalisée afin d'estimer les paramètres β du modèle. En comparant ces paramètres à la droite de probabilité normale comme le démontre le graphique 6, il est possible de déterminer lesquels influencent probablement la réponse.



Graphique 6: Graphique de probabilité normale des paramètres de Y_1

Ce graphique permet d'identifier les points qui ne suivent pas la droite normale, c'est-à-dire qui se distinguent le plus de l'intervalle de confiance de 95%. Ainsi, les paramètres β_1 , β_3 , β_4 et β_7 correspondent aux points qui sortent de la droite normale. Alors, une nouvelle régression a été complétée à partir de ces nouveaux paramètres afin d'établir le modèle 1_a suivant :

$$Y_{1a} = \beta_0 + \beta_1 X_1 + \beta_3 X_3 + \beta_4 X_4 + \beta_7 X_7 \quad \text{Éq. 4}$$

Pour que les résultats soient valides, quatre hypothèses doivent être posées. D'abord l'espérance des erreurs est hypothétiquement égale à 0, ensuite la variance des erreurs est égale à σ^2 , puis les erreurs sont indépendantes et suivent la loi normale, enfin les prédicteurs (X) ne sont pas entachés d'erreurs. L'estimation des paramètres est déterminée par l'équation 5.

$$\hat{\beta} = (X^T X)^{-1} X^T Y \quad \text{Éq. 5}$$

Où X est la matrice de design augmentée (voir tableau 7, page 56) et Y la matrice des réponses (voir tableau 19, page 84). Si les hypothèses de départ sont respectées, $\hat{\beta}$ est un estimé non-biaisé de β . Le tableau suivant présente les paramètres estimés par la régression.

Tableau 21 : Estimés des paramètres de la première régression Y_{1a}

Paramètres	β_0	β_1	β_3	β_4	β_7
Résultats	9,361	-1,061	-1,299	-1,089	1,856

Afin de vérifier si la régression est significative et si le modèle est adéquat, les deux tests d'hypothèses suivants ont été complétée à 95% de confiance ($\alpha = 0,05$).

1^{er} test : La régression est-elle significative?

H_0 : Tous les $\beta = 0$

H_1 : Au moins un $\beta_i \neq 0$

Pour lequel, si H_0 est vraie, le rapport de la variance des estimés (MS_R) sur celle des erreurs (MS_E) suit une loi de Fisher.

$$\frac{MS_R}{MS_E} \sim F\{(p-1), (n-p)\} \quad \text{Éq. 6}$$

où p = nombre de paramètres

n = nombre de tests

2^e test : Le modèle de régression est-il adéquat?

H_0 : L'estimé de la variance des erreurs = σ^2

H_1 : L'estimé de la variance des erreurs > σ^2

Pour lequel, si H_0 est vraie, le rapport de la variance des erreurs injustifiables (appelées « lack of fit » MS_{LOF}) sur celle des erreurs pures (MS_{EP}) suit une loi de Fisher.

$$\frac{MS_{LOF}}{MS_{EP}} \sim F\{(n-p-v_{EP}), (v_{EP})\} \quad \text{Éq. 7}$$

où p = nombre de paramètres

n = nombre de tests

v_E = nombre de répliques

moins le nombre de

moyennes de répliques

En plus de ces tests statistiques, deux autres outils de validation du calibrage des modèles sont utilisés, soit le coefficient de détermination (R^2) et le coefficient de détermination ajusté ($R^2_{\text{ajusté}}$) qui sont calculés de la façon suivante :

$$R^2 = \frac{\sum_u (\hat{y}_u - \bar{y})^2}{\sum_u (y_u - \bar{y})^2} \quad \text{Éq. 8}$$

$$R^2_{\text{ajusté}} = 1 - \frac{\sum_u (y_u - \hat{y}_u)^2 / (n-p)}{\sum_u (y_u - \bar{y})^2 / (n-1)} = 1 - \frac{MS_E}{MS_T} \quad \text{Éq. 9}$$

où y_u = réponse réelle

$\hat{y}_u$ = réponse estimée

$\bar{y}$ = réponse moyenne

p = nombre de paramètres

n = nombre de tests

Le coefficient de détermination est le rapport entre la variation expliquée de la variable dépendante sur la variation totale du modèle. Le coefficient ajusté quant à lui, est normalisé par le degré de liberté des éléments auxquels la variation est rattachée. Les résultats des tests d'hypothèse et des outils de validation sont résumés dans la table d'Anova présentée ci-dessous pour le modèle Y_{1a}. Le R^2 et le R^2 ajusté y sont aussi inscrits.

Tableau 22 : Table d'Anova du modèle Y_{1a}

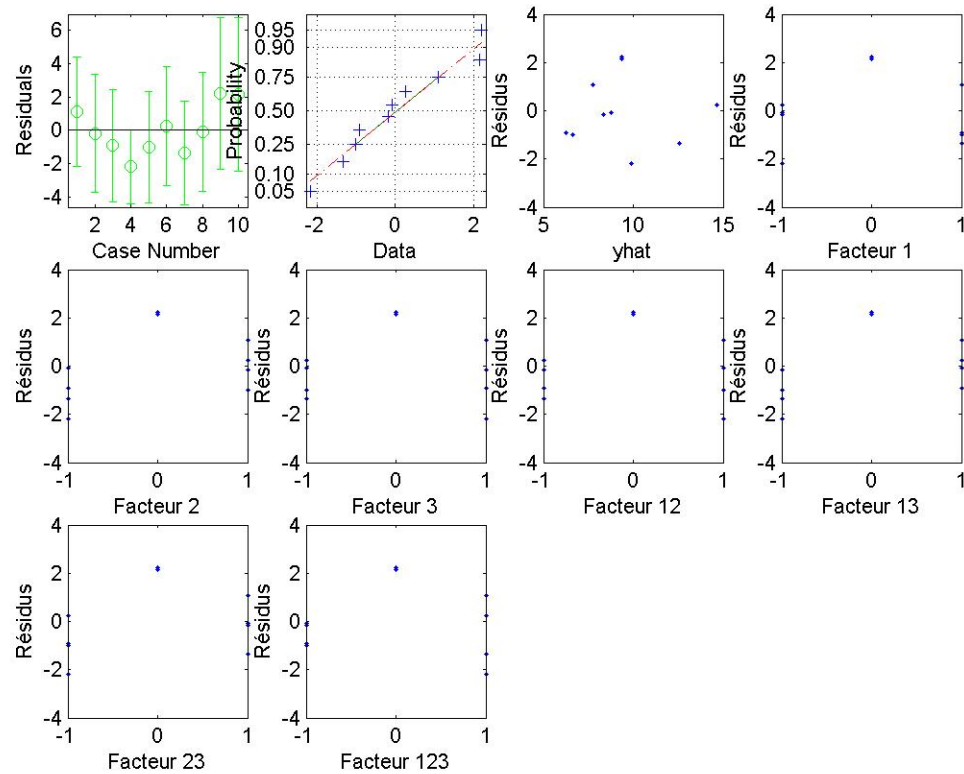
R^2	MS_R / MS_E	Probabilité 1-F()
0,756	3,874	0,085
R^2 ajusté	MS_R / MS_E	Probabilité 1-F()
0,561	2668,400	0,014

Dans ce cas, pour le premier test, l'hypothèse nulle est acceptée, car 0,085 est plus grand que le niveau de confiance, soit $\alpha = 0,05$. Le modèle doit alors être modifié en enlevant ou en ajoutant des paramètres comme le confirment également les coefficients de détermination. Le second test n'est plus nécessaire pour valider le modèle. Afin de recalibrer le modèle, un intervalle de confiance (tableau 23) est calculé sur chacun des paramètres afin de vérifier lesquels incluent le zéro. Advenant l'inclusion de la valeur nulle, le paramètre est alors rejeté.

Tableau 23 : Intervalles de confiance sur les paramètres de la première régression de la réponse Y_1

Paramètre	Minimum	$\hat{\beta}_i$	Maximum
β_0	7,768	9,361	10,954
β_1	-2,843	-1,061	0,720
β_3	-3,080	-1,299	0,483
β_4	-2,870	-1,089	0,693
β_7	0,075	1,856	3,638

Statistiquement, seul le paramètre β_7 est accepté. Cependant, l'analyse des résidus de modélisation permet de vérifier les relations entre les variables et le modèle. Le graphique suivant montre les diverses analyses des résidus réalisées.



Graphique 7: Analyses des résidus de régression de la modélisation Y_1

L'analyse des résidus permet également de valider les quatre hypothèses de départ. Sur le graphique 7, les graphiques sont désignés de 1 à 10 le premier étant en haut à gauche. Le graphique 7-1 met en évidence les intervalles de confiance des résidus. Ainsi, tous les résidus incluent le zéro, donc leur moyenne est nulle. Ensuite, le graphique 7-2 montre que les résidus suivent la loi normale. Le graphique 7-3 met en relation les résidus et les réponses estimées. Aucune tendance n'y est perceptible. Les graphiques suivants font le même exercice, mais pour chaque variable. De ceux-ci, il est possible de déceler une tendance quadratique chez les graphiques de 7-4 à 7-5. Alors, un paramètre quadratique est ajouté pour vérifier l'ordre des réponses. Le modèle prend alors la forme suivante :

$$Y_{1b} = \beta_0 + \beta_1 X_1 + \beta_3 X_3 + \beta_4 X_4 + \beta_7 X_7 + \beta_2 X_1^2 \quad \text{Éq. 10}$$

Ce modèle n'est pas significatif non plus selon les résultats des tests d'hypothèses avec une probabilité Fisher de 8,49%. Après plusieurs essais avec des modèles quadratiques

composés de différents paramètres, seul le modèle incluant tous les paramètres affiche des intervalles significatifs. Le tableau 24 montre ces paramètres :

Tableau 24 : Intervalles de confiance sur les paramètres de la troisième régression de la réponse Y_1

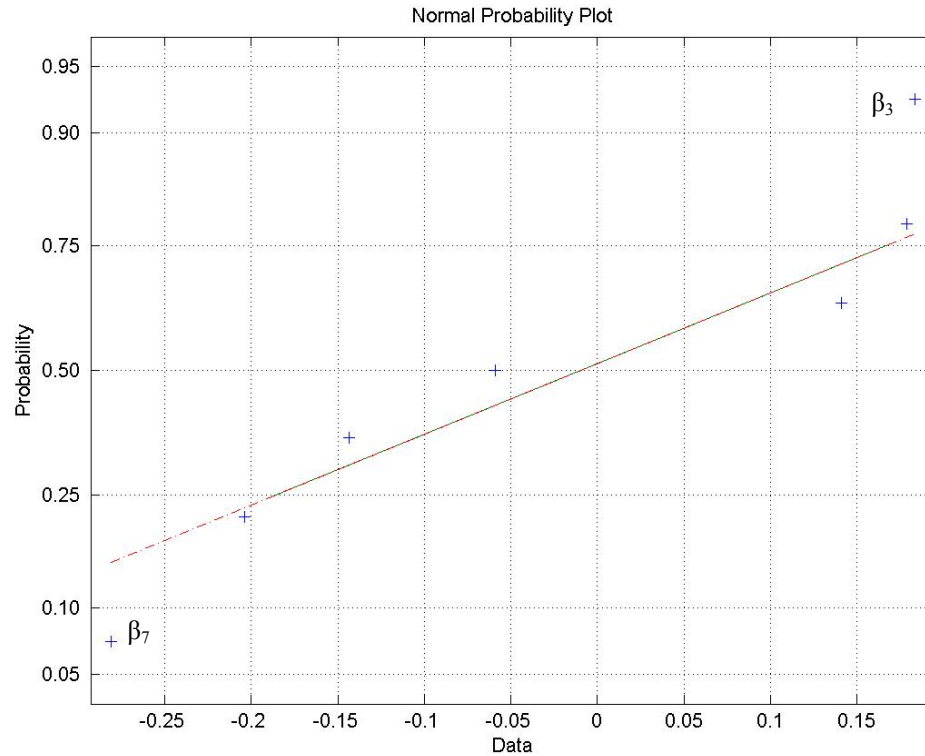
Paramètre	Minimum	$\hat{\beta}_i$	Maximum
β_0	11.159	11.54	11.921
β_1	-1.252	-1.061	-0.871
β_2	0.393	0.584	0.774
β_3	-1.489	-1.299	-1.108
β_4	-1.279	-1.089	-0.898
β_5	0.443	0.634	0.824
β_6	0.228	0.419	0.609
β_7	1.666	1.856	2.047
β_8	-3.150	-2.724	-2.298
β_Q	11.159	11.540	11.921

Le modèle présenté à l'équation 10 serait significatif selon l'analyse des intervalles de confiance. Par contre, au niveau statistique, la probabilité Fisher du premier test est de 0,01 ce qui est beaucoup plus faible que le niveau de confiance. De plus, l'examen du *lack-of-fit* (LOF) montre aussi que la différence entre les erreurs du modèle et les erreurs expérimentales est nulle. Par conséquent, la régression modélise les erreurs expérimentales et le bruit. C'est qu'en utilisant tous les paramètres, le modèle n'a plus de degré de liberté. Bref, il manque d'informations sur la récupération de solide pour bien modéliser les effets des variables sélectionnées.

5.2. Modélisation de la réponse Y_2 : concentration en soufre

La seconde réponse observée est la concentration en soufre dans le concentré. Cette réponse devrait être fonction de la granulométrie, de la concentration en collecteur, en moussant et en activant et du pH. Elle est un signe de la flottation des sulfures et dénote une relation avec la teneur en ÉGP.

Suite à une régression linéaire par moindres carrés, le graphique suivant de la probabilité normale est obtenu.



Graphique 8: Graphique de probabilité normale des paramètres pour Y_2

La démarche de régression linéaire utilisée n'a pas donnée de résultats concluants avec aucune combinaison de paramètres même d'ordre supérieur à un. Une seconde démarche de validation des paramètres, soit l'approche pas à pas, a donc été utilisée pour vérifier si un modèle peut relier les variables aux résultats de la concentration en soufre. Cette approche permet d'évaluer le modèle un paramètre après l'autre. Les outils d'analyse demeurent les mêmes que la méthode précédente. Le tableau suivant montre les statistiques Fisher pour les sept paramètres évalués individuellement.

Tableau 25 : Résultats des tests d'hypothèses pour chaque paramètre de la réponse Y_2

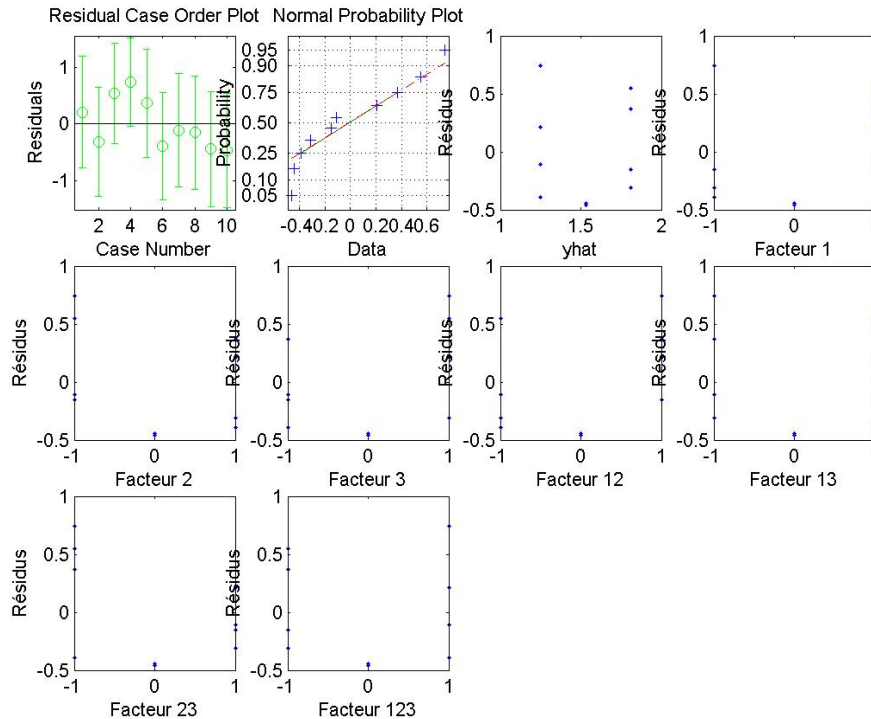
Modèle	R^2	MS_R / MS_E	Probabilité 1-F()
$Y_2 = \beta_0 + \beta_1 X_1$	0,068	0,582	0,467
$Y_2 = \beta_0 + \beta_2 X_2$	0,070	0,605	0,459
$Y_2 = \beta_0 + \beta_3 X_3$	0,115	1,038	0,338
$Y_2 = \beta_0 + \beta_4 X_4$	0,109	0,975	0,352
$Y_2 = \beta_0 + \beta_5 X_5$	0,012	0,095	0,766
$Y_2 = \beta_0 + \beta_6 X_6$	0,141	1,315	0,284
$Y_2 = \beta_0 + \beta_7 X_7$	0,269	2,945	0,124

Le paramètre ayant la meilleure statistique est β_7 . Malgré tout, 0,124 est plus élevée que la limite de confiance $\alpha = 0,05$. Aucun paramètre ne peut donc modéliser significativement la concentration en soufre. La table d'Anova suivante calculée pour le paramètre β_7 permet d'expliquer cette difficulté.

Tableau 26 : Résultats de la table d'Anova du paramètre β_7 pour la réponse Y_2

MS_{LOF} / MS_{EP}	Probabilité 1-F()	R^2
1227,8	0,0220	0,269
MS_R / MS_E	Probabilité 1-F()	R^2 ajusté
2,944	0,124	0,178

L'hypothèse nulle du premier test d'hypothèses selon laquelle aucun paramètre n'est significativement différent de zéro est acceptée. Le modèle est donc rejeté. Pour que le modèle soit accepté, le niveau de confiance doit être abaissé à un niveau tel que la probabilité 1-F() soit $< 1-\alpha$. Le deuxième test d'hypothèses sur le modèle, dont la probabilité 1-F(MS_{LOF} / MS_{EP}) = 0,022, se résume par un rejet de l'hypothèse nulle. Ceci signifie que les erreurs expérimentales et les erreurs de mesures n'expliquent pas la variance des erreurs. Il y a donc un LOF, c'est-à-dire des erreurs inexpliquées. L'analyse des résidus de modèle fourni d'autres informations pouvant aider à expliquer le problème. La figure 23 montre les graphiques d'analyse des résidus :



Graphique 9: Analyses des résidus de la régression sur Y_2

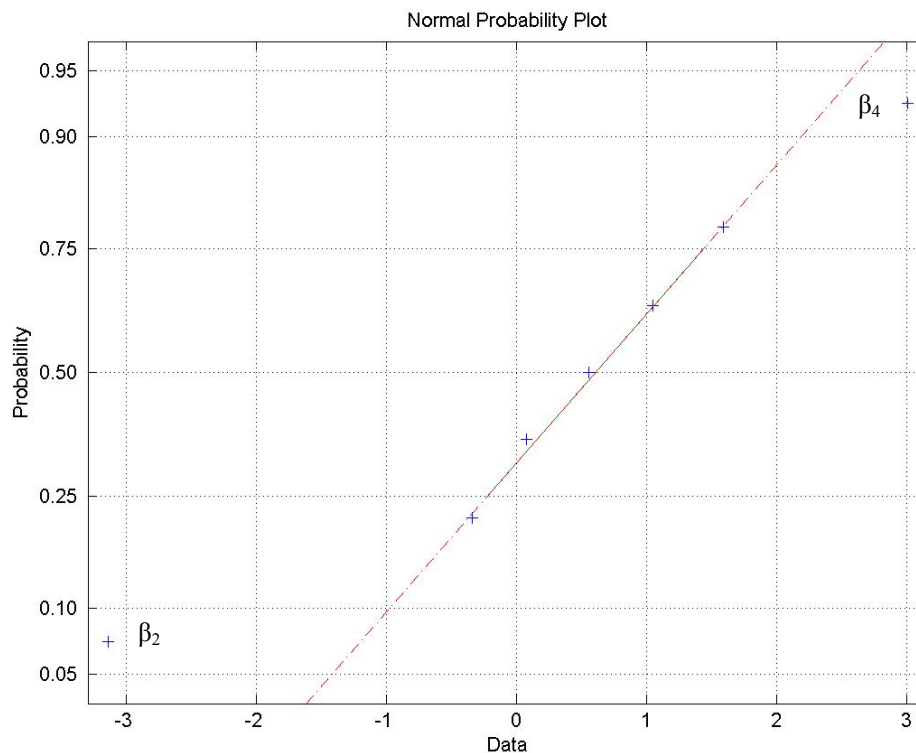
Selon le graphique 9-1, tous les résidus incluent le zéro, donc leur moyenne est nulle. Le graphique 9-2 montre que les résidus suivent la loi normale. Enfin, aucune tendance n'est perceptible dans les graphiques 9-3 à 9-10 entre les résidus et la réponse ainsi qu'entre les variables et les résidus. Bref, aucun indice supplémentaire ne permet d'expliquer le LOF. Pour cette réponse, les données ne peuvent être modélisées de façon significative, du moins avec ces méthodes de modélisation.

La régression Ridge, qui réduit l'importance de la variance en biaisant les données, pourrait mieux modéliser la réponse. Pour se faire, la grandeur du biais (k) doit être déterminée par la trace de Ridge. Cette dernière est obtenue en comparant les paramètres en fonction de k . Cette technique de modélisation n'a cependant pas été abordée.

5.3. Modélisation de la réponse Y_3 : récupération du soufre

La troisième réponse observée est la récupération en soufre. Cette réponse devrait évoluer en fonction de la granulométrie, de la concentration en collecteur, en moussant et en activant ainsi que du pH. Elle est un signe de la flottation des sulfures de cuivre et de nickel et possède une relation avec la récupération des ÉGP.

Suite à une régression linéaire par moindres carrés, le graphique suivant de la probabilité normale est obtenu :



Graphique 10: Graphique de probabilité normale des paramètres pour Y_3

Les différentes combinaisons de paramètres ont conduit à l'obtention d'un modèle quadratique pour répondre à la récupération du soufre. Pour s'en assurer, un test statistique sur les effets non-linéaires est réalisé dont les hypothèses sont présentées ci-dessous.

$$H_0: \bar{Y}_{PC} = \bar{Y}$$

où $\bar{Y}_{PC}$ = Moyenne des réponses des points
centraux

$\bar{Y}$ = Moyenne des réponses sans les points
centraux

$$H_1: \bar{Y}_{PC} \neq \bar{Y}$$

L'hypothèse nulle stipule que la moyenne des points centraux du plan d'expériences est égale à la moyenne des réponses si les points centraux en sont exclus. L'acceptation de cette hypothèse indique que la réponse ne suit pas une tendance quadratique. La statistique Student a été utilisée pour les calculs à un niveau de confiance de 95%.

$$\frac{\bar{Y} - \bar{Y}_{PC}}{S_p \sqrt{\frac{1}{n_{PC}} + \frac{1}{n}}} \sim t_{n_{PC} + n - 2} \quad \text{Éq. 11}$$

où n = nombre de réponses sans
les points centraux

n_{PC} = nombre de points
centraux

S_p^2 = Estimé de la variance

$$\frac{65,91 - 62,33}{5,50 \sqrt{\frac{1}{2} + \frac{1}{8}}} = 0,8231 \sim t_8 \quad \text{Éq. 12}$$

La probabilité d'avoir une valeur plus grande que 0,823 selon une loi Student avec 8 degrés de liberté est de 0,217. Cette valeur dépasse largement le niveau de confiance de 0,05 ce qui mène au rejet de l'hypothèse nulle. Il y a donc des effets non-linéaires perceptibles qui seront caractérisés par une régression linéaire sur le modèle représenté par l'équation 13.

$$Y_{3c} = B_0 + B_1 X_1 + B_2 X_2 + B_4 X_4 + B_7 X_7 + B_1^2 X_1^2 \quad \text{Éq. 13}$$

Le tableau suivant montre l'estimation des paramètres du modèle :

Tableau 27 : Estimés des paramètres et leur intervalle de confiance de la troisième régression de Y_3

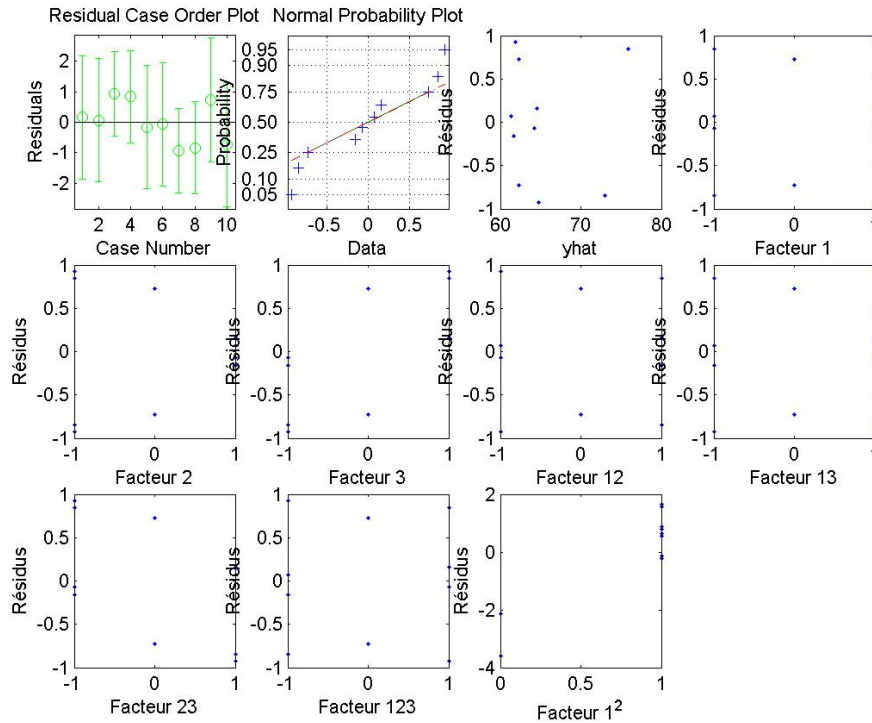
Paramètre	Minimum	$\hat{\beta}_i$	Maximum
β_0	60.303	62.33	64.357
β_1	-3.7323	-2.7188	-1.7052
β_2	-3.9873	-2.9738	-1.9602
β_4	1.8527	2.8662	3.8798
β_7	0.43518	1.4487	2.4623
β_1^2	1.3148	3.5812	5.8477

Tous les paramètres sont significatifs. Le modèle semble a priori adéquat. L'analyse statistique du modèle est complétée par la table d'Anova ci-dessous.

Tableau 28 : Table d'Anova du modèle Y_{3c}

R^2	MS_R / MS_E	Probabilité 1-F()
0,982	43,692	0,001
R^2 ajusté	MS_R / MS_E	Probabilité 1-F()
0,960	1,000	0,609

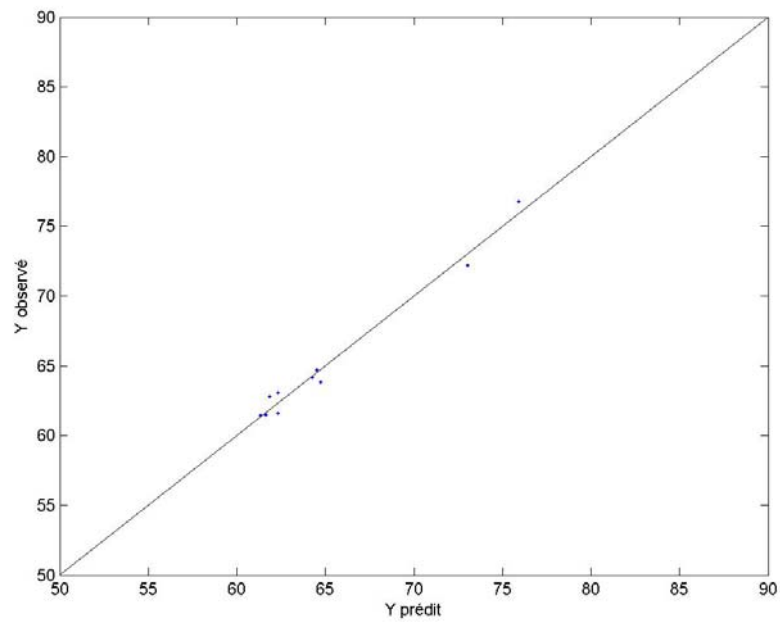
Selon les résultats du test Fisher, il est possible d'affirmer à 99,9% de confiance que la régression est significative. L'hypothèse nulle du premier test est alors refusée et le modèle accepté. L'examen du LOF montre également que les résidus de modélisation sont explicables par la variance des données acceptant ainsi l'hypothèse nulle. L'examen des résidus, présentés dans la figure qui suit, permet de déterminer si d'autres paramètres peuvent s'ajouter au modèle :



Graphique 11: Analyses des résidus de la régression sur Y_{3c}

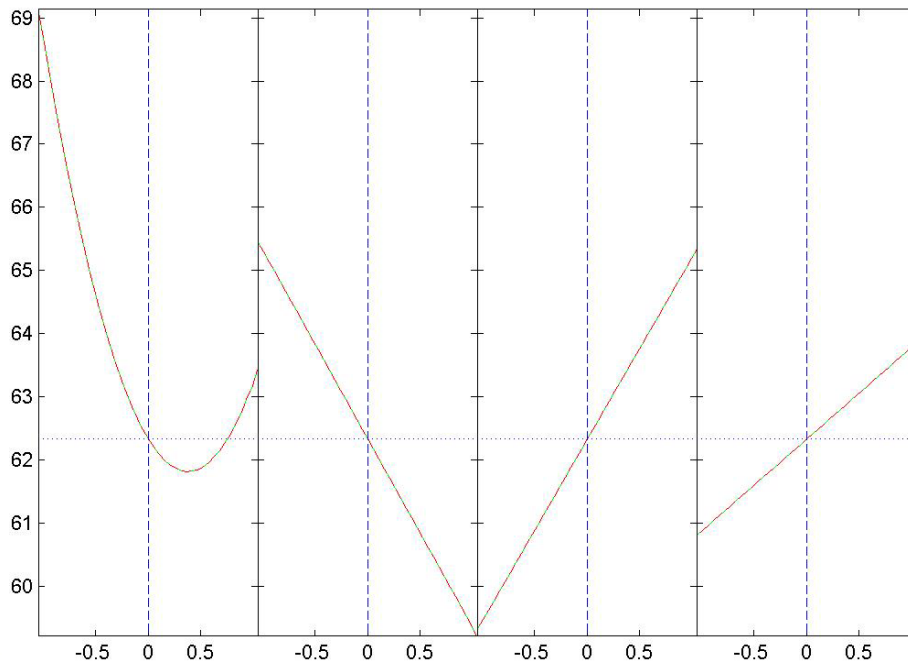
Le graphique 11-1 démontre que la moyenne des erreurs est nulle. Le graphique 11-2 montre que les résidus suivent relativement bien la loi normale. Enfin, aucune tendance n'est perceptible entre les résidus et la réponse sur le graphique 11-3. Toutefois, une tendance linéaire est perceptible entre les résidus et le facteur 2 (graphique 11-5) ainsi que le facteur 23 (graphique 11-9). Cependant, après une régression sur un modèle incluant ces derniers facteurs, les statistiques et les intervalles montrent qu'ils ne sont pas significatifs.

Le modèle Y_{3c} est donc celui qui semble modéliser le mieux la récupération du soufre dans la plage expérimentale des différents facteurs étudiés. Le graphique 12 met en relation les réponses vraies et leur prédiction respective. La droite marque une estimation parfaite des réponses, c'est-à-dire un R^2 de 1. Le modèle semble bien estimer les réponses, car les résultats la suivent bien.



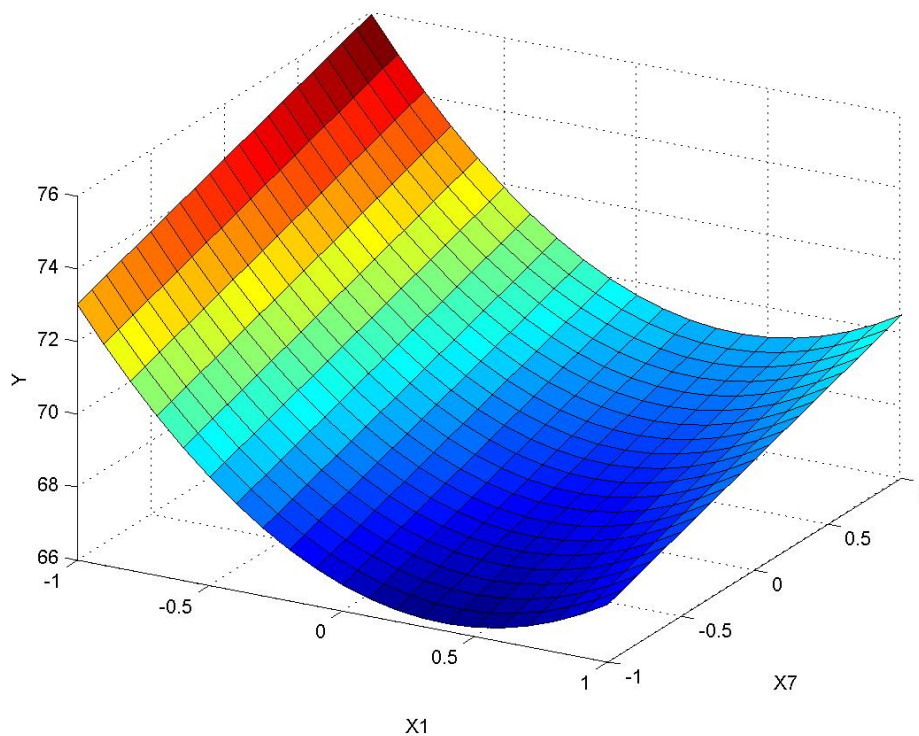
Graphique 12: Réponses estimées en fonction des Y_3 observés

La modélisation est représentée de deux façons. Premièrement, dans le graphique 13 où l'influence de chaque variable est tracée en fonction du modèle.



Graphique 13: Influence des facteurs X_1 , X_2 , X_4 et X_7 sur la récupération du soufre

L'influence du facteur 1, soit la granulométrie de l'échantillon est une fonction quadratique. Elle est confondue avec l'interaction entre la concentration en activant et le pH. Le maximum de cette courbe se situe lorsque $X_1 = -1$. C'est-à-dire qu'une meilleure récupération du soufre est obtenue avec une granulométrie à 80% passant 20 μ m et 50g/t de CuSO₄ à un pH de 8 ou sans CuSO₄ à un pH de 11. La deuxième variable, soit la concentration en collecteur et en moussant ainsi que l'interaction entre la présence d'activant et de déprimant, présente également son maximum à $X_2 = -1$. De meilleurs résultats auraient donc été obtenus à 80g/t de collecteur et de moussant plutôt qu'à 100g/t. Similairement pour l'interaction entre l'activant et le déprimant, ils semblent avoir des effets positifs seulement lorsque l'un est utilisé sans l'autre. La troisième variable d'influence de la récupération du soufre est constituée de l'interaction entre la granulométrie et la concentration en collecteur ainsi que le pH et la concentration en déprimant. Elle influence le plus lorsque sa valeur est 1. Donc, selon les résultats de la modélisation, la récupération du soufre est plus élevée lorsque moins de collecteur et de moussant sont utilisés avec une granulométrie fine ou inversement pour une granulométrie élevée. L'efficacité du déprimant est plus importante lorsque le pH est élevé, par contre, il serait préférable d'ajuster le pH à 8 lorsqu'il n'y a pas de déprimant. Enfin, la dernière variable, X_7 , offre également un maximum à 1 ce qui implique qu'à concentration élevée, les surfactants sont plus efficaces à un pH de 11, mais un pH de 8 serait recommandé pour une concentration plus faible. D'autre part, une granulométrie fine serait entravée par la présence de déprimant alors que ce dernier favoriserait la flottation des sulfures pour une granulométrie plus grossière. Pour aider à visualiser ces effets divers, la surface de réponse de Y en fonction de X_1 et X_7 a été tracée pour des valeurs de X_2 et X_4 fixées respectivement à -1 et 1.



Graphique 14: Surface des réponses pour le modèle Y_{3c} lorsque $X_2 = -1$ et $X_4 = 1$

Bref, toujours selon le modèle Y_{3c} et à l'intérieur de la plage expérimentale, la récupération du soufre serait maximale pour une granulométrie de l'échantillon à 80% passant $20\mu\text{m}$, une concentration en amyle xanthate de potassium (AERO 350) et en moussant (F579) de 80 g/t, à un pH de 8 et une concentration en activant de 50 g/t.

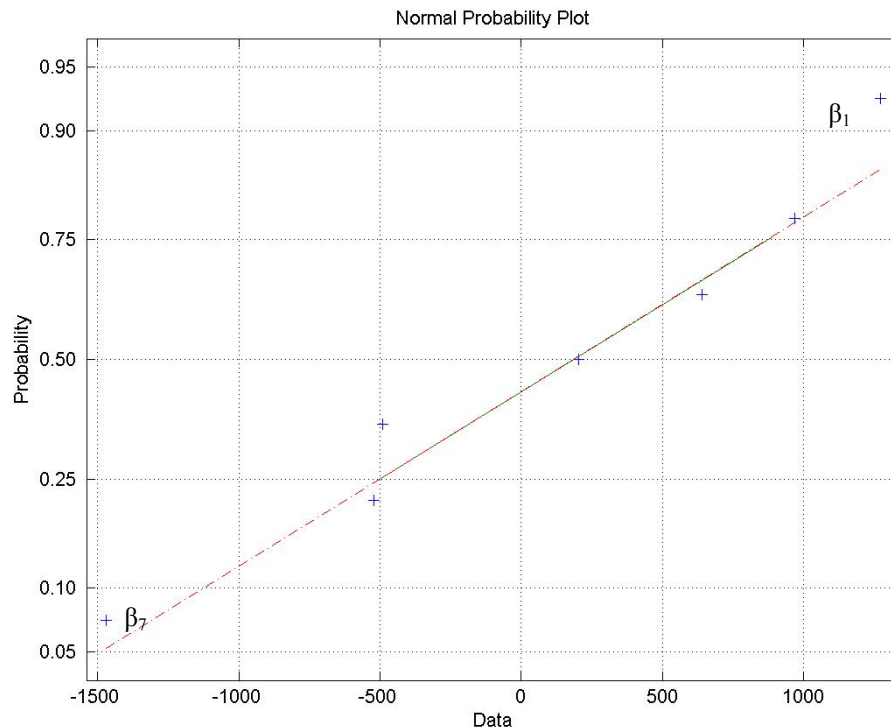
Il est fort probable que l'augmentation de la récupération du soufre lorsque les particules sont fines est due à une plage granulométrique plus restreinte. En effet, il existe différentes cinétiques de flottation pour les fines, les moyennes et pour les grosses particules (Pease, Curry et Young, 2006). Dans un même environnement, les classes se nuisent entre elles, mais prises séparément, la flottation sera beaucoup plus performante; ceci démontrant l'effet de la variable 1. La classe sous $20\mu\text{m}$ flotte très bien lorsqu'elle est seule, mais nuit significativement à la flottation lorsqu'elle est une fraction d'un ensemble granulométrique plus large. Sa proportion par rapport aux autres classes aurait également un effet sur les performances minéralurgiques. Ce phénomène est observable en comparant les résultats de récupération du soufre avec les échantillons à 80% passant

60 μ m et ceux à 100 μ m. Sachant que le premier est issu d'un tamisage à 86 μ m du second, la proportion de particules très fines (20 μ m) a donc augmentée par rapport à sa valeur initiale. Par conséquence, les performances de la flottation s'en sont retrouvées d'autant diminuées.

5.4. Modélisation de la réponse Y_4 : concentration en cuivre dans le concentré

La quatrième réponse observée est la concentration en cuivre. Cette réponse devrait être fonction de la granulométrie, de la concentration en collecteur, en moussant et en activant et du pH.

Suite à une régression linéaire par moindres carrés, le graphique suivant de la probabilité normale est obtenu :

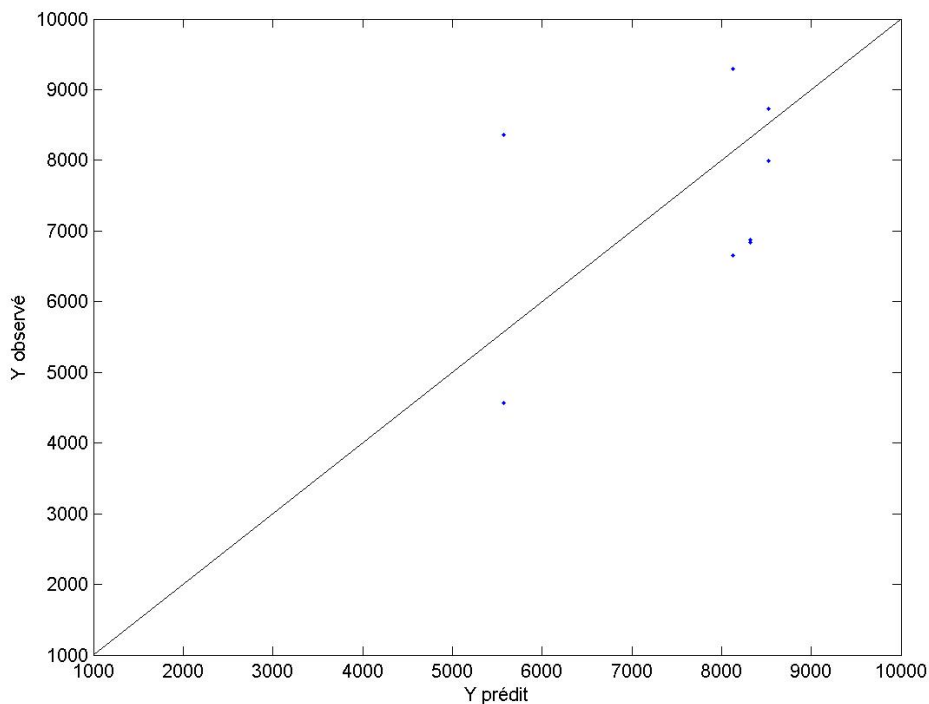


Graphique 15: Graphique de probabilité normale des paramètres pour Y_4

Aucun modèle ne s'est distingué comme étant significatif dans les conditions de confiance établies. Seule la combinaison linéaire suivante s'approchait d'un modèle significatif :

$$Y_{4a} = B_0 + B_1 X_1 + B_7 X_7 \quad \text{Éq. 14}$$

Cependant, le second test statistique révèle la présence d'un LOF (manque de correspondance) entre les réponses estimées et les réponses vraies. De plus, l'intervalle de confiance sur le paramètre β_1 inclut le 0 le rendant ainsi non-significatif. Le modèle Y_{4a} n'est donc pas adéquat, mais il demeure le meilleur modèle parmi ceux expérimentés. Par ailleurs, diminuer le niveau de confiance à 92,5% élargit l'intervalle de confiance du paramètre β_1 au point d'exclure le 0, mais ne change en rien le LOF. Aucun modèle ne peut être tracé avec les données de concentration du cuivre dans les conditions expérimentales actuelles. Le graphique suivant met en relation les réponses vraies et leur prédiction respective :

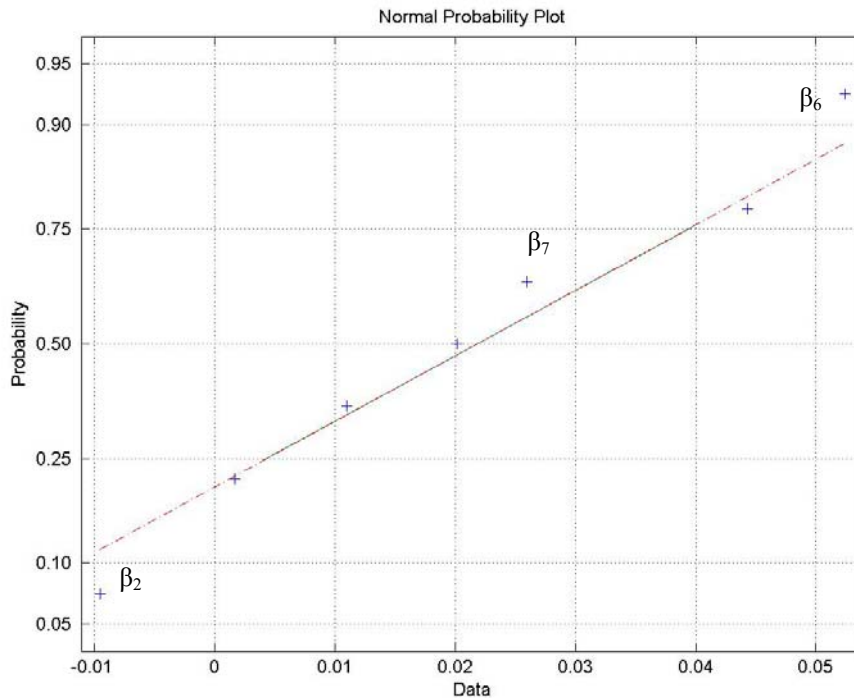


Graphique 16: Réponses estimées en fonction des Y_4 observés

L'estimation des réponses est relativement loin des valeurs réelles. Pour diminuer l'influence du LOF, plus d'expériences devraient être réalisées pour mieux voir la tendance à laquelle le facteur répond. Il se peut également que la concentration en cuivre dans le concentré réponde à un modèle non-linéaire.

5.5. Modélisation de la réponse Y_5 : récupération en cuivre

La cinquième réponse observée est la récupération du cuivre. Cette réponse devrait être fonction de la granulométrie, de la concentration en collecteur et en moussant et du pH. Suite à une régression linéaire par moindres carrés, le graphique suivant de la probabilité normale est obtenu :



Graphique 17: Graphique de probabilité normale des paramètres pour Y_5

Les différentes combinaisons de paramètres ont menées à l'élaboration du modèle quadratique représentée à l'équation 15.

$$Y_{5d} = \beta_0 + \beta_1 X_1 + \beta_5 X_5 + \beta_6 X_6 + \beta_7 X_7 + \beta_5^2 X_5^2 \quad \text{Éq. 15}$$

La validation des paramètres par le calcul des intervalles de confiance avec un $\alpha = 0,05$ est résumé dans le tableau suivant :

Tableau 29 : Estimés des paramètres et leur intervalle de confiance de la troisième régression de Y_5

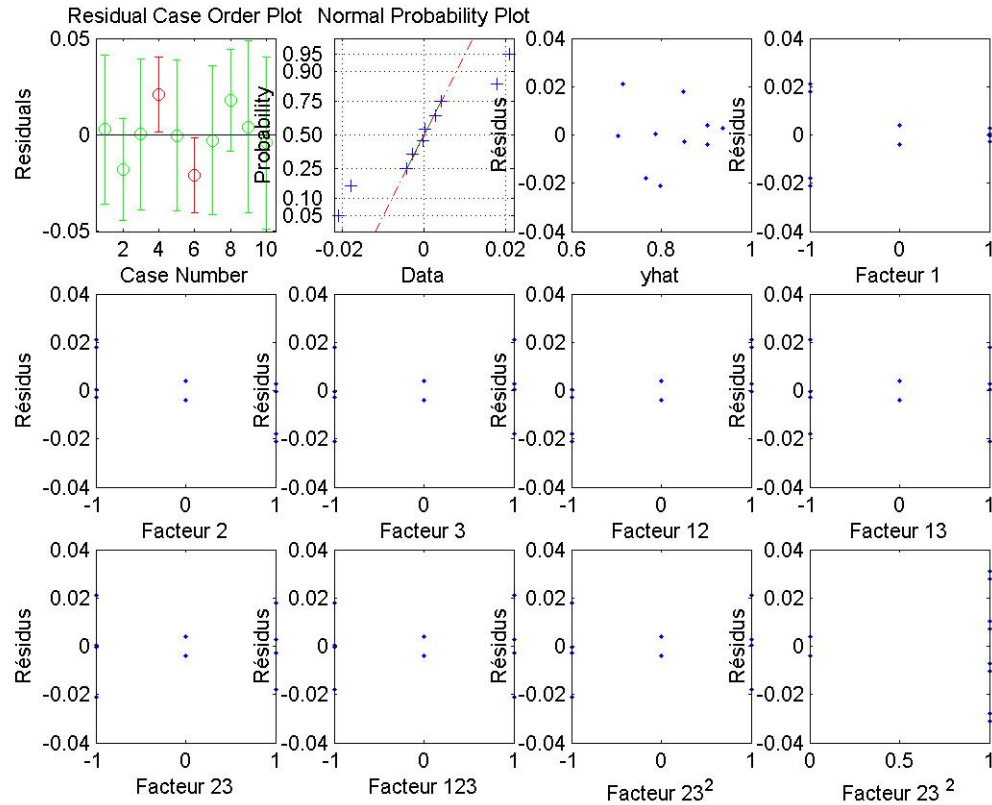
Paramètre	Minimum	$\hat{\beta}_i$	Maximum
β_0	0,864	0,903	0,942
β_1	-0,0003	0,019	0,039
β_5	0,022	0,042	0,061
β_6	0,030	0,050	0,069
β_7	0,005	0,025	0,044
β_5^2	-0,146	-0,102	-0,059

Selon l'analyse des intervalles de confiance, presque tous les paramètres sont significatifs. Par contre, l'intervalle sur le paramètre 1 est si près d'exclure le 0, qu'il est considéré significatif. Le modèle semble a priori adéquat. Le tableau suivant montre les résultats du 1^{er} et du 2e test d'hypothèses ainsi que les coefficients de détermination pour le modèle Y_{5d} .

Tableau 30 : Table d'Anova du modèle Y_{5d}

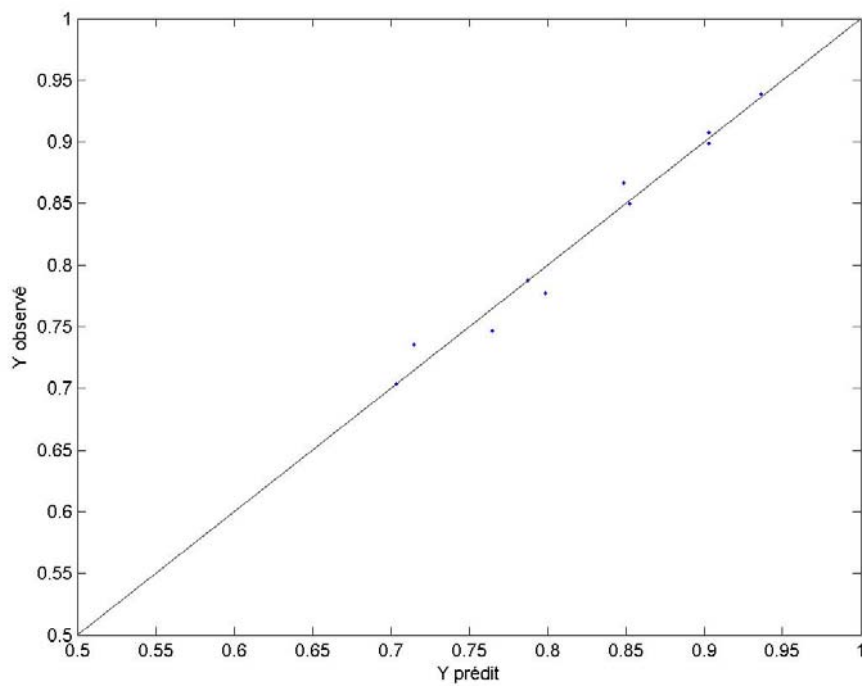
R2	MSR/ MSE	Probabilité 1-F()
0,974	29,745	0,003
R ² ajusté	MS _{LOF} / MS _{EP}	Probabilité 1-F()
0,941	14,866	0,188

Selon les résultats du test Fisher, il est possible d'affirmer à plus de 99% de confiance que la régression est significative. L'hypothèse nulle est alors refusée et le modèle accepté. Le second test statistique révèle qu'il n'y a pas de LOF entre les estimés et les réponses vraies. Le modèle Y_{5d} est donc adéquat. L'examen des résidus présentés dans le graphique 18 permet de déterminer si d'autres paramètres peuvent s'ajouter au modèle :



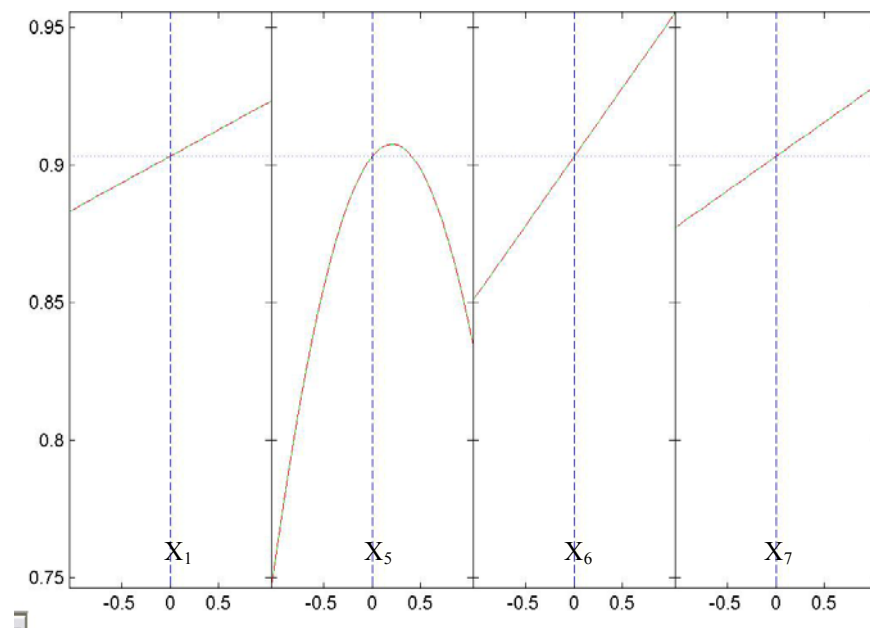
Graphique 18: Analyses des résidus de régression Y_{5d}

Le graphique 18-1 démontre que la moyenne des erreurs est nulle. Le graphique 18-2 montre que les résidus suivent relativement bien la loi normale. Enfin, aucune tendance n'est perceptible entre les résidus et la réponse dans le graphique 18-3. Une forme d'entonnoir est présente dans le graphique 18-4. Étant donné que c'est le seul facteur à être ainsi corrélé, il n'est pas justifiable de procéder à une pondération des réponses. Le graphique 19 met en relation les réponses vraies et leur prédiction respective. Le modèle semble bien estimer les réponses, car les résultats suivent bien la droite.



Graphique 19: Réponses estimées en fonction des Y_5 observés

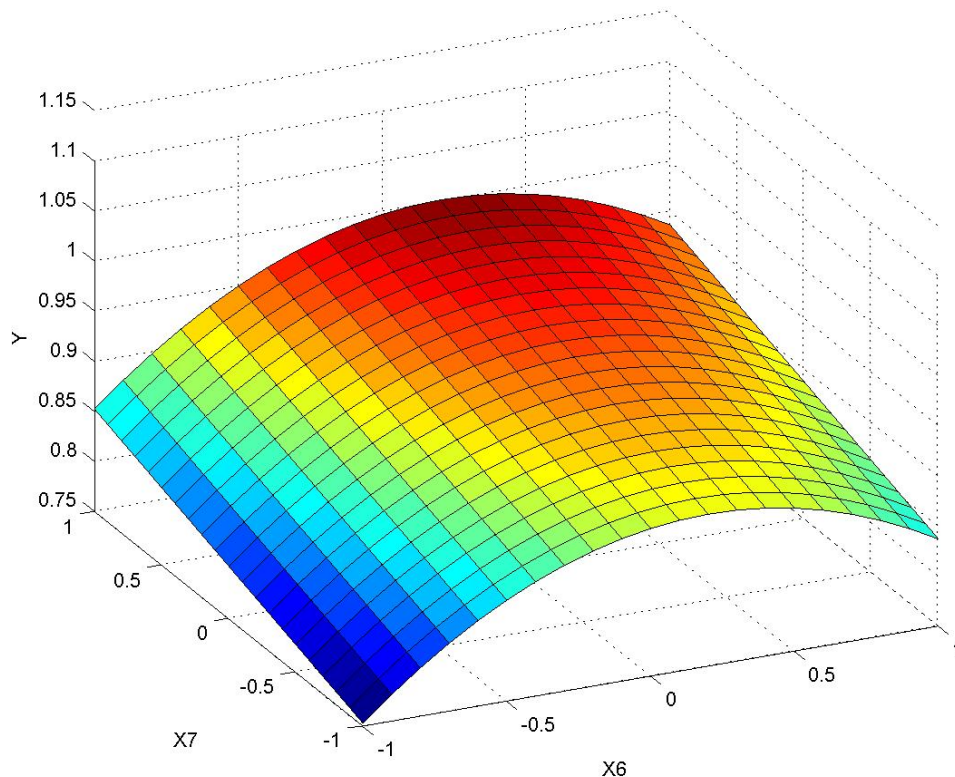
L'effet des variables modélisées est présenté graphiquement par le graphique 20 dans lequel l'influence de chaque variable est tracée en fonction du modèle.



Graphique 20: Influence des facteurs X_1 , X_5 , X_6 et X_7 sur la récupération du cuivre

Avant l'analyse du graphique précédent, il importe de préciser que certains facteurs sont confondus avec une interaction impliquant la concentration en activant. Par analyse logique, le dosage d'activant ne peut avoir une influence significative sur la récupération du cuivre. C'est que le mécanisme d'activation des particules minérales par le sulfate de cuivre ne peut pas affecter les particules de chalcoppyrite. De plus, il est établi que l'ajout de sulfate de cuivre ne cause aucune désorption du xanthate ou du dixanthogène de la surface minérale. Il est donc très peu probable que la chalcoppyrite ait été activée.

La première variable, soit la granulométrie, présente son maximum à $X_1 = 1$. De meilleurs résultats auraient donc été obtenus avec une granulométrie à 80% passant 100 μ m. L'influence du facteur 5, soit le pH suit une fonction quadratique. Le maximum de cette courbe se situe lorsque $X_5 = 0,2$ ce qui correspond à un pH d'environ 9,75. La troisième variable d'influence de la récupération du cuivre est la concentration en déprimant. Son influence gagne en importance lorsque sa valeur est 1. Donc, selon les résultats de la modélisation, la récupération du cuivre est plus élevée lorsqu'il y a plus de déprimant. Enfin, la dernière variable, X_7 , offre également un maximum à 1 ce qui implique qu'à concentration élevée, les surfactants sont plus efficaces à un pH de 11, mais un pH de 8 serait recommandé pour une concentration plus faible. D'autre part, une granulométrie fine serait entravée par la présence de déprimant alors que ce dernier favoriserait la flottation de la chalcoppyrite pour une granulométrie plus grossière. Pour aider à visualiser ces effets divers, la surface de réponse de Y en fonction de X_6 et X_7 a été tracée au graphique 21 pour des valeurs de X_1 et X_5 fixées à 1.



Graphique 21: Surface des réponses pour le modèle Y_{5d} lorsque $X_2 = 1$ et $X_7 = 1$

Selon le modèle Y_{5d} et à l'intérieur de la plage expérimentale, la récupération du cuivre serait maximale lorsque la granulométrie de l'échantillon est à 80% passant 100 μ m, la concentration en amyle xanthate de potassium (AERO 350) et en moussant (F579) est d'environ 90 g/t, à un pH de 9,7, une concentration en déprimant de 100 g/t et la concentration en activant n'a peu d'influence.

La chalcopirite est un sulfure relativement facile à flotter en raison de ses liaisons covalentes faiblement polaires et sa composition chimique assez uniforme. D'ailleurs, les résultats de récupération obtenus variant entre 70% et 94%, démontrent bien que le cuivre a mieux réagi à la flottation que le nickel. Plusieurs autres facteurs pourraient expliquer cette différence. D'abord, les particules de chalcopirite pourraient être plus grosses et, par conséquent, avoir une plus grande surface de contact. Elles seraient ainsi mieux libérées. Un signe que la taille des sulfures de cuivre est plus élevée que celle des sulfures de nickel est la granulométrie optimale à 80% passant 100 μ m pour le premier comparé à

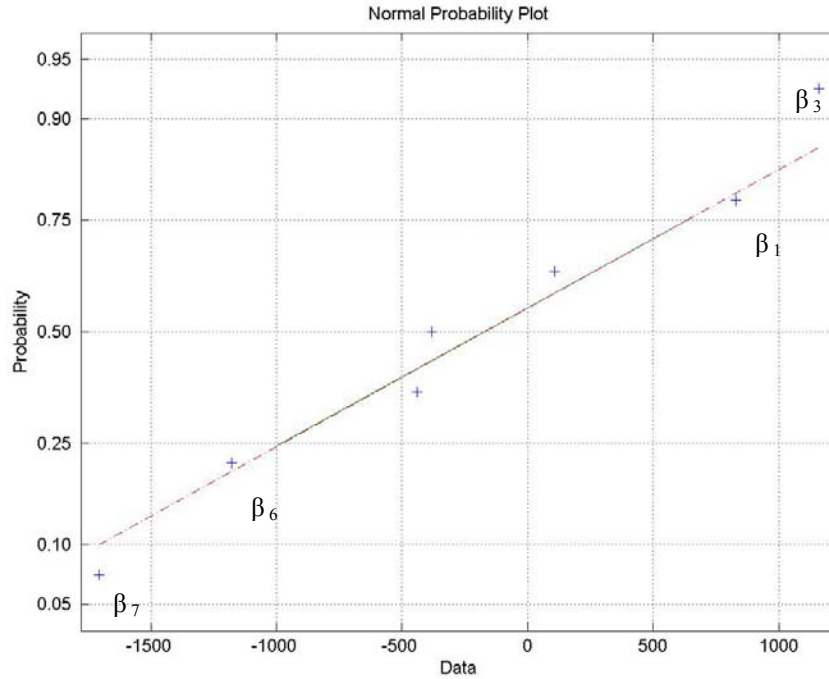
20µm pour le second. Ensuite, l'état de surface de la chalcopyrrite peut être moins oxydé et donc favoriser sa flottabilité.

L'incidence positive du déprimant sur la récupération du cuivre semble relativement importante. L'explication de ce résultat peut résider dans le mécanisme d'adsorption physique des colloïdes sur les particules de gangue activées ou non. En effet, une fois déprimée, la gangue laisse disponible plusieurs ions xanthates préalablement ou possiblement adsorbés à sa surface. L'ajout du CMC pourrait également inhiber la micellisation des ions xanthates ou dixanthogènes. Pour sa part, la concentration en collecteur affiche un optimum à un peu plus de 90 g/t. Le gain de performance entre 90 g/t et 100 g/t est relativement petit. Par contre, une concentration en collecteur à 80 g/t réduit passablement la récupération du cuivre. En résumé, il est préférable d'utiliser plus de collecteur.

5.6. Modélisation de la réponse Y_6 : concentration en nickel

La sixième réponse observée est la concentration en nickel. Cette réponse devrait varier selon la granulométrie, la concentration en collecteur et en moussant, le pH ainsi que l'activant.

Afin d'évaluer les paramètres potentiellement significatifs, le graphique de la probabilité normale est obtenu suite à une régression linéaire par moindres carrés, :



Graphique 22: Graphique de probabilité normale des paramètres pour Y_6

Les différentes combinaisons de paramètres pour la modélisation ont abouti au modèle quadratique suivant :

$$Y_{6b} = B_0 + B_1X_1 + B_3X_3 + B_6X_6 + B_7X_7 + B_{62}X_6^2 \quad \text{Éq. 16}$$

Une analyse des intervalles de confiance pour un $\alpha = 0,05$, résumée dans le tableau ci-dessous, permet de déterminer les paramètres significatifs.

Tableau 31 : Estimés des paramètres et leur intervalle de confiance de la seconde régression de Y_6

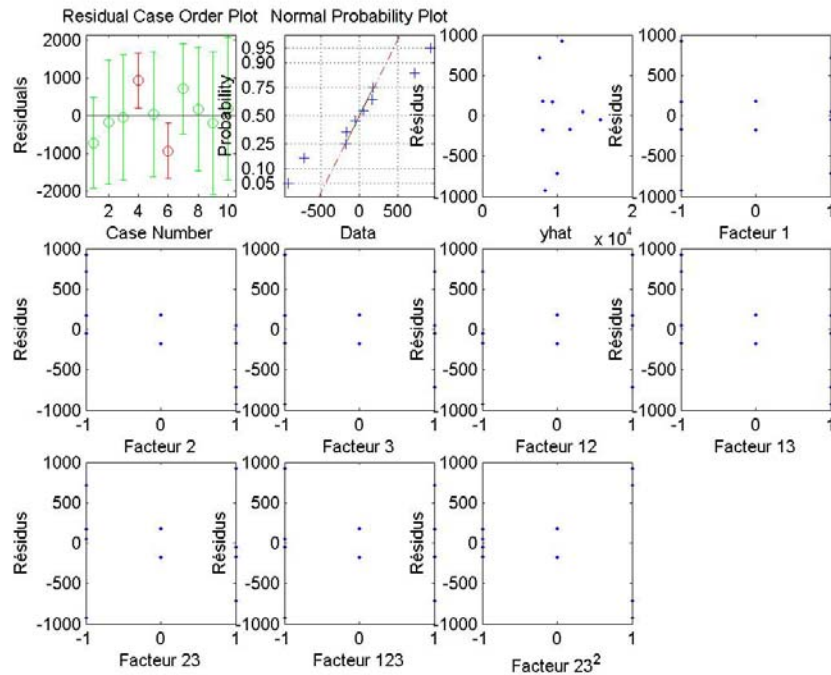
Paramètre	Minimum	$\hat{\beta}_i$	Maximum
β_0	6428,8	8088,3	9747,8
β_1	-0,4	829,4	1659,1
β_3	330,5	1160,3	1990,0
β_6	-2007,2	-1177,4	-347,7
β_7	-2536,6	-1706,8	-877,1
β_{62}	919,0	2774,4	4629,8

Seul l'intervalle sur le paramètre β_1 inclut le 0. Néanmoins, il est relativement très près de l'exclure. Il est donc considéré significatif comme tous les autres. Le tableau suivant montre les résultats du 1^{er} test d'hypothèse, de la valeur des coefficients de détermination et les résultats de l'étude du LOF pour le modèle Y_{6b} :

Tableau 32 : Table d'Anova du modèle Y_{6b}

R^2	MS_R / MS_E	Probabilité 1-F()
0,95659	17,63	0,00789
R^2 ajusté	MS_{LOF} / MS_{EP}	Probabilité 1-F()
0,90233	14,082	0,19286

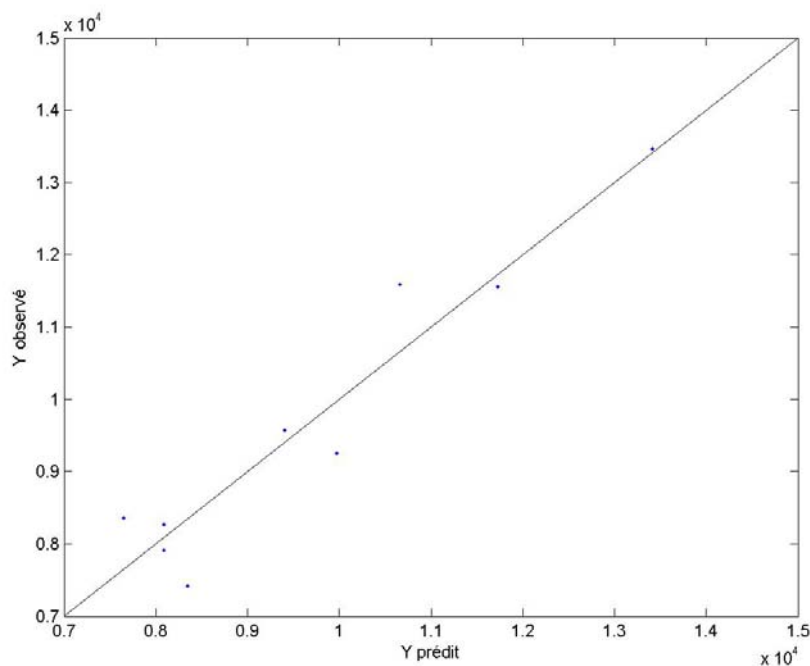
La probabilité que le ratio MS_R / MS_E soit plus grand que 17,63 est de 0,008 ce qui est nettement sous le niveau de confiance, soit $\alpha = 0,05$. L'hypothèse nulle est alors refusée et la régression est considérée significative. Le second test statistique révèle qu'il n'y a pas de LOF entre les estimés et les réponses vraies. De plus, les coefficients de détermination sont près de 1. Le modèle Y_{6b} est donc adéquat. L'examen des résidus présentés dans le graphique 23 permet de déterminer quels paramètres doivent être ajoutés.



Graphique 23: Analyses des résidus de régression Y_{6b}

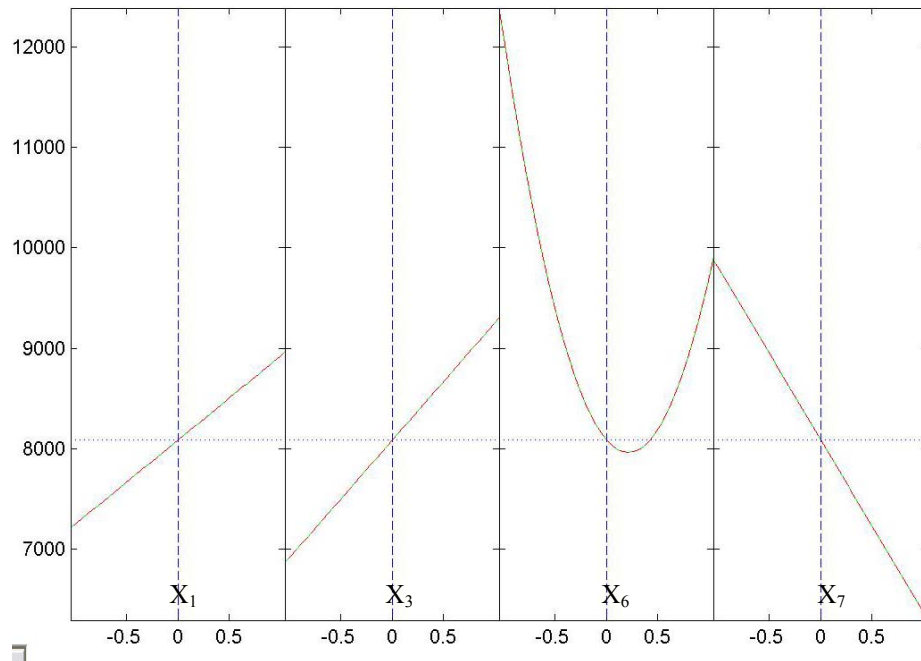
Le graphique 23-1 démontre que la moyenne des erreurs est nulle. Le graphique 23-2 montre que les résidus suivent relativement bien la loi normale. Enfin, aucune tendance n'est perceptible dans le graphique 23-3 entre les résidus et la réponse. Toutefois, une tendance linéaire est perceptible entre les résidus et les facteurs 2 et 5 dans les graphiques 23-5 et 23-8. Néanmoins, lorsque la modélisation inclut ces paramètres, l'examen du résultat mène à son rejet. Le modèle Y_{6b} est donc celui qui semble modéliser le mieux la teneur en nickel dans la plage expérimentale étudiée.

Le graphique suivant met en relation les réponses vraies et leur prédiction respective. Le modèle semble bien estimer les réponses, car les résultats suivent bien la droite.



Graphique 24: Réponses estimées en fonction des Y_6 observés

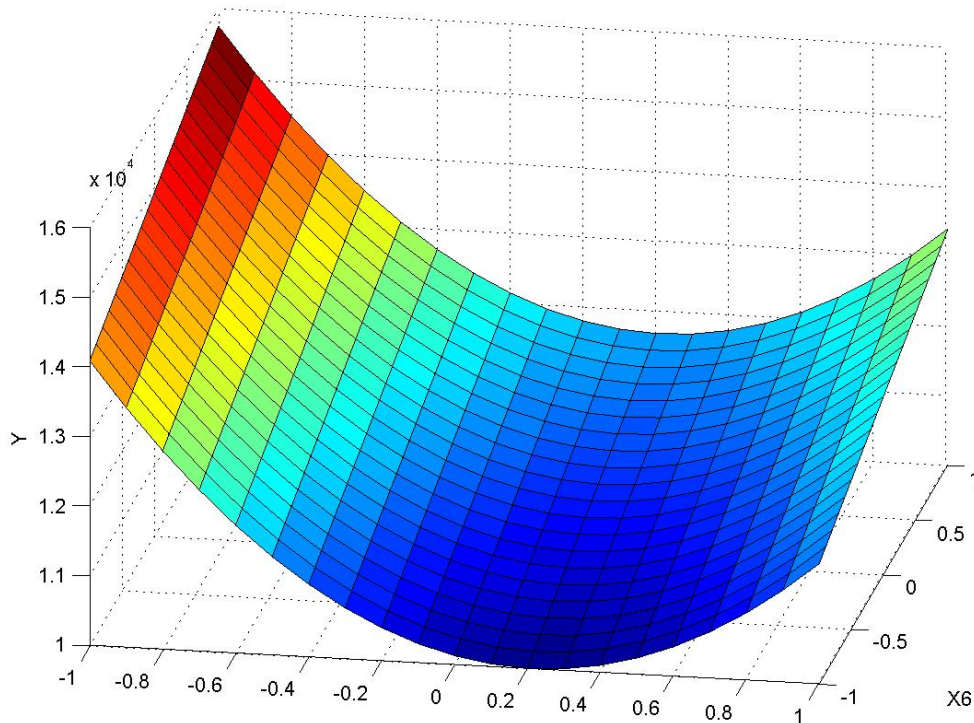
La modélisation est représentée de deux façons. Premièrement, dans le graphique 25 où l'influence de chaque variable est tracée en fonction du modèle.



Graphique 25: Influence des facteurs X_1 , X_3 , X_6 et X_7 sur la concentration en nickel dans le concentré de flottation

La première variable, soit la granulométrie, présente son maximum à $X_1 = 1$. De meilleurs résultats ont donc été obtenus avec une granulométrie à 80% passant 100 μ m. L'interaction entre les facteurs 3 et 4, définie respectivement comme l'activation et le pH, est confondu avec la granulométrie. Selon cette variable, deux conditions correspondent à une augmentation de la concentration en nickel, soient une concentration en activant de 50 g/t et un pH de 11 ou un pH de 8 sans activant. Le maximum de la variable X_3 , soit l'activation, est également obtenu lorsque $X_3 = 1$. Alors, la concentration du nickel serait augmentée avec l'ajout d'activant. Pour ce paramètre, deux interactions sont confondues avec le facteur principal. D'abord, pour l'interaction entre la granulométrie et le pH, la concentration en nickel est maximisée lorsqu'ils sont respectivement à 80% passant 100 μ m et pH 11 ou à 20 μ m et pH 8. Ensuite, l'interaction entre les surfactants et le déprimant a un effet maximal dans les deux situations suivantes : une concentration de surfactants et de CMC de 100 g/t ou 80 g/t de surfactants en l'absence de déprimant. L'influence du facteur 6, soit la présence de déprimant est une fonction quadratique. Le maximum de cette courbe se situe lorsque $X_6 = -1$ c'est-à-dire que de meilleurs résultats sont obtenus lorsque aucun déprimant n'est ajouté. Néanmoins, l'ajout de 100 g/t de

CMC augmente aussi la concentration en nickel. Enfin, la dernière variable, X_7 , offre également un maximum à -1 ce qui implique qu'à concentration élevée, les surfactants sont plus efficaces à un pH de 8, mais un pH de 11 serait recommandé pour une concentration de surfactant de 80 g/t. D'autre part, une granulométrie grossière serait entravée par la présence de déprimant alors que le déprimant favoriserait la flottation des sulfures de nickel pour une granulométrie plus fine. Pour aider à visualiser ces multiples effets, la surface de réponse de Y en fonction de X_6 et X_7 a été tracée pour des valeurs de X_1 et X_3 fixées à 1.



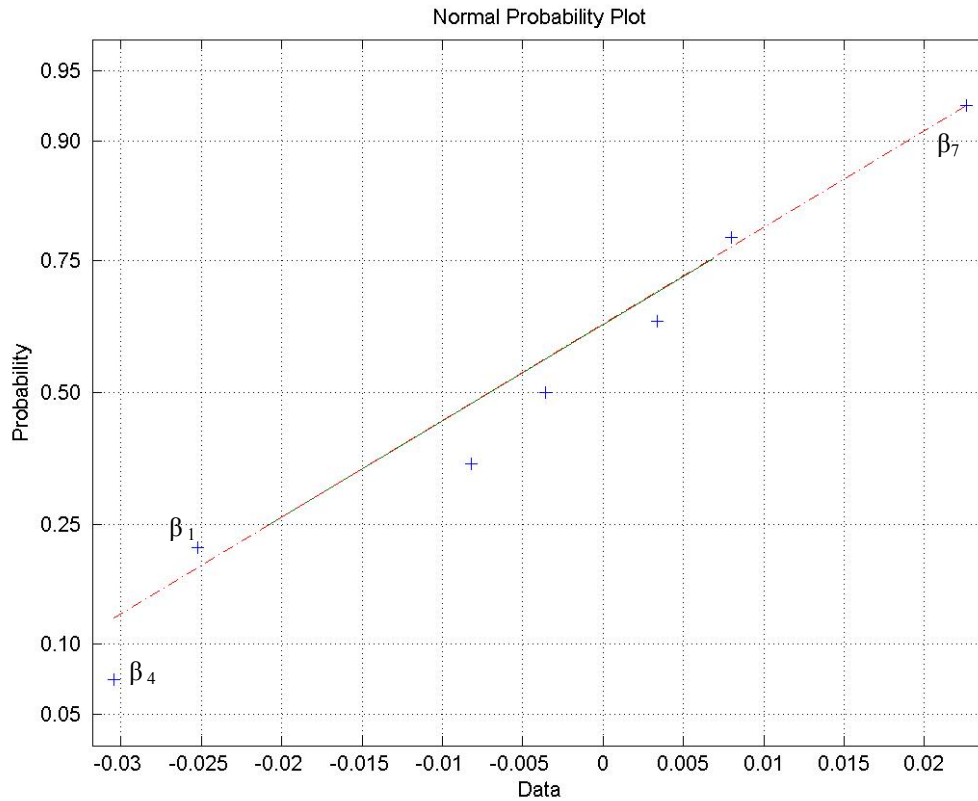
Graphique 26: Surface des réponses pour le modèle Y_{6b} , lorsque $X_3 = 1$ et $X_7 = 1$

Selon le modèle Y_{6b} et à l'intérieur de la plage expérimentale, la concentration du nickel serait maximale lorsque la granulométrie de l'échantillon est à 80% passant 100 μ m, la concentration en amyle xanthate de potassium (AERO 350) et en moussant (F579) est à 80 g/t, le pH à 11, une concentration en activant de 50 g/t et sans utilisation de déprimant.

L'obtention d'une plus grande concentration en nickel dans le concentré de flottation avec un matériel de départ grossier peut s'expliquer par l'effet d'entraînement de la flottation des schlamms. Ainsi, les particules très fines ont tendance à être entraînées vers le concentré par différents mécanismes diluant par le fait même la teneur en nickel. L'ajout d'activant aurait un effet positif sur la concentration en nickel par l'activation des sulfures de nickel. Une fois activés, ces minéraux réagissent mieux à la flottation et se retrouvent en plus grande proportion dans le concentré. Par contre, il semble que l'ajout de sulfate de cuivre à un pH très alcalin n'active pas la gangue. Il est plausible que les espèces chimiques présentes dans ces conditions ne s'adsorbent pas sur la gangue en raison de la charge des particules de gangue par exemple. Enfin, contre toute attente, l'ajout de déprimant n'a pas l'effet positif escompté sur la concentration en nickel. En effet, il est supposé que le déprimant inhibe la flottation de la gangue minérale. Par contre, à pH 11, il semble que cet effet ne soit pas présent. Le mécanisme de dépression de la gangue par les colloïdes organiques serait en partie dû à l'adsorption physique de ces molécules à la surface des minéraux. Un pH fortement alcalin pourrait inverser la charge minérale. Ce phénomène favoriserait également l'adsorption physique de collecteur à la surface des particules de gangue, affectant davantage la concentration en nickel.

5.7. Modélisation de la réponse Y_7 : récupération du nickel

La dernière réponse observée est la récupération en nickel. Cette réponse devrait être fonction de la granulométrie, de la concentration en collecteur de la concentration en moussant et du pH et de l'activant. La sélection initiale des paramètres potentiellement influents se fait suite à une régression linéaire par moindres carrés dont les résultats sont présentés dans le graphique 27 de la probabilité normale en fonction des valeurs des paramètres.



Graphique 27: Graphique de probabilité normale des paramètres pour Y_7

Les paramètres β_1 , β_4 et β_7 correspondent aux points qui s'éloignent de la droite normale. Une nouvelle régression a alors été réalisée afin d'estimer les paramètres du modèle suivant :

$$Y_{7a} = B_0 + B_1X_1 + B_4X_4 + B_7X_7 \quad \text{Éq. 17}$$

Le tableau suivant présente la valeur des paramètres estimés par la régression :

Tableau 33 : Estimés des paramètres et leur intervalle de confiance de la première régression de Y_7

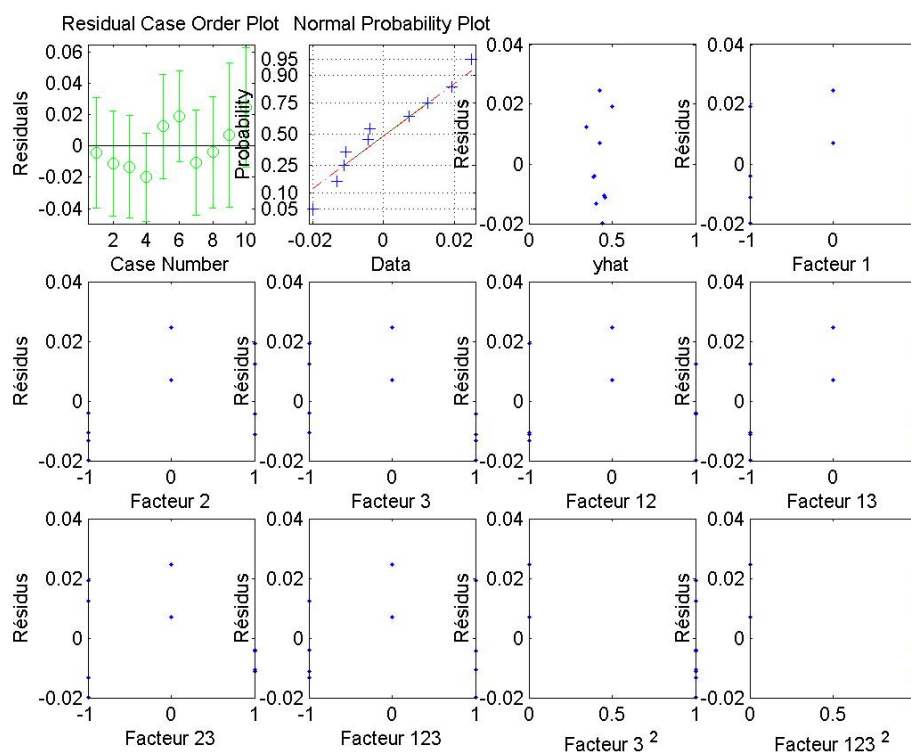
Paramètre	Minimum	$\hat{\beta}_i$	Maximum
β_0	0.409	0.423	0.437
β_1	-0.041	-0.025	-0.009
β_4	-0.046	-0.0303	-0.014
β_7	0.0075	0.023	0.039

Tous les paramètres sont significatifs. Le tableau suivant montre les résultats du 1^{er} test d'hypothèses, de la valeur des coefficients de détermination et les résultats de l'étude du LOF pour le modèle Y_{7a} .

Tableau 34 : Évaluation statistique du modèle Y_{7a}

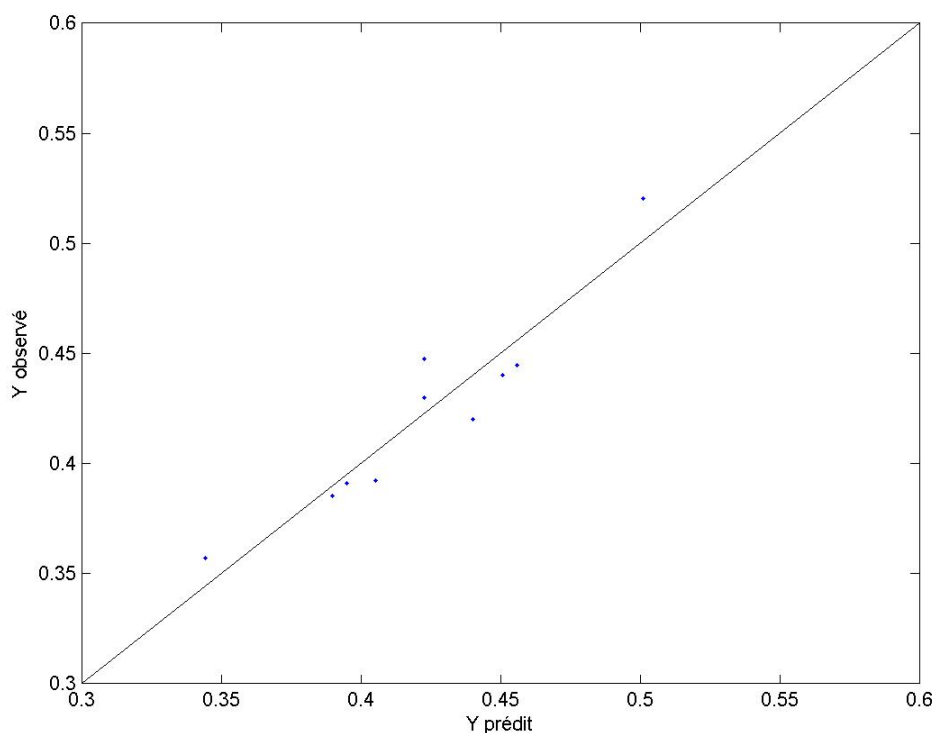
R^2	MS_R / MS_E	Probabilité 1-F()
0.891	16.377	0.003
R^2 ajusté	MS_{LOF} / MS_{EP}	Probabilité 1-F()
0.838	2.421	0.451

La probabilité d'obtenir un ratio MS_R / MS_E plus grand est de 0,003 ce qui est nettement sous la limite de confiance. L'hypothèse nulle est refusée, par conséquent, la régression est donc significative. Le test statistique révèle qu'il n'y a pas de LOF entre les estimés et les réponses vraies. Le modèle 7_a est donc adéquat. L'examen des résidus, dont les résultats sont présentés dans le graphique 28, permet de vérifier quelles sont les variables d'influence.



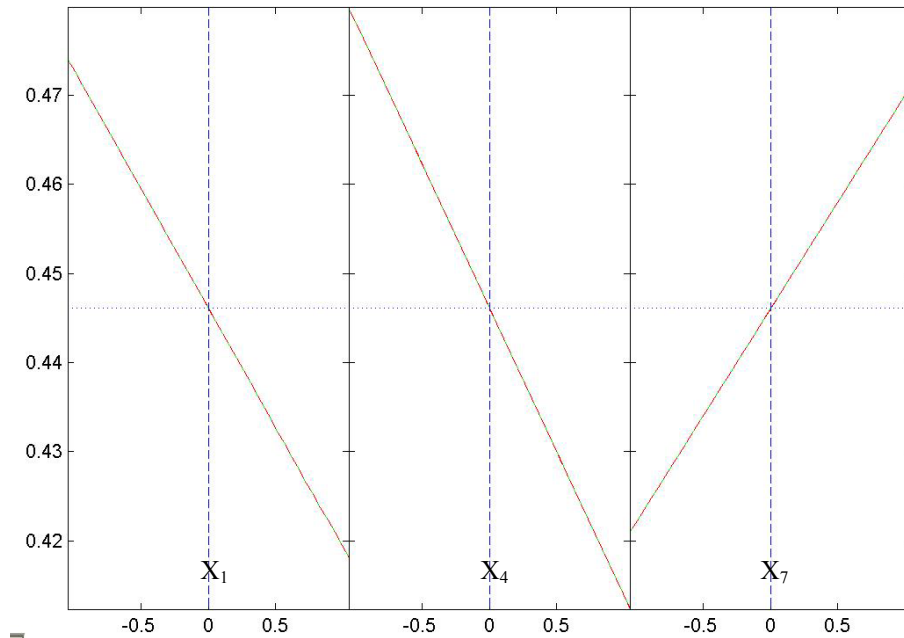
Graphique 28: Analyses des résidus de régression Y_7

Selon le graphique 28-1, la moyenne des erreurs est nulle, car tous les intervalles contiennent le 0. Le graphique 28-2 montre que les résidus suivent relativement bien la loi normale. Enfin, le graphique 28-3 des résidus en fonction des réponses estimées présente un alignement inhabituel entre les points qui s'approche d'une droite verticale. De plus, une tendance quadratique est perceptible entre les autres facteurs et les résidus. Malgré tout, suite à plusieurs régressions selon différentes combinaisons de paramètres, le modèle Y_{7a} est celui qui semble modéliser le mieux la récupération en nickel dans la plage expérimentale étudiée même s'il n'est pas de second degré. Le graphique suivant met en relation les réponses vraies et leur prédiction respective. La ligne de 45° qui marque une estimation parfaite des réponses, c'est-à-dire un R^2 de 1. Le modèle semble bien estimer les réponses, car les résultats suivent bien la droite.



Graphique 29: Réponses estimées en fonction des Y_7 observés

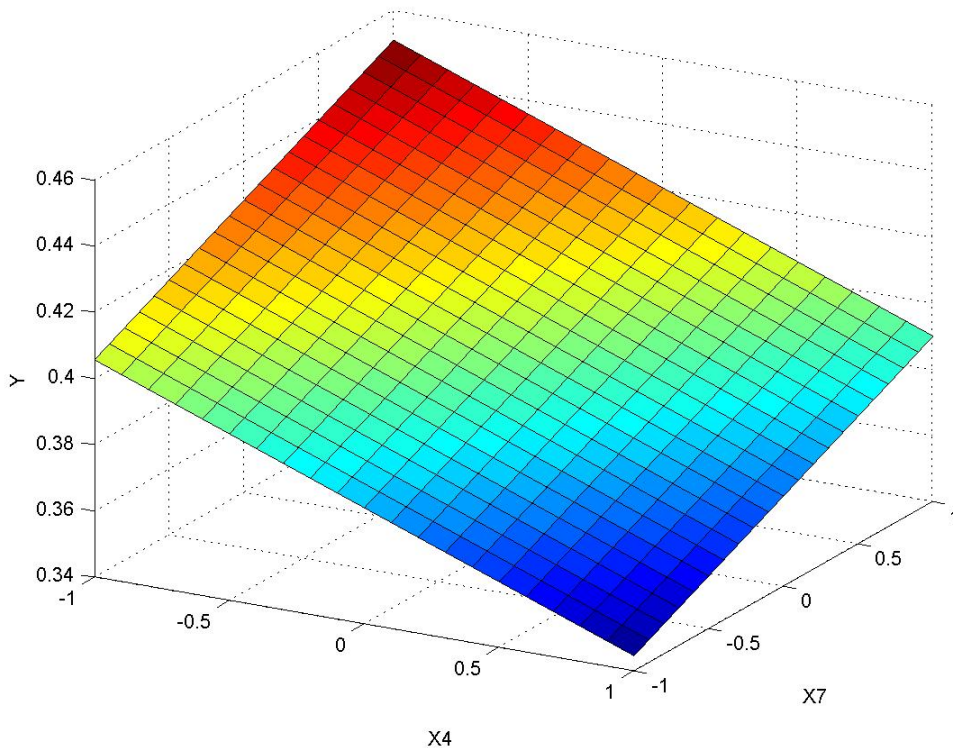
La modélisation est représentée de deux façons. Premièrement, dans le graphique 30 où l'influence de chaque variable est tracée en fonction du modèle.



Graphique 30: Influence des facteurs X_1 , X_4 et X_7 sur la récupération du nickel

Selon le graphique 30, la première variable, soit la granulométrie, présente son maximum à $X_1 = -1$. De meilleurs résultats auraient donc été obtenus avec une granulométrie à 80% passant 20 μ m. L'interaction entre les facteurs 3 et 4, définit sous la variable X_1 par l'activation et le pH, entre en confusion avec la granulométrie. Deux situations correspondent au maximum soit $X_1 = -1$, soient une concentration en activant de 50 g/t et un pH de 8 ou un pH de 11 sans activant. Le maximum de la seconde variable est également obtenu lorsque $X_3 = -1$. Ce paramètre décrit deux interactions dont les effets sont confondus entre elles. D'abord, entre la granulométrie et la concentration en surfactants, la récupération en nickel est maximisée lorsqu'ils sont respectivement égaux à 80% passant 100 μ m et 80 g/t ou 20 μ m et 100 g/t. Ensuite, l'interaction entre le pH et le déprimant a un effet maximal dans les deux situations suivantes : un pH de 8 et une concentration de CMC de 100 g/t ou un pH de 11 sans déprimant ajouté. Enfin, la dernière variable, X_7 , offre également un maximum à +1 ce qui implique qu'à concentration plus élevée (100 g/t), les surfactants sont plus efficaces à un pH de 11, mais un pH de 8 serait recommandé pour une concentration de 80 g/t. D'autre part, une granulométrie fine serait entravée par la présence de déprimant alors que ce dernier favoriserait la flottation de la pentlandite pour une granulométrie plus grossière. Pour

aider à visualiser ces effets divers, la surface des réponses de Y en fonction de X_4 et X_7 a été tracée pour des valeurs de $X_1 = -1$.



Graphique 31: Surface des réponses pour le modèle Y_{7a} lorsque $X_1 = -1$

Selon le modèle Y_{7a} et à l'intérieur de la plage expérimentale, la récupération du nickel serait maximale lorsque la granulométrie de l'échantillon est à 80% passant $20\mu\text{m}$, la concentration en amyle xanthate de potassium (AERO 350) et en moussant (F579) est à 100 g/t, le pH à 11 et sans utilisation d'activant ni de déprimant.

La plupart de ces variables sont interconnectées entre elles. En effet, le phénomène d'entraînement des particules minérales vers le concentré est fortement amplifié par une granulométrie très fine (Mulleneers et al., 2002). Lorsque l'entraînement est élevé, les minéraux valorisables, qui en temps normal n'auraient pas flottés en raison de caractéristiques physico-chimiques particulières (tel que l'oxydation de leur surface), se retrouvent néanmoins dans le concentré. Il y a donc une augmentation de la récupération

de ces minéraux valorisables due à l'entraînement physique des particules ultra-fines. Pour une granulométrie très fine, comme l'ajout de déprimant réduit les phénomènes d'entraînement des particules, la récupération des sulfures de nickel peut être affectée par la présence de carboxyméthylcellulose. En outre, la flottation des particules ultra-fines demande une concentration en surfactant beaucoup plus élevée, d'où cet optimum à 100g/t. Par contre, il est étonnant de constater que l'ajout d'activant n'aurait peu ou pas d'effet sur la récupération du nickel. Il est possible que cette mauvaise performance de l'activant soit due au pH très alcalin qui transforme le sulfate de cuivre en solution en une espèce chimique insoluble qui se dépose au fond de la cuve ou qui est inerte face aux sulfures de nickel. En effet, la variable X_1 qui définit entre autre l'effet de l'interaction entre le pH et l'activant présente également un maximum lorsque le pH est de 8 et la concentration de sulfate de cuivre hydraté de 50 g/t.

6. Discussion

Le plan expérimental mis à exécution a permis d'évaluer l'effet des facteurs principaux étudiés sur les performances minéralurgiques de la flottation des sulfures contenus dans une chromitite riche en ÉGP. Par contre, en raison du nombre d'expériences restreint, ces effets sont confondus avec plusieurs interactions entre deux, trois ou quatre facteurs. Pour simplifier l'analyse de la modélisation, les interactions multiples de plus de trois facteurs ont été ignorées vue leur faible probabilité (Montgomery, 1999). Un patron de confusion a alors été dressé pour lister les confusions restantes. Malgré tout, il a été impossible d'évaluer les performances de la flottation des sulfures de fer (pyrite et pyrrhotite) en raison de l'impossibilité de quantifier les proportions respectives de chacun des sulfures. De même pour les sulfures de nickel, qui se partagent entre la pentlandite et la millérite. Cette proportion est relativement importante car la présence de ce dernier minéral peut influencer la flottation sélective du nickel (Merkl et McKenzie, 2002). Par contre, elle n'affecte en rien l'évaluation des performances minéralurgiques car elles sont calculées sur une base élémentaire (récupération du nickel par exemple) plutôt que minéralogique (récupération de la pentlandite par exemple). D'autre part, une fraction non négligeable du nickel peut se retrouver dans la composition de la matrice et de la chromite en tant qu'atomes de substitution. La récupération du nickel en est alors biaisée par cette fraction de gangue nickélifère qui n'est pas affectée par la flottation sélective. L'utilisation du déprimant peut amplifier ce biais. Enfin, la meilleure récupération du nickel obtenue par les essais s'élève à 52%. Cette performance pourrait être reliée aux conditions de flottation. Par exemple, l'utilisation du dithiophosphate comme collecteur secondaire semble avoir un effet positif lorsqu'utilisé avec le amyle xanthate. Une concentration plus élevée en collecteur pourrait également aider à récupérer plus de nickel. Deuxièmement, il est possible que l'état de surface d'une partie des particules de sulfures de nickel soit oxydée et moins favorable à l'adsorption des surfactants. Enfin, il est possible que la pentlandite ait très bien réagi à la flottation avec un taux de récupération élevé, mais que la millérite n'est pas flottée. De cette situation résulterait un taux de récupération du soufre plus élevé. Il est toutefois impossible de distinguer quantitativement ces deux minéraux avec

le démarche utilisée. D'autre part, la plus grande teneur en nickel obtenue est de 1,57% ce qui est relativement bon considérant que le minerai de départ titre à environ 0,21% de nickel. Par conséquent, le rapport de concentration est de près de 8.

En ce qui concerne le cuivre, il se retrouve en grande majorité sous forme de chalcopryrite. Il est toutefois probable que d'autres minéraux de cuivre telle la covelline soient présents en trace. La meilleure récupération du cuivre s'élève à 94% et la teneur maximale obtenue est de 1,28% avec un rapport de concentration d'un peu plus de 14. Bref, la flottation de la chalcopryrite a donnée de bons résultats dans les conditions expérimentales des essais.

En ce qui concerne la teneur maximale en soufre, elle s'élève à 2,36%, pour un ratio de concentration de près de 12. Cet optimum, tout comme les concentrations maximales en cuivre et en nickel, correspond à la récupération solide minimale obtenue, soit 5%. Toutefois, la récupération du soufre optimale soit 77% ne correspond ni à la récupération maximale en cuivre ni à celle du nickel. Cette incohérence est probablement due à la présence de sulfures de fer. En effet, lorsqu'un bilan de matière est réalisé sur la chalcopryrite et la pentlandite, les résultats dénotent dans certains cas un excès de soufre. Celui-ci correspond à d'autres sulfures présents dans le minerai, plus précisément les sulfures de fer. Dans d'autres cas, c'est un déficit en soufre qui est obtenu correspondant probablement à la présence de millérite (NiS) à la place de la pentlandite ($(\text{Ni, Fe})_9\text{S}_8$). Alors, il est possible que la concentration en sulfures de fer varie en fonction du ratio pentlandite/millérite caractérisant le concentré. Les analyses effectuées sur les concentrés de flottation ne permettent pas de déterminer ce ratio. Par contre, l'observation au MEB du concentré de flottation obtenu à l'essai 3 sur une lame mince polie permet d'établir quelques remarques. D'abord, l'analyse à l'EDX a permis d'identifier quelques minéraux ayant bien réagis à la flottation. Ainsi, 127 particules de soufre ont été analysées dont près de la moitié sont de la chalcopryrite, le quart de la millérite, 13% de la pentlandite et 6% de la pyrite. Les analyses ont été effectuées sur les particules contenues dans un cadre de vision sélectionné au hasard tel que présente la figure 35.

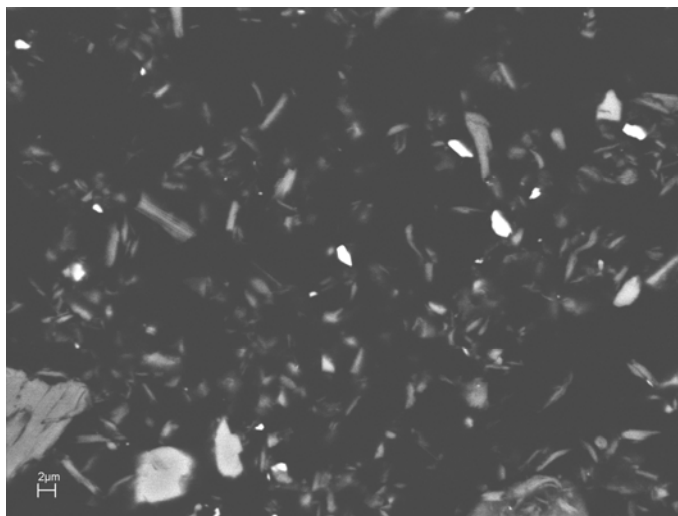


Figure 35 : Concentré de flottation observé au MEB

Ces observations ont aussi permis d'évaluer le degré de libération des phases minérales d'intérêt. Sur cette photo par exemple, au centre, en blanc clair, un MGP libéré. Les autres phases blanches l'entourant sont des sulfures de cuivre libérés. Les phases grises pâles sont des particules de chromite et gris plus foncées, les silicates. D'autres photos présentant diverses observations du concentré de flottation ont été insérées en annexe E.

Des analyses ont également été réalisées afin de confirmer l'hypothèse voulant que la récupération des ÉGP soit proportionnelle à celle du soufre. Pour se faire, cinq essais ont été analysés pour le soufre total au CSN et les ÉGP par ICP-AES après une fusion au sulfure de nickel. Le tableau 35 montre les résultats de récupération et de teneur pour les trois principaux ÉGP soit le palladium, le platine et le rhodium.

Tableau 35 : Teneurs et récupération des ÉGP dans les concentrés de flottation sélective

		Teneur				Récupération (%)			
		Rh_103	Pd_108	Pt-196	Total	Rh_103	Pd_108	Pt-196	Total
Test A	ppm	0,50	22,10	5,23	27,83	10,18	38,60	15,47	29,30
<i>Erreur</i>		0,21	0,64	0,55	1,40	4,50	1,64	1,90	1,93
Test B	ppm	0,51	21,47	5,48	27,46	12,24	44,19	19,10	34,07
<i>Erreur</i>		0,25	0,64	0,64	1,53	6,34	1,91	2,55	2,42
Test C	ppm	0,54	16,92	3,43	20,89	20,03	53,81	18,47	40,05
<i>Erreur</i>		0,21	0,53	0,53	1,27	8,24	2,39	3,17	3,04
Test D	ppm	0,54	14,01	3,82	18,37	23,44	52,16	24,08	41,23
<i>Erreur</i>		0,21	0,54	0,54	1,29	9,77	2,68	3,80	3,51
Test E	ppm	0,73	14,99	3,22	18,94	34,76	61,22	22,27	46,62
<i>Erreur</i>		0,23	0,58	0,58	1,39	11,70	3,16	4,38	4,12
Alimentation	ppm	0,16	1,89	1,12	3,13				
<i>Erreur</i>		0,01	0,02	0,02	0,05				

Les tests A et B représentent l'écart pouvant être observé entre deux essais réalisés dans des conditions identiques. Les teneurs dénotent une bonne similarité entre eux. Par contre, la récupération diffère un peu. Le test E correspond à l'essai 3 du plan d'expériences. La récupération cumulative maximale obtenue est de 47%. La teneur en ÉGP cumulative maximale obtenue est de près de 28 ppm pour un rapport de concentration des ÉGP de 9. Enfin, selon les résultats obtenus, l'espèce platinifère répondant le mieux à la flottation serait le palladium avec plus de 61% de récupération et un rapport de concentration de 12 contrairement à 3 et 5 respectivement pour le rhodium et le platine. Il est important de noter que les erreurs relatives pour le rhodium, le platine et le palladium sont de l'ordre de 30 à 40%, de 10 à 20% et de 3 à 4% respectivement. Les résultats pour le rhodium et le platine ne peuvent donc être interprétés avec certitude.

Enfin, il est possible qu'une plus grande proportion des phases de palladium soit associée aux sulfures ce qui favoriserait leur flottation. De plus, il a été observé que leur granulométrie s'étend sur une plus grande plage contribuant ainsi à une meilleure libération.

Par ailleurs, les marges d'erreur élevées concernant le rhodium et le platine en font des résultats à considérer seulement comme des ordres de grandeurs. Néanmoins, ces résultats

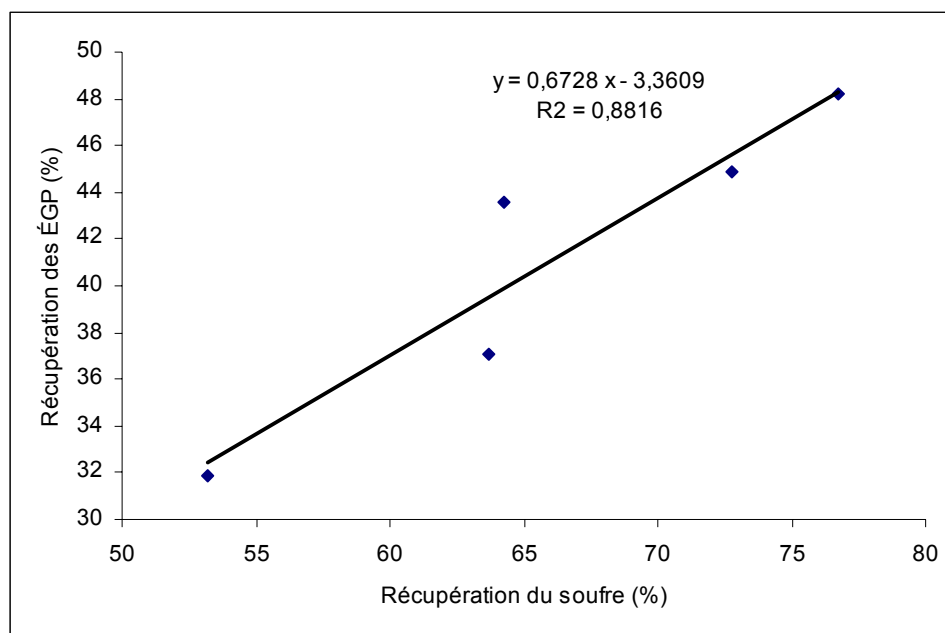
ont été comparés aux teneurs et à leur récupération en soufre correspondant. Ils sont résumés dans le tableau suivant :

Tableau 36 : Teneurs et récupération en soufre des essais A à E

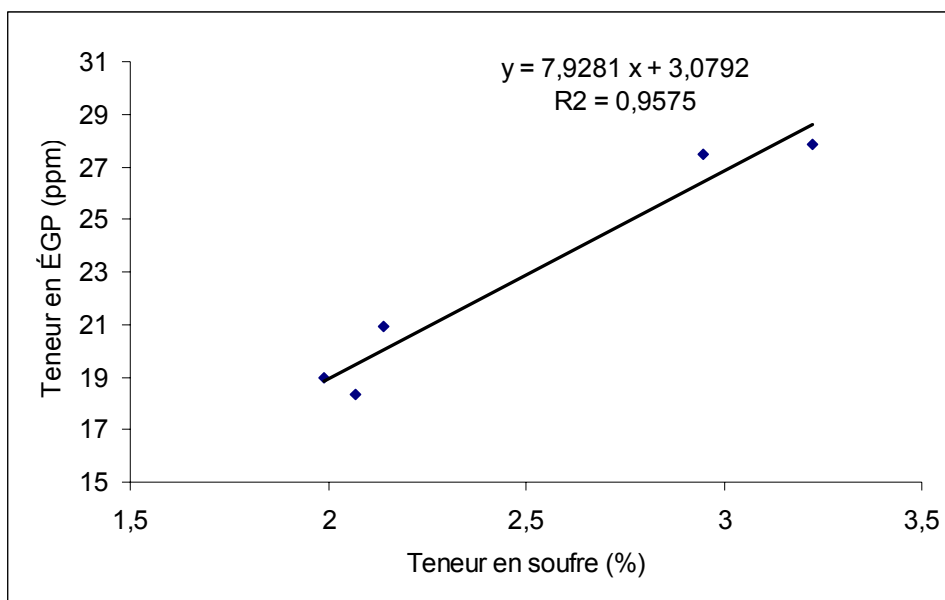
	Récupération du soufre	Teneur en soufre
Test A	53,18	3,22
Test B	63,71	2,95
Test C	64,29	2,14
Test D	72,80	2,07
Test E	76,76	1,99

La récupération du soufre obtenue aux tests A et B sont relativement différentes malgré des teneurs en soufre sensiblement pareils. Ce biais est explicable par une plus grande récupération du solide du test B. La corrélation entre les résultats d'analyses des ÉGP et du soufre est présentée dans les graphiques suivants :

Graphique 32 : Corrélation entre la récupération des ÉGP et celle du soufre



Graphique 33 : Corrélation entre la teneur en ÉGP et celle en soufre



La relation entre la récupération du soufre et celle des ÉGP est relativement bonne. Le coefficient de détermination montre que les points suivent relativement bien la droite. Il est donc possible d'affirmer que la récupération des ÉGP peut être déterminée avec une certitude moyenne à l'aide de l'équation de la droite présentée au graphique 32. La corrélation entre les teneurs présente un coefficient de corrélation de près de 0,96. Ainsi, selon les données recueillies, la teneur totale en ÉGP peut être estimée par l'équation du graphique 33 à partir de la teneur en soufre. À noter que d'autres analyses permettraient de préciser le degré de la régression. Il y a néanmoins une bonne corrélation entre les performances minéralurgiques de la flottation du soufre et celle des ÉGP.

Par ailleurs, il importe de rappeler que les fusions aux sulfures de nickel n'ont réussi à extraire qu'environ 90% des ÉGP contenus dans les standards de chromitites platinifères (SARM7). Il est donc possible d'extrapoler cette efficacité au minerai de départ et aux concentrés de flottation. Les teneurs obtenues seraient donc probablement 10% plus élevées.

7. Conclusions et recommandations

La conclusion se divise en plusieurs parties dont un rappel des objectifs et des hypothèses de départ. Ensuite, un bref rappel des résultats précède l'énoncé des constats de chacune des parties de l'étude. Enfin, plusieurs recommandations seront proposées concernant la présente étude et la poursuite des travaux.

Tout d'abord, certaines hypothèses qui ont été préalablement endossées, doivent être vérifiées afin de valider les résultats. Ainsi, l'hypothèse selon laquelle l'échantillon prélevé est représentatif de l'indice chromifère correspondant peut être entérinée par les résultats de l'étude minéralogique qui sont généralement similaires à ceux de Houlé (2000). Ensuite, les observations au MEB confirment que les effets de pépites sur les ÉGP sont négligeables en raison notamment de leur taille extrêmement fine. De plus, aucune agglomération n'a été constatée. La troisième hypothèse selon laquelle l'extraction des ÉGP par fusion au sulfure de nickel est complète doit être corrigée, étant donné qu'un taux d'extraction moyen de 90% a été obtenu. Finalement, la dernière hypothèse stipulant que les performances minéralurgiques de la flottation des ÉGP sont proportionnelles à celles des sulfures a été corroborée. En effet, il y aurait une forte correspondance entre les teneurs et les taux de récupération des ÉGP et du soufre.

En second lieu, l'objectif principal du travail était d'évaluer les facteurs influençant les performances minéralurgiques de la concentration des minéraux de groupe du platine par la flottation sélective des sulfures de la chromitite du complexe de Ménarik. Par conséquent, la modélisation des résultats a permis de déterminer précisément l'influence de ces facteurs sur divers indices de performances minéralurgiques. Pour se faire, l'échantillon initial a été caractérisé au point de vue minéralogique en accord avec le premier de nos objectifs secondaires. Ensuite, un protocole d'expériences a été établi suite à une préparation adéquate de l'échantillon, complétant ainsi l'atteinte du second objectif. Le troisième objectif a également été atteint par l'élaboration d'un plan d'expériences conforme aux méthodes statistiques de planification expérimentale. Enfin, les rendements

minéralurgiques ont été évalués par la modélisation correspondant au dernier objectif fixé.

La caractérisation minéralogique préalable du minerai de départ visait à évaluer la teneur des éléments majeurs, des traces et des éléments du groupe du platine, à reconnaître les différentes phases minérales en présence puis à les caractériser selon leurs tailles de libération, leur proportion et leur état. Ainsi, selon cette étude, le minerai du complexe de Ménarik semble riche en chrome, en magnésium, en fer, en silicium et en aluminium. Des teneurs notables de soufre (0,20 %), de cuivre (0,09 %) et de nickel (0,21 %) sont un signe de la présence de sulfures. Les observations aux microscopes ont permis d'identifier la chalcopryrite, la pentlandite, la millérite et en moindre présence la pyrrhotite et la pyrite comme sulfures constituant l'échantillon. Leur taille de libération est d'environ 70 μm . Par ailleurs, la quantification des minéraux n'a pu se faire avec précision, résultant tout de même de tendances approximatives. Quant aux MGP, ils ne dépassent rarement les 10 μm de diamètre pour une taille moyenne d'approximativement 3 μm . Ils sont constitués en grande majorité d'éléments appartenant au groupe du palladium (P-ÉGP) avec des teneurs respectives de 1,87 ppm, 1,10 ppm et 0,16 ppm pour le palladium, le platine et le rhodium. Toutefois, l'identification des minéraux du groupe du platine a été difficile et incomplète en raison de leur petite taille. Les résultats de cette étude ont permis de préparer les échantillons pour la flottation en fonction de la minéralogie du minerai.

En regard à la flottation des MGP, les données de la littérature indiquaient que cinq facteurs contrôlables avaient une influence significative sur la flottation soit : la présence d'activant (CuSO_4), l'utilisation du CMC en tant que déprimant des silicates, la concentration en collecteur et en moussant, le pH et la granulométrie du minerai de départ. De plus, sept indicateurs de la performance de la flottation sélective ont été identifiés soit le taux de récupération du solide, du soufre, du cuivre et du nickel ainsi que les teneurs dans le concentré en soufre, en cuivre et en nickel. Les conditions optimales pour la plupart de ces indicateurs ont été déterminées selon la plage de valeurs des facteurs étudiés suite à la modélisation multilinéaire des résultats par moindres carrés.

Ces conditions d'opération varient selon les performances minéralurgiques recherchées. De plus, les effets principaux des cinq facteurs étudiés ont été distingués les uns des autres.

Les résultats démontrent que la chalcopirite est le minéral qui répond le mieux à la flottation. La flottation des sulfures de nickel est beaucoup moins performante. D'une part, l'utilisation de dithiophosphate comme collecteur secondaire aurait peut-être favorisé la flottation du nickel. D'autre part, il semble que l'ajout du sulfate de cuivre comme activant a peu d'effet sur la flottation du nickel à pH très alcalin. Le temps d'activation et le pH sont des facteurs qui peuvent influencer l'effet catalyseur du sulfate de cuivre sur les sulfures de nickel. Il n'a pas été possible d'évaluer les performances minéralurgiques des sulfures de fer. La récupération du soufre et le facteur de concentration obtenu se situe entre ceux du cuivre et du nickel. Ainsi, la récupération et le facteur de concentration maximale du soufre sont respectivement 77% et 11,8. Ils correspondent aux meilleures performances minéralurgiques sur les ÉGP soit 46,6% récupération et un facteur de 8,9. Ces résultats démontrent qu'il est possible de concentrer et de récupérer les ÉGP par la flottation sélective des sulfures. Ils ont été obtenus à une granulométrie de 80% passant 20 μ m. La flottation sélective des sulfures et des ÉGP semble favorisée par une granulométrie très fine. Par contre, un déprimant plus spécifique au talc tel que la gomme de guar pourrait augmenter le facteur de concentration. Enfin, les observations réalisées sur les concentrés de flottation montrent que les phases composées de palladium répondent mieux à la flottation avec un taux de récupération maximale de 61 %, comparativement à 34% pour le rhodium et 24% pour le platine.

En dernier lieu, il serait intéressant de poursuivre l'étude en ajoutant une série d'expérimentations permettant de distinguer l'effet des facteurs principaux et des interactions. De plus, l'ajout de points centraux au plan d'expériences réduirait la variance des résultats. Une étude de plus grande envergure pourrait comprendre l'évaluation des performances de la colonne agitée pour une granulométrie très fine.

8. Références bibliographiques

- 1) American Cyanamid Company; 1972, « Aero Xanthate Handbook », Canada, 34 pages.
- 2) Balcerzak, M.; 2002, « Sample Digestion Methods for the Determination of Traces of Precious Metals by Spectrometric Techniques », Analytical Sciences, Vol. 18, No. 7, pp. 737-750.
- 3) Barefoot, R. L. J., Van Loon, J. C.; 1999, « Recent Advances in the Determination of the Platinum Group Elements and Gold », Talanta, Vol. 49, No. 1, , pp. 1-14.
- 4) Barefoot, R. R., Oymakb, T., Kartal, S.; 2004, « Determination of Platinum Group Elements and Gold in Geological Materials: a Review of Recent Magnetic Sector and Laser Ablation Applications », Analytica Chimica Acta, Vol. 509, No. 2, pp. 119-125.
- 5) Barnes, S.J., Fedette, J.; 2001, L'industrie des éléments du groupe du platine, Chicoutimi : Université du Québec à Chicoutimi, Unité d'Enseignement en Sciences de la Terre et Centre d'études sur les ressources minérales Université du Québec à Chicoutimi, 8 pages.
- 6) Barnes, S.J., Maier, W. D.; 2002, « Platinum group elements and microstructures of normal Merensky Reef from Impala platinum mines, Bushveld complex », Journal of petrology, vol. 13, No 1, pp. 103-128.
- 7) Bergeron, M., Laflèche, M. R.; (2005), « A process for recovering PGM from ores and concentrates », PCT Patent, 38 p., 2 figures
- 8) Bossé, F.; 1996, « Évaluation et optimisation d'un procédé d'extraction des métaux du groupe du platine par chloruration à sec », mémoire de maîtrise présenté à la faculté des études supérieures de l'université Laval, département de chimie, Québec, Université Laval, 76 pages.
- 9) Bouchard, S.; 2001, Traitement du minerais, Québec : *Les éditions Griffons d'argiles*, 373 pages
- 10) Box, G.E.P., Hunter, W.G. et Hunter, J.S.; 1978, Statistics for Experimenters, Canada, Toronto : *Wiley*
- 11) Bozkurt, K., Xu, J., Finch, J.A.; 1998, « Pentlandite/pyrrhotite interaction and xanthate adsorption », International Journal of Mineral Processing, vol. 52, pp. 203-214.
- 12) Bradshaw, D.J. et al.; 2006, « Interactive effects of the type of milling media and copper sulphate addition on the flotation performance of sulphide minerals from Merensky ore Part I: Pulp chemistry », International Journal of Mineral Processing, vol. 78, pp 153–163.
- 13) Bulatovic, S. M.; 1999, « Use of Organic Polymers in the Flotation of Polymetallic Ores: a Review » Minerals Engineering, Vol. 12, No. 4, pp. 341-354.
- 14) Bulatovic, S.; 2003, « Evaluation of Alternative Reagent Schemes for the Flotation of Group Minerals From Various Ores », Minerals Engineering, Vol. 16, No. 10, pp. 931-939.
- 15) Buswell, A. M. et al.; 2002, « The Use of Electrochemical Measurements in the Flotation of a Platinum Group Minerals (Pgm) Bearing Ore », Minerals Engineering, Vol. 15, No. 6, pp. 395-404.

- 16) Cabri, L. J. (éditeur); 1981, Platinum-group elements : mineralogy, geology, recovery, Montreal : Canadian Institute of Mining and Metallurgy, CIM volume spécial 23, 267 pages.
- 17) Chevalier, P.; 2004, Métaux du groupe du platine, Annuaire des minéraux du Canada, Ottawa : Ministère des ressources naturelles du Canada, 17 pages.
- 18) Corrivaux, L. and Laflamme, J. H. G.; 1990, « Mineralogy of Platinum-Group Elements in Chromitite and Ophiolite of Thetford Mines, Quebec », Canadian Mineralogist, Vol. 28, pp. 579-595.
- 19) Cramer, L. A.; 2001, « The Extractive Metallurgy of South Africa's Platinum Ores », Jom-Journal of the Minerals Metals & Materials Society, Vol. 53, No. 10, octobre, pp. 14-18.
- 20) Crozier, R. D.; 1992, Flotation : Theory, reagents and ore testing, Oxford : Pergamon press, 343 pages.
- 21) D.C. Montgomery; 2001, Design & Analysis of Experiments, 5^{ième} édition, Canada, Toronto John Wiley & Sons.
- 22) Deglon, D.A.; 2005, « The effect of agitation on the flotation of platinum ores », Minerals Engineering, vol. 18, pp. 839–844.
- 23) Draper, N.R. et Smith, H; 1998, Applied Regression Analysis, 3^{ième} édition, États-Unis, New York Wiley.
- 24) Duchesne, J., Locat, J. (professeurs); automne 2006, Notes du cours GLG-66540 : Microanalyse des matériaux, département de géologie et génie géologique, Québec : Presses de L'Université Laval.
- 25) Ekmekçi, Z. et al.; 2005, « The value and limitations of electrochemical measurements in flotation of precious metal ores », Minerals Engineering, vol. 18, pp 825–831.
- 26) Ekmekci, Z., et al.; 2003, « Effects of Frother Type and Froth Height on the Flotation Behaviour of Chromite in Ug2 Ore », Minerals Engineering, Vol. 16, No. 10, pp. 941-949.
- 27) Ekmekçi, Z. et al.; 2006, « Interactive effects of the type of milling media and copper sulphate addition on the flotation performance of sulphide minerals from Merensky ore Part II: Froth stability », International Journal of Mineral Processing, vol. 78, pp 164–174.
- 28) Feng, D., Aldrich, C.; 1999, « Effect of Particle Size on Flotation Performance of Complex Sulphide Ores », Minerals Engineering, Vol. 12, No. 7, pp. 721-731.
- 29) Free, M.L.; 2001, « Platinum group metal: Past and Present », JOM, Vol. 53, No. 10, pp. 10.
- 30) Gornostayev, S., Mutanen, T.; 2003, « The Platinum-Group Minerals in Chromitites of the Akanvaara Deposit, Northern Finland and in Their Processing Products », Minerals Engineering, Vol. 16, No. 11, pp. 1307-1312.
- 31) Gros, M., Lorand, J.-P., Luguët, A.; 2002, « Analysis of platinum group elements and gold in geological materials using NiS fire assay and Te coprecipitation ; the NiS dissolution step revisited », Chemical Geology, vol. 185, pp 179-190.
- 32) Habashi, F. (éditeur); 1997, Handbook of extractive metallurgy, vol. 3, Allemagne : Wiley-VCH, 2426 pages.

- 33) Harris, D. C., Cabri, L. J.; 1991, « Nomenclature of Platinum-Group-Element Alloys - Review and Revision », Canadian Mineralogist, Vol. 29, pp. 231-237.
- 34) Hodgson, M., Agar, G.E.; « Electrochemical Investigations into the Flotation Chemistry of Pentlandite and Pyrrhotite: Process », Canadian Metallurgical Quarterly, vol. 28, issue 3, pp 189-198
- 35) Houllé, M.; 2000, « Pétrologie et métallogénie du complexe de Menarik », tome 1, mémoire présenté à la faculté des études supérieures de l'université Laval, Québec, Université Laval, 450 pages.
- 36) Iglesias, M. E. V.; 2003, « On-Line Determination of Trace Levels of Palladium by Flame Atomic Absorption Spectrometry », Talanta, Vol. 59, No. 4, pp. 651-657.
- 37) International Atomic Energy Agency; 2005, Nuclear analytical methods for platinum groupe elements, Industrial Applications and Chemistry Section, Vienne, 60 pages.
- 38) Kendall, T.; 2005, Platinum 2005 interim review, Londres : *Johnson Matthey*, novembre, 32 pages.
- 39) Kirjavainen, V. M.; 1992, « Mathematical-Model for the Entrainment of Hydrophilic Particles in Froth Flotation », International Journal of Mineral Processing, Vol. 35, No. 1-2, pp. 1-11.
- 40) Laflèche, M. R., Bergeron, M. et Pelletier, Y.; 2001, Report on the geology, economic geology, mineralogy and ongoing metallurgical works on the PGM-rich chromitite mineralizations of the Archean Ménarik Igneous Complex, M.énarik Property, Baie-James, Qc, Canada., Rapport de l'INRS (Géoressources) pour la compagnie Ressources Minières Pro-Or inc., 25 mai 2001, 30 pages.
- 41) Laflèche, M.R. et Bergeron, M.; 2002, Prospection géophysique et géologique de minéralisations chromifères et platinifères dans le complexe intrusif de Menarik et échantillonnage métallurgique, Rapport soumis à Ressources minières Pro-Or inc. Rapport INRS-ETE, 137 pages.
- 42) Laflèche, M.R., Bergeron, M.; 2005, Présentation aux actionnaires de Ressources Minières Pro Or, mois de juin.
- 43) Laflèche, M.R. et al.; 2006, Étude pétrographique, minéralogique et géochimique de concentrés de chromites provenant d'indices de chromitites du complexe intrusif de Ménarik, Baie-James, Qc : implication pour l'orientation des campagnes de forages et l'optimisation des processus de concentration minéralurgiques., Rapport de l'INRS (Géoressources), mai 2006. 87 pages.
- 44) Lazarenkov, V. I.; 2001, « Concentrations of Platinum-Group Elements in Chromitites », Geochemistry International, Vol. 39, pp. 194-202.
- 45) Le Maître, R.W.; (1982), Numerical petrology : statistical interpretation of geochemical data, Angleterre, Amsterdam : *Elsevier Scientific*, 281 pages
- 46) Liu, Q., Wannas, D., Peng, Y.; 2006, « Exploiting the dual functions of polymer depressants in fine particle flotation », International Journal of Mineral Processing, vol. 80, pp 244-254.
- 47) Malysiak, V. et al.; 2002, « Pentlandite–feldspar interaction and its effect on separation by flotation », International Journal of Mineral Processing, vol. 66, pp 89–106.

- 48) McDonald, D.; 1982, A history of platinum and its allied metals, Londres : *Johnson Matthey*, 450 pages
- 49) Merkl, R. K. W., McKenzie, A. D.; 2002, « The Geology, Geochemistry, Mineralogy and Mineral Beneficiation of Platinum-Group Elements », CIM, édition spéciale, vol. 54.
- 50) Miller, J.D. et al.; 2005, « A review of pyrrhotite flotation chemistry in the processing of PGM ores », Minerals Engineering, vol 18, pp 855-865.
- 51) Montgomery, D.C. et Runger, G.C.; 1999, Applied Statistics and Probability for Engineers, 2^{ième} édition, Canada, Toronto, *Wiley*.
- 52) Mulleneers, H. A. E. et al.; 2002, « Selective Separation of Fine Particles by a New Flotation Approach », Separation Science and Technology, Vol. 37, No. 9, pp. 2097-2112.
- 53) O'Connor, C.T., Malysiak, V., Shackleton, N.J.; 2006, « The interaction of xanthates and amines with pyroxene activated by copper and nickel », Minerals Engineering, vol. 19, pp 799–806.
- 54) Pease, J.D., Curry, D.C., Young, M.F.; 2006, « Designing flotation circuits for high fines recovery », Minerals Engineering, vol. 19, pp 831–840.
- 55) Penberthy, C. J. et al.; 2000, « The recovery of platinum-group elements from the UG-2 chromitite, Bushveld Complex – a mineralogical perspective », Mineralogy and Petrology, vol. 68, pp. 213-222.
- 56) Polovina, J. S. et al.; 2004, « Petrographic and geochemical characteristics of postmagmatic hydrothermal alteration and mineralization in the J-M reef, Stillwater complex, Montana », The Canadian mineralogist, vol. 42, pp. 261-277.
- 57) Rao, S.R., Finch, J.A.; 1991, « Absorption of Amyle Xanthate at Pyrrhotite in the Presence of Nitrogen and Implications in Flotation », Canadian Metallurgical Quarterly, vol. 30, issue 1, pp 1-6
- 58) Savitsky, E. et al.; 1978, Physical metallurgy of platinum metals, Moscou : *Pergamon press*, Mir publisher, 395 pages.
- 59) Tao, D.; 2004, « Role of Bubble Size in Flotation of Coarse and Fine Particles - a Review », Separation Science and Technology, Vol. 39, No. 4, pp. 741-760.
- 60) Tuteja, R. K., Spottiswood, D. J., Misra, V. N.; 1995, « Column Parameters - Their Effect on Entrainment in Froth », Minerals Engineering, Vol. 8, No. 11, pp. 1359-1368.
- 61) Van Deventer, J. S. J., Feng, D., Burger, A. J.; 2004, « Transport Phenomena at the Pulp-Froth Interface in a Flotation Column: I. Recovery Profiles » International Journal of Mineral Processing, Vol. 74, No. 1-4, pp. 201-215.
- 62) W. George, M.; « Platinum-Group Metals », USGS, décembre, 2006, pages 13.
- 63) Wesseldijk, Q.I. et al.; 1999, « The flotation behaviour of chromitite with respect to the beneficiation of UG2 ore », Minerals Engineering, Vol. 12, No. 10, pp. 1177-1184.
- 64) Wiese, J., Harris, P., Bradshaw D.; 2005, « Investigation of the role and interactions of a dithiophosphate collector in the flotation of sulphides from the Merensky reef », Minerals Engineering, vol. 18, pp 791–800.

- 65) Wiese, J., Harris, P., Bradshaw D.; 2006, « The role of the reagent suite in optimising pentlandite recoveries from the Merensky reef», Minerals Engineering, vol. 19, pp 1290–1300.
- 66) Wiese, J., Harris, P., Bradshaw, D.; 2005, « The Influence of the Reagent Suite on the Flotation of Ores From the Merensky Reef », Minerals Engineering, Vol. 18, No. 2, pp. 189-198.
- 67) Wills, B. A.; 1992, Mineral processing technology, 5^{ième} édition, Angleterre, Cornwall, *Pergamon Press*.
- 68) Xiao, Z., Laplante, A. R.; 2004, « Characterizing and Recovering the Platinum Group Minerals - a Review », Minerals Engineering, Vol. 17, No. 9-10, pp. 961-979.

9. Annexes

9.1. Annexe A : Composition des différentes lithologies du complexe de Ménarik

Les tableaux suivants montrent d'abord les résultats de l'analyse des éléments majeurs pour les différentes lithologies du complexe de Ménarik. Ils montrent aussi les teneurs en ÉGP de ces lithologies dans le tableau 38.

Tableau 37 : Composition en éléments majeurs des lithologies du CDM (tiré de Houlé, 2000)

Unité	Webst Ol		Webst Ol à chro		Webst		Pyrox (D)		Pyrox à MG (D)		Gab		Gab (D)	
	X	S	X	S	X	S	X	S	X	S	X	S	X	S
%														
SiO ₂ (%)	48.70	1.83	30.59	-	56.87	-	48.76	3.29	28.16	1.33	49.78	1.20	49.02	1.70
Al ₂ O ₃	3.95	1.75	8.78	-	1.71	-	7.30	1.55	16.93	0.10	15.78	1.04	14.72	0.55
Fe ₂ O _{3t}	10.85	1.75	13.60	-	7.63	-	10.28	1.77	27.64	4.54	9.48	3.76	14.11	1.94
Cr ₂ O ₃	0.69	0.33	15.69	-	0.46	-	0.25	0.09	0.08	0.02	0.08	0.06	0.04	0.01
MgO	32.12	6.00	29.60	-	22.35	-	22.42	4.29	25.06	2.72	10.23	1.68	7.27	1.37
CaO	3.21	2.32	1.14	-	10.60	-	9.38	2.27	0.08	0.09	11.82	2.15	10.53	2.77
MnO	0.14	0.05	0.18	-	0.17	-	0.21	0.04	0.22	0.06	0.17	0.05	0.22	0.03
Na ₂ O	0.14	0.03	0.11	-	0.10	-	0.46	0.34	0.11	0.00	1.86	0.75	2.26	1.19
K ₂ O	0.01	0.01	0.01	-	0.01	-	0.14	0.13	0.01	0.00	0.25	0.18	0.58	0.40
TiO ₂	0.16	0.10	0.24	-	0.09	-	0.50	0.19	1.49	0.16	0.48	0.37	1.12	0.42
P ₂ O ₅	0.02	0.01	0.01	-	0.01	-	0.28	0.10	0.13	0.08	0.04	0.03	0.09	0.05
V ₂ O ₅ (%)	0.01	0.01	0.05	-	0.00	-	0.02	0.02	0.09	0.02	0.03	0.02	0.05	0.02
Fe ₂ O _{3t} (%)	0.36	0.16	0.80	-	0.73	-	0.72	0.17	1.53	0.00	1.53	0.11	1.44	0.05
FeO _e (%)	2.91	1.34	6.49	-	5.89	-	5.82	1.38	12.39	0.00	12.39	0.88	11.64	0.42
Mg#	86.38	3.16	82.73	-	86.57	-	82.18	5.51	66.56	6.07	70.48	10.96	52.89	8.29
Cr#	13.90	13.76	54.51	-	15.33	-	2.29	0.80	0.31	0.06	0.35	0.23	0.17	0.06
Cr/Fe	0.07	0.05	1.21	-	0.06	-	0.03	0.01	0.00	0.00	0.01	0.01	0.00	0.00
Ni (ppm)	1141	351	1400	-	786	-	880	233	285	9	207	83	132	21
Cu	51	37	678	-	25	-	31	25	n.a.	n.a.	42	22	141	151
Zn	66	5	107	-	61	-	87	40	74	13	72	32	77	14
Co	111	12	81	-	97	-	74	10	137	45	50	13	54	3
Sc	17	5	13	-	10	-	22	8	69	1	42	9	44	3
V	79	11	261	-	39	-	111	34	331	52	162	67	265	32
Y	6	1	9	-	3	-	11	2	18	9	12	8	24	10
Zr (ppm)	14	7	n.d.	-	7	-	63	11	68	11	28	21	68	32
n	4		1		1		8		2		5		7	

Fe₂O_{3t} = 10% Fe₂O_{3t}
FeO_e = 90% Fe₂O_{3t}
Mg# = Mg / (Mg + Fe)
Cr# = Cr / (Cr + Al)
Cr/Fe = Cr / (Fe²⁺ + Fe³⁺)
n = nombre d'analyses
x = moyenne
s = écart-type

Tableau 38 : Composition en éléments majeurs des lithologies du CDM (tiré de Houlé, 2000)

Unité	Chr		Chr Sil		Du		Harzb		Harzb à chro		Lherz		Lherz à chro		Per	
	X	S	X	S	X	S	X	S	X	S	X	S	X	S	X	S
%																
SiO ₂ (%)	11.23	2.25	17.40	4.61	39.29	-	44.24	1.77	36.55	5.24	43.38	0.58	41.45	2.79	38.90	-
Al ₂ O ₃	12.93	1.99	11.99	3.22	1.03	-	2.29	1.10	5.52	1.96	3.11	1.05	3.90	1.41	0.67	-
Fe ₂ O _{3t}	22.48	4.53	24.69	4.35	12.28	-	11.19	2.02	15.90	2.39	12.92	0.52	13.31	1.85	20.01	-
Cr ₂ O ₃	35.81	4.22	25.24	4.79	0.93	-	0.93	0.58	7.92	4.72	0.92	0.67	3.10	2.92	1.58	-
MgO	16.19	1.83	18.89	3.58	46.04	-	39.40	4.02	32.50	3.59	37.58	1.42	35.62	3.90	37.42	-
CaO	0.24	0.40	0.81	0.74	0.05	-	1.61	3.14	1.08	0.64	1.67	0.43	2.22	1.60	1.10	-
MnO	0.55	0.18	0.44	0.14	0.18	-	0.12	0.05	0.20	0.07	0.19	0.03	0.16	0.03	0.14	-
Na ₂ O	0.11	0.01	0.11	0.00	0.12	-	0.11	0.04	0.10	0.04	0.07	0.08	0.08	0.05	0.12	-
K ₂ O	0.01	0.00	0.01	0.00	0.01	-	0.01	0.00	0.01	0.01	0.01	0.00	0.01	0.00	0.01	-
TiO ₂	0.30	0.12	0.30	0.13	0.04	-	0.07	0.03	0.18	0.06	0.13	0.06	0.12	0.07	0.02	-
P ₂ O ₅	0.01	0.00	0.01	0.00	0.01	-	0.01	0.00	0.01	0.00	0.02	0.01	0.01	0.01	0.01	-
V ₂ O ₅ (%)	0.13	0.03	0.10	0.07	0.01	-	0.01	0.00	0.02	0.03	0.01	0.01	0.01	0.02	0.01	-
Fe ₂ O _{3c} (%)	1.24	0.20	1.39	0.63	0.08	-	0.35	0.36	1.01	0.50	0.72	0.50	0.67	0.47	0.05	-
FeO _c (%)	10.06	1.60	11.22	5.06	0.68	-	2.86	2.92	8.17	4.07	5.83	4.01	5.41	3.82	0.44	-
Mg#	61.39	7.18	62.44	6.65	89.19	-	88.45	2.44	81.59	3.86	86.48	0.70	85.32	2.66	80.45	-
Cr#	64.99	4.68	58.97	5.81	37.76	-	23.33	10.14	45.63	8.58	15.75	8.30	30.55	14.20	61.39	-
Cr/Fe	1.75	0.46	1.10	0.26	0.08	-	0.09	0.05	0.50	0.25	0.08	0.06	0.23	0.20	0.08	-
Ni (ppm)	1464	676	1843	869	1900	-	2319	1108	1771	522	1579	134	1756	439	698	-
Cu	69	80	418	600	10	-	955	1412	401	507	45	56	305	307	9	-
Zn	670	496	410	312	69	-	52	23	138	72	80	20	98	51	111	-
Co	199	64	205	83	146	-	144	22	141	25	149	23	132	17	73	-
Sc	11	4	13	4	7	-	11	2	12	1	13	2	13	3	4	-
V	816	274	638	249	38	-	51	17	213	95	64	25	129	81	29	-
Y	6	3	5	4	n.d.	-	4	2	3	2	3	1	4	2	3	-
Zr (ppm)	8	3	9	4	4	-	9	5	11	5	10	4	12	4	5	-
n	11		30		1		10		31		6		10		1	

Fe₂O_{3c} = 10% Fe₂O_{3t}
 FeO_c = 90% Fe₂O_{3t}
 Mg # = Mg / (Mg + Fe²⁺)
 Cr # = Cr / (Cr + Al)
 Cr/Fe = Cr / (Fe²⁺ + Fe³⁺)
 n = nombre d'analyses
 x = moyenne
 s = écart-type
 x = moyenne
 s = écart-type

9.2. Annexe B : Compléments de l'analyse minéralogique

Cette annexe propose des informations supplémentaires et détaille certaines informations données précédemment dans le chapitre 4. D'abord, les tableaux suivants détaillent les résultats des analyses des éléments majeurs et des éléments du groupe du platine.

Tableau 39 : Teneurs moyennes des éléments majeurs et traces

Analyse	Unité	Limite analytique	Moyenne	Écart-type	Blanc de fusion	SARM8	SARM9
Al ₂ O ₃	%	0,03	11,60	0,10	< 0.03	10,40	16,10
CaO	%	0,003	1,970	0,080	0,142	1,370	,909
Fe ₂ O ₃ T	%	0,04	22,30	0,20	< 0.04	20,40	29,70
K ₂ O	%	0,01	0,02	0,001	< 0.01	0,06	0,06
MgO	%	0,05	18,00	0,10	< 0.04	14,40	11,30
MnO	%	0,001	0,392	0,005	< 0.001	0,253	0,228
Na ₂ O	%	0,005	0,104	0,027	0,122	0,703	0,558
P ₂ O ₅	%	0,05	< 0.06	nd	< 0.05	< 0.23	< 0.22
S	%	0,01	0,16	0,01	0,02	0,17	0,10
SiO ₂	%	0,01	17,40	0,20	0,43	5,81	2,46
TiO ₂	%	0,001	0,410	0,009	< 0.001	0,233	0,599
As	ppm	120	< 150	nd	< 120	< 540	< 530
Ba	ppm	2	12	4	13	71	39
Cd	ppm	10	19	2	< 10	< 45	< 44
Co	ppm	20	240	3	< 20	268	314
Cr	ppm	20	141081	1351	137	331001	33230,
Cu	ppm	10	877	110	< 10	410	52
Ni	ppm	50	2128	10	< 50	1652	979
Sc	ppm	0,5	15,6	0,1	< 0.5	7,0	7,5
Sr	ppm	2	14,1	3,5	11,9	60,1	38,6
V	ppm	20	781	7	< 20	712	1894
Zn	ppm	6	515	2	< 6	1142	830
Y	ppm	4	< 5	nd	< 4	< 18	< 18
Zr	ppm	6	22	15	13	< 27	< 27
Pb	ppm	100	< 126	nd	< 100	< 457	< 444
La	ppm	10	< 13	nd	< 10	< 45	< 44
PAF	%		5,4	0,0	-	n.d.	n.d.
Total	%		99,0	0,5	0,7	102,6	111,0
Dilution			1 244	123	1 000	4 574	4 444

Tableau 40 : Résultats détaillés des analyses à l'ICP-MS des ÉGP sur le minerai de départ et le standard

Isotope	Unité	Limite Instrumentale	Échantillon de minerai	Erreur	Standard Sarm7	Erreur	Blanc de fusion	Référence SARM7
Au_197	ppb	0,005	537,4	3,4	742,4	3,5	190,1	310,0
Ir_191	ppb	0,005	22,2	3,4	59,0	3,4	<5	74,0
Ir_193	ppb	0,01	24,8	6,7	66,5	6,8	< 10	74,0
Os_189	ppb	0,05	<50	<i>n.d.</i>	139,8	34,2	<50	<i>n.d.</i>
Os_190	ppb	0,05	<50	<i>n.d.</i>	149,4	34,2	<50	<i>n.d.</i>
Os_192	ppb	0,05	< 50	<i>n.d.</i>	150,0	34,2	< 50	<i>n.d.</i>
Pd_105	ppb	0,005	1830,5	3,5	1264,5	3,5	6,8	1530,0
Pd_106	ppb	0,005	1817,2	3,5	1212,0	3,5	5,7	1530,0
Pd_108	ppb	0,005	1869,5	3,5	1311,0	3,5	5,6	1530,0
Pt_194	ppb	0,01	1164,9	6,8	3538,7	7,0	252,8	3740,0
Pt_195	ppb	0,01	1215,6	6,8	3719,6	7,1	248,6	3740,0
Pt_196	ppb	0,01	1104,1	6,8	3438,2	7,0	238,3	3740,0
Rh_103	ppb	0,002	160,3	1,4	188,9	1,4	< 2	240,0
Ru_101	ppb	0,005	34,3	3,4	326,0	3,4	< 5	430,0
Ru_102	ppb	0,005	19,9	3,4	306,5	3,4	<5	430,0
Ru_99	ppb	0,005	31,2	3,4	280,0	3,4	<5	430,0

Ce tableau permet de comparer les résultats obtenus et avec les valeurs de références du standard.

Enfin, les calculs d'interprétation modale se sont basés sur la composition théorique des minéraux sélectionnés. Ces données ont été recueillies sur la base de données minéralogique Internet <http://webmineral.com>. Le tableau 41 concerne l'analyse semi-quantitative des minéraux majeurs et le tableau 42, celle se rapportant aux sulfures.

Tableau 41 : Composition des minéraux sélectionnés pour les calculs de l'interprétation modale des minéraux majeurs

	Minerai de départ	Clinocllore	Actinote	Lizardite	Chromite	Diopside	Dolomite
Al	6,17%	9,09%	0,00%	0,00%	3,00%	0,00%	0,00%
Ca	1,41%	0,00%	9,16%	0,00%	0,00%	18,51%	21,73%
Fe	15,63%	11,78%	12,76%	0,00%	22,00%	0,00%	0,00%
Mg	10,81%	15,15%	8,33%	26,09%	0,00%	11,21%	13,18%
Si	8,11%	14,14%	25,66%	20,29%	0,00%	25,94%	0,00%
Cr	14,11%	0,00%	0,00%	0,00%	46,43%	0,00%	0,00%
O	40,82%	48,48%	43,80%	52,17%	28,57%	44,33%	52,06%
H	0,60%	1,35%	0,23%	1,45%	0,00%	0,00%	0,00%
C	0,25%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	13,00%

**Tableau 42 : Composition des minéraux sélectionnés pour les calculs de
l'interprétation modale des sulfures**

	Mineral de départ	Chalcopyrite	Pentlandite	Pyrrhotite	Pyrite	Millérite
Fe	0,20%	30,43%	32,58%	62,44%	46,67%	0,00%
Ni	0,21%	0,00%	34,32%	0,00%	0,00%	64,84%
S	0,20%	34,94%	33,10%	37,56%	53,33%	35,16%
Cu	0,08%	34,63%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%

9.3. Annexes C : Cartes du complexe de Ménarik

Cette section amène des informations géographiques et géologiques sur le complexe de Ménarik. Ainsi, à la figure 36, on distingue la distribution des indices chromifères et de sulfures dans le complexe de Ménarik.

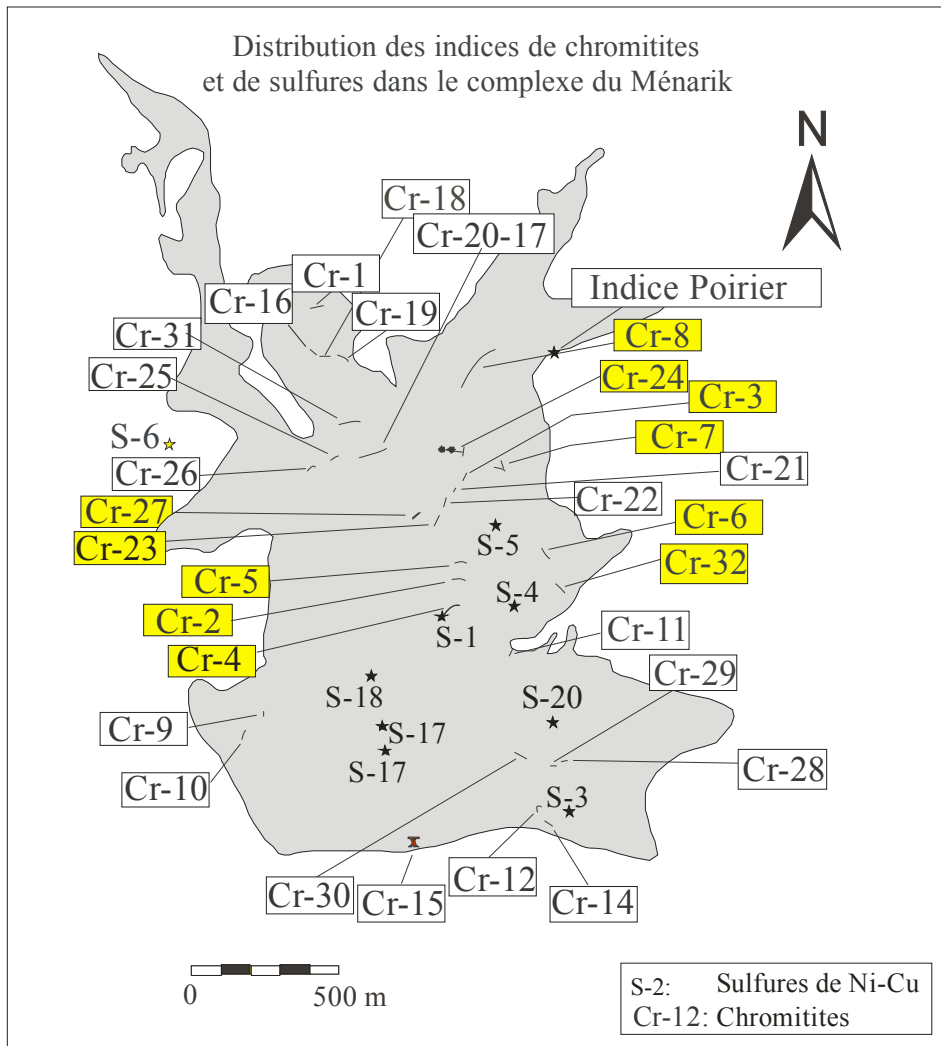
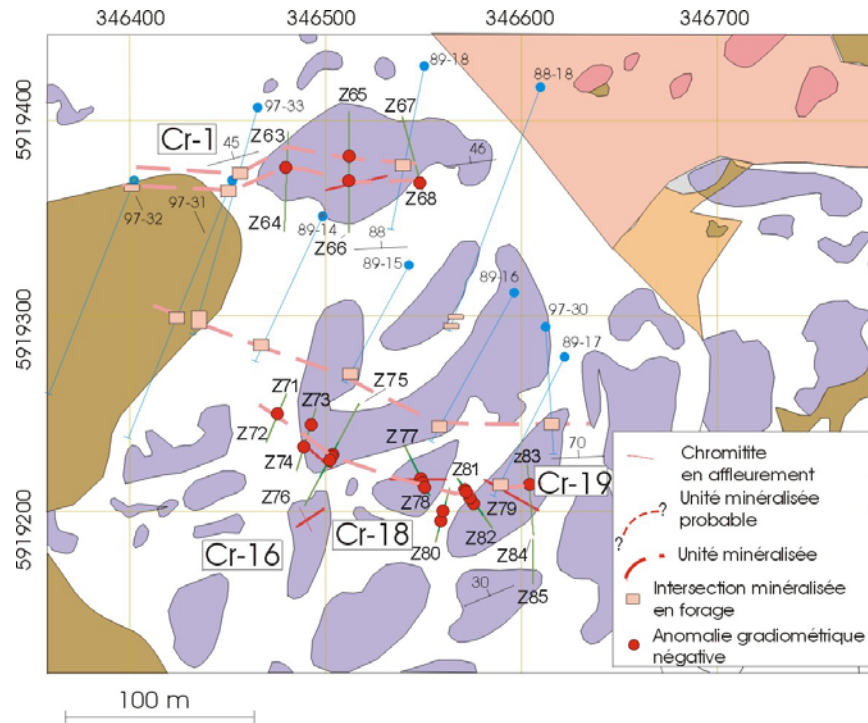


Figure 36 : Carte de localisation des zones de chromitites qui ont été étudiées dans le cadre de ce projet (tirée de Laflèche et al., 2006)



Secteur Nord

Figure 37 : Carte géologique du secteur Nord du complexe de Ménarik (tirée de Laflèche et Bergeron, 2002).

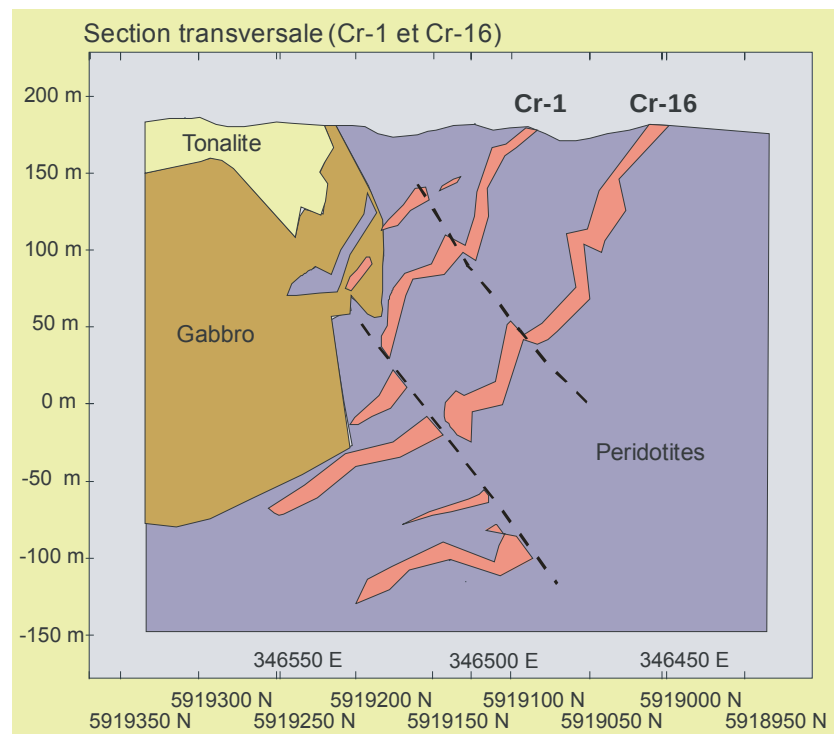


Figure 38 : Section transversale des indices chromifères Cr-1 et Cr-16.



Figure 39 : Photographies de terrain montrant les caractéristiques de la zone de dynamitage sélectionnée pour le prélèvement de l'échantillon métallurgique (Indice Cr-1, secteur Nord du complexe de Menarik) (tirée de Laflèche et Bergeron, 2002).

9.4. Annexe D : Résultats d'analyses à la sonde EDS

Au cours des observations au MEB, plusieurs analyses à la sonde EDS ont été réalisées sur les phases minérales d'intérêt. Les spectres sont reliés aux photos présentées à la section 4.2.4.2 aux pages 77, 78 et 79. Certaines analyses sont sous forme spectrale, d'autres sous forme de tableau dépendamment de l'appareil utilisé.

Tableau 43 : Spectre EDS de la figure 24

Éléments	Spectre 1	Spectre 2	Spectre 3
O	27,35	50,81	47,26
Mg	4,53	20,55	12,22
Al	0,82	5,74	2,91
Si	2,61	17,54	9,66
S	1,2		
Ca		0,63	0,72
Cr		1,69	0,72
Fe	0,83	3,02	1,83
Cu	3,91		
Tc	5,37		
Pd	42,71		21,85
Sb	6,95		2,83
Te	3,72		
Total	100,00	100,00	100,00

Tableau 44 : Spectre EDS de la figure 26

Éléments	Spectre 1	Spectre 2	Spectre 3	Spectre 4
O	21,94	32,53		50,25
Mg	3,73	5,74		18,44
Al	0,77	1,46		3,45
Si	2,42	3,29		19,76
S			36,04	
Ca				3,22
Cr		0,74		1,63
Fe		0,72	24,26	3,24
Ni			39,7	
Cu	2,06	4,38		
Tc	2,04	2,68		
Pd	53,01	39,53		
Sb	10,07	6,4		
Te		2,55		
Bi	3,96			
Total	100,00	100,00	100,00	100,00

Tableau 45 : Spectre EDS de la figure 30

Éléments	Spectre 1	Spectre 2	Spectre 3
O	19,39	41,28	38,5
Mg		10,14	10,84
Al		7,05	6,29
Si		5,12	5,36
Cr	6,11	18,6	20,35
Fe	4,95	17,82	18,66
Tc	26,98		
Pd	19,86		
Te	22,72		
Total	100,00	100,00	100,00

Tableau 46 : Spectre EDS de la figure 31

Éléments	Spectre 1
O	4,21
S	49,49
Cr	7,34
Fe	10,18
As	0,7
Sr	3,16
Tc	56,42
Ru	-48,2
Rh	13,92
Pd	-4,51
Re	3,9
Os	-0,01
Ir	-0,02
Pt	3,41
Total	100,00

Tableau 47 : Spectre EDS de la figure 32

Éléments	Spectre 1
O	28,9
Mg	3,15
Al	4,91
S	26,5
Cl	2,2
Ca	3,21
Cr	10,49
Fe	7,64
As	0,7
Sr	4,73
Rh	7,57
Total	100

Tableau 48 : Spectre EDS de la figure 33

Éléments	Spectre 1	Spectre 2	Spectre 3	Spectre 4	Spectre 5
O			31,23	10,93	50,43
Mg			1,3	2,27	18,62
Al			8,09		3,54
Si				1,69	18,7
S		36,13			
Ca					2,09
Cr	1,24	1,51	28,71	0,84	1,69
Fe	1,7	29,08	30,66	1,02	3,12
Cu		33,28		1,34	
Tc				6,77	
Pd	43,5			57,86	1,81
Sb	26,52			13,38	
Te	9,15			3,89	
Bi	17,89				
Total	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00

Tableau 49 : Spectre EDS de la figure 34

Éléments	Spectre 1	Spectre 2	Spectre 3
O	10,65		48
F		1,55	
Mg	1,18		21,94
Al			8,38
Si	0,82		17,78
S		36,2	
Sc	4,79		
Cr			1,34
Fe		22,8	2,56
Ni		39,44	
Pd	40,2		
Ag	39,3		
Cd	3,07		
Total	100,00	100,00	100,00

Les spectres précédents ont été réalisés à l'aide de la sonde EDS du microscope électronique à balayage de l'INRS-ETE. Certaines irrégularités sont tangibles comme la présence de technétium (Tc). Elles sont probablement dues aux interférences reliées à l'émission des rayons x de la surface de la lame. Malgré tout, les analyses permettent de distinguer la composition générale des phases observées. Les spectres qui suivent ont été générés par la sonde EDS du MEB du département de génie géologique de l'université Laval.

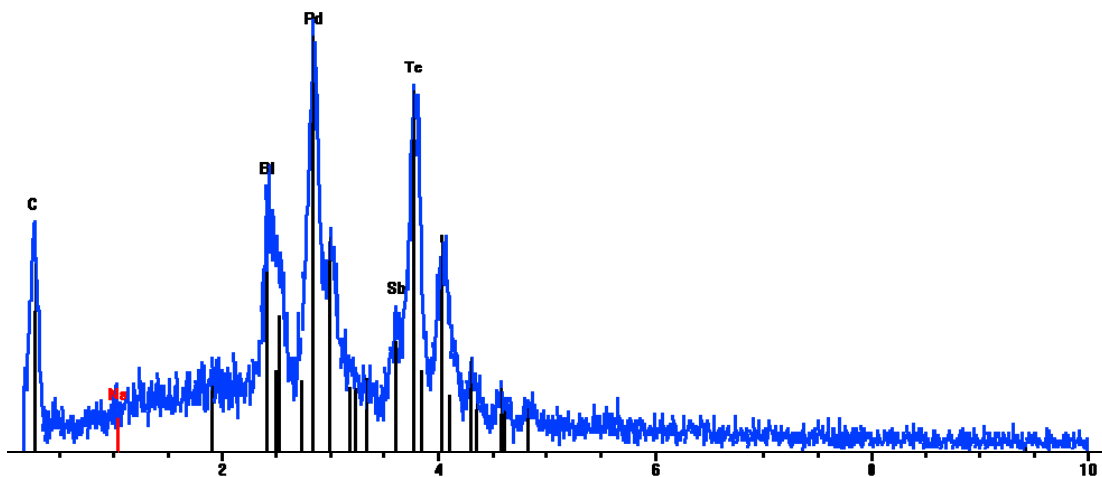


Figure 40 : Spectre EDS du MGP des figures 28

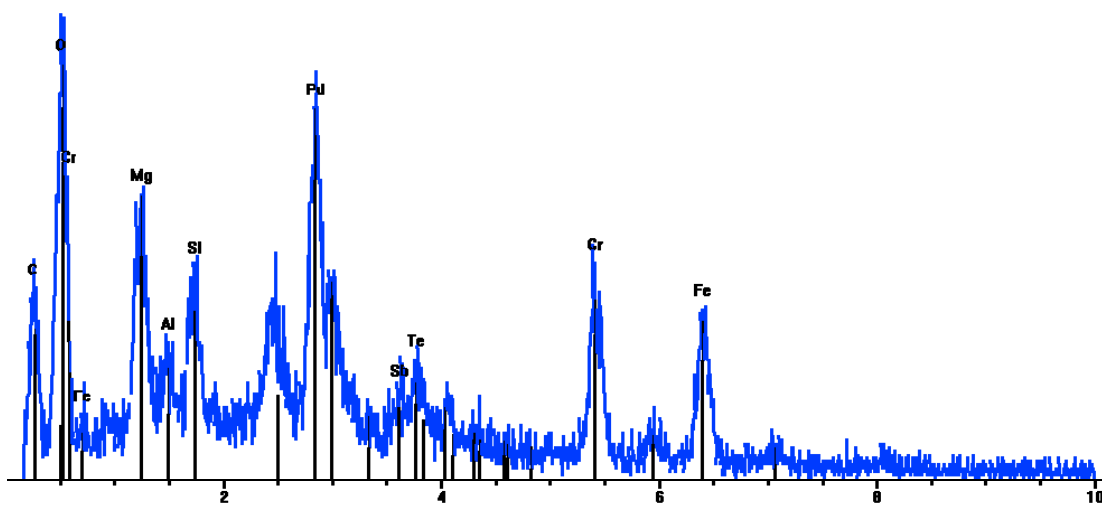


Figure 41 : Spectre EDS du MGP de la figure 29

9.5. Annexe E : Compléments d'observation du concentré de flottation

L'annexe E permet, par les photos qui y sont montrées, d'observer des détails d'un concentré de flottation. Ces photos ont été prises sur un microscope électronique à balayage. On peut y voir des exemples de MGP libérés et non-libérés et l'aspect général de la granulométrie du concentré de flottation.

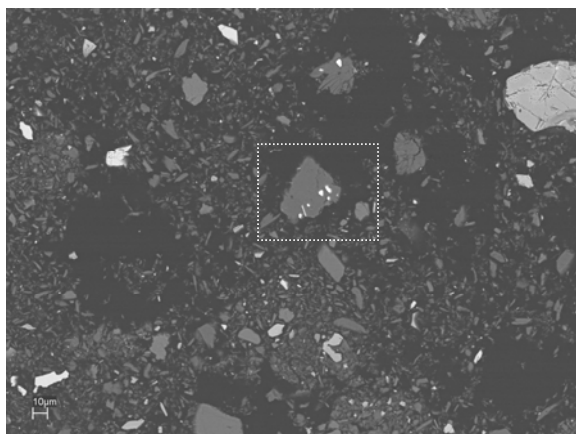


Figure 42 : MGP non libérés emprisonnés dans un silicate (1000X)

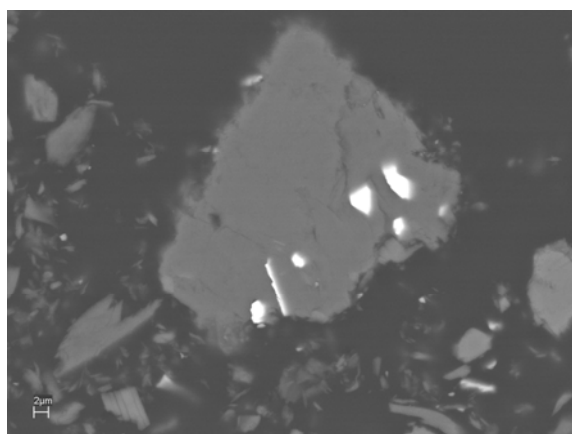


Figure 43 : Agrandissement figure 42 (5000X)

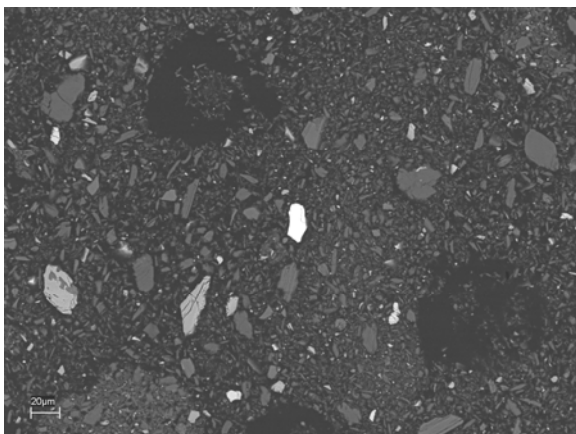


Figure 44 : Aspect général de la taille des particules dans un concentré de flottation (1000X)

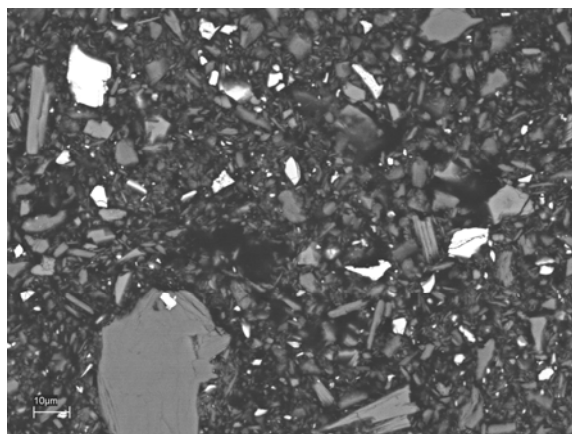


Figure 45 : Aspect général du degré de libération (2500X)

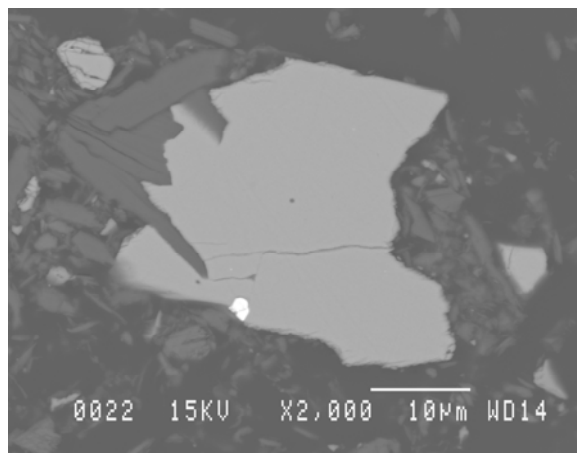


Figure 46 : Phase platinifère (Pd) non libérée dans un grain de sulfure de nickel (2000X)

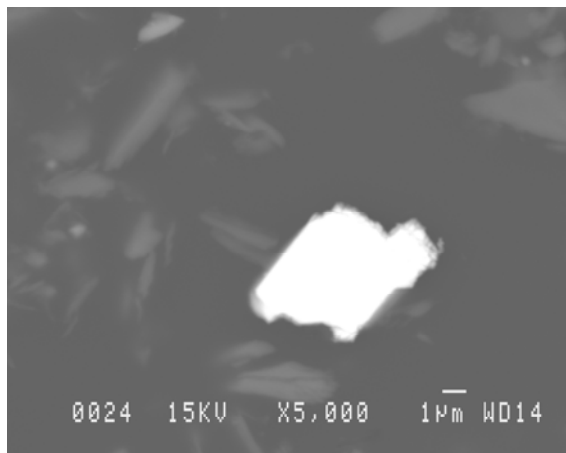


Figure 47 : MGP libéré (5000X)

9.6. Annexe F : algorithme de programmation utilisé pour la modélisation statistique des résultats de flottation

Voici l'algorithme utilisé lors la modélisation. Il a été programmé à l'aide du logiciel MatLab.

```
load flotation2.txt

X=flotation2(:,(1:8));
Y=flotation2(:,9);
X=zscore(X)
%corrélacion des x et y et choix du parametre
%corrcoef([Y X(:,1:8)])
Stat=[];
Xc=[X(:,[1 2 4 8]) X(:,[2]).^2]

%flotation2(:,[2]).^2
%Estimation des parametres
Beta=(Xc'*Xc)^-1*(Xc'*Y)

%Test anova
[n p]=size(Xc);
Yhat=Xc*Beta
SSe=(Y-Yhat)'*(Y-Yhat)
MSe=SSe/(n-p);

Ybar=mean(Y)*ones(n,1)
SSr=(Yhat-Ybar)'*(Yhat-Ybar);
MSr=SSr/(p-1);

SSt=(Y-Ybar)'*(Y-Ybar);
```

$MSt = SS_t / (n - 1);$

%LOF

$PC = [Y(9, 1) \ Y(10, 1)];$

$PC_{mean} = mean(PC);$

$SSep = (PC - PC_{mean}) * (PC - PC_{mean})';$

$nep = 2 - 1;$

$MSep = SSep / nep;$

$SSlof = SSe - SSep;$

$nlof = n - p - nep;$

$MSlof = SSlof / nlof;$

$flof = MSlof / MSep;$

$p_value_lof = 1 - fcd(flof, nlof, nep);$

$f = MSr / MSe;$

$p_value = 1 - fcd(f, p - 1, n - p);$

$R^2 = SSr / SS_t$

$R^2_{adj} = 1 - ((SSe / (n - p)) / (SS_t / (n - 1)));$

$plot(Yhat, Y, 'l', [0 \ 10], [0 \ 10], '-k'), xlabel('prédiction'), ylabel('Observation')$

$Stat = [Stat; \ R^2 \ f \ p_value];$

$ANOVA = [SSr \ p - 1 \ MSr; SSe \ n - p \ MSe; SSep \ nep \ MSep; SSlof \ nlof \ MSlof; SS_t \ n - 1 \ MSt; flof \ p_value_lof \ R^2; f \ p_value \ R^2_{adj}]$

%intervalle de confiance

% Matrice de C

$C = inv(Xc' * Xc);$

```

INT=[Beta-tinv(0.975,n-p)*sqrt(diag(C)*MSe)      Beta      Beta+tinv(0.975,n-
p)*sqrt(diag(C)*MSe)] % intervalles de confiance  $\tilde{A}$  95%

```

```

% Analyse des  $r\tilde{A}\odot$ sidus

```

```

R=Y-Xc*Beta

```

```

RINT=[Y-Xc*(Beta-tinv(0.975,n-p)*sqrt(diag(C)*MSe))      Y-Xc*(Beta+tinv(0.975,n-
p)*sqrt(diag(C)*MSe))]

```

```

subplot(4,3,1),rcoplot(R,RINT)

```

```

subplot(4,3,2),plot(Xc*Beta,R,'.b'),xlabel('yhat'),ylabel('R $\tilde{A}\odot$ sidus')

```

```

subplot(4,3,3),plot(X(:,2),R,'.b'),xlabel('x_1'),ylabel('R $\tilde{A}\odot$ sidus')

```

```

subplot(4,3,4),plot(X(:,3),R,'.b'),xlabel('x_2'),ylabel('R $\tilde{A}\odot$ sidus')

```

```

subplot(4,3,5),plot(X(:,4),R,'.b'),xlabel('x_3'),ylabel('R $\tilde{A}\odot$ sidus')

```

```

subplot(4,3,6),plot(X(:,5),R,'.b'),xlabel('x_12'),ylabel('R $\tilde{A}\odot$ sidus')

```

```

subplot(4,3,7),plot(X(:,6),R,'.b'),xlabel('x_13'),ylabel('R $\tilde{A}\odot$ sidus')

```

```

subplot(4,3,8),plot(X(:,7),R,'.b'),xlabel('x_23'),ylabel('R $\tilde{A}\odot$ sidus')

```

```

subplot(4,3,9),plot(X(:,8),R,'.b'),xlabel('x_4'),ylabel('R $\tilde{A}\odot$ sidus')

```

```

subplot(4,3,8),plot(X(:,9),R,'.b'),xlabel('x_123'),ylabel('R $\tilde{A}\odot$ sidus')

```

```

%subplot(4,3,9),plot(X(:,10),R,'.b'),xlabel('x_4'),ylabel('R $\tilde{A}\odot$ sidus')

```

