

Université du Québec

INRS Géo-Ressources

**Optimisation d'un procédé de flottation en colonne à
des fins environnementales pour la récupération de
particules fines et ultra fines de chalcopryrite**

Par:

François Turgeon

Mémoire pour l'obtention du grade de

Maître ès sciences (M.Sc.)

en sciences de la terre

14 septembre 2001

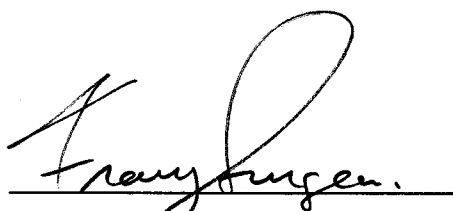
Résumé

La restauration environnementale prend depuis quelques années et prendra, dans le futur, de plus en plus d'importance. La décontamination de sites est souvent limitée par l'efficacité des méthodes existantes ou par leurs coûts d'opération souvent fort onéreux. De plus, de nombreux sites présentent un problème de contamination d'origine mixte, c'est-à-dire qu'ils sont à la fois contaminés par des composés organiques et inorganiques. Plusieurs des techniques qui existent à l'heure actuelle réussissent à traiter efficacement une contamination d'origine organique, mais très peu de techniques parviennent à traiter une contamination mixte. La présente étude a porté sur une technique utilisée par l'industrie minière soit la flottation en colonne. L'objectif : adapter cette technique à l'enlèvement de contaminants inorganiques. Plus spécifiquement, la présente étude portait sur la flottation de particules fines et ultra fines de chalcoppyrite (CuFeS_2) dans une matrice de quartz. Le cuivre est un contaminant souvent rapporté dans les zones contaminées. La matrice utilisée, une matrice simple a priori, a été choisie afin d'identifier les principaux facteurs affectant la récupération du cuivre par flottation en colonne.

Trois séries d'essais de flottation ont été effectuées. La première série a été réalisée avec des particules fines dont les diamètres variaient de 5 à 100 μm . Ces essais ont démontré, entre autres, que l'utilisation d'un collecteur lors de la flottation est indispensable si l'on veut flotter efficacement des particules de tailles variant entre 5 et 50 μm . L'efficacité obtenue pour la première série d'essais variait entre 90 % et 100 %.

La seconde série d'essais a porté sur les particules ultra fines ($< 5 \mu\text{m}$). Avec cette série, il a été possible d'identifier les variables ayant le plus d'influence sur la flottation en colonne et de définir les conditions d'opération conduisant à un enlèvement optimal. Une méthode d'analyse factorielle, l'approche de Taguchi, a été utilisée pour cerner les variables importantes.

Finalement, la dernière série d'essais a été effectuée dans les conditions optimales. L'efficacité moyenne de la flottation en colonne des particules ultra fines de chalcopryrite dans une matrice de quartz est de $91 \pm 9 \%$. Ces résultats démontrent qu'il est possible de flotter du matériel solide pour décontaminer un site et ce, même pour des particules dont la taille est extrêmement faible, aspect non négligeable pour certains sites comportant une contamination à ce niveau. La flottation en colonne doit donc être considérée comme une avenue possible dans la décontamination de sites présentant une contamination inorganique.



François Turgeon



Mario Bergeron, Directeur de recherche

Remerciements

Je désire tout d'abord remercier mon directeur de recherche Monsieur Mario Bergeron pour son support tout au long de ce travail. Merci également à Monsieur Pierre Fournier ainsi qu'à tout le personnel de l'INRS Géoressources pour l'aide apportée en cours de route.

Finalement, merci à mes proches ainsi qu'à mes collègues de travail pour vos suggestions et vos encouragements.

Table des matières

RÉSUMÉ.....	I
REMERCIEMENTS.....	III
TABLE DES MATIÈRES.....	IV
LISTE DES FIGURES.....	VI
LISTE DES TABLEAUX.....	VII
1 INTRODUCTION ET OBJECTIFS	1
1.1 CONTEXTE ET PROBLÉMATIQUE	1
1.2 OBJECTIFS SPÉCIFIQUES ET DÉMARCHE GÉNÉRALE SUIVIE.....	4
2 LA FLOTTATION EN COLONNE : PRINCIPES DE BASE	7
2.1 PRINCIPES ET FONDEMENTS DE BASE DE LA FLOTTATION	8
2.1.1 <i>Distinction entre les colonnes et les cellules de flottation</i>	12
2.1.2 <i>Réactifs de flottation</i>	14
2.1.3 <i>Paramètres affectant la flottation</i>	17
2.2 REVUE DE LA LITTÉRATURE SPÉCIFIQUE AUX PARTICULES FINES ET ULTRA FINES.....	21
2.2.1 <i>Revue générale</i>	21
2.2.2 <i>Revue détaillée d'articles spécifiques</i>	26
3 PARTIE EXPÉRIMENTALE.....	34
3.1 PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS.....	34
3.1.1 <i>Appareils utilisés</i>	34
3.1.2 <i>Matériel utilisé</i>	37
3.1.3 <i>Préparation de la matrice artificielle</i>	37
3.2 LA FLOTTATION.....	38
3.2.1 <i>La colonne</i>	39
3.2.2 <i>Composantes du montage</i>	39
3.2.3 <i>Réactifs utilisés</i>	41
3.3 LE TRAITEMENT DES ÉCHANTILLONS.....	42
3.3.1 <i>Essais</i>	42
3.3.2 <i>Mise en solution pour analyse</i>	42
3.3.3 <i>Analyse des échantillons</i>	43
3.4 INTERPRÉTATION DES RÉSULTATS.....	44
3.4.1 <i>Formules utilisées</i>	44
3.4.2 <i>Méthode d'analyse de Taguchi</i>	46

4 ESSAIS PRÉLIMINAIRES	48
4.1 CARACTÉRISTIQUES DES ÉCHANTILLONS.....	49
4.1.1 <i>Quartz</i>	49
4.1.2 <i>Chalcopyrite</i>	51
4.2 ESSAIS DE FLOTTATION PRÉLIMINAIRES	52
4.2.1 <i>Enlèvement</i>	53
4.2.2 <i>Pureté</i>	56
4.2.3 <i>Efficacité</i>	57
4.2.4 <i>Bilan de matière</i>	58
4.2.5 <i>Granulométrie</i>	59
 5 OPTIMISATION DE LA FLOTTATION EN COLONNE DES PARTICULES ULTRA FINES DE CHALCOPYRITE.....	 64
5.1 PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS.....	65
5.2 LA FLOTTATION	66
5.2.1 <i>Généralités</i>	66
5.2.2 <i>Flottation sans collecteur</i>	67
5.3 OPTIMISATION DE LA FLOTTATION DES PARTICULES ULTRA FINES	68
5.3.1 <i>Choix des variables</i>	68
5.3.2 <i>Identification des essais / matrice utilisée</i>	69
5.4 RÉSULTATS DE L'OPTIMISATION DES ESSAIS DE FLOTTATION POUR DES PARTICULES ULTRA FINES	71
5.4.1 <i>Traitement des résultats</i>	71
5.5 RÉSULTATS DE LA FLOTTATION EN CONDITIONS OPTIMALES	88
5.5.1 <i>Résultats</i>	88
5.5.2 <i>Erreur sur l'optimisation des particules ultra fines</i>	92
 6 CONCLUSIONS.....	 94
 RÉFÉRENCES.....	 99
 BIBLIOGRAPHIE.....	 101

Liste des figures

Fig. 2. 1– Schéma de fixation des particules à surface hydrophobe sur les bulles d'air. (Gosselin, Blackburn et Bergeron ;1997).....	10
Fig. 2. 2 – Section transversale d'une cellule de flottation. (source : Gill ;1991)	12
Fig. 2. 3 – Colonne de flottation. (Source : Pal, Rajinder ; 1998).....	13
Fig. 2. 4 – Structure du collecteur anionique hétéropolaire utilisé (KAX) dans cette étude. (source : Wills; 1992)	15
Fig. 2. 5 - Mode d'action d'un collecteur. (source : Gosselin, Blackburn et Bergeron ;1997).....	16
Fig. 2. 6 - Mode d'action d'un moussant. (source : Gosselin, Blackburn et Bergeron ;1997).....	17
Fig. 2. 7– Schéma montrant la relation entre les propriétés chimiques des fines et leur comportement en flottation. (source : Fuerstenau;1980).....	23
Fig. 2. 8 - Flottation de la chalcopryrite dans une cellule. (Tiré de Trahar,1981).....	28
Fig. 2. 9 - Influence du collecteur sur la récupération des particules de chalcocite, flottation en cellule. (Tiré de Trahar, 1981).....	28
Fig. 2. 10 - Flottation en colonne, récupération du cuivre selon la taille des particules de chalcopryrite. (Tiré de Espinosa-Gomez et al., 1988)	30
Fig. 2. 11 - Variation de la pureté du concentré de chalcopryrite en fonction de la récupération, cellule et colonne. (Tiré de Espinosa-Gomez et al., 1988).....	31
Fig. 2. 12 - Récupération de la chalcopryrite selon la technique utilisée, a) colonne b) cellule (Tiré de Petruk et Lastra, 1993)	32
Fig. 3. 2 - Représentation de la colonne de flottation utilisée lors de la présente étude.	39
Fig. 3. 3 – Schéma du montage de l'alimentation.	40
Fig. 3. 4 – Système de l'eau de lavage.	40
Fig. 3. 5– Courbe d'étalonnage lors de la validation de la méthode analytique	44
Fig. 4. 1 – Représentation granulométrique du 2 ^{ème} lot de quartz utilisé.....	50
Fig. 4. 2 – Évolution de l'enlèvement selon la taille des particules flottées.	54
Fig. 4. 3 - Variation de l'enlèvement en fonction de la taille des particules lors de la flottation.	55
Fig. 4. 4 – Évolution de l'efficacité selon la taille des particules flottées.	57
Fig. 4. 5 - Granulométrie de l'entrée de l'essai D5.....	60

Fig. 4. 6 - Granulométrie de la sortie de l'essai D5.	60
Fig. 4. 7- Granulométrie du concentré de l'essai D5.	61
Fig. 4. 8 - Granulométrie du concentré de l'essai D6.	62
Fig. 5. 1- Spectre granulométrique de la chalcopirite utilisée lors des essais de flottation en colonne.	65
Fig. 5. 2 – Évaluation du poids, selon l'approche de Taguchi, de chacune des variables lors de la flottation en colonne des particules ultra fines ; a) enlèvement b) pureté	73
Fig. 5. 3 – Influence, selon la méthode de Taguchi, des quatre paramètres sur l'efficacité de la flottation en colonne des particules ultra fines.	75
Fig. 5. 4 - Représentation graphique de l'effet factoriel sur la quantité de collecteur utilisée lors de la flottation des particules ultra fines.	78
Fig. 5. 5 - Représentation graphique de l'effet factoriel sur la concentration de moussant utilisée lors de la flottation des particules ultra fines.	79
Fig. 5. 6 - Représentation graphique de l'effet factoriel sur le débit de l'eau de lavage lors de la flottation des particules ultra fines.	80
Fig. 5. 7 - Représentation graphique de l'effet factoriel sur le débit de l'air lors de la flottation des particules ultra fines.	81
Fig. 5. 8 – Spectres granulométriques de l'entrée a), de la sortie b), et du concentré c) pour l'essai F.3.....	86
Fig. 5. 9 – Spectres granulométriques de l'entrée a), de la sortie b), et du concentré c) pour l'essai F.5.....	88
Fig. 5. 10 – Représentation de l'enlèvement selon la taille des particules.....	90
Fig. 5. 11 – Comparaison de la flottation en colonne et en cellule et ce, sans collecteur.....	91

Liste des tableaux

Tableau 2. 1– Classification des tailles des particules (source: Sivamohan;1990).....	22
Tableau 2. 2 – Réponse des variables contrôlées à l'augmentation des variables manipulées. (source : Finch et Dobby;1990).....	26
Tableau 3. 1 - Fonctions et modèles des différents appareils utilisés.	35
Tableau 3. 2– Paramètres d'opération du cyclosizer.....	38
Tableau 3. 3– Paramètres en absorption atomique.....	43
Tableau 3. 4 – Résultats obtenus lors de la validation de la méthode analytique.....	44
Tableau 4. 1a– Distribution granulométrique du quartz utilisé pour les essais de flottation (1 ^{er} lot).	49
Tableau 4. 2 – Fractions granulométriques des particules de chalcopirite obtenues à l'aide du cyclosizer.	51
Tableau 4. 3 – Paramètres des essais D1 à D6.	52
Tableau 4. 4 – Résumé des résultats obtenus lors des essais préliminaires de flottation en colonne avec les particules fines.....	53
Tableau 5. 1 – Conditions d'opération pour les essais de flottation en colonne des particules ultra fines.	66
Tableau 5. 2 – Résultats de l'essai F.A.1 effectué sur les particules ultra fines sans l'utilisation du collecteur.....	67
Tableau 5. 3 – Variables et niveaux utilisés pour l'optimisation de la flottation en colonne pour les particules de chalcopirite ultra fines.	69
Tableau 5. 4– Planification des essais pour la flottation en colonne des particules ultra fines. (85% < 5µm).....	70
Tableau 5. 5–Résultats des essais d'optimisation pour les particules fines (85% < 5 µm).....	72
Tableau 5. 6 – Influence en poids relatif (%) de chacune des variables sur l'enlèvement, la pureté et l'efficacité pour la flottation en colonne des particules ultra fines.....	73
Tableau 5. 7- Données découlant du calcul de l'effet factoriel de chacune des variables sur la flottation en colonne.....	77
Tableau 5. 8 – Bilans de matière et efficacité pour les neuf essais de la matrice orthogonale.	82
Tableau 5. 9 – Paramètres optimaux utilisés lors de la flottation en colonne des particules ultra fines.	88
Tableau 5. 10 – Résultats des essais de flottation en colonne effectués dans les conditions d'opération optimales.....	89

1 Introduction et objectifs

1.1 Contexte et problématique

L'environnement a toujours été, et sera sans doute toujours influencé par le comportement des êtres humains. À l'exception des catastrophes naturelles (phénomènes climatiques, séismes ou éruptions volcaniques), où les torts causés, souvent très importants, sont généralement incontournables, l'Humain a toujours eu un impact sur la qualité de l'environnement. Ces impacts, habituellement très négatifs, sont tous attribuables à la même cause : l'amélioration de la qualité de vie, qui ne peut être considérée en soit comme mauvaise. Cependant, l'amélioration de cette qualité de vie passe nécessairement par l'exploitation des ressources naturelles qui sont disponibles. Cette exploitation fut malheureusement très souvent réalisée dans l'ignorance des impacts négatifs qu'elle pouvait avoir sur l'environnement, entraînant ainsi sa dégradation lente, mais certaine.

Les problèmes majeurs firent leur apparition récemment soit au début du 18^{ème} siècle et vers la fin du 19^{ème} siècle avec les deux premières révolutions industrielles : celle du charbon de même que celle du pétrole, de l'électricité et de la chimie [Pierre Chevalier ; 1996]. C'est à partir de ce moment que la

détérioration de l'environnement devint de plus en plus évidente, les technologies ayant d'importantes répercussions.

Par contre, depuis le milieu du présent siècle, la perception de cette problématique a cependant beaucoup changé. En effet, les gens ont pris conscience de l'ampleur des problèmes reliés à la dégradation de l'environnement et du dégât qu'ils pourraient causer si aucune action n'était entreprise. Dès lors, l'apparition de différents groupes de protection de l'environnement a quelque peu forcé les gouvernements et les industries à agir ; le premier objectif étant d'arrêter l'hémorragie à la source pour, par la suite, réparer progressivement les dégâts déjà causés en décontaminant certains sites autrefois utilisés et contaminés depuis plusieurs années. Évidemment, un tel changement de perception ne peut se faire sans heurt et des mesures plus strictes comme des lois ont dû être instituées.

Les sites contaminés, peuvent être subdivisés en trois grandes catégories selon le type de contamination observé. Par exemple, un site peut être exclusivement contaminé par des composés d'origine inorganique (métaux) comme les sites miniers où la contamination provient essentiellement de l'extraction des métaux et du traitement primaire de ces derniers. À l'inverse, un site peut être uniquement influencé par des problèmes de contamination de produits organiques; ce qui est souvent le cas des stations service (essence) où quelquefois, les réservoirs peuvent présenter des fuites. La décontamination de ces différents sites peut être effectuée par plusieurs techniques bien spécifiques et adaptées à chaque type de contamination. À titre d'exemple, pour un site contaminé avec des produits organiques, une méthode basée sur l'activité microbienne pourra être utilisée pour décomposer les contaminants. Également, alors que la technique précédente s'avère inutile pour les composés inorganiques, une méthode dite de stabilisation, qui consiste à figer les contaminants dans du béton, peut régler le problème d'une contamination simple de composés inorganiques.

On rencontre fréquemment des sites beaucoup plus complexes où la contamination est d'origine mixte, c'est-à-dire à la fois organique et inorganique. Par exemple, au quai 103 de la zone portuaire de Montréal, la contamination observée provient majoritairement des rejets industriels produits par les activités de raffinage du cuivre et du pétrole. En plus, il arrive souvent qu'une partie importante des contaminants se retrouve dans la fraction granulométrique inférieure à 100 microns, une fraction granulométrique difficile à traiter.

Peu de techniques simples, efficaces et peu coûteuses sont aujourd'hui disponibles pour traiter un site affecté par une contamination mixte. Une solution simple pour contrer ce problème est l'adaptation d'une technologie déjà existante : la flottation. En fait, cette technique déjà très connue et exploitée par l'industrie minière, est basée sur le caractère hydrophile / hydrophobe des particules ou substances à traiter. Jusqu'à présent, cette technologie était surtout utilisée pour la récupération des composés inorganiques alors que, naturellement, beaucoup de substances organiques possèdent des propriétés hydrophobes assurant leur flottation. Ces substances hydrophobes sont souvent classifiées parmi les contaminants : hydrocarbures pétroliers, produits organiques chlorés, etc.

Voilà une avenue intéressante pour décontaminer un sol ou des sédiments aux prises avec une contamination mixte. Traditionnellement, l'industrie minière utilise une technique de flottation dite « en cellule ». Par contre, celle-ci perd son efficacité au fur et à mesure que la taille des particules diminue. Plus récemment, les colonnes de flottation ont été développées. L'un des avantages des colonnes de flottation est leur performance supérieure aux cellules dans la récupération des matériaux hydrophobes fins [Alvarez et Bocaz ;1985] [Espinosa-Gomez,Finchet,Johnson ;1988] [Sivamohan ;1990] [Biswal et Bhaumik ;1992]. Les résultats actuellement disponibles dans la littérature nous permettent de comprendre le comportement des particules supérieures à 10 μm dans des cellules ou des colonnes, mais très peu de données concernent les particules inférieures à cette limite [Trahar ;1981][Espinosa-Gomez et al. ;1987][Tortorelli et al. ;1997]. L'application de la flottation au domaine environnemental nécessite une connaissance

approfondie du comportement des particules fines dans les équipements de flottation. Il y a donc un intérêt important à développer des travaux de recherche sur la récupération de contaminants par flottation en colonne, un équipement adapté au traitement des matériaux fins.

1.2 Objectifs spécifiques et démarche générale suivie

À la lecture des pages précédentes, il semble évident que des recherches un peu plus approfondies sur la flottation en colonne valent la peine d'être entreprises. Deux champs d'études sont possibles. Un premier regroupe les contaminants organiques, un second englobe les contaminants inorganiques. Puisqu'il est impensable de réaliser l'ensemble des travaux en une seule étape, le présent travail s'intéresse au traitement des contaminants inorganiques, plus spécifiquement au cuivre, élément souvent présent comme contaminant dans les sols et sédiments. De plus, comme une grande partie des contaminants se présentent sous forme de particules extrêmement fines, beaucoup d'énergie a été consacrée, dans le présent travail, à l'étude des particules fines ($< 100 \mu\text{m}$) et ultra fines ($< 5 \mu\text{m}$). Cette nomenclature des particules selon leur diamètre provient de Sivamohan (1990). Une classification plus complète est présentée au tableau 2.1. Finalement, afin de faciliter l'interprétation et la compréhension du comportement de ce type de particules en colonne de flottation, les essais ont été effectuées avec une matrice artificielle, constituée de quartz et de chalcopryrite (CuFeS_2).

Plus spécifiquement, cinq objectifs distincts ont été visés au cours de ce travail :

- 1 Effectuer une revue de la littérature sur la flottation en colonne appliquée aux particules fines.**
- 2 Identifier, à l'aide d'expériences en laboratoire, les principaux facteurs qui gèrent la récupération de particules fines de chalcopryrite ($<100 \mu\text{m}$) par flottation en colonne.**

- 3 Effectuer des essais préliminaires pour se familiariser avec l'équipement et les protocoles expérimentaux dans le but d'obtenir des résultats de flottation en colonne pour une tranche granulométrique comprenant les particules fines.**
- 4 Optimiser la récupération des particules ultra fines de chalcoppyrite en colonne de flottation.**
- 5 Comparer les résultats optimaux de la récupération avec ceux de la littérature.**

La réalisation du premier objectif a nécessairement impliqué une revue de la littérature afin de recenser les articles qui traitent de la flottation (cellule ou colonne) de façon générale, mais également de façon beaucoup plus spécifique en regard de la flottation des particules fines, permettant ainsi une compréhension complète du domaine. Afin d'atteindre le deuxième objectif, des essais préliminaires de flottation avec des particules fines ont été réalisés. En plus de permettre l'identification des principaux facteurs affectant la récupération du cuivre, ces essais ont permis de se familiariser avec les différentes composantes du montage expérimental. Le troisième objectif a, quant à lui, été atteint en effectuant l'étude complète du phénomène de flottation pour des particules de diamètre inférieur à 5 μm ; ce qui englobe l'étude des principaux paramètres affectant la flottation. Ainsi, des conditions d'opération, jugées optimales, ont pu être déterminées. Finalement, le quatrième objectif a été réalisé dans l'optique de comparer les résultats obtenus expérimentalement avec ceux disponibles dans la littérature. De cette façon, certains articles bien spécifiques ont été utilisés lors de la comparaison des résultats propres à cette étude.

Le présent document se divise en cinq autres chapitres :

Le **chapitre 2** contient l'information nécessaire à la compréhension des principes généraux de flottation appliqués dans l'industrie minière. De plus, de façon plus détaillée, il présente la liste des paramètres affectant la flottation ainsi qu'une section plus spécifique se rapportant à la problématique des particules fines et

ultra fines. Ce chapitre contient également une revue de la littérature sur l'ensemble du sujet, cette revue étant divisée en deux parties : la revue générale et la revue détaillée d'articles spécifiques.

Le **chapitre 3** présente la méthode expérimentale qui a été suivie tout au long de la série d'expérimentations effectuées. Ainsi, ce chapitre contient des informations relatives à la préparation des échantillons, au processus de flottation et à l'analyse des échantillons.

Le **chapitre 4** regroupe l'ensemble des paramètres et des résultats relatifs aux essais de flottation en colonne, avec des particules dont la taille varie entre 5 et 50 μm . Une discussion sur les résultats est également incluse dans ce chapitre.

Le **chapitre 5** contient l'étude de l'influence des quatre variables présélectionnées au chapitre 2 à savoir : le débit du gaz, le débit de l'eau de lavage, la concentration du collecteur et celle du moussant, sur la flottation en colonne des particules ultra fines de chalcoppyrite dans une matrice de quartz. L'approche Taguchi, qui a été utilisée, permettait de faire ressortir l'impact des quatre variables sur la flottation pour en déterminer des conditions optimales d'opération. Finalement, ce chapitre comporte une section portant sur des essais réalisés dans les conditions optimales.

Le **chapitre 6** est en fait la conclusion du projet et contient un résumé complet des différents résultats obtenus, des avantages et des limites de cette technologie.

2 La flottation en colonne : Principes de base

La flottation est probablement l'une des technologies ayant le plus marqué le 20^{ème} siècle dans le domaine minier. Elle est sans aucun doute la technique la plus importante pour la récupération et la concentration des minerais [Gosselin et al. ;1997]. Même les minerais les plus complexes n'échappaient pas au succès de la flottation [Klassen et Mokrousov;1963]. Par contre, au tout début, une compréhension théorique insuffisante créait souvent quelques problèmes aux utilisateurs (flottation de certains types de minéraux seulement, problèmes avec la flottation des particules < 5-10 μm , etc.). Aujourd'hui encore, certaines interrogations persistent. C'est en fait au début du vingtième siècle, que la flottation en cellule dans le domaine minier, a vu le jour. Celle-ci permettait, entre autre, la séparation de minerais complexes de type zinc-cuivre, plomb-zinc, etc.. Bien qu'initialement destinée au traitement des sulfures, cette technique s'est par la suite développée et permet maintenant le traitement des oxydes et même de certains minerais non-métalliques comme les phosphates [Wills;1992].

Par la suite, est apparue la flottation en colonne. Pratiquée depuis le début des années soixante [Finch et Dobby;1990], celle-ci constitue un hybride de la flottation conventionnelle du début du siècle. La flottation en colonne présente certaines différences qui sont particulièrement intéressantes notamment lorsque l'on vise la récupération de particules fines.

Ce chapitre présente un survol global du phénomène de flottation et est divisé en deux parties :

- La première partie insiste sur les principes et fondements de base de cette technique, lesquels seront suivis d'une description un peu plus théorique des principaux paramètres influençant la flottation.
- La seconde partie de ce chapitre porte plus spécifiquement sur la revue de la littérature, incluant la problématique des particules fines et ultra fines et ce, pour le cuivre. En fait, il s'agit ici d'examiner le comportement que ces particules peuvent avoir en colonne et de décrire les limites expérimentales qui ont été atteintes avec ce type de particules. Cette seconde partie du chapitre est scindée en deux sections : une première section regroupe une série d'articles portant sur la problématique générale des particules fines et ultra fines. Cette section est suivie par une recension d'articles beaucoup plus spécifiques aux différentes expérimentations effectuées. Tout au long des chapitres 4 et 5, les articles présentés dans cette deuxième section ont été utilisés pour comparer les résultats obtenus et font donc, par conséquent, l'objet d'une étude plus détaillée.

2.1 Principes et fondements de base de la flottation

La flottation est un phénomène basé sur les propriétés hydrophiles et hydrophobes des surfaces. Généralement, lors d'une flottation, trois

composantes interagissent : l'eau, les bulles d'air et les particules solides. C'est donc au niveau des différentes surfaces que se produit la réaction permettant ou non aux particules solides d'interagir avec les bulles d'air pour être ainsi flottées. La majorité des particules solides possèdent, de façon naturelle des affinités avec l'eau. On dit alors qu'elles ont un caractère hydrophile, ce qui nuit considérablement à la flottation puisqu'elles n'auront aucune interaction avec les bulles d'air à caractère hydrophobe. Le principal objectif est donc de transformer la surface des particules solides pour leur permettre d'interagir avec les bulles d'air.

Le caractère naturel hydrophile des particules solides est dû à leur surface qui est recouverte d'un film liquide agissant comme une barrière pour la flottation. Une méthode pour résoudre ce problème est de déplacer spontanément le film liquide afin de permettre à la surface du solide d'interagir avec les bulles d'air. Pour ce faire, il faut avant tout que les forces d'interaction qui existent entre l'eau et les particules solides soient suffisamment faibles. La méthode connue et utilisée pour réduire ces forces d'interaction est l'ajout d'un collecteur dans la pulpe. Le rôle de ce dernier est de minimiser les interactions eau/particules, afin de rendre les particules solides les plus hydrophobes possible. Une description beaucoup plus complète des collecteurs sera donnée à la section 2.1.2. Une fois que les particules ont été affaiblies ou ont perdu leur film liquide, l'interaction avec les bulles d'air est maintenant possible et la flottation peut se produire. La figure 2.1 représente bien le phénomène : les particules dont la surface est maintenant hydrophobe peuvent se coller sur les bulles et flotter.

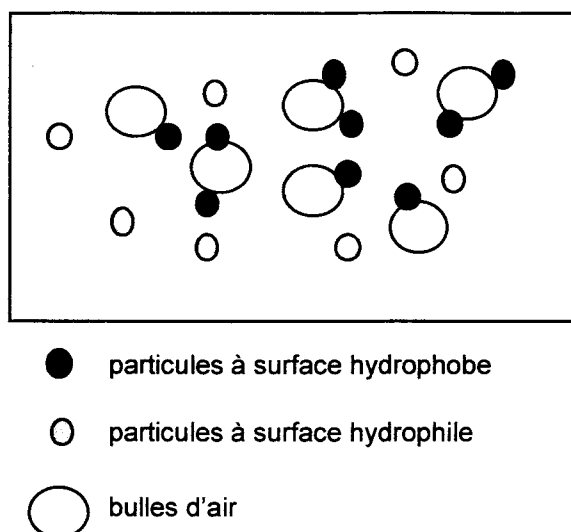


Fig. 2. 1– Schéma de fixation des particules à surface hydrophobe sur les bulles d'air.
(Gosselin, Blackburn et Bergeron ;1997)

L'efficacité de la flottation dépend principalement de l'attachement bulles/particules. Plusieurs auteurs ont étudié l'interaction bulles/particules et les facteurs qui peuvent influencer l'attachement [Gochin ;1990] [Finch et Dobby ;1990] [Tortorelli et al. ;1997]. Le facteur clef est probablement l'angle de la collision. À l'aide d'une équation, Gochin (1990) a évalué que l'angle optimal est au-delà de $\Theta = 30^\circ$. Pour des angles inférieurs, l'efficacité de la collision est diminuée jusqu'à devenir nulle pour un angle de $\Theta = 0^\circ$ où thermodynamiquement, l'attachement est impossible [Gochin ;1990].

Un modèle de collection basé sur l'efficacité d'attachement et de collision existe déjà [Finch et Dobby ;1990][Dobby et Finch ;1987] [Gochin ;1990]. Ce dernier implique deux paramètres :

$$E_K = E_C * E_A$$

E_K représente l'efficacité de collection qui est directement fonction de l'efficacité de collision de la bulle (E_C) et de l'efficacité d'attachement (E_A). L'efficacité de collision est la fraction des particules qui se trouvent dans l'environnement des bulles et qui réussiront à entrer en collision avec ces dernières. Cette étape du

processus de collision, entre une bulle et une particule, est dépendante de la taille des bulles et des particules. Ces deux facteurs seront détaillés à la section 2.1.3.

L'efficacité d'attachement est, quant à elle, la fraction des particules qui sont entrées en collision avec la bulle et qui y resteront attachées. Des explications beaucoup plus détaillées sont présentées dans la littérature [Finch et Dobby ;1990] [Dobby et Finch ;1987]. Mentionnons toutefois que l'efficacité d'attachement est directement influencée par l'efficacité de collision. Parmi les facteurs cinétiques qui influencent le système de flottation au niveau de l'attachement on retrouve :

- collisions bulles/particules
- amincissement du film liquide entre la bulle et la particule
- destruction du film liquide

Plus l'épaisseur du film liquide sera diminuée, plus la particule aura un caractère hydrophobe, améliorant ainsi ses chances de flotter. Une description détaillée est disponible dans la littérature [Gochin ;1990][Tortorelli et al. ;1997].

La flottation est une technique très intéressante au niveau de ses applications environnementales. En effet, de nombreux contaminants inorganiques de nature métallique comme le cuivre, le zinc ou le plomb peuvent être facilement concentrés par le principe de la flottation. Il en est de même pour les contaminants organiques (HAP, BPC, etc.) qui possèdent très souvent, et ce naturellement, le caractère hydrophobe recherché [Gosselin, Blackburn et Bergeron ;1997]. La flottation est efficace pour le traitement des particules dont la taille est comprise entre 5 et 212 μm [Gochin ;1990]. Ces limites sont cependant régies par deux phénomènes : la capacité plutôt limitée qu'a une bulle de soulever un poids, et la possibilité des particules plus grosses de se détacher de la bulle à laquelle elles sont accrochées [Gosselin, Blackburn et Bergeron ;1997].

2.1.1 Distinction entre les colonnes et les cellules de flottation

2.1.1.1 Cellules de flottation

D'une manière générale, deux types d'équipement permettent de flotter des particules : Les cellules de flottation et les colonnes de flottation.

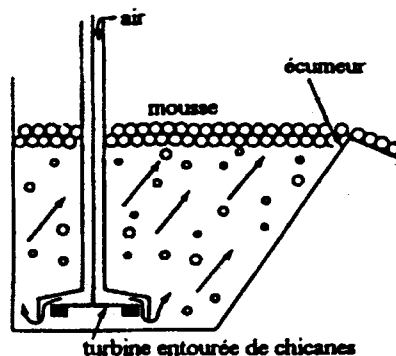


Fig. 2. 2 – Section transversale d'une cellule de flottation. (source : Gill ;1991)

La figure 2.2 représente une cellule de flottation conventionnelle. Celle-ci est constituée d'un réservoir muni d'une turbine avec des chicanes, qui permet une agitation constante et ainsi une meilleure homogénéité de la pulpe. Le terme pulpe peut être défini comme étant le mélange eau-quartz-chalcoppyrite . L'air, nécessaire à la formation des bulles, entre directement par l'axe de la turbine. Le réservoir peut être constamment alimenté en pulpe par le fond ou tout simplement être rempli à chaque fois. Une fois l'alimentation démarrée, la turbine se met à tourner et provoque l'agitation nécessaire pour induire les collisions entre les bulles d'air et les particules et ainsi, la flottation. Les composés hydrophobes sont donc entraînés par les bulles vers le haut de la colonne et se retrouvent dans la mousse qui peut se déverser dans un autre réservoir. Ce type d'équipement de flottation, tout comme les colonnes, peut également être utilisé en série.

2.1.1.2 Colonnes de flottation

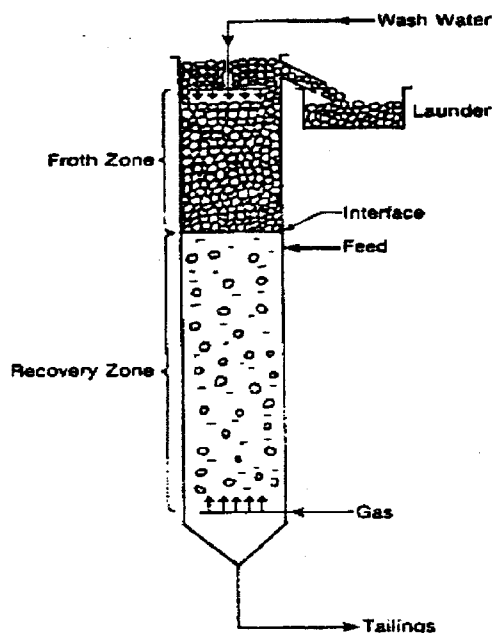


Fig. 2.3 – Colonne de flottation. (Source : Pal, Rajinder ; 1998)

Les colonnes de flottation (fig. 2.3) sont généralement constituées d'un tube de dimension variable placé verticalement. La pulpe est transférée à l'aide de pompes dans la colonne par un point d'alimentation situé en son tiers supérieur. L'entrée d'air est située sous la colonne et permet la production des bulles nécessaires à la flottation. L'agitation causée par la formation des bulles d'air, provoque des collisions et permet aux particules accrochées sur les bulles de monter dans la colonne. Contrairement aux cellules, la pulpe dans la colonne n'est pas brassée par un agitateur mécanique. Les colonnes comportent également une zone de lavage. En fait, il s'agit d'un système d'eau externe. Celui-ci est mis en fonction dès que la mousse atteint le haut de la colonne. Ainsi, l'eau est distribuée par le haut de la colonne et s'écoule dans la mousse, entraînant de cette façon plusieurs particules indésirables dans la pulpe. Ce qu'on appelle le concentré, c'est-à-dire les particules hydrophobes est récupéré dans le haut de la colonne tandis que le rejet (partie décontaminée) est pompé par le bas [Gosselin, Blackburn et Bergeron; 1997].

Les colonnes possèdent au moins deux avantages par rapport aux cellules. Premièrement, ces dernières ne possèdent pas de système de lavage ; ainsi, la flottation parasitaire est augmentée et la pureté du concentré est de beaucoup diminuée. Deuxièmement, la forme particulière de la colonne permet une augmentation des chances de collisions entre les bulles d'air et les particules grâce à sa hauteur, qui peut varier et atteindre une taille très appréciable de l'ordre de 10 mètres. La forme allongée de la colonne augmente significativement le temps alloué aux particules pour qu'elles puissent entrer en collision avec les bulles et ainsi, améliorer la flottation. Également, les colonnes ont l'avantage de minimiser le détachement des particules de la surface des bulles puisque la turbulence est beaucoup moindre que celle retrouvée dans les cellules [Biswal et Bhaumik ;1992] [Itiyokumbul ;1993].

Il existe également plusieurs ouvrages très intéressants qui portent sur la flottation en cellule et en colonne, pensons notamment à ceux de : Wills (1992), Gill (1991), Finch et Dobby (1990), Petruck et Lastra (1993), Huang (1992) et Alvarez et Bocaz (1985).

2.1.2 Réactifs de flottation

Au départ, il convient de discuter des différents réactifs de flottation qu'il est possible d'ajouter dans les équipements de flottation afin de modifier les conditions d'opération. Il s'agit des agents activants, déprimants, moussants et des collecteurs. Les deux premiers sont habituellement utilisés pour augmenter ou diminuer l'efficacité du collecteur et sont très sensibles aux variations de pH. Puisque les agents activants et déprimants n'ont pas été utilisés durant nos deux séries d'expérimentations, nous les laisserons de côté pour nous intéresser aux collecteurs et aux agents moussants. Les collecteurs ou les agents moussant sont ce qu'on appelle des surfactants.

2.1.2.1 Collecteurs

Le collecteur est probablement le réactif de flottation le plus critique. Les collecteurs sont des molécules organiques ou des composés ioniques qui s'adsorbent sélectivement à la surface d'un minéral [Kelly et Spottiswood;1982]. Le collecteur a comme principal objectif de préparer la surface du minéral afin d'optimiser son attachement sur les bulles d'air. Le collecteur diminue la stabilité de la couche hydratée favorisant ainsi l'attachement des bulles à la surface des particules [Klassen, Mokrousov;1963]. En agissant ainsi, il rend le minéral hydrophobe.

On classe les collecteurs en deux catégories: les collecteurs polaires et les collecteurs non polaires. Puisque les collecteurs polaires sont très utilisés en flottation, nous nous y intéresserons plus particulièrement. Les collecteurs polaires peuvent également être classés selon leur caractère ionique ou non-ionique. Les collecteurs polaires non-ioniques sont souvent très peu solubles dans l'eau et sont, par conséquent, très peu utilisés contrairement aux collecteurs ioniques qui possèdent un très grand domaine d'application en flottation [Wills ; 1992]. Les collecteurs polaires ioniques sont des molécules très complexes ayant une structure hétéropolaire (Fig.2.4), C'est-à-dire une structure qui inclut une portion polaire et une autre non-polaire. C'est en fait la partie polaire qui est adsorbée par réactions chimiques (adsorption chimique) avec les ions à la surface du matériel ou par attractions électrostatiques (adsorption physique) sur la surface du minéral. La partie organique non-polaire, quant à elle, est disponible et augmente ainsi le caractère hydrophobe du minéral [Kelly et Spottiswood;1982] .

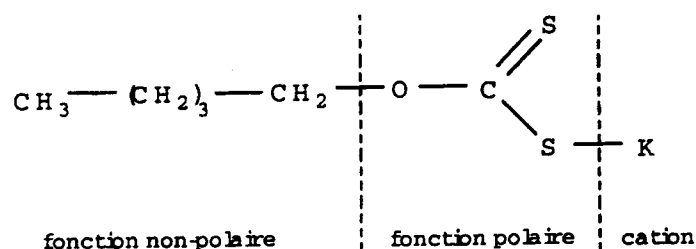


Fig. 2. 4 – Structure du collecteur anionique hétéropolaire utilisé (KAX) dans cette étude. (source : Wills; 1992)

Un collecteur ionique peut être de type cationique ou anionique, ce dernier étant le plus souvent utilisé en raison de sa sélectivité beaucoup plus intéressante. La figure 2.5 montre comment se présente le collecteur à la surface du minéral.

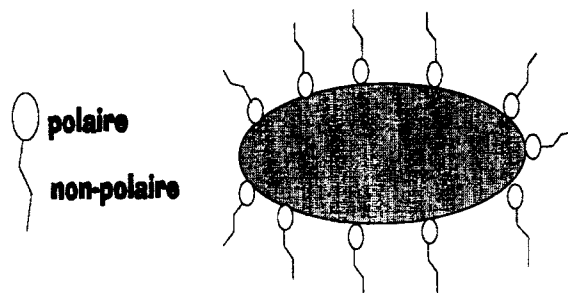


Fig. 2. 5 - Mode d'action d'un collecteur. (source : Gosselin, Blackburn et Bergeron ;1997)

Comme les collecteurs anioniques sont plus sélectifs, ils ont été utilisés au cours de notre projet. Ainsi, travaillant avec une matrice de quartz-chalcopyrite, un collecteur de type xanthate, très sélectif pour les sulfures, a été utilisé soit le KAX (potassium amyl xanthate ; figure 2.4). La concentration et le pH influencent grandement l'efficacité d'un collecteur. Par exemple, une addition trop grande de collecteur provoque une diminution de la sélectivité de la flottation et de la stabilité de la mousse [Klassen et Mokrousov;1963]. Ces deux facteurs seront discutés en détail à la section 2.1.3.

2.1.2.2 Moussants

Les agents moussants sont des réactifs organiques solubles dans l'eau qui sont adsorbés à l'interface air-eau. Leur solubilité dans l'eau provient du fait qu'ils sont, tout comme les collecteurs, hétéropolaires ; la partie polaire leur permettant d'être solubilisés. Les moussants sont responsables de la stabilité de la mousse et par le fait même, de la stabilité de l'attachement des particules aux bulles d'air. Idéalement, les agents moussants agissent dans la phase liquide et non à la surface des particules. L'interaction du moussant avec le collecteur doit être évitée, le moussant diminuant la sélectivité de ce dernier. Malheureusement,

la réalité est tout à fait différente. En fait, on observe régulièrement des interactions entre le moussant, le minéral et les autres réactifs. En plus de maintenir une certaine stabilité de la mousse, les moussants ont pour fonction d'améliorer la dispersion des bulles dans la pulpe [Gosselin et al.;1997] [Klessen et Mokrousov;1963] [Kelly et Spottiswood;1982]. La figure 2.6 représente le mode d'action du moussant.

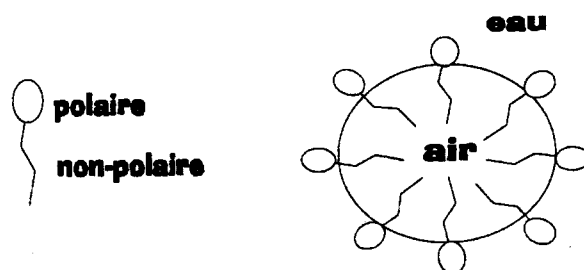


Fig. 2. 6 - Mode d'action d'un moussant. (source : Gosselin, Blackburn et Bergeron ;1997)

Il existe une large gamme de moussants synthétiques, principalement constitués d'alcools de poids moléculaires élevés. Ces produits synthétiques sont souvent privilégiés en raison de leur stabilité importante, contrairement aux produits commerciaux disponibles comme l'huile de pin. D'autres produits, comme les éthers polyglycols sont fréquemment utilisés. Le DOWFROTH 250, qui a été utilisé tout au long de la présente étude, fait partie de cette catégorie. Contrairement aux moussants avec un alcool, les éthers polyglycols sont moins sélectifs mais plus puissants et efficaces pour des pulpes concentrées et ce, à tous les pH [Wills;1992].

2.1.3 Paramètres affectant la flottation

Bien que les deux réactifs abordés dans la section précédente soient importants au bon fonctionnement de la flottation, plusieurs autres paramètres ne sont pas à négliger. Huang (1992), regroupe habilement une série impressionnante de paramètres affectant la flottation en général. Parmi ceux qui

nous intéressent plus particulièrement, on retrouve : la longueur de la chaîne des surfactants, leur concentration, le pH de la pulpe, le temps de résidence de la pulpe et la vitesse du gaz. Finalement, nous pouvons ajouter à cette liste, la taille des particules et la taille des bulles.

2.1.3.1 Longueur de la chaîne des surfactants

Pour un agent moussant ou un collecteur plus la longueur de la chaîne non-polaire est importante, meilleure sera l'adsorption à l'interface et ainsi la séparation. Des chaînes de 12 à 18 atomes de carbone sont habituellement utilisées. Celles-ci sont assez solubles pour être dissoutes dans la phase aqueuse mais ce, uniquement lorsqu'elles sont attachées à un groupement très polaire.

2.1.3.2 La concentration des surfactants

Moussants

Les surfactants sont utilisés pour stabiliser les bulles d'air en diminuant la tension à l'interface air-eau. Une augmentation trop importante de la concentration de moussant entraîne une diminution de la taille des bulles d'air. En effet, initialement très instables, les petites bulles deviennent de plus en plus stables à mesure que l'on ajoute du moussant.

Collecteurs

Du côté des collecteurs, plus on augmente la concentration, moins efficace est la flottation. En effet, une trop grande concentration provoque l'apparition d'une seconde couche sur le minéral. De cette façon, le minéral rendu hydrophobe redeviendra hydrophile et aura de la difficulté à flotter.

Idéalement, il nous faut ajouter une quantité légèrement supérieure au minimum requis pour la formation d'une seule couche de collecteur autour des particules visées.

2.1.3.3 Le pH

Comme nous l'avons mentionné précédemment, le pH influence grandement la flottation car il agit directement sur le collecteur en l'activant ou le déprimant. La sélectivité de la séparation des complexes est très dépendante de l'équilibre entre la concentration des réactifs et le pH [Wills;1997]. Les ions OH^- et H^+ sont adsorbés dans les portions interne et externe de la double couche électrique. Ils changent ainsi le potentiel électrochimique et électrocinétique de la double couche. Ces changements à la surface du minéral permettent l'adsorption du collecteur sur celle-ci. Un pH plutôt basique permettra une réduction du temps d'attachement et souvent une plus grande stabilité du collecteur. Par contre, les ions hydroxyle entrent en compétition avec les collecteurs anioniques ce qu'il ne faut pas négliger. Il faut donc utiliser le collecteur dans des conditions favorisant au maximum son adhésion sur le minéral pour permettre une flottation optimale. Le pH influence aussi la dissociation des groupements carboxyliques ($-\text{COOH}$) composant souvent les groupements polaires des collecteurs. Comme le collecteur utilisé est le KAX, le pH de notre mélange a toujours été maintenu entre 8 et 12 [Wills;1992]. Kelly et Spottiswood (1982) et Klassen et Mokrousov (1963) discutent davantage de la théorie entourant ce facteur.

2.1.3.4 Le temps de résidence de la pulpe

Selon Huang (1992) et Jameson et al. (1977), la durée d'agitation avant la flottation et après l'ajout du surfactant agit directement sur la flottation. De plus, selon Jameson et al. (1977), outre le temps d'agitation, sa force influencera également la flottation. Une bonne agitation favorisera un plus grand nombre de collisions entraînant nécessairement une augmentation de l'adsorption entre bulles et particules. Par contre, un brassage trop agressif provoquera le

détachement de ces mêmes particules. L'effet du mélange et de la turbulence de la pulpe ont également été examinés par plusieurs auteurs [Bogbanov;1964] et [Jowett;1961].

2.1.3.5 La vitesse du gaz

L'efficacité de la flottation dépend de la stabilité de la mousse. Celle-ci se doit d'être stable et relativement sèche (bulles bien formées) pour espérer une belle flottation. Théoriquement, la stabilité de la mousse dépend de la quantité de collecteur et de la vitesse du gaz utilisé pour former les bulles. Une vitesse élevée réduit la quantité de collecteur nécessaire pour obtenir une mousse stable et augmente la qualité de la séparation. Plusieurs articles traitent plus en profondeur de l'influence de la vitesse du gaz sur la flottation : [Ityokumbul;1993], [Tortorelli et al.;1997], [Dobby et Finch; 1986].

2.1.3.6 La taille des particules

La taille des particules est un des paramètres qui affecte le plus la récupération et celui sur lequel nous nous sommes le plus attardés dans ce travail. Jameson et al. (1977), mentionnent, entre autres, que la flottation des particules de petites tailles se fait plus difficilement que celle des particules de tailles moyennes. En fait, ils affirment que lorsqu'est augmentée la taille des particules, leur récupération atteint un maximum entre 10 et 100 μm . Klassen et Mokrousov (1963) ont également fait mention des difficultés rencontrées avec les particules sous les 10 μm .

2.1.3.7 Taille des bulles

La taille des bulles est un facteur important pour la flottation des particules fines. En fait, plus les bulles sont petites, plus la flottation des fines est favorisée puisque les probabilités de collisions sont augmentées [Somasundaran ;1979][Gochin ;1990]. Effectivement, les particules fines ne possèdent pas une force d'inertie assez importante pour contrer l'écoulement de

l'eau autour de chacune des bulles [Tortorelli ;1997]. Ainsi, elles ont plutôt tendance à suivre l'écoulement et à ne pas entrer en collision avec les bulles de grandes tailles, ce qui a pour effet de diminuer l'efficacité de collection. Pour résoudre ce problème, le moyen le plus efficace est de diminuer la taille des bulles afin de faciliter les collisions pour les particules fines. Par contre, les petites bulles d'air ne sont pas assez fortes pour supporter et ainsi entraîner dans la mousse toutes les tailles de particules. Il faut donc optimiser la taille des bulles en fonction du type de matériel à traiter.

2.2 Revue de la littérature spécifique aux particules fines et ultra fines

Cette section englobe deux parties. Une première partie présente une revue générale de la littérature sur la flottation appliquée aux particules fines et ultra fines. Par la suite, une seconde partie traite plus spécifiquement de certains articles qui ont été sélectionnés. En effet, parmi l'ensemble de la littérature consultée, trois articles ont été d'une grande utilité. Ces articles ont été utilisés, comme nous le verrons plus loin, lors de la comparaison de nos données avec celles de la littérature (chapitres 4 et 5). Compte tenu de leur importance, ceux-ci sont décrits de façon beaucoup plus détaillée à la section 2.2.2.

2.2.1 Revue générale

Depuis fort longtemps, les particules fines sont au centre des préoccupations de nombreux spécialistes dans le domaine. En effet, celles-ci ont constamment fait l'objet d'investigation : d'une part puisqu'elles représentent souvent une partie appréciable de la production minière (résidus de broyage), mais surtout car elles ont toujours été très difficiles à traiter [Somasundaran ;1979][Alvarez et Bocaz;1985]. Pour mieux comprendre la nomenclature, voici un tableau de classification du diamètre des particules selon Sivamohan (1990):

Tableau 2. 1– Classification granulométrique des particules (source: Sivamohan;1990)

Classe	Tailles des particules (μm)
Super colloïdes	<0.2
Colloïdes	<1
Ultra fines	<5
Très fines	<20
Fines	<100
Intermédiaires	<500
Grossières	> 500

Aplan (1979) a expérimenté plusieurs techniques pour l'industrie du charbon. Il en est venu à la conclusion que la flottation était probablement le procédé de concentration et ainsi de décontamination ayant le plus de potentiel pour parvenir à traiter les particules fines de charbon. Cependant, plusieurs problèmes comme le manque de méthodes pour flotter les oxydes sélectivement ou des problèmes reliés au transport des particules fines et ultra fines de charbon ont perturbé le développement du procédé.

Alvarez et Bocaz (1985), ont également expérimenté la flottation des fines en comparant les cellules aux colonnes. Tout d'abord, ils ont défini les fines comme étant des particules inférieures à 20 μm (Tableau 2.1). Selon eux, l'efficacité de la flottation dépend des collisions entre les bulles et les particules mais également d'un phénomène d'adhésion et de détachement entre les particules. Comme nous l'avons déjà soulevé à la section précédente, le temps de flottation peut sans doute être à l'origine de certains problèmes. Effectivement, une augmentation du temps de flottation engendre une augmentation de la récupération, mais crée cependant, beaucoup plus d'entraînement. Il faut donc parvenir à optimiser ce paramètre pour obtenir les meilleurs résultats possibles. En ce sens, Alvarez et Bocaz (1985) ont proposé une série de mesures pour améliorer la récupération et la pureté lors de la

flottation des fines. Les résultats qu'ils ont obtenus démontrent que la colonne est une alternative très avantageuse pour les particules fines et ultra fines comparativement aux cellules conventionnelles puisque les colonnes permettant le nettoyage du concentré. Par la suite, de nombreuses recherches ont corroboré les conclusions énoncées par Alvarez et Bocaz (1985). Notamment celles de [Dobby, Amelunxen et Finch ;1985] [Moys et Finch;1988] [Espinosa-Gomez et al.;1988] [Biswal et Bhaumik;1992] [Petruk et Lastra;1993].

En fait, c'est à la fin des années 70 que la situation commença à se clarifier en ce qui concerne la flottation des fines. Selon Fuerstenau (1980), le problème fondamental de la flottation des fines réside dans le fait que leur surface spécifique est beaucoup plus grande que celle des autres types de particules et ce, en plus d'avoir une masse qui devient toujours de plus en plus faible. La figure 2.7 représente très bien la problématique de la récupération et de la pureté des fines.

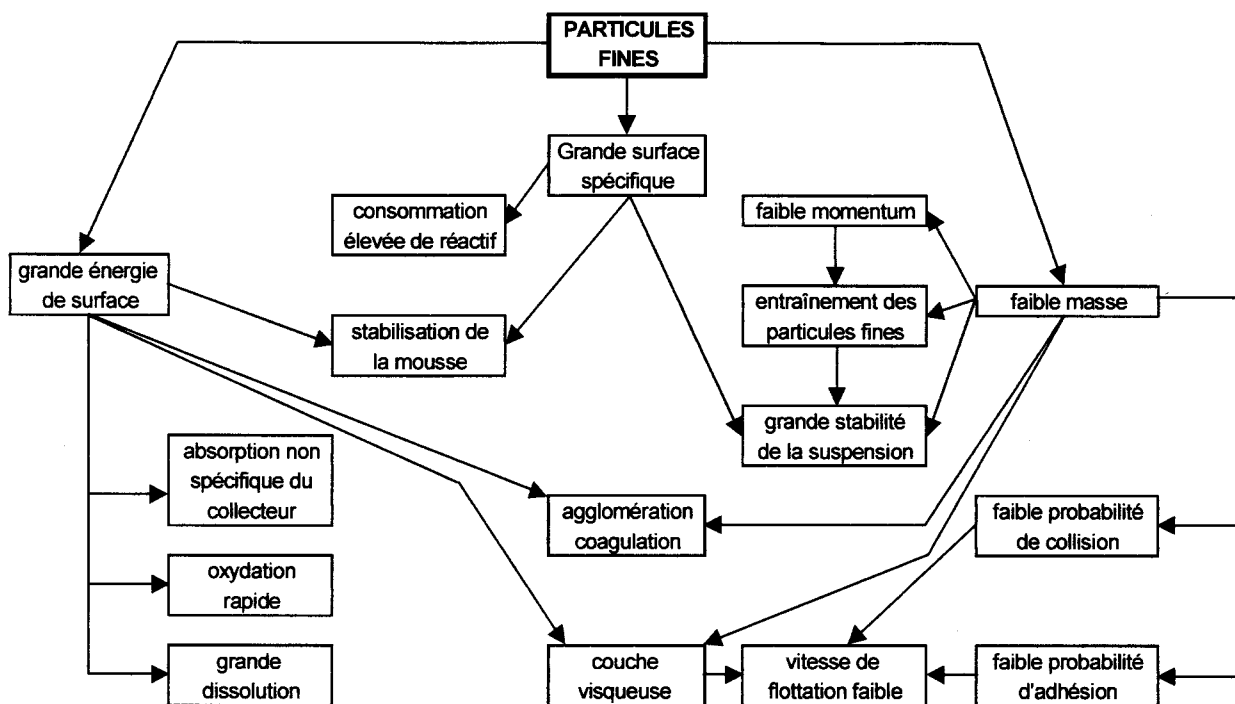


Fig. 2. 7– Schéma montrant la relation entre les propriétés chimiques des fines et leur comportement en flottation. (source : Fuerstenau;1980)

Comme on le constate sur le schéma de la figure 2.7, la grande surface spécifique des fines provoque une augmentation de leur capacité d'adsorption des réactifs. En fait, elles consomment beaucoup plus de réactifs qu'elles ne le devraient ce qui provoque nécessairement un manque de réactifs pour les autres particules, diminuant ainsi la récupération. De plus, la faible masse des particules fines induit un momentum beaucoup plus faible et provoque une diminution de la probabilité de collisions [Alvarez et Bocaz ;1985] ou d'adhésion tout en augmentant les chances d'entraînement dans la mousse. D'un autre côté, les particules fines possèdent une grande énergie de surface ce qui influence plusieurs phénomènes affectant la flottation. Par exemple, une absorption non spécifique du collecteur ou une oxydation trop rapide des minerais sulfurés rendent les particules non flottables.

Fuerstenau (1980) et Somasundaran (1979) ont avancé certaines solutions. Une de celles-ci consiste à augmenter la grosseur des particules par agglomération ou par floculation sélective. Selon Sivamohan (1990) et Jowett (1980), l'agglomération provoquerait une diminution de l'entraînement parasite. Également, pour augmenter la probabilité de collisions entre les bulles d'air et les fines, ces deux auteurs proposent de diminuer la grosseur des bulles permettant ainsi une meilleure collection. Plusieurs autres méthodes sont également proposées par ces mêmes auteurs.

Dans un même ordre d'idée, mentionnons également l'existence d'une revue d'articles reliée à notre sujet et effectuée par Sivamohan (1990). Ce document constitue une très bonne revue de la problématique de la récupération des particules très fines. De plus, il contient un excellent résumé de la théorie relative à la problématique des fines et à la flottation en général. Finalement, une liste de références de plus de 150 articles vient s'ajouter à cette revue très complète de la littérature.

Finalement, un article de Kent et Ralston (1984) sur la flottation en colonne nous apparaît intéressant puisqu'il traite exactement du même système quartz-chalcopryrite que celui impliqué dans notre expérimentation, le diamètre moyen de la chalcopryrite étant même sous les 2 μm . Parmi les conclusions

pertinentes rapportées, mentionnons l'observation d'une fenêtre intéressante à pH 11 pour une pureté et une récupération notable de la chalcoppyrite. De plus, il a été démontré que pour un mélange 1:1 chalcoppyrite-quartz, les rendements sont excellents mais, par contre, la sélectivité est limitée. Toujours selon cet article, la sélectivité serait améliorée pour un ratio chalcoppyrite-quartz qui augmente et ce, à des densités de pulpe plus grandes. Cet article a été, lui aussi, très utile lors de l'analyse des résultats de flottation.

Lorsqu'on discute des colonnes de flottation, une série de variables pouvant affecter le processus de flottation entrent nécessairement en jeu. Effectivement, plusieurs auteurs en font mention [Trahair;1981] [Jamialahmadi et Muller-Steinhagen;1991] [Finch et Dobby;1990] [Falutsu et Dobby;1992]. Ces variables influencent, chacune à leur manière, des paramètres tels que l'épaisseur de la mousse, la pureté ou la récupération du minéral. C'est pourquoi, lors des essais de flottation, quatre variables bien précises ont été sélectionnées. Ces dernières, selon nous, influencent le processus de la flottation. Il s'agit du/de :

- débit de l'eau de lavage
- la vitesse du gaz
- la concentration du moussant
- la concentration du collecteur

Ce choix repose sur des considérations plutôt techniques. Effectivement, chacune de ces variables est très facilement ajustable et n'oblige aucune modification importante du montage. Il s'avère également que celles-ci influencent la récupération (efficacité) et la pureté, (ces termes sont définis à la section 3.4.1). Le tableau 2.2 résume les effets que la plupart des variables manipulées ont sur les variables dites «contrôlées» comme la récupération et la pureté. Les variables manipulées sont des variables que l'on a modifiées en cours de route. Quant aux variables contrôlées, ce sont deux paramètres qui démontrent l'effet que la modification de chacune des variables manipulées peut avoir sur la flottation. Notons en terminant l'absence de l'influence de la taille des

bulles sur la récupération et la pureté. Durant les essais qui ont été effectués, un agent moussant a été utilisé permettant ainsi une diminution de la taille des bulles. La formation des bulles était réalisée à l'aide d'un bulleur conventionnel, le système le plus simple sur le marché. Cet équipement générerait des bulles d'une taille approximative de 5 μm .

Tableau 2. 2 – Réponse des variables contrôlées à l'augmentation des variables manipulées. (source : Finch et Dobby;1990)

Variables manipulées	Variables contrôlées	
	<i>Récupération</i>	<i>Pureté</i>
Débit eau de lavage	+ - / F	- + / S
Vitesse du gaz	- / M	+ - / M
Concentration de la mousse	- / S	+ / S
Concentration du collecteur	ND	ND

+ une augmentation de la variable manipulée provoquera l'augmentation de la variable contrôlée.

- une diminution de la variable manipulée provoquera la diminution de la variable contrôlée

S : réponse lente

F : réponse rapide

M : réponse modérée

ND : non

disponible

2.2.2 Revue détaillée d'articles spécifiques

Maintenant que la problématique générale des fines est connue, attardons-nous sur quelques articles se rapportant directement au sujet traité dans le présent document. Les articles de Trahar (1981), d'Espinosa-Gomez et al. (1988) et de Petruk et Lastra (1993) ont été sélectionnés puisqu'ils portent essentiellement sur des essais de flottation pour des particules fines effectués en colonne ou en cellule.

Trahar ;1981

Trahar (1981) s'intéresse à l'influence que la taille des particules peut avoir sur la flottation. Dans cet article extrêmement bien documenté il étudie exclusivement la flottation en cellule de particules fines, intermédiaires et grossières. Puisqu'elles font l'objet de la présente étude, seule la section des particules fines sera abordée. L'article de Trahar se démarque des autres par ses nombreux graphiques qui facilitent la compréhension des différents phénomènes. Également, il contient des explications complètes sur le comportement des particules fines en cellule.

Parmi les résultats disponibles dans l'article, Trahar fait l'étude d'un système identique à celui dont il est question dans les chapitres subséquents soit le système quartz-chalcopryrite. Contrairement aux expérimentations qui ont été effectuées et qui sont présentées aux chapitres 4 et 5, l'agent moussant utilisé par Trahar est le PPG (polypropylène glycol de poids moléculaire 400) et ce, à un pH de 11. La figure 2.8 représente bien la tendance générale de l'enlèvement de la chalcopryrite lors de la flottation en cellule. En fait, pour l'ensemble des systèmes présentés dans l'article, on retrouve une récupération maximale pour les particules intermédiaires. Le système quartz-chalcopryrite ne fait pas exception à la règle puisqu'on observe la récupération maximale entre 20 et 100 μm . Aux extrémités, surtout du côté des particules très fines, l'écart est considérable puisque l'on passe de 80 % de récupération pour les particules à 10 μm jusqu'à 50 % pour des particules montrant un diamètre moyen sous les 5 μm . La taille influence donc grandement la flottation et il sera intéressant de comparer ces résultats avec ceux de la présente étude. Par contre, il faudra prendre en considération que l'essai présenté à la figure 2.8 a été effectué sans qu'il y ait utilisation de collecteur.

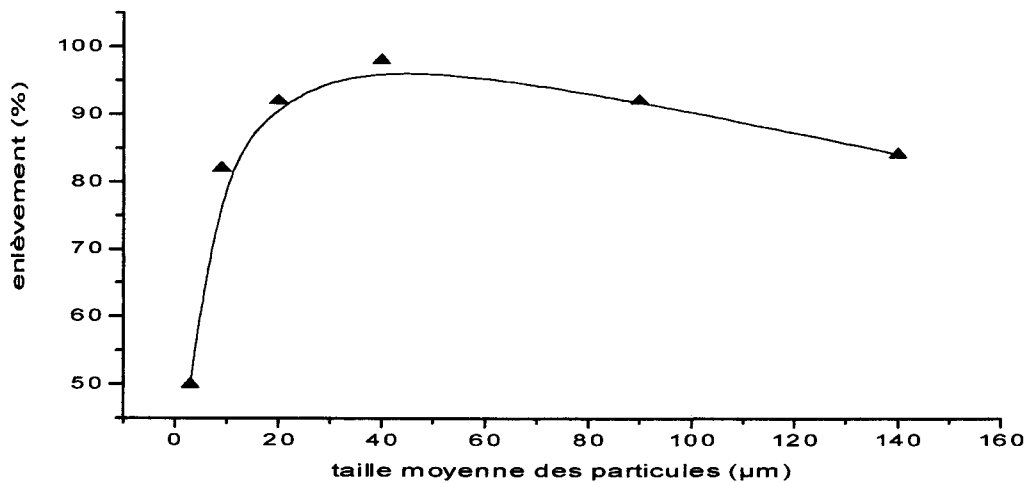


Fig. 2. 8 - Flottation de la chalcopirite dans une cellule. (Tiré de Trahar, 1981)

Plusieurs paramètres ont été étudiés par Trahar. Parmi les plus importants, on retrouve l'utilisation ou non d'un collecteur. Des tests effectués avec un système différent, soit celui quartz-chalcocite (figure 2.9), démontrent que le collecteur influence grandement la récupération, mais surtout pour les particules supérieures à 20 µm. Pour les particules sous les 10 µm, l'influence est perceptible mais moins significative. Malgré tout, il ne faut pas négliger l'impact du collecteur sur la sélectivité générale de la flottation.

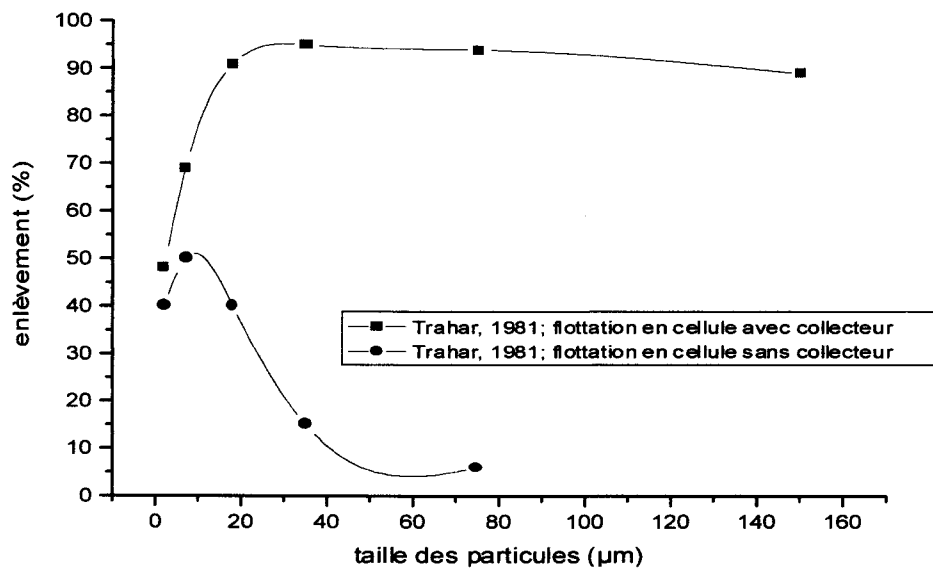


Fig. 2. 9 - Influence du collecteur sur la récupération des particules de chalcocite, flottation en cellule. (Tiré de Trahar, 1981)

Toujours selon l'article de Trahar (1981) et pour le système quartz-chalcocite, l'ajout d'une plus grande quantité de collecteur n'influence pas positivement la récupération de la chalcocite. Il existe donc une concentration optimale de collecteur qui est sans doute fonction du type de matrice étudié.

Mentionnons en terminant que Trahar (1981) a également fait l'étude de la récupération par entraînement. Il démontre que très régulièrement les résultats de récupération pour les particules fines peuvent être faussés par l'augmentation de l'entraînement pour des particules de faibles tailles. Ces informations devront être prises en considération lors de la comparaison des résultats.

Espinosa-Gomez, Finch et Johnson ; 1988

La particularité de cet article provient de la comparaison qui est effectuée par les auteurs entre les cellules et les colonnes. La taille des particules étudiées variait entre 8 et 23 μm de diamètre. De plus, malgré le fait que l'article porte davantage sur l'étude de la sphalérite (sulfure de zinc), certaines expérimentations ont été effectuées avec une matrice de chalcopyrite.

À la lecture de l'article, on constate tout d'abord que la récupération de la chalcopyrite à l'aide d'une colonne est excellente (figure 2.10). Cependant, un seul passage en colonne apparaît insuffisant. En effet, on remarque que la récupération des particules ultra fines est incomplète. Les résultats obtenus lors de ce premier passage représentent bien la problématique habituelle puisque qu'est observée une baisse de récupération pour des particules de tailles inférieures à 8 μm ce qui se veut concordant avec les observations de Trahar (1981). Cet article confirme que les particules de taille supérieure aux « ultra fines » ont tendance à flotter plus facilement puisqu'un maximum de récupération d'environ 85 % est observé pour les particules près de 10 μm .

Un deuxième passage dans la même colonne permet une récupération quasi parfaite et ce, peu importe la taille des particules ce qui est excessivement intéressant. D'un autre côté, à aucun moment dans l'article, n'est mentionnée la pureté du concentré obtenu pour chacune des fractions. Une récupération du cuivre à 100 % n'implique pas nécessairement une concentration de ce dernier. L'article ne faisant aucune mention de la sélectivité, il faut donc demeurer prudent dans l'analyse de ces résultats. Il est également possible que la récupération de la chalcoppyrite « ultra fine » ait été provoquée par de l'entraînement comme le mentionnait précédemment Trahar (1981).

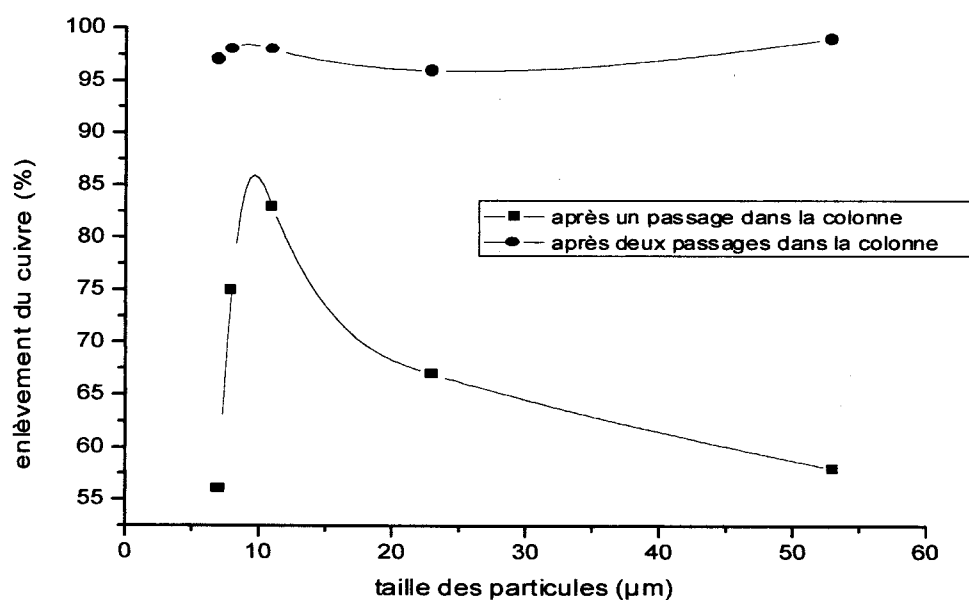


Fig. 2. 10 - Flottation en colonne, récupération du cuivre selon la taille des particules de chalcoppyrite. (Tiré de Espinosa-Gomez et al., 1988)

Les auteurs ont cependant évalué et comparé de façon générale la pureté du concentré de cuivre obtenu selon le type de flottation utilisé. En observant la figure 2.11, il apparaît clairement que les colonnes de flottation concentrent davantage le cuivre que les cellules. On constate même, pour certaines fractions, une différence de près de 10 %. Cette figure nous renseigne également sur l'influence que la récupération peut avoir sur la pureté. Il est clair que plus la récupération est importante, plus faible est la pureté du concentré. Ceci

s'explique probablement par une augmentation de l'entraînement parasite lorsqu'on approche 100 % de récupération.

Mentionnons qu'une comparaison entre colonnes et cellules a été effectuée au niveau de l'entraînement. L'article démontre clairement que l'entraînement est plus important pour les cellules. Selon les auteurs, la cellule engendre 30 % d'entraînement parasite comparativement à la colonne où ce pourcentage se limite à 12 %, ce qui a déjà été discuté dans les pages précédentes [Biswal et Bhaumik ;1992] [Gosselin, Blackburn et Bergeron ;1997].

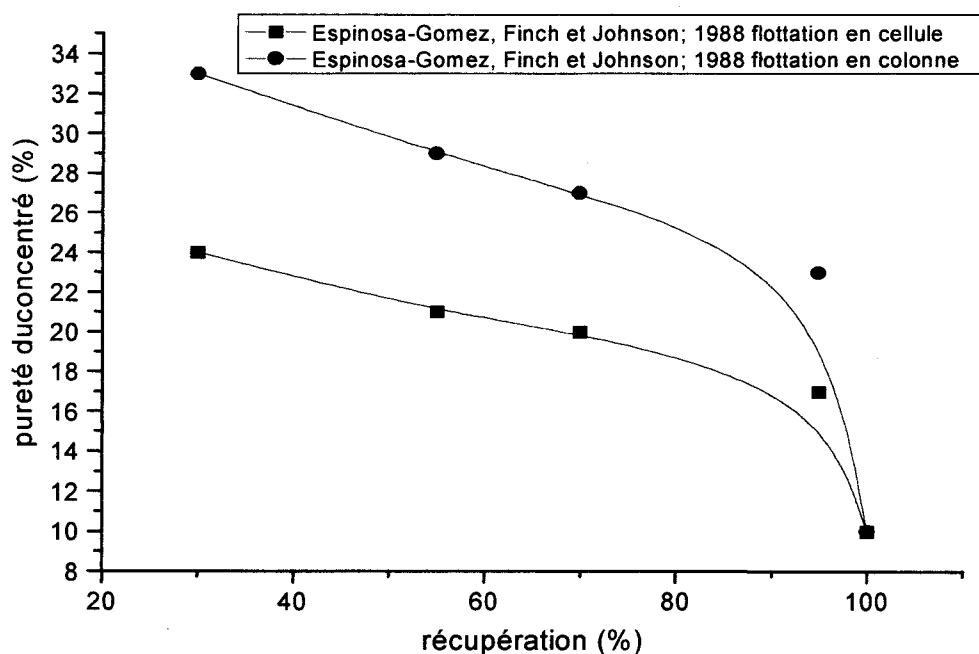


Fig. 2. 11 - Variation de la pureté du concentré de chalcopryrite en fonction de la récupération, cellule et colonne. (Tiré de Espinosa-Gomez et al., 1988)

Finalement, Espinosa-Gomez et al. (1988) font mention des effets que peuvent avoir certaines variables sur la pureté et la récupération lors de la flottation. Cet article sera donc très utile pour les prochaines sections lors de la discussion de nos propres résultats.

Petruk et Lastra ;1993

L'article de Petruk et Lastra s'intéresse également au système quartz-chalcopyrite. Les auteurs effectuent l'évaluation de la récupération de la chalcopyrite libre et associée et ce, en comparant encore une fois, les colonnes et les cellules. Cet article inclut également une comparaison entre des colonnes de flottation de tailles variables. Un exemple des différents résultats disponibles dans l'article est présenté à la figure 2.12 .

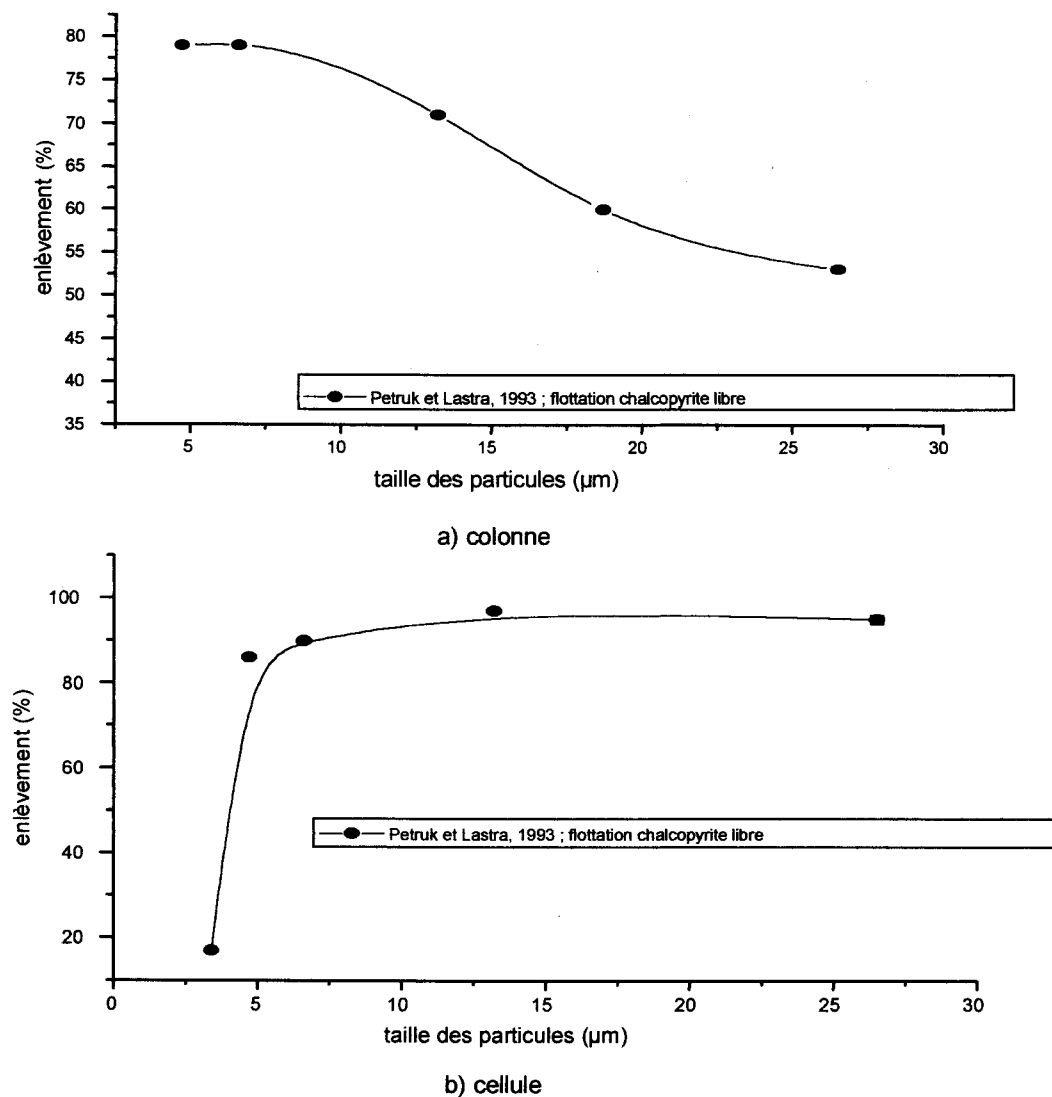


Fig. 2. 12 - Récupération de la chalcopyrite selon la technique utilisée, a) colonne b) cellule (Tiré de Petruk et Lastra, 1993)

Parmi les conclusions intéressantes qui ont été recensées dans cet article, mentionnons que pour l'ensemble des tests qui ont été effectués, la colonne est la technique à privilégier pour récupérer les particules très fines de chalcopryrite libre et ce, avec une plus grande pureté. Il s'avère également que peu importe la taille des particules, la pureté est plus grande lorsqu'on utilise les colonnes plutôt que les cellules.

D'autres articles portant sur la flottation de la chalcopryrite se retrouvent dans la littérature. En effet, l'un d'eux provient de Jonhson et al. (1974), et traite de l'efficacité de la flottation des minéraux non-sulfurés dans un procédé de flottation de la chalcopryrite. On y décrit, entre autre, le comportement de la pulpe selon les fractions flottées soit grossières et fines.

Il apparaît maintenant évident que la documentation concernant la flottation en colonne des fines, loin d'être abondante, semble toutefois de plus en plus présente dans la littérature scientifique. Nous avons cependant constaté qu'aucune étude approfondie n'est disponible au sujet des particules ultra fines ($\leq 5 \mu\text{m}$). Aussi, il nous est apparu pertinent de chercher à documenter le comportement de particules de chalcopryrite inférieures à $5 \mu\text{m}$ lors de la flottation en colonne.

3 Partie expérimentale

Ce troisième chapitre présente les différents appareils utilisés ainsi que la description de chacun des protocoles réalisés durant le projet de la flottation des particules fines et ultra fines. La méthode expérimentale englobe : la description 1) de la préparation des échantillons 2) des essais de flottation 3) du traitement des échantillons et finalement présente 4) la formulation mathématique utilisée pour exprimer la performance des essais de flottation, par exemple : la pureté, l'efficacité etc.

3.1 Préparation des échantillons

3.1.1 Appareils utilisés

Le tableau 3.1 regroupe les différents appareils utilisés tout au long de l'expérimentation. Une description plus détaillée suit ce tableau.

Tableau 3. 1 - Fonctions et modèles des différents appareils utilisés.

Appareil	Marque ou modèle	fonction
Broyeur à mâchoires	Sturtevant	Broyer grossièrement le quartz et la chalcoppyrite
Broyeur à disques en alumine	Bicobrown	Broyer le quartz sous 100 μm
Broyeur à anneaux	ARL/Bleuler	Broyer l'échantillon de chalcoppyrite le plus finement possible
Cyclosizer	Warman International	Séparer le matériel broyé en différentes fractions granulométriques
Granulomètre laser	Fritsch / analysette 22	Vérifier la granulométrie du matériel broyé et des échantillons de flottation
Absorption atomique	Varian / SpectAA-300	Doser le cuivre

Broyeurs

Les trois types de broyeurs ont servi à la préparation de la matrice artificielle (quartz et chalcoppyrite) qui a été utilisée lors des différents essais de flottation.

Cyclosizer

Comme les opérations de broyage ne permettent pas, à elles seules, d'obtenir des particules de tailles très précises, l'utilisation d'un cyclosizer s'avère essentiel pour séparer la chalcoppyrite par tranches granulométriques bien spécifiques. Le cyclosizer est un appareil très utilisé pour la séparation de fractions granulométriques. Souvent utile lorsque la portion des particules très fines est importante, le principe de fonctionnement du cyclosizer repose sur la base des différences de diamètre et de masse volumique des particules. Ainsi, avec ce type d'appareil, il est possible d'avoir 3,4 ou même 5 fractions granulométriques variant entre 0 et 100 μm [Gosselin, Blackburn et Bergeron; 1997].

Granulomètre laser

Un autre type d'analyse consiste à déterminer la granulométrie des échantillons. Que ce soit celle du quartz utilisé ou celle des solides dans le rejet, le concentré ou l'alimentation. Ce type d'analyse s'avère intéressant, en particulier pour déterminer les conditions granulométriques de départ de la flottation. Un granulomètre à laser de marque FRITSCH model *®*analysette 22 a été utilisé pour l'analyse rapide et automatique des particules solides dans la plage 0,16 μm à 1160 μm . Cette technique permet de déterminer la granulométrie de solides mais également d'émulsions et aérosols quelconque. Le principe de fonctionnement est basé sur le rayon d'un laser à faible énergie qui génère une image de diffraction lorsqu'il traverse l'échantillon. L'angle de diffraction étant fonction de la taille des particules, il est donc possible, à l'aide d'un détecteur, de produire des spectres de la taille des particules. La procédure d'utilisation complète de l'appareil se trouve à l'annexe A.

Absorption atomique

La spectrophotométrie d'absorption atomique (A.A.) est une technique d'analyse quantitative qui permet de doser environ 70 éléments différents à des concentrations souvent inférieures au mg/L (ppm). Cette méthode a été utilisée pour quantifier le cuivre dans les différents échantillons. La méthode et les principes de fonctionnement de la spectrophotométrie d'absorption atomique sont abondamment discutés dans la littérature. Cependant, Skoog et Leary (1992) et Rouessac et Rouessac (1997) constituent deux excellents ouvrages de référence qui couvrent l'ensemble de cette méthode analytique. L'appareil utilisé était un *SprectrAA-300* de *Varian*. Le brûleur provenant également de chez *Varian* était de type *Air-Acétylène Mark 5A*. La flamme utilisée était de type *Air-Acétylène*. L'acétylène, de qualité AA provenait de *AirProducts*. Une lampe à cathode creuse de cuivre, qui provenait de chez *Cathodeon Ltd.*, a été utilisée. Chaque échantillon contenu dans les fioles a été analysé en triplicata et seule la moyenne des trois réplica était gardée. Chaque résultat de réplica était basé sur une moyenne de cinq lectures de l'appareil. La description détaillée du protocole analytique utilisé est également disponible à l'annexe A.

3.1.2 Matériel utilisé

Le minerai de chalcopryrite (CuFeS_2), utilisé pour la matrice artificielle, provenait de la mine de *Kidd Creek* à Timmins en Ontario et a été fourni par le professeur Marc-Richer Laflèche de l'INRS-Géoressources. Le quartz provenait de INRS-Géoressources.

3.1.3 Préparation de la matrice artificielle

Quartz

Le quartz, broyé chez COREM (consortium de recherche en science minérale) anciennement CRM (centre de recherche minérale), devait être au minimum sous les 75 μm dont une grande proportion inférieure à 50 μm . Ce choix reposait uniquement sur une question de similitude. Effectivement, l'objectif des diverses expériences était de simuler la réalité des sédiments portuaires comme ceux rencontrés au port de Montréal par exemple. Pour le quartz, les tranches granulométriques ont été obtenues par tamisage à sec.

Chalcopryrite

La chalcopryrite a été utilisée comme contaminant dans cette matrice artificielle. Il fallait obtenir des tailles de particules bien déterminées et très rapprochées les unes des autres. Un broyage grossier a tout d'abord été réalisé pour diminuer la taille des particules de chalcopryrite sous les 100 μm . Par la suite, un cyclosizer (section 3.1.1) de marque *Warman International* a permis la séparation des particules selon leur taille. Les conditions d'opération du cyclosizer sont regroupées dans le tableau 3.2.

Tableau 3. 2– Paramètres d'opération du cyclosizer.

Température de l'eau (°C)	16,5
Masse de l'échantillon (g)	50,00
Temps de fonctionnement (min)	10
Pression (lbs / mmHg)	46 / 180

3.2 La Flottation

Le montage utilisé pour la flottation de la matrice est identique pour les deux séries d'expérimentations effectuées. La colonne est représentée en détail à la figure 3.2.

Spécification de la colonne utilisée

- Hauteur : 183 cm (6 pieds)
- Diamètre : externe : 5 cm interne : 4,6 cm
- Volume disponible : 3,04 L
- Matériel : verre

3.2.1 La colonne

L'alimentation est située au 2/3 supérieure de la colonne et le front de mousse devait être gardé le plus possible au-dessus de l'alimentation pour diminuer la turbulence dans la mousse.

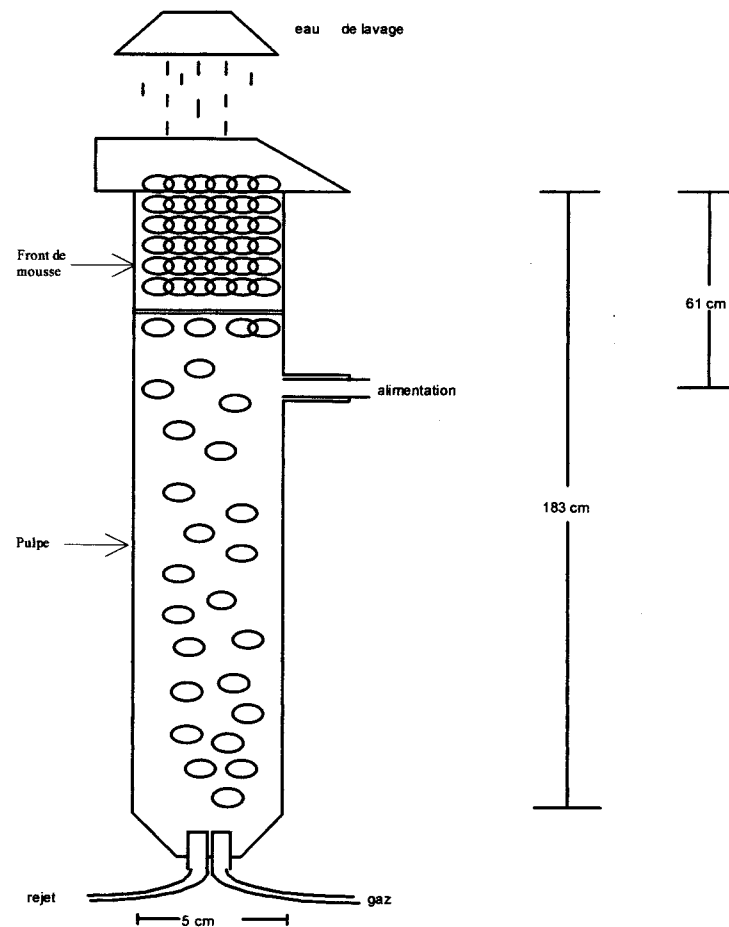


Fig. 3. 1 - Représentation de la colonne de flottation utilisée lors de la présente étude.

3.2.2 Composantes du montage

- Pompe péristaltique **FLEX-FLO®** fait par *Blue White Industries*
Modèle : Av-145-7
- Système d'alimentation maison (Fig.3.3)
 - 2 perceuses **SKIL** 3,5 A

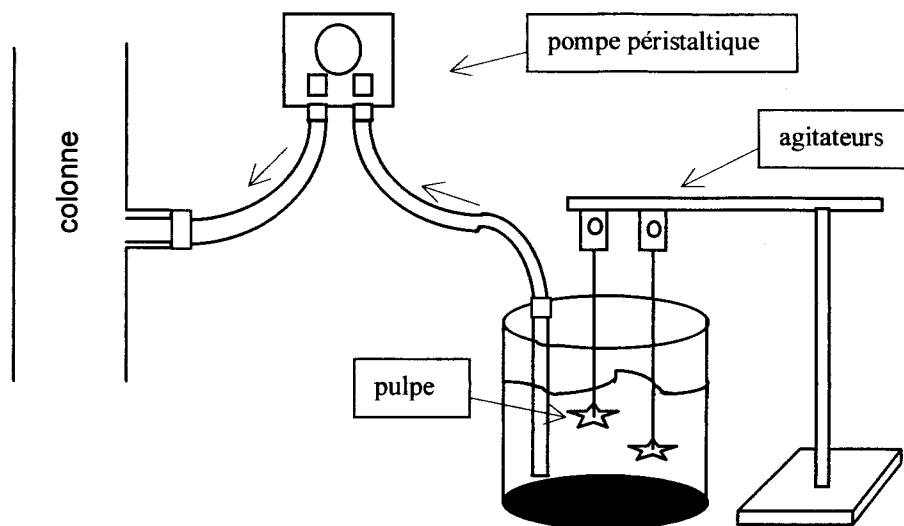


Fig. 3. 2 – Schéma du montage de l'alimentation.

- *Système pour l'eau de lavage : (Fig. 3.4)*
 - régulateur de débit de **Cole-Parmer Instruments Co.**

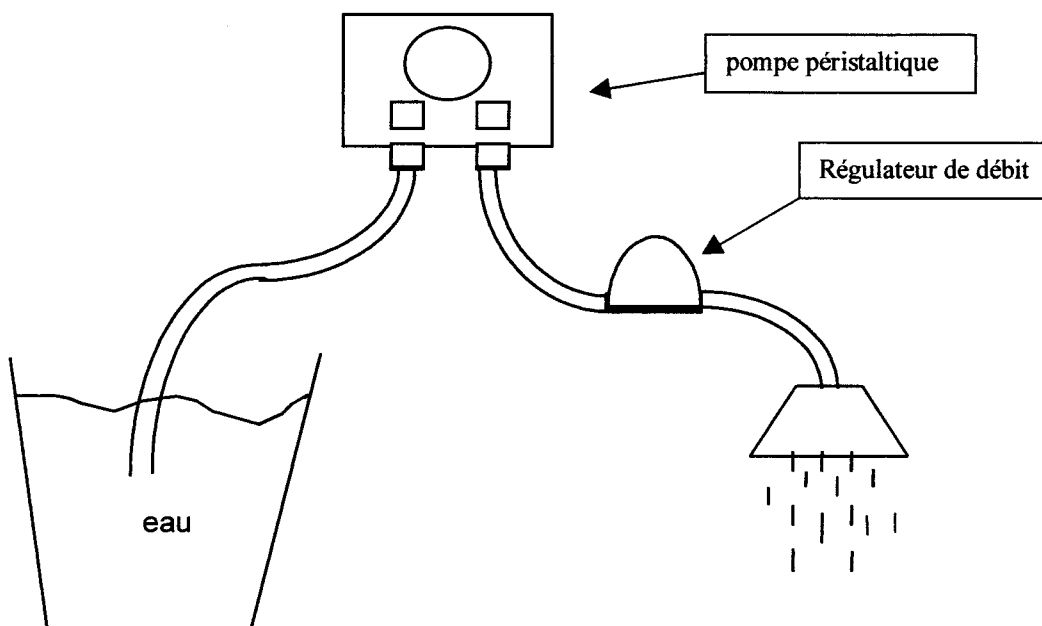


Fig. 3. 3 – Système pour l'eau de lavage.

- *système de gaz* :
 - Air comprimé provenant d'un compresseur central au complexe scientifique.
 - débitmètre utilisé : *ADVANCED specialty gas equipment*

La pulpe, préalablement brassée, a été introduite au deux tiers de la colonne de flottation par une pompe péristaltique à un débit maintenu constant à 200 mL d'eau par minute et ce, pour toutes les expériences effectuées. Un fois la pulpe entrée, l'air a été introduit dans le système de flottation et a suivi son cours normal. La pulpe fut ainsi séparée en deux : une première partie, nommée *concentré*, fut recueillie par le haut de la colonne tandis qu'une seconde partie, le *rejet*, fut récupérée au bas de la colonne. Ces deux parties, en plus de l'alimentation, étaient par la suite analysées pour le cuivre par absorption atomique.

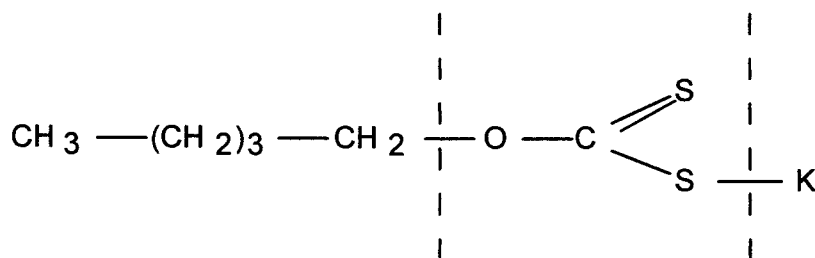
3.2.3 Réactifs utilisés

Agent moussant

DOWFROTH 250 ($C_4H_{10}O_2$), (Éther méthylique de propylène glycol)

Marque de commerce : The **Dow Chemical Company** distribué par *Van Waters and Rogers Ltée*.

Collecteur



KAX, (Potassium Amyl Xanthate) Provenant de *Prospec Chemicals*, Canada

Agent basique

Cet agent est utilisé pour augmenter le pH de la pulpe, l'hydroxyde de potassium (KOH) provient de **BDH Assurance** et est certifié A.S.C.

3.3 Le traitement des échantillons

3.3.1 Essais

Pour chacun des essais qui ont été réalisés, environ 500 grammes de quartz et deux grammes de chalcopirite étaient mélangés dans environ sept litres d'eau. Une fois la flottation terminée, après 15 à 20 minutes, les échantillons recueillis à la fois à l'entrée, à la sortie et dans le concentré étaient séchés pendant quelques heures.

3.3.2 Mise en solution pour analyse

La mise en solution des échantillons préalablement séchés dans une étuve, s'effectue par fusion alcaline. La fusion est réalisée à l'aide de peroxyde de sodium (Na_2O_2) provenant de chez *Fisher Scientific* et certifié A.C.S. Le fondant (entre trois et quatre grammes) se devait d'être bien mélangé à environ 0,5 gramme d'échantillon avant d'être placé sous une flamme. Des creusets en zirconium de 55 mL, provenant de chez *Aldrich*, ont été utilisés et du KOH solide, certifié ACS, provenant de chez *Assurance BDH* fut ajouté au mélange pour faciliter la fusion lorsque nécessaire. Les acides utilisés dans le protocole ou pour le lavage de la verrerie (HCl, HNO_3) étaient de qualité *TraceMetal* et provenaient de chez *Fisher Scientific*. Chaque échantillon (à l'entrée, concentré, rejet), fut fusionné en duplicata. Le protocole exact de la mise en solution des échantillons est présenté à l'annexe B.

3.3.3 Analyse des échantillons

Une fois la mise en solution effectuée, il restait à analyser les échantillons par absorption atomique. Il s'agissait alors de construire une droite d'étalonnage dans le domaine de linéarité (D.L.) de l'appareil pour le cuivre et d'analyser les échantillons. Ce dernier possède un D.L. entre 0 et 10 ppm (mg/L). Pour construire cette droite, des solutions standards de 0 ; 2,5 ; 5,0 ; 7,5 et 10 ppm ont été préparées à l'aide du standard certifié **MP-1a** provenant de chez **Canadian Certified Reference Material Project** et contenant 1,44 % de cuivre. La procédure de mise en solution du standard était identique à celle décrite à la section 3.3.2. afin de respecter les conditions d'analyse. Le tableau 3.3 présente les paramètres qui, à moins d'avis contraire, ont été ajustés sur l'appareil d'analyse.

Tableau 3. 3– Paramètres en absorption atomique.

Ratio Air / Acétylène	Longueur d'onde (nm)	Ouverture de la fente (nm)
2 : 1	324,7	2

Par contre, ces analyses ne pouvaient se faire sans avoir préalablement validé la méthode analytique. Toute nouvelle méthode se doit d'être validée pour garantir la précision et la validité des résultats qu'elle procure à l'utilisateur. Une façon de faire consiste, entre autre, à évaluer la limite de détection (LDM) et la limite de quantification (LQM) de la méthode. Le premier paramètre, soit la LDM, représente la plus basse concentration produisant un signal détectable avec une fiabilité définie. Quant à la LQM, elle correspond à la concentration minimale qui peut être quantifiée avec une fiabilité définie et par conséquent qui produit un résultat valide [Raymond; 1995]. Le tableau 3.4 regroupe les deux paramètres qui ont été évalués. Notons qu'il aurait été important d'établir la justesse et la récupération du protocole étant donné la présence d'une étape de prétraitement. Il a été jugé que l'étape de la fusion alcaline était assez connue et maîtrisée pour la considérer comme affectant très peu le résultat final.

Tableau 3. 4 – Résultats obtenus lors de la validation de la méthode analytique

Paramètre	Valeur
Limite de détection (ppm)	0,10
Limite de quantification (ppm)	0,30

La figure 3.5 présente une courbe d'étalonnage typique qui a été construite lors de la validation de la méthode. Mentionnons que pour qu'une courbe d'étalonnage soit acceptable, le coefficient de corrélation de la droite d'étalonnage doit contenir un minimum de deux neufs après le point.

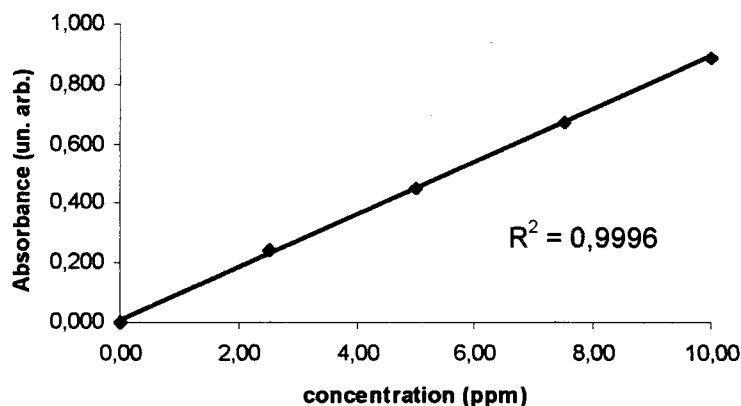


Fig. 3. 4– Courbe d'étalonnage lors de la validation de la méthode analytique

3.4 Interprétation des résultats

3.4.1 Formules utilisées

Pour mettre en évidence les résultats et ainsi faciliter leur compréhension, il est essentiel de définir quelques termes. Il s'agit en fait des termes de pureté, d'efficacité, de pourcentage d'enlèvement et de bilan de matière. Tout au long du document les termes ci-dessous seront très couramment utilisés. (Exemples de calcul en Annexe B)

Pureté (%) :

$$= \frac{\text{concentrat ion de cuivre dans le concentré}}{\text{concentrat ion de cuivre dans la chalcopryri te (318483 ppm)}} \times 100$$

Note : Ainsi, une pureté de 20 % correspond à un concentré contenant 20 % de chalcopryrite et 80 % de quartz.

Efficacité (%) :

$$\left[\text{fraction massique du rejet} - \left(\frac{\text{concentrat ion de cuivre dans le rejet} \times \text{fraction massique du rejet}}{\text{concentrat ion initiale du cuivre dans la matrice}} \right) \right] \times 100$$

où

$$\text{fraction massique du rejet} = \left(\frac{\text{masse du rejet}}{\text{masse initiale de la matrice}} \right)$$

Pourcentage d'enlèvement (%) :

$$= \frac{\text{masse de cuivre entré} - \text{masse de cuivre dans le rejet}}{\text{masse de cuivre entré}} \times 100$$

Bilan de matière (%) :

$$= \frac{\text{masse de matériel sorti} - \text{masse de matériel entré}}{\text{masse de matériel entré}} \times 100$$

Un bilan positif (+) indique qu'il y a eu formation de matériel (plus de matière sortie que de matière entrée).

Un bilan négatif (-) indique qu'il y a eu disparition de matériel (moins de matière sortie que de matière entrée).

Un bilan zéro (0) indique un bilan de masse parfait.

Pourcentage de solide dans la pulpe (%) :

$$= \frac{\text{masse de solide}}{\text{masse de solide} + \text{masse d'eau } (\rho = 1)} \times 100$$

3.4.2 Méthode d'analyse de Taguchi

Pour maximiser l'utilisation des résultats provenant des essais effectués, une méthode de résolution de matrices orthogonales développée par Taguchi (1988) a été utilisée. Cette méthode possède l'avantage d'optimiser le nombre d'expériences à effectuer en fonction des différents paramètres établis. Celle-ci procure à l'utilisateur un maximum de données à traiter pour un minimum d'essais. Basée sur le principe de la matrice orthogonale, cette méthode permet de planifier un ensemble d'expériences et ce, dans différentes conditions expérimentales préalablement établies par l'utilisateur. De plus, cette méthode est très polyvalente puisqu'elle s'adapte facilement à plusieurs types d'expériences et ainsi donne beaucoup de liberté à l'utilisateur.

La méthodologie consiste d'abord à choisir le nombre de variables que l'on désire étudier. En ce qui concerne le présent travail, quatre variables ont été sélectionnées (voir section 2.2.2). Par la suite, on doit déterminer le nombre de niveaux que l'on veut affecter à chacune des variables présélectionnées. Le niveau correspond à chacune des valeurs expérimentales utilisées et ce, pour chacune des variables. Par exemple, pour la présente étude, il a été convenu d'utiliser trois niveaux. De cette façon, trois différentes concentrations de collecteur et de moussant ainsi que trois différents débits de gaz et d'eau de lavage ont été utilisés lors des essais. Ainsi, il a été possible d'évaluer l'impact associé au changement de niveau pour chacune des quatre variables en effectuant neuf essais de flottation.

Par ailleurs, cette méthode permet à l'utilisateur de déterminer l'effet et l'importance de chacune des quatre variables sur le processus de flottation.

Ainsi, avec un nombre restreint d'expériences (neuf essais), il a été possible de déterminer laquelle des variables a eu le plus d'impact dans l'expérimentation, c'est-à-dire, celle qui a influencé le plus ou le moins la flottation des particules fines et ultra fines. De plus, il a été possible de représenter graphiquement l'évolution de chacune des variables en fonction des niveaux sélectionnés. L'observation de certaines tendances et ce, indépendamment des autres variables a donc été possible. Taguchi (1988), explique en détail la théorie statistique de ce concept en plus de donner plusieurs exemples très intéressants. Cette technique a été utilisée pour faciliter l'interprétation des résultats. Les formules utilisés se retrouvent en annexe C.

4 Essais préliminaires

Ce chapitre traite des résultats obtenus lors des essais préliminaires. Ceux-ci ont été réalisés avec des particules de chalcopirite dont la taille variait entre 5 et 50 μm . Cette série d'essais avait plusieurs objectifs : 1) se familiariser avec l'équipement et la réalisation des protocoles expérimentaux de flottation en colonne ; 2) obtenir des résultats expérimentaux pour une tranche granulométrique comprenant les particules fines de chalcopirite, soit les particules dont les tailles sont comprises entre 5 et 50 μm ; 3) comparer ces résultats expérimentaux à ceux rapportés dans la littérature et confirmer les tendances générales du comportement des particules fines en flottation. Ce chapitre est divisé en deux parties : une première concerne les caractéristiques des échantillons utilisés pour les essais de flottation alors que la deuxième porte spécifiquement sur les six essais qui ont été effectués. Une discussion concernant chacun des paramètres analytiques étudiés soit l'enlèvement, la pureté, l'efficacité et le bilan de matière est également incluse dans cette deuxième partie.

4.1 Caractéristiques des échantillons

Compte tenu de la quantité appréciable de quartz et de chalcopryrite qui a été utilisée lors de cette étude, les essais de flottation effectués ont nécessité la préparation de deux lots de quartz et deux lots de chalcopryrite. Les caractéristiques granulométriques des deux lots sont présentées dans les tableaux qui suivent.

4.1.1 Quartz

Les tableaux 4.1 a) et b) regroupent la granulométrie des deux lots de quartz qui ont été préparés par le COREM. Les signes que l'on retrouve dans la 1^{ère} et 2^{ème} colonne sont utilisés pour définir l'intervalle des fractions. Par exemple, pour la seconde ligne de la 1^{ère} colonne on a l'intervalle supérieure à 75 µm et inférieure à 100 µm.

Tableau 4.1a– Distribution granulométrique du 1^{er} lot de quartz utilisé pour les essais de flottation.

Fraction		Poids	Cumulatif	Cumulatif
µm	Mailles	(%)	retenu (%)	passant (%)
+ 106	150			
(-106 + 75)	(-150 + 200)	0,04	0,04	99,96
(-75 + 53)	(-200 + 270)	0,39	0,43	99,57
(-53 + 45)	(-270 + 325)	0,68	1,11	98,89
(-45 + 38)	(-325 + 400)	2,40	3,52	96,48
< 38	-400	96,48	100,00	0,00
Total		100,00		

Tableau 4.1 b– Distribution granulométrique du 2^{ème} lot de quartz utilisé pour les essais de flottation.

Fraction		Poids	Cumulatif	Cumulatif
μm	Mailles	(%)	retenu (%)	passant (%)
+ 106	150	2,56	2,56	97,44
(-106 + 75)	(-150 + 200)	2,14	4,70	95,30
(-75 + 53)	(-200 + 270)	4,92	9,62	90,38
(-53 + 45)	(-270 + 325)	3,44	13,07	86,93
(-45 + 38)	(-325 + 400)	4,81	17,88	82,12
< 38	-400	82,12	100,00	0,00
Total		100,00		

On constate au tableau 4.1 a) que la presque totalité du quartz (> 96 %) était inférieure à 38 μm . Pour la deuxième portion de quartz fourni (4.1 b), 82% des particules étaient sous les 38 μm . Le spectre de distribution granulométrique de la deuxième portion de quartz (fig. 4.1) montre que ce lot est constitué, à près de 100%, de particules ayant une taille inférieure à 50 μm .

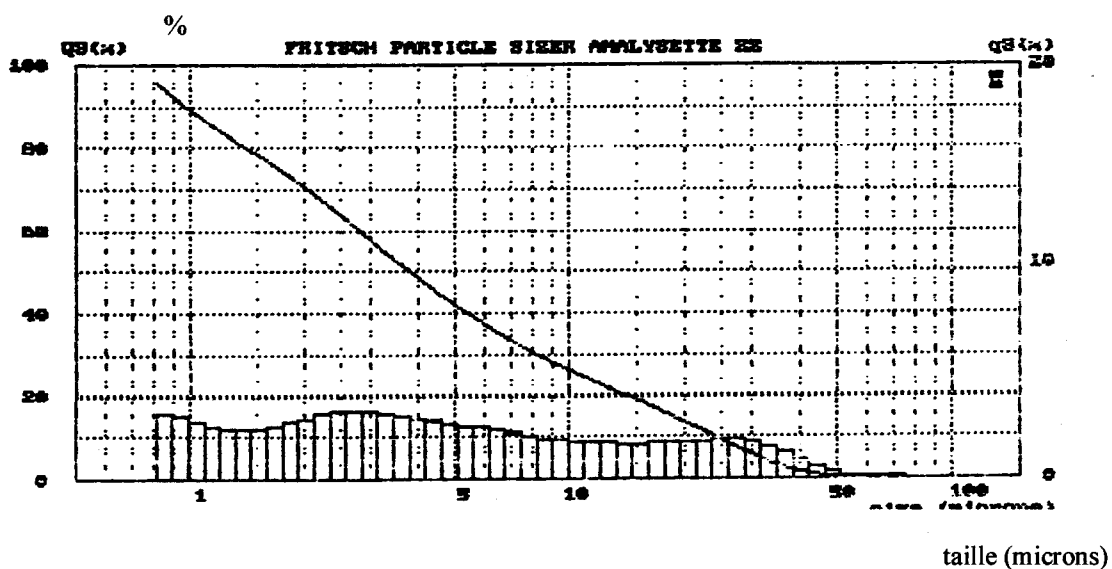


Fig. 4. 1 – Représentation granulométrique du 2^{ème} lot de quartz utilisé.

4.1.2 Chalcopyrite

Mentionnons qu'il aurait été beaucoup trop difficile, et en fait inutile en fonction de nos besoins, d'obtenir une séparation granulométrique parfaite pour la chalcopyrite. Les différentes fractions obtenues à l'aide du cyclosizer sont présentées au tableau 4.2. La distribution granulométrique de chacune des tranches a été examinée avec le granulomètre laser. Pour chacune des tranches, le pourcentage des particules se retrouvant effectivement dans la tranche granulométrique mentionnée, est aussi présenté au tableau 4.2. Ce tableau met en évidence la pertinence de l'utilisation des cinq cyclones. Les cyclones servant à séparer les particules. En fait, la première fraction (cyclone 1) représentait bien les particules intermédiaires puisque dans les deux lots, on retrouve des particules de 30 μm à 100 μm . Quant aux quatre autres cyclones, ils représentent et ce, dans une proportion de plus de 70 %, des tranches granulométriques intéressantes.

Tableau 4. 2 – Fractions granulométriques des particules de chalcopyrite obtenues à l'aide du cyclosizer.

Cyclone #	Lot 1		Lot 2	
	Tranche (μm)	% ¹ de la masse	Tranche (μm)	% ¹ de la masse
1	30-70	70	> 30	95
2	25-50	80	20-50	75
3	15-30	70	15-30	70
4	9-20	75	8-20	80
5	5-15	75	5-15	75

¹ données obtenues avec le granulomètre laser.

4.2 Essais de flottation préliminaires

Afin de vérifier l'efficacité de la flottation en colonne, des essais avec les particules des cyclones 3, 4 et 5 ont été réalisés. Rappelons ici que les cyclones 3, 4 et 5 contiennent majoritairement des particules de tailles variant entre 5 et 30 μm . Dans le but d'évaluer l'impact du collecteur sur la flottation, deux séries d'essais ont été réalisées pour chaque cyclone : l'une avec collecteur et l'autre sans collecteur. Mentionnons que la démarche expérimentale complète des essais de flottation est présentée à l'annexe A. Le tableau 4.3 regroupe les paramètres des essais D1 à D6 qui correspondent aux échantillons des cyclones 3, 4 et 5 flottés en duplicata.

Tableau 4. 3 – Paramètres des essais D1 à D6.

Masse de quartz (g)	525-590
Masse de cuivre (g)	2,5-2,8
Masse de collecteur (mg)	0 ou entre 140-170
volume de Dowfroth 250 (mL)	1,75 ou 1
Durée de l'essai (min)	15-20
volume d'eau servant à préparer la pulpe (L)	7

Les valeurs présentées au tableau 4.3 représentent l'intervalle d'opération de chacun des paramètres. La durée moyenne des essais variait entre 15 et 20 minutes alors que le pourcentage de solide dans la pulpe se situait entre 5 et 10 %. Le tableau 4.4 présente un résumé détaillé de l'ensemble des résultats obtenus pour ces essais préliminaires. Notons que les formules complètes décrivant chacun des paramètres ont été présentées à la section 3.4.1.

Tableau 4. 4 – Résultats des essais préliminaires de flottation en colonne avec les particules fines.

Essai	Description (fraction μm)	Enlèvement (%)	Pureté (%)	Efficacité (%)	Bilan de matière <i>global (%) cuivre</i>	
avec collecteur						
D1	(15-30)	100	43	98	-25	100
D3	(8-20)	100	12	91	15	10
D6	(5-15)	100	52	98	-15	30
sans collecteur						
D2	(15-30)	100	15	97	-30	-44
D4	(8-20)	81	12	79	-25	35
D5	(5-15)	72	3	68	1	-56

4.4.1 Enlèvement

L'enlèvement est un paramètre très révélateur du bon déroulement des essais puisqu'il est fonction ici de la quantité de contaminant, en l'occurrence le cuivre, qui est présent à la sortie de la colonne c'est-à-dire dans le rejet. Tout d'abord, on constate que les résultats obtenus pour l'enlèvement démontrent très bien l'efficacité du collecteur. Effectivement, on observe un enlèvement parfait pour chacun des trois essais effectués avec collecteur. Ce résultat constitue donc une bonne évaluation de la flottation du cuivre en colonne pour les particules dont la taille varie entre 5 et 30 μm et confirme par le fait même l'utilité du collecteur.

D'un autre côté, les essais effectués sans collecteur ont également généré des résultats intéressants. Ainsi, l'essai D2 conduit à un enlèvement de 100 %. Par contre, les résultats obtenus pour les essais D4 et D5 démontrent les limites de la flottation sans collecteur. Il apparaît clairement qu'en deçà de 20-25 μm , la flottation requiert obligatoirement un collecteur pour que l'enlèvement soit complet. La figure 4.2 présente graphiquement l'évolution de l'enlèvement et démontre l'influence du collecteur en fonction de la taille des particules. On

remarque une diminution de l'enlèvement avec une diminution de la taille des particules en l'absence de collecteur.

Il est intéressant maintenant de comparer nos résultats avec ceux de la littérature. Les résultats obtenus sont similaires à ceux en cellule présentés par Trahar (1981) (Fig. 4.2) à savoir une diminution de l'efficacité en fonction de la diminution de la taille des particules. Cette tendance n'est donc pas propre à la technique de flottation utilisée. Il ne serait donc pas surprenant d'observer le même type de comportement pour les particules ultra fines.

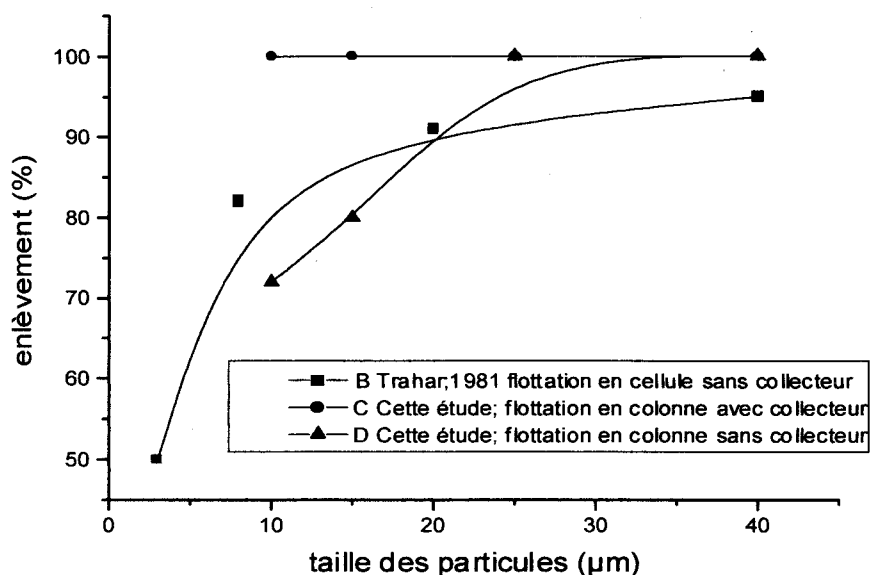


Fig. 4. 2 – Évolution de l'enlèvement selon la taille des particules de chalcopryrite flottées.

En ce sens, Espinosa-Gomez et al. (1988) ainsi que Petruck et Lastra (1993) ont déjà étudié le comportement des particules fines entre 5 et 53 µm. La première équipe travaillant en colonne et la seconde en cellule. Le figure 4.3 fait état de certaines similitudes et différences entre les résultats.

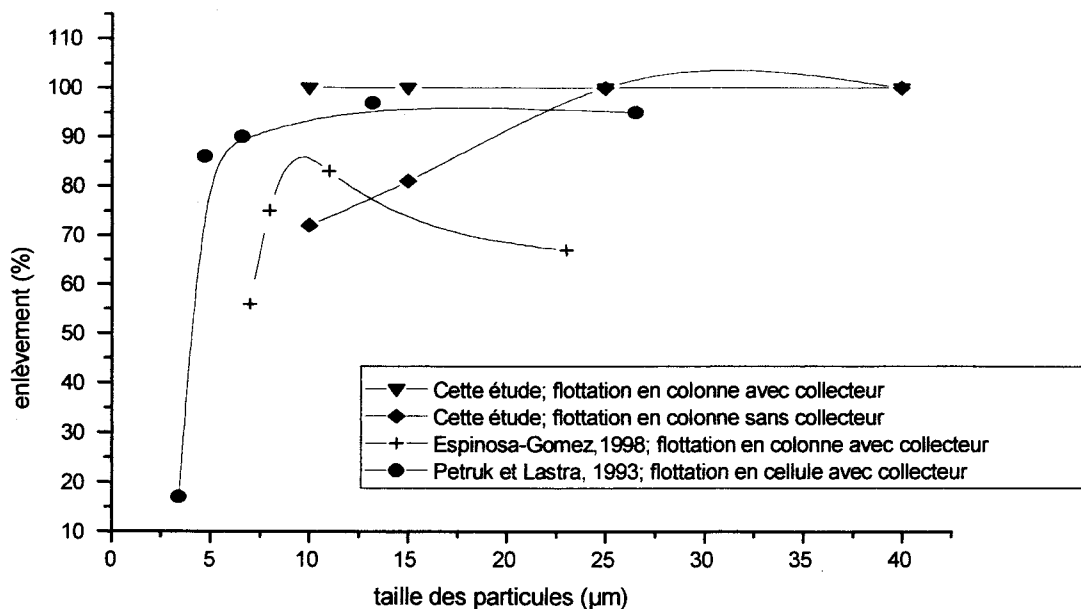


Fig. 4. 3 - Variation de l'enlèvement en fonction de la taille des particules lors de la flottation.

Les résultats illustrés à la figure 4.3 représentent bien la problématique. Il semble en effet que l'on peut dégager des articles de Espinosa-Gomez et al. (1988) et de Petruk et Lastra (1993) une tendance similaire à celle obtenue lors de nos propres essais sans collecteur, à savoir une diminution de l'enlèvement à mesure que la taille des particules diminue. Étrangement, ce sont les résultats de Petruk et Lastra (1993), en cellule, qui se comparent le plus facilement avec les résultats de cette étude. Il est extrêmement difficile de bien interpréter les résultats puisque les expériences présentées ont toutes été effectuées dans des conditions très différentes. Effectivement, en se basant sur les résultats du graphique à la figure 4.3, la cellule semble flotter aussi bien les particules fines que la colonne, ce qui va à l'encontre de ce que l'on retrouve dans la littérature en général. Cependant, comme il en a déjà été question précédemment, l'enlèvement ne tient pas compte de la pureté du concentré obtenu ni de la répartition de la masse entre le rejet et le concentré. Les prochaines sections traitent de ces importants paramètres.

Concernant les résultats de Espinosa-Gomez et al. (1988) en colonne, la tendance révèle un enlèvement maximal pour des particules de 10 μm . Encore-là, l'absence d'information sur l'agent moussant utilisé ou l'utilisation ou non d'un collecteur empêche des comparaisons plus complètes avec les résultats de la présente étude.

4.2.2 Pureté

La pureté, autre paramètre intéressant, est exprimée ici en pourcentage de chalcoppyrite (section 3.4.1). En effet, puisque la matrice artificielle est constituée de quartz et de chalcoppyrite, une bonne façon d'évaluer la pureté du concentré est de l'exprimer en fonction de la quantité de chalcoppyrite présente dans le concentré. Les résultats du tableau 4.4 démontrent que l'utilisation d'un collecteur affecte grandement la pureté de la flottation. En effet, on constate que le collecteur permet une flottation plus sélective de la chalcoppyrite et diminue ainsi grandement la flottation parasitaire du quartz. De façon générale, l'utilisation d'un collecteur fait augmenter la pureté du concentré comme le montre les 43 %, 12 % et 52 % obtenus avec le collecteur. Quant aux résultats de pureté pour la flottation sans collecteur, ceux-ci ne dépassent pas 15 %. Malgré tout, les résultats obtenus avec le collecteur indiquent que l'entraînement du quartz est toujours présent puisqu'on ne dépasse que très difficilement 50 % de pureté. Cet entraînement est cependant fort probablement atténué par l'eau de lavage incluse dans le processus de la flottation en colonne. Mentionnons en terminant que les résultats obtenus pour la pureté sera influencée par la mesure du cuivre avec la spectrophotométrie d'absorption atomique.

Lorsqu'on aborde le sujet de la pureté, on s'aperçoit vite que les résultats de 15 %, 45 % et 52 % de cuivre qui ont été obtenus dans le concentré, sont plus intéressants que ceux obtenus en cellule par Petruk et Lastra (1993) qui ne dépassent pas les 30 %. Ainsi, lorsqu'on s'attarde à des caractéristiques autres que l'enlèvement, on s'aperçoit que l'utilisation de cellules engendre un entraînement parasitaire important.

4.2.3 Efficacité

L'efficacité tient compte à la fois de la concentration de cuivre à l'entrée, de sa concentration à la sortie et également du bilan de matière de l'essai. En fait, cette valeur tient compte de la pureté et de l'enlèvement, d'où son importance. Les résultats portant sur l'efficacité de la flottation pour les essais préliminaires sont illustrés à la figure 4.4 .

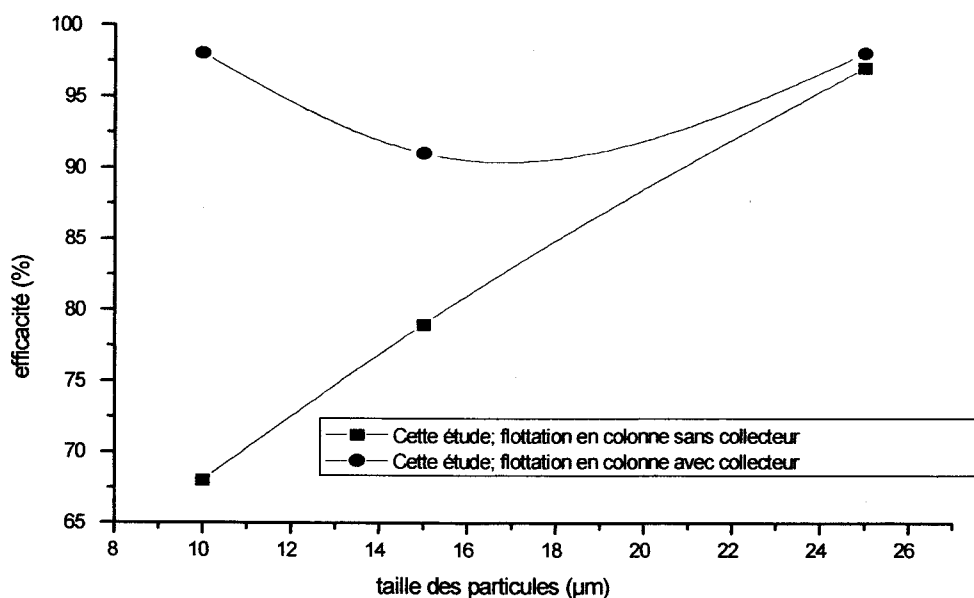


Fig. 4. 4 – Évolution de l'efficacité selon la taille des particules flottées.

Les essais effectués avec le collecteur présentent une efficacité variant entre 90 % et 100% ce qui est fort impressionnant. Ceci démontre, encore une fois, l'utilité du collecteur et non pas uniquement pour la flottation (enlèvement), mais également au niveau de la pureté et ce, ainsi de l'efficacité générale du processus de flottation en colonne. En réalité, on observe qu'en l'absence de collecteur, l'efficacité diminue de façon linéaire tout comme l'enlèvement. L'allure particulière de la courbe avec collecteur (minimum autour de 15 µm) s'explique par un degré de pureté beaucoup plus bas pour cet essai. Les erreurs analytiques peuvent expliquer l'écart rencontré avec ce même essai. Par contre, tel que rapporté au tableau 4.4, l'efficacité de la flottation pour cet essai est tout de même excellente puisqu'elle est au-dessus de 90 %.

4.2.4 Bilan de matière

Le bilan de matière a été très utile pour évaluer le bon ou le mauvais fonctionnement d'un essai. En fait, plus sa valeur tendait vers 0, meilleur était l'essai. Rappelons qu'un bilan de masse négatif signifie qu'il est entré dans le système plus de matériel qu'il en est sorti. À l'inverse, un bilan de masse positif équivaut à la création de matériel. Plutôt, l'utilité du bilan de matière réside dans le fait qu'il donne de l'information sur la stabilité de l'essai qui a été effectué. Lors des essais, seul le débit de la sortie de la pulpe pouvait être varié et cette variation était nécessaire pour garder un front de mousse stable. En effet, pour les essais où la mousse était particulièrement instable, les variations manuelles du débit de la sortie étaient fréquentes. Ces variations entraînaient inévitablement des écarts au niveau des bilans de matière.

Les bilans de matière globaux (tableau 4.4) qui ont été obtenus, c'est-à-dire ceux tenant compte de l'ensemble de la masse du matériel pour un essai donné, sont très acceptables puisqu'ils varient entre -30 % et 15 %. Ces variations peuvent être considérées comme normales en tenant compte des erreurs dues aux fluctuations de débit des pompes. Par contre, les bilans de matière concernant le cuivre (tableau 4.4) sont beaucoup moins bons. En fait, un problème d'homogénéisation de la chalcoppyrite dans la pulpe lors du brassage du mélange est probablement à l'origine d'importantes variations et notamment d'un écart de 100 % pour l'essai D1, puisque le bilan de matière global est tout de même acceptable (-25 %). Il s'agit vraisemblablement d'un effet de pépité du cuivre difficile à éviter lors du calcul des bilans de masse du cuivre. Les autres bilans de matière pour le cuivre étaient plus acceptables et variaient entre -56 % et 30 %. Il est important de considérer chacun des résultats indépendamment et d'évaluer l'erreur propre à chacun de ceux-ci puisqu'il ne faut pas négliger l'erreur associée aux bilans de matière du cuivre. Cette dernière erreur pouvant aussi provenir de l'analyse du cuivre.

4.2.5 Granulométrie

Les spectres de granulométrie procurent aussi des informations sur la flottation des particules. En effet, à l'aide de ces spectres, il est possible de déterminer quelles sont les tailles de particules qui semblent prédominer et ce, à l'entrée, à la sortie et dans le concentré. Pour appuyer certaines conclusions, les spectres des essais D5 (5-15 μm , sans collecteur) et D6 (5-15 μm , avec collecteur) ont été utilisés.

La figure 4.5 présente la granulométrie de l'entrée D5. Celle-ci est très semblable à celle du quartz pur présentée à la figure 4.1 puisque l'entrée est constituée majoritairement de quartz avec très peu de chalcopryrite. Effectivement, les particules de chalcopryrite se situant entre 5 et 15 μm sont camouflées par une partie du quartz qui, pour cet essai, se situait complètement sous les 50 μm . Le spectre de la sortie (rejet) de l'essai D5 à la figure 4.6 s'avère très intéressant puisqu'il montre une augmentation des particules plus grossières. Effectivement, alors que le spectre de l'entrée montre que les particules supérieures à 20 μm constituent 10 % de la masse, on en retrouve environ 20 % pour celui de la sortie. Ces observations laissent croire que les particules de plus petites tailles ont été préféablement flottées et se trouvent en majorité dans le concentré D5. Cependant, il ne faut pas négliger la possibilité d'une augmentation importante de l'entraînement pour expliquer ces observations, puisque cet essai a été réalisé sans collecteur.

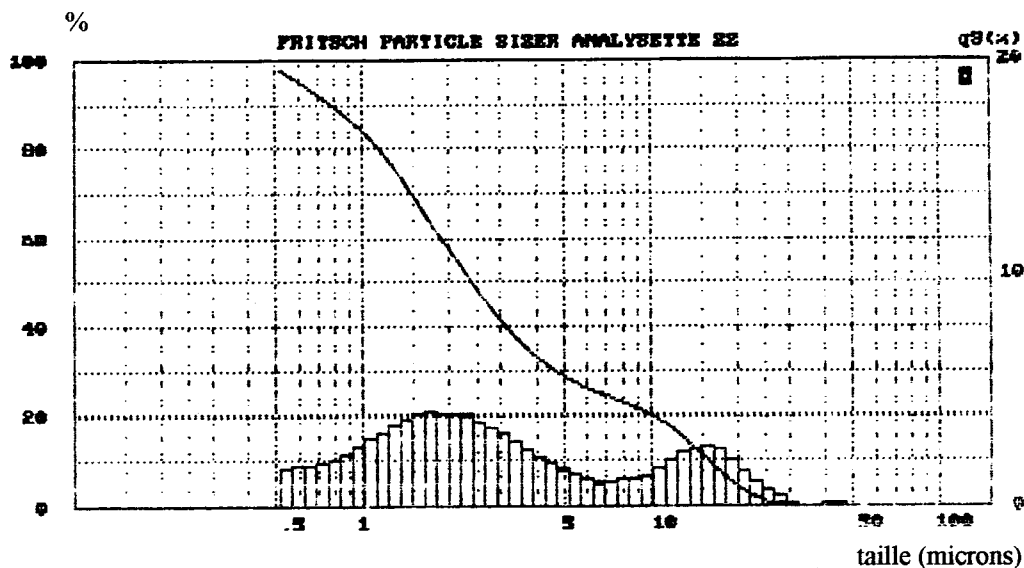


Fig. 4. 5 - Granulométrie de l'entrée de l'essai D5.

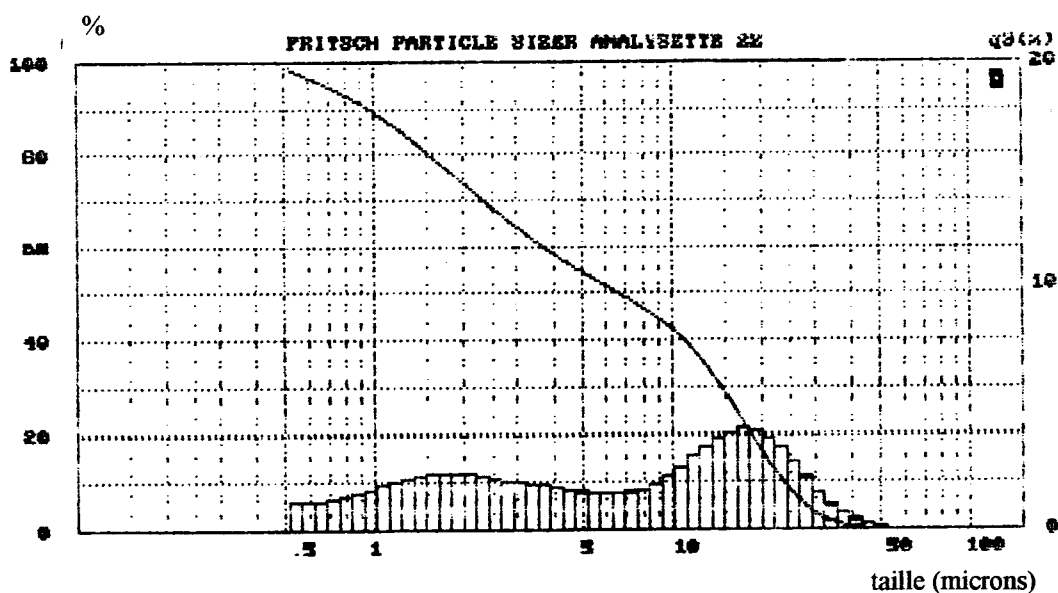


Fig. 4. 6 - Granulométrie de la sortie de l'essai D5.

Attardons-nous maintenant au spectre du concentré de D5 à la figure 4.7. Ce dernier est également très intéressant. En fait, on note que 92% de la distribution granulométrique est inférieure à 5 μm . Ceci est très surprenant, compte tenu que l'on croyait avoir flotté une grande quantité de chalcopryrite comme semblait l'indiquer la figure 4.6. À vrai dire, puisque la distribution

granulométrie de la chalcoppyrite se situait entre 5 et 15 μm , il est maintenant évident que la quantité flottée est relativement faible. Ces observations vérifient l'hypothèse du paragraphe précédent voulant que l'entraînement de particules fines explique les résultats de granulométrie obtenus. Il s'avère donc intéressant de reprendre les distributions granulométriques de cet essai pour tenter de les mettre en relation avec l'enlèvement et la pureté.

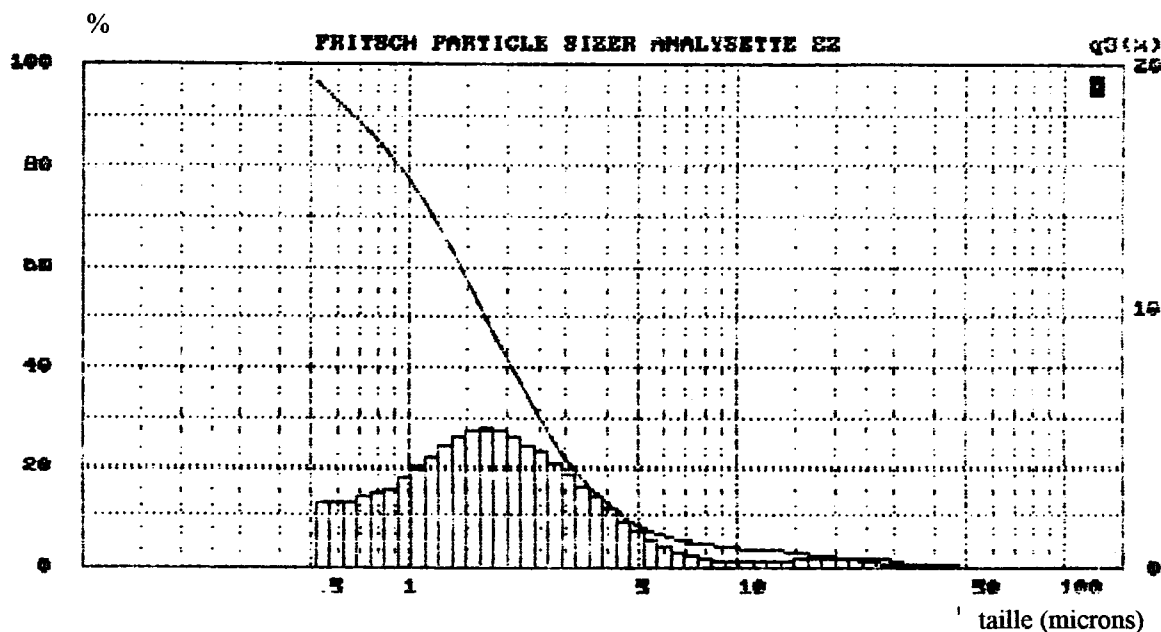


Fig. 4. 7- Granulométrie du concentré de l'essai D5.

En se référant à nouveau au tableau 4.4, on constate que ce cinquième essai est celui où l'enlèvement et la pureté ont été les plus faibles respectivement à 72 % et 3 %. Ainsi, la granulométrie s'avère un outil indispensable puisqu'elle reflète généralement très bien la réalité, dans ce cas un entraînement parasite important. L'absence de collecteur, jumelé au fait que les tailles de particules flottées étaient très faibles (entre 5 et 15 μm), expliquent sans doute l'entraînement d'une forte proportion de particules fines dans le concentré.

D'un autre côté, le spectre du concentré de l'essai D6 (figure 4.8) réalisé en utilisant un collecteur est complètement différent. Ce spectre démontre que

plus de 35 % de la masse des particules se situe entre 5 et 15 μm confirmant une flottation beaucoup plus spécifique de la chalcopryrite dont la distribution granulométrique qui se situait pour cet essai entre 5 et 15 μm . De plus, les résultats d'enlèvement et de pureté obtenus viennent confirmer l'observation précédente puisqu'ils sont excellents étant respectivement à 100 % et 52 %. L'ensemble des spectres granulométriques de ces essais préliminaires abondent dans le même sens, ce qui confirme l'utilité de la granulométrie pour la compréhension des résultats.

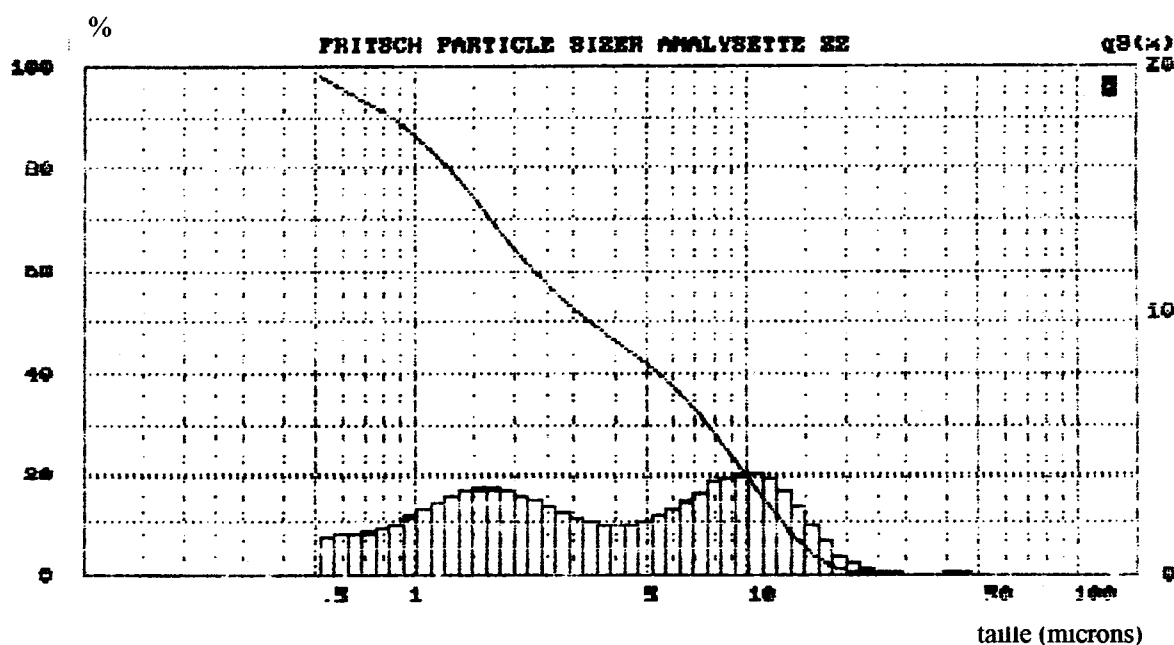


Fig. 4. 8 - Granulométrie du concentré de l'essai D6.

En résumé, les essais préliminaires effectués sur la matrice artificielle ont été d'une grande utilité puisqu'ils ont procuré de nombreuses informations sur la flottation des particules fines supérieures à 5 μm . Il a clairement été démontré que si on s'intéresse uniquement à l'enlèvement, l'utilisation d'un collecteur n'est pas strictement nécessaire pour des particules de tailles supérieures à 15 μm , l'enlèvement étant complet pour ces dernières. Par contre, même s'il n'est pas obligatoire pour les particules dont les diamètres sont supérieures à 15 μm , le collecteur doit être utilisé pour améliorer la pureté et l'efficacité de la flottation comme le démontrent les spectres granulométriques présentés. Malgré de bons

résultats, il semble évident que pour des particules dont les tailles varient entre 5 et 15 μm , l'utilisation d'un collecteur est extrêmement importante puisque l'efficacité générale de la flottation diminue avec la taille des particules.

Maintenant que nous nous sommes familiarisés avec l'équipement, les protocoles expérimentaux, et que l'utilité des colonnes de flottation a été démontrée et ce, pour la récupération de particules de chalcopirite se situant dans la tranche granulométrique + 5 μm à 50 μm , le prochain chapitre s'intéressera à la flottation en colonne de particules ultra fines de chalcopirite.

5 Optimisation de la flottation en colonne des particules ultra fines de chalcopirite

Ce chapitre constitue en fait le cœur du présent travail. Il se veut avant tout une étude détaillée du comportement des particules ultra fines de chalcopirite en colonne de flottation. Tel que mentionné précédemment, plusieurs études ont déjà été effectuées sur les particules supérieures à 20 μm ainsi que sur celles entre 5 et 20 μm . Toutefois, très rarement il a été question de celles inférieures à 5 μm . Il est donc de rigueur de s'intéresser à ce type de particules puisqu'elles sont omniprésentes dans de nombreuses matrices contaminées. Pensons notamment aux sédiments contaminés qui peuvent contenir une grande proportion de particules ultra fines. Le chapitre 5 se divise en 4 sections soit :

- La première section porte sur la préparation des échantillons utilisés.
- La deuxième section traite des résultats de l'optimisation de la flottation des particules inférieures à 5 μm . Ces résultats provenant essentiellement de la méthode statistique de Taguchi explicitée à la section 3.4.2.

- La troisième section décrit une série d'essais réalisés dans les conditions optimales.
- La dernière section présente une comparaison entre les résultats de notre étude avec les données disponibles dans la littérature.

5.1 Préparation des échantillons

La matrice utilisée pour l'optimisation des particules ultra fines est, tout comme pour les essais préliminaires, constituée de quartz et de chalcopirite. Le quartz utilisé est identique à celui employé dans la première partie présentée au chapitre 4. Par contre, la chalcopirite se devait d'être broyée sous les 5 μm . Ainsi un broyeur à billes en jarre d'acier a été utilisé pour parvenir à la granulométrie présentée à la figure 5.1.

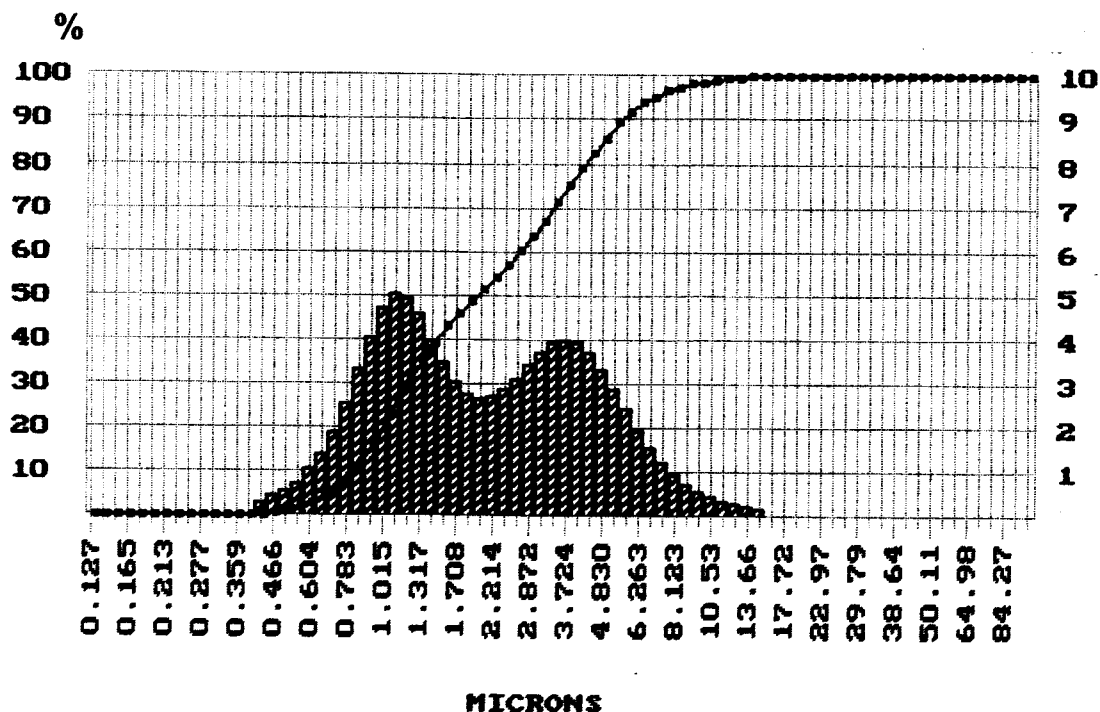


Fig. 5. 1- Spectre granulométrique de la chalcopirite utilisée lors des essais de flottation en colonne.

On constate sur le spectre que plus de 85 % du matériel est constitué de particules fines ayant une taille inférieure à 5 μm . La moyenne des tailles de particules se situe autour de 2 μm , plus précisément à 1,638 μm .

5.2 La flottation

5.2.1 Généralités

Le montage utilisé pour la flottation est identique à celui présenté au chapitre 3.

La démarche expérimentale complète de la flottation est disponible à l'annexe A et a été respectée pour l'ensemble des essais effectués lors de cette optimisation. Les conditions d'opération relatives à chacun des essais de flottation sont rapportées au tableau 5.1. Il est cependant pertinent d'y apporter quelques précisions.

Tableau 5. 1 – Conditions d'opération pour les essais de flottation en colonne des particules ultra fines.

Masse de quartz (g)	550 – 650
Masse de chalcopryrite (g)	2,00 – 2,50
pH de la pulpe	9-11
Débit d'entrée de la pulpe (mL d'eau / min)	200
Durée des essais (min)	15 ou 20

Tout d'abord le pH était régularisé avec l'addition d'environ 80 mL d'une solution de KOH 1N. L'ajout de cette solution précédait celui du collecteur puisque le pH en influence l'efficacité. Le débit de la pompe pour l'entrée de la pulpe a été calibré en employant de l'eau et n'a pas été modifié durant l'ensemble des essais effectués. Ainsi, selon la masse volumique de la pulpe, le

débit pouvait varier quelque peu. Un pourcentage solide de la pulpe variant entre 5 et 10 % (m/m) était visé. Ajoutons également que, dans la mesure du possible, le bas du front de mousse était gardé au-dessus de l'entrée de l'alimentation de la colonne. Tout comme pour les essais préliminaires, la durée de la flottation variait entre 15 et 20 minutes. Le débit d'entrée de la pulpe était maintenu constant. Le débit à la sortie était, pour sa part, souvent ajusté pour maintenir le front de mousse constant, d'où l'apparition, comme nous le remarquerons plus loin, de variations importantes dans les bilans de matière.

5.2.2 Flottation sans collecteur

Avant de débiter la discussion sur l'optimisation, il était de rigueur d'effectuer un essai de flottation avec des particules ultra fines sans collecteur, et ce, afin d'établir ou non l'efficacité de la flottation de ce type de particules et de compléter la série d'essais sans collecteur.

Les résultats obtenus ont été regroupés au tableau 5.2 et apparaissent très intéressants à certains niveaux. Premièrement, on remarque une pureté, un enlèvement et par le fait même une efficacité très modeste. Effectivement, tous les résultats relatifs à cet essai sont inférieurs à ceux obtenus auparavant lors des essais préliminaires. Les formules des différents paramètres sont présentées à la section 3.4.1.

Tableau 5. 2 – Résultats de l'essai F.A.1 effectué sur les particules ultra fines sans l'utilisation du collecteur.

enlèvement	20%
pureté	4%
efficacité	50%
bilan de matière en cuivre	- 4%
bilan de matière total	- 24%

Ces résultats ne sont pas surprenants outre mesure puisque ceux des essais préliminaires sans collecteur (tableau 4.4) les laissaient présager. Les figures 4.1 et 4.4 démontraient, effectivement, une tendance à la baisse en fonction de la diminution de la taille des particules et ce, pour les essais sans collecteur. Les résultats obtenus pour ce nouvel essai viennent donc, en quelque sorte, compléter la tendance précédemment observée aux figures 4.2 et 4.4. Ainsi, ces nouveaux résultats confirment que plus la taille des particules diminue, moins bons sont l'efficacité, la pureté et l'enlèvement. En terminant, mentionnons l'obtention de bilans de matière acceptables.

Ces premiers résultats laissent sous-entendre qu'un collecteur devrait être obligatoirement utilisé pour la flottation des particules ultra fines de chalcopirite et qu'il serait probablement plus difficile d'obtenir la même qualité de résultats que pour les essais précédents avec des particules plus grossières. Une démarche d'optimisation apparaît donc nécessaire pour améliorer l'efficacité de la flottation en colonne pour ce type de particules.

5.3 Optimisation de la flottation des particules ultra fines

L'optimisation a été effectuée en utilisant une méthode de matrice orthogonale développée par Taguchi. Celle-ci consistait à effectuer un nombre minimum d'expériences pour en tirer le maximum d'informations (voir section 3.4.2).

5.3.1 Choix des variables

Les variables qui ont été choisies sont les concentrations du collecteur (KAX) et du moussant (DOWFROTH 250), et les débits de l'eau de lavage et du gaz. Chacune de ces variables a été fixée selon trois niveaux. Voici un tableau présentant chacun des niveaux qui ont été affectés aux différentes variables.

Tableau 5. 3 – Variables et niveaux utilisés pour l'optimisation de la flottation en colonne pour les particules de chalcopryrite ultra fines.

<i>Variables</i>	niveaux de variation
	14
<i>Concentration du collecteur (mg / L)</i>	23
	30
	0,035
Concentration du moussant (mL / L)	0,070
	0,110
	50
<i>Débit de l'eau de lavage (cc / min)</i>	100
	200
	400
Débit du gaz (mL / min)	600
	800

Le choix des variables et leur influence que pouvaient avoir sur la flottation ont déjà fait l'objet d'une discussion à la section 2.1.3 et au tableau 2.2. Le choix des différents niveaux utilisés est basé sur des données déjà disponibles dans la littérature. Précisons à nouveau que malgré l'importance de la taille des bulles sur la flottation, cette variable a été laissée de côté. Ce choix repose uniquement sur des raisons pratiques, ce facteur étant plus difficilement contrôlable. En effet, l'appareillage disponible au laboratoire ne permettait pas de faire varier la taille des bulles et ce de façon précise. Pour ce faire, il aurait fallu utiliser un bulleur beaucoup plus sophistiqué. À lui seul ce facteur pourrait faire l'objet d'une étude complète c'est pourquoi il a été laissé de côté.

5.3.2 Identification des essais / matrice utilisée

Lors de l'optimisation de la flottation des particules ultra fines de chalcopryrite en colonne, une série de neuf essais a été réalisée. Chacun des essais porte l'identification F.1, F.2,.... F9. Le tableau qui suit représente la matrice complète de Taguchi qui a été utilisée lors de l'optimisation. Il s'agit en

fait du résumé des conditions d'opération employées lors de tous les essais effectués pour cette partie de l'expérimentation.

Tableau 5. 4– Planification des essais pour la flottation en colonne des particules ultra fines. ($85\% < 5\mu\text{m}$).

Facteurs	[collecteur]	[moussant]	débit de l'air	débit de l'eau de lavage
Expériences	(mg / L)	(mL / L)	(cc / min)	(mL / min)
F.1	14	0,035	400	50
F.2	14	0,07	600	100
F.3	14	0,11	800	200
F.4	23	0,035	800	100
F.5	23	0,07	400	200
F.6	23	0,11	600	50
F.7	30	0,035	600	200
F.8	30	0,07	800	50
F.9	30	0,11	400	100

Chaque essai a été effectué en respectant le plus attentivement possible les protocoles de flottation, de fusion et d'analyse qui ont été décrits antérieurement et qui figurent à l'annexe A. Le nombre total d'expériences effectuées est supérieur à neuf. Effectivement, à plus d'une reprise, un même essai pouvait être répété lorsque celui-ci fonctionnait plus ou moins bien. Les problèmes rencontrés provenaient majoritairement de la stabilité générale de la flottation, que ce soit au niveau du front de la mousse ou de sa quantité qui pouvait être soit excessive ou soit insuffisante. Ces problèmes découlaient habituellement des conditions d'opération très spécifiques qui accentuaient ou raréfiaient la quantité de mousse présente dans la colonne. Prenons l'exemple de l'essai F.3 qui a été effectué avec une concentration maximale de moussant en plus d'un débit d'air de 800 cc / min. Ces deux conditions ont provoqué l'instabilité de la mousse et une reprise s'est avérée nécessaire. Par ailleurs, des problèmes liés à l'alimentation et à la sortie ont également été à l'origine de certaines reprises. En fait, la pulpe bloquait quelquefois dans les conduits ce qui compliquait l'essai en question.

5.4 Résultats de l'optimisation des essais de flottation pour des particules ultra fines

Dans l'optique de simplifier au maximum le traitement et l'analyse des données, les résultats propres à l'optimisation ont été séparés en deux parties bien distinctes. Tout d'abord, une évaluation générale de la flottation sera présentée à l'aide de tableaux et de graphiques et suivie d'une analyse détaillée à l'aide de la matrice orthogonale de Taguchi. Cette analyse conduira à l'identification des conditions optimales d'opération.

5.4.1 Traitement des résultats

5.4.1.1 Flottation

Le tableau 5.5 présente les résultats des essais effectués sur les particules ultra fines de chalcopirite. On constate que l'enlèvement varie entre 30 % et 100 % et ce, selon les conditions expérimentales. En fait, deux des neuf essais effectués montrent un enlèvement de 100 %. Par contre, la pureté du concentré, à l'exception des essais F6 et F9, est généralement moins élevée que lors des essais préliminaires, quoiqu'elle soit toutefois restée très acceptable pour la majorité des essais. À cet effet, seul l'essai F.3 avec une pureté bien inférieure à la moyenne (2 %) est moins bon. Comme il a été mentionné à la section précédente, les conditions de moussant (0,110 mL/L de DOWFROTH 250) et de débit du gaz (800 cc/ min) étaient maximales pour cet essai, ce qui a provoqué la formation d'une très grande quantité de mousse. Cette mousse abondante, bien qu'elle améliorait l'enlèvement, amplifiait également l'entraînement parasite, ne laissant aucune chance au collecteur d'agir et de flotter spécifiquement le cuivre. Il n'est donc pas surprenant d'observer un aussi faible pourcentage en pureté. Les équations permettant le calcul des différents paramètres analytiques ont été présentées à la section 3.4.1.

Tableau 5. 5–Résultats des essais d'optimisation pour les particules fines (85% < 5 μ m).

Expériences	Enlèvement (%)	Pureté (%)	Efficacité (%)
F.1	100	16	99
F.2	92	16	89
F.3	93	2	70
F.4	100	15	98
F.5	30	15	48
F.6	89	38	88
F.7	44	21	30
F.8	29	19	64
F.9	92	40	87

Le dernier paramètre présenté est l'efficacité. Le tableau 5.5 démontre qu'à l'exception de deux essais (F5 et F7), l'efficacité obtenue a été supérieure à 60 % et même, à cinq reprises, supérieure à 80 %. Les essais F5 et F7 ont été effectués en utilisant un débit d'eau de lavage de 200 mL/min. Toujours au tableau 5.5, on peut remarquer à quel point l'efficacité dépend de l'enlèvement et de la pureté. En fait, tous les essais où l'efficacité est inférieure à 80 % sont caractérisés par une pureté très basse, un enlèvement moyen ou les deux à la fois. Il sera démontré dans les pages suivantes que l'efficacité est également influencée par les bilans de matière. Ces résultats laissent entrevoir que la flottation en colonne des particules ultra fines dans une matrice artificielle est possible.

5.4.1.2 Analyse des résultats selon l'approche de Taguchi

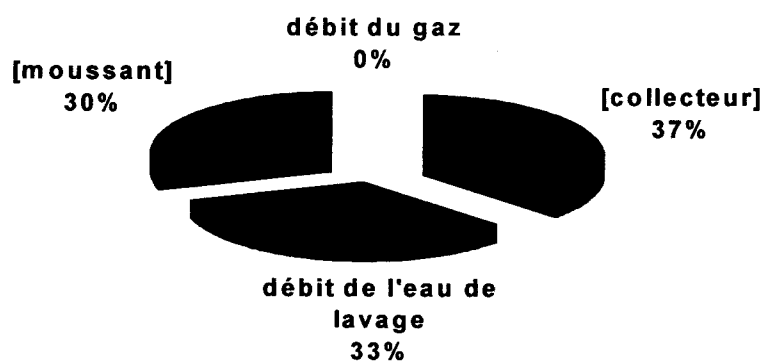
Généralités

Débutons cette analyse par une discussion des données obtenues à l'aide de la méthode de Taguchi. Ces données sont présentées au tableau 5.6. Elles représentent l'influence (poids relatif en %) que chacune des quatre variables présélectionnées a eu sur la flottation en colonne des particules ultra fines (< 5 μ m). La figure 5.3 montre l'influence de ces variables sur la pureté a) et l'enlèvement b).

Tableau 5. 6 – Influence en poids relatif (%) de chacune des variables sur l'enlèvement, la pureté et l'efficacité pour la flottation en colonne des particules ultra fines.

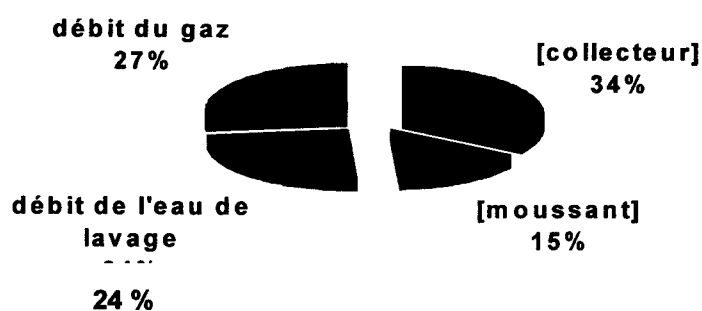
Variables	Enlèvement (%)	Pureté (%)	Efficacité (%)
Débit du gaz	0	27	3
Débit de l'eau de lavage	33	24	66
Concentration du moussant	30	15	8
Concentration du collecteur	37	34	23

Enlèvement



a)

Pureté



b)

Fig. 5. 2 – Évaluation du poids, selon l'approche de Taguchi, de chacune des variables lors de la flottation en colonne des particules ultra fines ; a) enlèvement b) pureté

En examinant les figures 5.2 a) et 5.2 b), on constate que le paramètre ayant le plus d'impact sur la pureté et l'enlèvement lors de la flottation des particules inférieures à 5 μm est la concentration du collecteur. Il est intéressant de constater à quel point ce dernier influence tout autant l'enlèvement que la pureté. À première vue, on aurait sans doute rattachée l'importance de ce paramètre à la pureté. Cependant, les premiers résultats recueillis au chapitre 4 laissaient entrevoir cette possibilité puisqu'on observait déjà une augmentation de la pureté avec l'ajout du collecteur. En fait, l'ensemble des résultats confirment que l'activité du collecteur, au niveau de la surface des grains de chalcopryrite, est extrêmement importante et qu'elle influence grandement la flottation en colonne pour ce type de particules.

Par ailleurs, les résultats obtenus concernant le débit de l'eau de lavage sont particulièrement intéressants. Tout laissait présager que cette variable influencerait davantage la pureté que l'enlèvement puisqu'elle avait comme caractéristique de permettre une diminution de l'entraînement parasite. En fait, au niveau de la pureté, elle arrive au troisième rang avec 24 % de poids relatif tout juste après le débit du gaz. Malgré tout, les résultats démontrent tout de même que la pureté est influencée par le débit de l'eau de lavage comme c'était attendu. D'un autre côté, l'importance de cette variable sur l'enlèvement, venant au deuxième rang derrière le collecteur avec 33 % de poids relatif, s'explique relativement bien. En effet, un débit d'eau trop puissant provoque le détachement des grains de chalcopryrite à la surface des bulles d'air ce qui tend à faire diminuer l'enlèvement.

En ce qui concerne la concentration de l'agent moussant, ce facteur semble très important au niveau de l'enlèvement (30%) alors qu'il arrive bon dernier au niveau de la pureté (15%). Ces résultats peuvent probablement s'interpréter comme suit : tout d'abord l'agent moussant a un impact sur la formation et la taille des bulles. De plus, on sait que ces dernières influencent la flottation mais probablement de façon non spécifique. Ainsi, la concentration du moussant influence réellement l'enlèvement mais aucune distinction n'est effectuée entre les grains de quartz et ceux de chalcopryrite. Ainsi, le quartz et la

chalcopryrite sont influencés simultanément par cette variable, d'où une influence moins importante au niveau de la pureté.

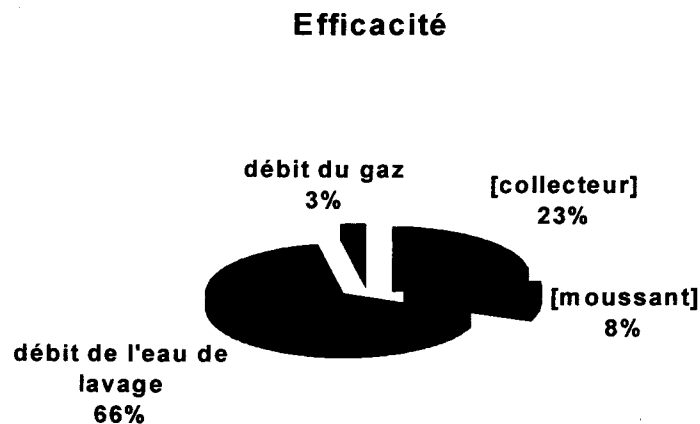


Fig. 5. 3 – Influence, selon la méthode de Taguchi, des quatre paramètres sur l'efficacité de la flottation en colonne des particules ultra fines.

La figure 5.3 illustre les résultats concernant l'efficacité de la flottation. À première vue, on constate que le débit du gaz et la concentration du moussant sont les variables qui ont le moins d'influence sur l'efficacité de la flottation. En réalité, ces résultats concordent avec ceux présentés à la figure 5.2 puisque l'efficacité est dépendante de la pureté et l'enlèvement. Ainsi, il n'est pas étonnant de les voir respectivement à 3 % et 8 %. Par contre, le plus étrange est de les observer en d'aussi faibles proportions.

Prenons, par exemple, le débit du gaz qui a un poids relatif de 3 %. Cette variable est très difficile à comprendre puisque selon ce résultat, même si elle n'avait pas été considérée, les résultats auraient été les mêmes puisqu'elle semble n'avoir aucun impact sur l'enlèvement et, par conséquent très peu sur l'efficacité. Étrangement, au niveau de la pureté cette variable arrive au deuxième rang avec un poids relatif de 27 % (tableau 5.6). Peut être est-il possible que le choix des trois niveaux pour cette variable ait été inapproprié ou tout simplement que les différences entre les niveaux n'étaient pas assez importantes pour dégager une tendance. Quoi qu'il en soit, cette variable, comme les autres, fera l'objet d'une étude plus détaillée à la prochaine section.

L'eau de lavage domine les quatre variables avec un poids relatif de 66 % ce qui en fait une variable extrêmement importante. Sa grande importance provient du fait qu'elle diminue l'entraînement parasite influençant ainsi directement l'efficacité. Comme il a déjà été discuté, c'est l'une des différences fondamentales avec les cellules. Le collecteur, quant à lui, suit avec 23 % seulement. Ceci confirme l'impact du collecteur, mais dans une proportion beaucoup plus faible que pour l'eau de lavage. Cependant, il faut se rappeler que l'approche Taguchi se veut avant tout un outil pour guider la recherche et établir de façon générale les pistes à suivre. L'élément majeur qui ressort de cette étude est l'importance de la concentration du collecteur et du débit de l'eau de lavage sur le processus de flottation en colonne pour des particules ultra fines. En fait, selon les résultats il semble qu'à elles seules, ces deux variables influencent à plus de 85 % l'efficacité de la flottation des particules ultra fines. Par la suite vient la concentration du moussant et finalement, le débit du gaz qui semble être le paramètre le moins influent.

Effets factoriels

La méthode des matrices orthogonales de Taguchi permet également d'effectuer une étude des effets factoriels. L'effet factoriel est l'influence que chacune des variables a individuellement sur le processus de la flottation en colonne. Cette étude permet donc d'illustrer graphiquement le rendement des niveaux (voir section 3.4.2) pour chacune des variables étudiées. En fait, cette méthode évalue, en terme de % de rendements l'impact qu'a la variation des niveaux sur chaque paramètre analytique étudié, soit la pureté, l'enlèvement et l'efficacité. Ainsi, pour chacun des paramètres analytiques et ce, pour une même variable (ex : concentration du collecteur), on observera une tendance qui révélera à quel niveau de concentration la flottation est la plus performante. C'est donc à partir de cette étude qu'il a été possible de déterminer l'ensemble des conditions optimales d'opération pour la flottation en colonne des particules ultra fines. Le tableau 5.7 présente les résultats obtenus de l'étude des effets factoriels. Les figures 5.4 à 5.7 regroupent les tendances observées et ce, pour chacune des variables sélectionnées.

Tableau 5. 7- Données découlant du calcul de l'effet factoriel de chacune des variables sur la flottation en colonne. (Voir annexe C)

Variables	Niveaux	Effet factoriel		
		Rendement (%)		
		enlèvement	pureté	efficacité
Concentration du collecteur (mg/L)	14	92	11	84
	23	78	23	76
	30	47	26	42
Concentration de l'agent moussant (mL/L)	0,035	73	17	73
	0,070	47	17	67
	0,110	91	26	88
Débit de l'eau de lavage (mL/min)	50	69	24	82
	100	91	24	89
	200	48	12	47
Débit de gaz (cc/min)	400	71	23	72
	600	67	25	66
	800	71	12	72

a) La concentration du collecteur

On observe à la figure 5.4 deux tendances opposées. Une première montre l'augmentation du rendement de l'enlèvement et de l'efficacité lors de la diminution de la concentration du collecteur alors que le rendement de la pureté diminue. Idéalement, on devrait observer un maximum. Étant donné l'absence d'un maximum, il semble clair que le choix des différents niveaux de concentration, effectué au départ, s'est avéré erroné pour la quantité de matériel à flotter. Par contre, avec une concentration minimale de 14 ppm (100 mg de KAX), les résultats obtenus pour l'enlèvement (> 90 %) et l'efficacité (> 80 %) étaient excellents, ce qui laissait présager l'atteinte d'une concentration quasi

idéale. En décidant d'effectuer la flottation à des concentrations inférieures, on risquait de ne pas avoir assez de collecteur pour flotter tout le matériel. Par ailleurs, la tendance générale observée à la figure 5.4 n'est pas très étonnante puisque différents auteurs (Huang (1992) et Klassen et Mokrousov (1963)) avaient déjà démontré que l'ajout d'un collecteur en trop grande quantité (ce qui est probablement le cas pour les valeurs au-dessus de 150 mg) entraînait la fixation d'une seconde couche de collecteur à la surface des grains de chalcopryrite et rendait ainsi les particules de nouveau hydrophiles.

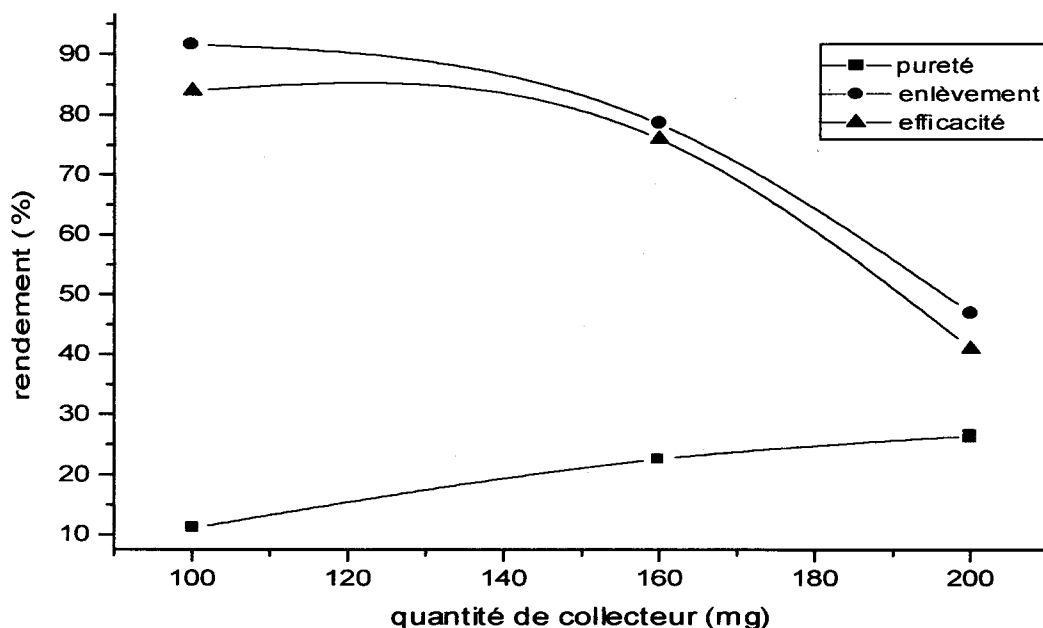


Fig. 5. 4 - Représentation graphique de l'effet factoriel sur la quantité de collecteur utilisée lors de la flottation des particules ultra fines.

D'un autre côté, le phénomène inverse se produit au niveau de la pureté. En effet, une augmentation de la concentration du collecteur se traduit par une augmentation de la pureté. Une flottation beaucoup plus spécifique, probablement trop, régie par des concentrations maximales de collecteur est sans doute à l'origine du phénomène observé. Dans les faits, une concentration très élevée en collecteur nuira de façon évidente à la flottation (l'enlèvement), mais rendra cette dernière plus spécifique, entraînant nécessairement une hausse de la pureté du concentré. Au risque de négliger quelque peu la pureté et puisque l'objectif premier est d'enlever un maximum de cuivre, la concentration

de KAX qui sera ajoutée à la pulpe a été fixée à 15 ppm ou entre 100 mg et 110 mg de KAX dans environ sept litres d'eau.

b) Concentration de l'agent moussant

La figure 5.5 qui porte sur la concentration du moussant est beaucoup moins révélatrice. On retrouve sur celle-ci la même tendance pour les trois paramètres analytiques étudiés. Toutefois, aucun maximum n'est observé. Dans les faits, un minimum à 0,070 mL/L est plutôt observé. À ce point, le rendement de la pureté se situe autour de 20 % avec un enlèvement et une efficacité modestes, tous deux étant sous les 70 %. Un choix devait être effectué entre les conditions maximales présentes à droite ou à gauche du minimum. Puisqu'à gauche les concentrations sont extrêmement basses, condition où la mousse sera présente en de très faibles proportions, le maximum de droite a été sélectionné soit 0,11 mL/L. On note donc, que les meilleurs rendements pour l'enlèvement, la pureté et l'efficacité sont rapportés pour une concentration de moussant de 0,11 mL/min.

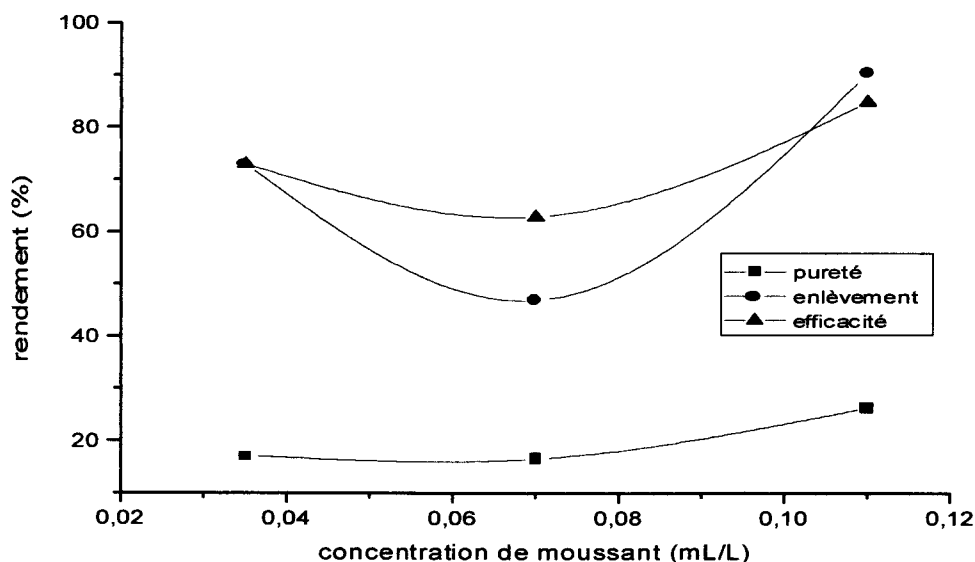


Fig. 5. 5 - Représentation graphique de l'effet factoriel sur la concentration de moussant utilisée lors de la flottation des particules ultra fines.

c) Débit de l'eau de lavage

Les tendances observées à la figure 5.6 sont identiques pour les trois variables avec un maximum autour de 100 mL/min. En fait, le maximum réel pourrait bien se trouver entre 100 et 200 mL/min. Cependant, c'est peu probable puisque pour un débit de 100 mL/min, le rendement de l'enlèvement et de l'efficacité sont tout près de 90%. Seule la pureté pourrait être affectée par ces nouvelles conditions. Un débit de 100 mL/min semble très réaliste puisque celui-ci doit être assez fort pour permettre un bon rinçage de la pulpe sans être toutefois trop violent ce qui diminuerait l'efficacité de la flottation. Un débit de l'eau de lavage de 100 mL/min a donc été utilisé comme condition optimale.

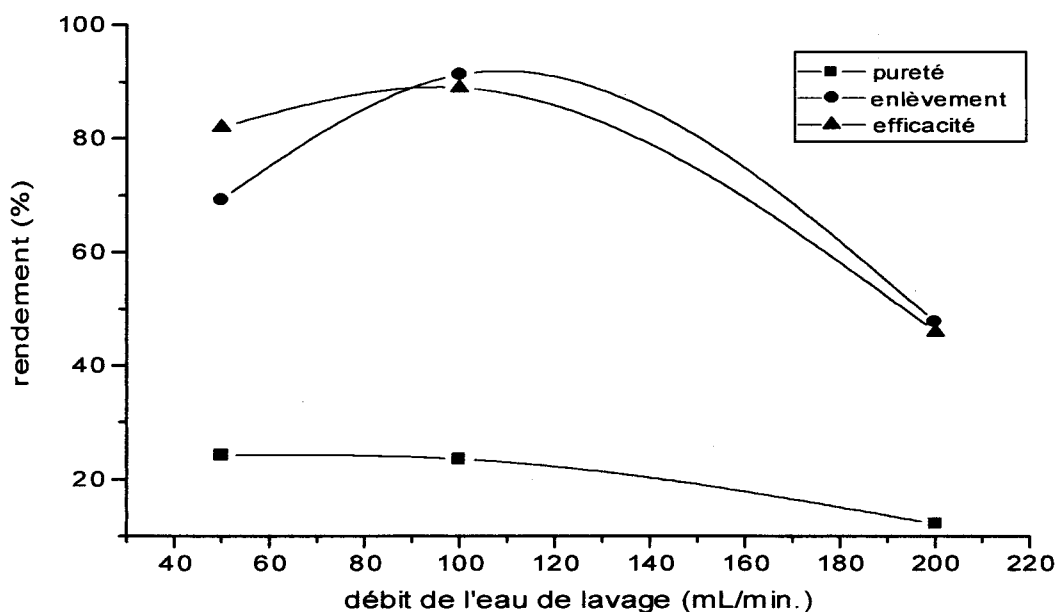


Fig. 5. 6 - Représentation graphique de l'effet factoriel sur le débit de l'eau de lavage lors de la flottation des particules ultra fines.

d) Débit de l'air

Les tendances observées à la figure 5.7 ne sont pas concluantes. Effectivement, quelque soient les conditions, il semble que les résultats sont sensiblement les mêmes. Ceci vient donc confirmer le peu d'impact que présente une variation de ce facteur, comme il avait été préalablement constaté à la

section précédente. Seule la pureté présente un petit maximum autour de 600 cc/min avec un rendement au-dessus de 20 %. Le choix du débit d'air s'est arrêté à 600 cc/min, une valeur se situant au centre de l'intervalle sélectionné pour les débits d'air (400-800 cc/min).

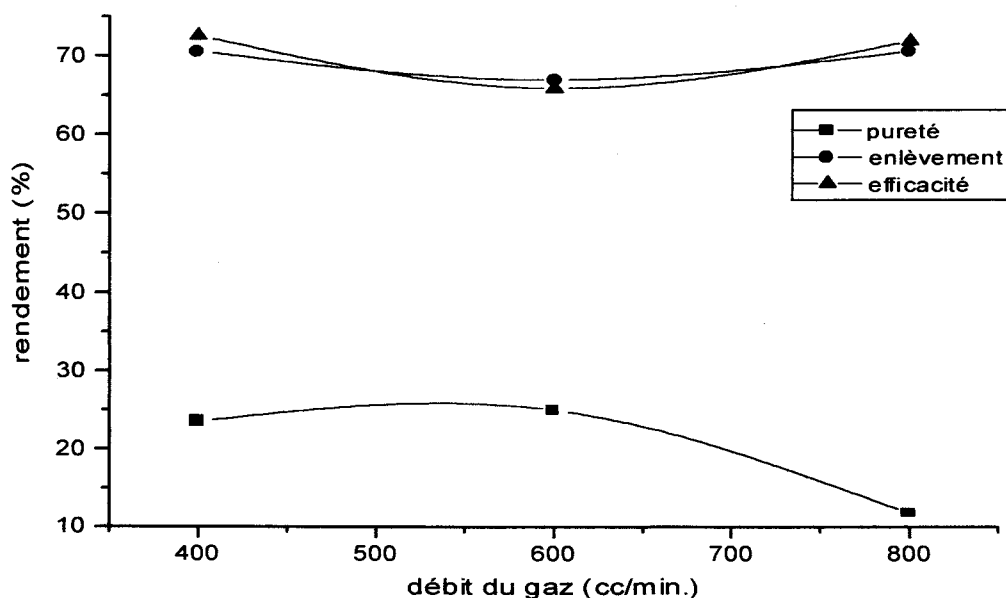


Fig. 5. 7 - Représentation graphique de l'effet factoriel sur le débit de l'air lors de la flottation des particules ultra fines.

Les différents graphiques présentés illustrent bien les conclusions établies précédemment quant à l'influence des quatre paramètres sélectionnés sur la flottation en colonne des particules ultra fines. En effet, on remarque facilement l'impact de la concentration du collecteur et du débit de l'eau de lavage sur les graphiques 5.4 et 5.6 contrairement aux deux autres paramètres qui ne démontrent pas de tendances réelles lors de l'étude des effets factoriels. Il est évident que les courbes à trois niveaux ne représentent pas l'évolution réelle, mais plutôt un début de tendance. Il faut comprendre que l'ajout d'un quatrième niveau à chacun des graphiques aurait eu comme conséquence de faire doubler le nombre d'essais à effectuer. C'est pourquoi il a été convenu de se limiter à l'investigation des trois niveaux documentés ce qui permet tout de même d'avoir une bonne idée de la tendance.

5.4.2 Validation de la flottation

Le processus de validation de la flottation s'effectue en deux étapes. Une première étape est l'évaluation des bilans de matière obtenus tout au long de l'étude alors que la seconde étape consiste à examiner la granulométrie des entrées, sorties et concentrés de certains essais effectués.

5.4.2.1 Bilan de matière

Comme il a été présenté au chapitre quatre, les bilans de matière permettent une bonne évaluation du fonctionnement d'un essai de flottation. Les bilans de matière des solides et du cuivre ainsi que l'efficacité sont présentés au tableau 5.8 pour chacun des essais réalisés.

Tableau 5. 8 – Bilans de matière et efficacité pour les neuf essais de la matrice orthogonale.

<i>Essai</i> #	<i>Bilan de matière</i>		efficacité
	Cu (%)	solide (%)	(%)
1	-34	-5	99
2	-18	-11	89
3	-56	-37	70
4	-60	-30	98
5	6	36	48
6	11	10	89
7	192	110	30
8	69	105	64
9	-7	-18	87

Le tableau 5.8 est très intéressant puisqu'il identifie les essais ayant plus ou moins bien fonctionné. À première vue, les résultats semblent tout de même acceptables. Plusieurs des bilans de matière présentent un écart de $\pm 40\%$, ce qui est tout de même satisfaisant compte tenu de l'instabilité générale des

expériences effectuées. Dans les faits, cinq des neuf bilans de matière du cuivre sont compris dans cet intervalle. Par contre, pour les autres, qui sont quelque peu éloignés, il faudra considérer que les résultats pour ces essais représentent un peu moins bien la réalité. Du côté des bilans de matière des solides, ils sont majoritairement inclus dans l'intervalle.

Il est pertinent de s'interroger sur les différences significatives observées entre les deux types de bilans. En fait, compte tenu que la chalcoppyrite est mélangée dans la matrice de quartz, l'homogénéité du mélange influencera directement le bilan en cuivre. De plus, la différence importante observée entre les deux types de bilans peut également provenir d'erreurs de type analytique. En effet, il n'est pas exagéré de penser que certaines erreurs d'analyse ont pu survenir et ce, non pas au niveau de l'exactitude des résultats obtenus avec l'appareil, mais plutôt au niveau de l'échantillonnage des parties aliquotes utilisées pour la fusion. En réalité, rien n'indique que le sous échantillon utilisé pour la fusion représentait réellement l'ensemble de l'échantillon malgré une analyse en duplicata. Précisons toutefois que les erreurs de type analytique ne sont pas comparables en terme de conséquences aux erreurs provenant des problèmes d'homogénéisation de la pulpe.

La situation est bien différente pour les bilans de matière des solides car ceux-ci sont calculés uniquement à partir d'une masse et ne dépendent aucunement de résultats analytiques. Par conséquent, même si la pulpe n'est pas complètement homogène, il y aura toujours une certaine quantité de matière qui entrera dans la colonne et ainsi, si la densité de la pulpe est constante dans le temps, la variation observée sera beaucoup moins importante. De cette façon, les bilans de matière solide sont beaucoup plus crédibles. Par ailleurs, il est très intéressant de remarquer la relation qui existe entre les bilans de matière et l'efficacité des essais. L'essai F.7, l'essai qui présente les bilans de matière les plus variables (192 % en cuivre et 110 % en solides), est caractérisé par une efficacité de 30 %. La même observation peut s'appliquer à l'essai F.8 pour lequel l'efficacité n'est que de 64 % et où les bilans de matière sont encore une fois très variables (69 % en cuivre et 105 % en solides). Comme il a été souvent mentionné, l'efficacité est le paramètre qui traduit le mieux le processus de la

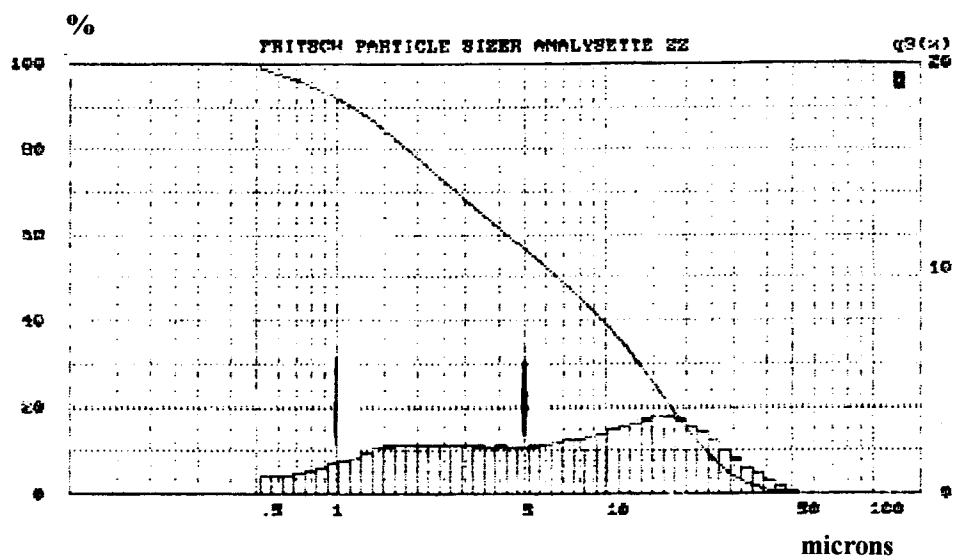
flottation puisqu'en plus d'être influencé par l'enlèvement et la pureté, il l'est également par les bilans de matière.

Malgré des écarts assez importants pour deux essais bien précis (F.7 et F.8), il semble que globalement les résultats apparaissent crédibles et sont probablement représentatifs de la réalité. Les difficultés rencontrées pour ces deux essais peuvent être dues à des conditions expérimentales bien particulières ou tout simplement à une instabilité du système.

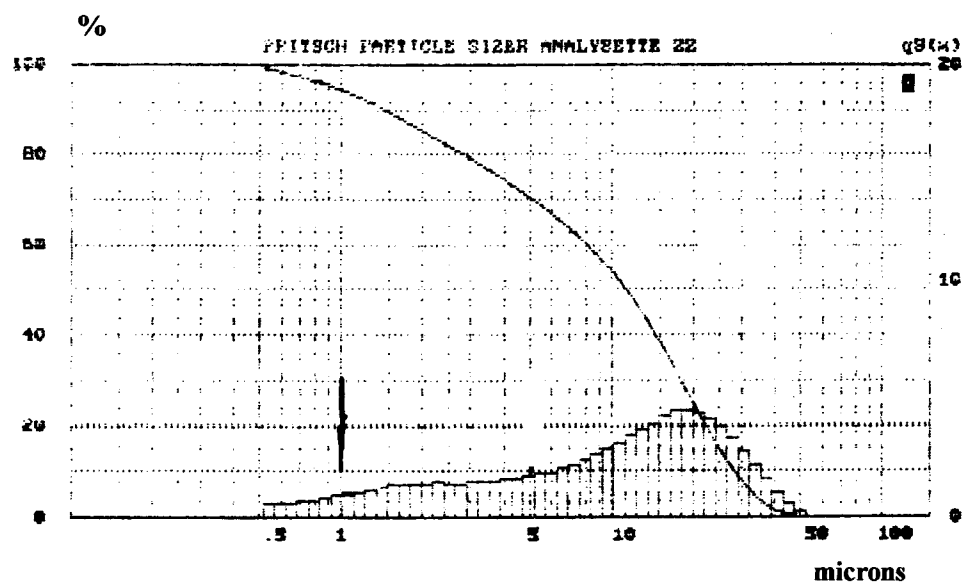
5.4.2.2 Granulométrie

La granulométrie, comme il a été discuté au chapitre 4, est un outil essentiel à la bonne compréhension des essais. L'étude d'une série de spectres a déjà été présentée au chapitre 4. Ces spectres ont été obtenus à l'aide d'un granulomètre laser.

Les spectres granulométriques des essais F.1 à F.4 étant très semblables, il convient de ne présenter que ceux de l'essai F3 (figure 5.8). Ces spectres s'avèrent intéressants puisqu'on y observe que la proportion des particules entre 1 et 5 μm varie selon l'entrée, la sortie et le concentré. En fait, une certaine quantité de particules ultra fines est présente dans l'entrée (5.8 a). Cette proportion diminue de façon assez importante à la sortie (5.8 b) en passant de 43 % à 25 %. Ceci laisse présager une augmentation des particules ultra fines dans le concentré. Cette hypothèse est vérifiée par le troisième spectre du concentré (5.8 c) où l'on remarque une légère augmentation de la quantité de particules ultra fines (48 %). Sur la base de cette comparaison, il est possible d'affirmer que la flottation des particules ultra fines a bel et bien été effectuée. Puisque les particules de chalcopyrates se trouvaient dans cet intervalle, il en ressort qu'elles ont donc été réellement flottées comme en témoignent aussi les résultats d'efficacité pour les quatre premiers essais (99, 89, 70 et 98 %). Cependant, il apparaît clairement dans les résultats de pureté pour ces essais (16, 16, 2 et 15%) que non seulement une certaine partie de la chalcopyrte est flottée, mais il se glisse également une quantité appréciable de quartz provenant de l'entraînement parasite.



a)



b)

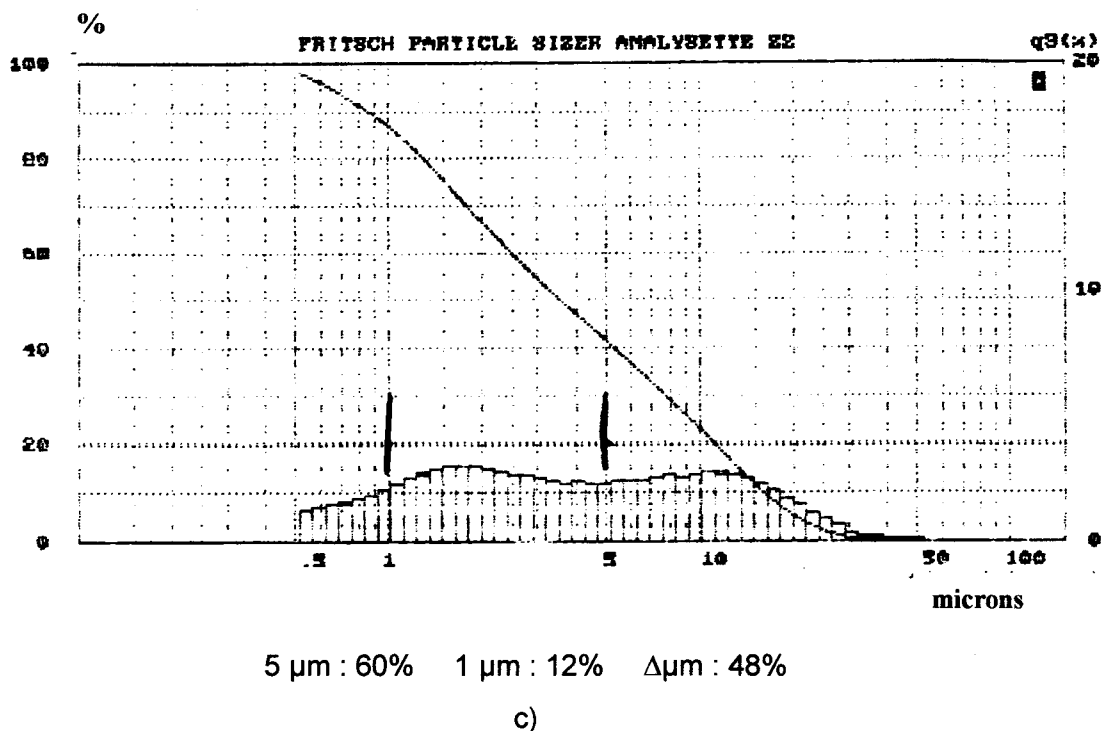
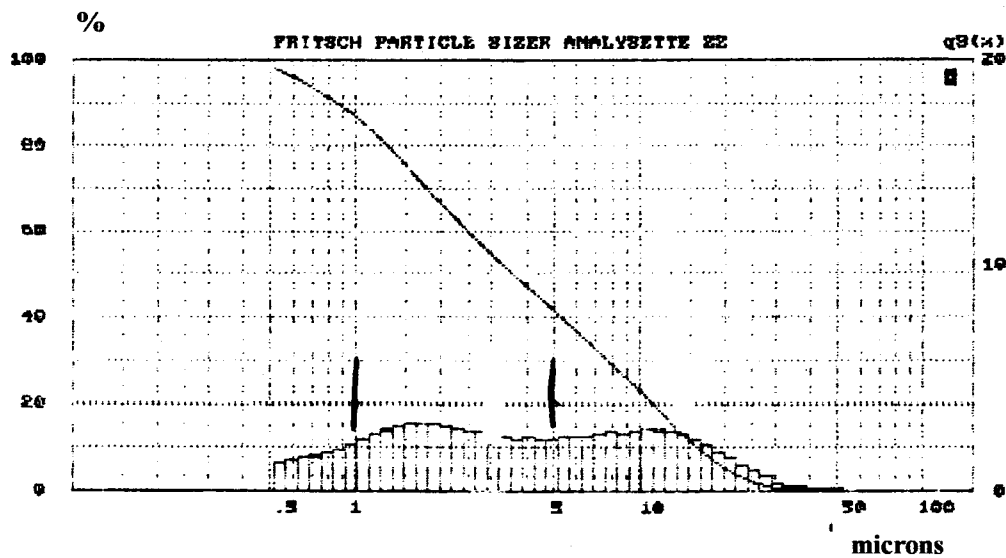


Fig. 5. 8 – Spectres granulométriques de l'entrée a), de la sortie b), et du concentré c) pour l'essai F.3

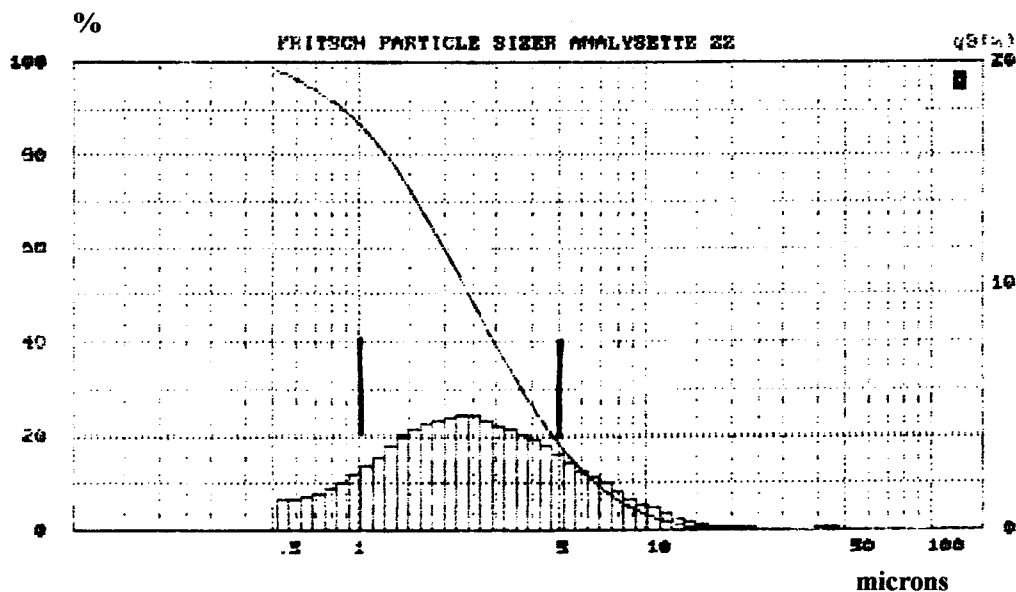
Examinons maintenant les spectres granulométriques d'un essai dont les données d'enlèvement, de pureté et d'efficacité indiquent une piètre performance. C'est le cas de l'essai F.5. Les spectres granulométriques sont illustrés à la figure 5.9. Ainsi, au lieu d'obtenir une augmentation de la proportion des fines dans le concentré comme pour les quatre premiers essais, la tendance inverse est observée. À l'entrée (5.9 a) on retrouve près de 47 % de particules ultra fines (1 à 5 µm), alors qu'à la sortie (5.9 b), au lieu d'observer une diminution, on observe une augmentation jusqu'à 65 %, ce qui démontre que beaucoup de particules grossières ont été flottées. De son côté, le concentré montre une baisse de la proportion de particules ultra fines (35 % de 1 à 5 µm) due à son enrichissement en particules grossières, pauvres en chalcopryrite, provenant d'un entraînement parasite des particules de quartz.

Ces deux exemples démontrent bien l'utilité de l'analyse granulométrique. En fait, tout au long de l'étude et pour faciliter l'interprétation des résultats, un spectre granulométrique a été obtenu pour chacun des échantillons.



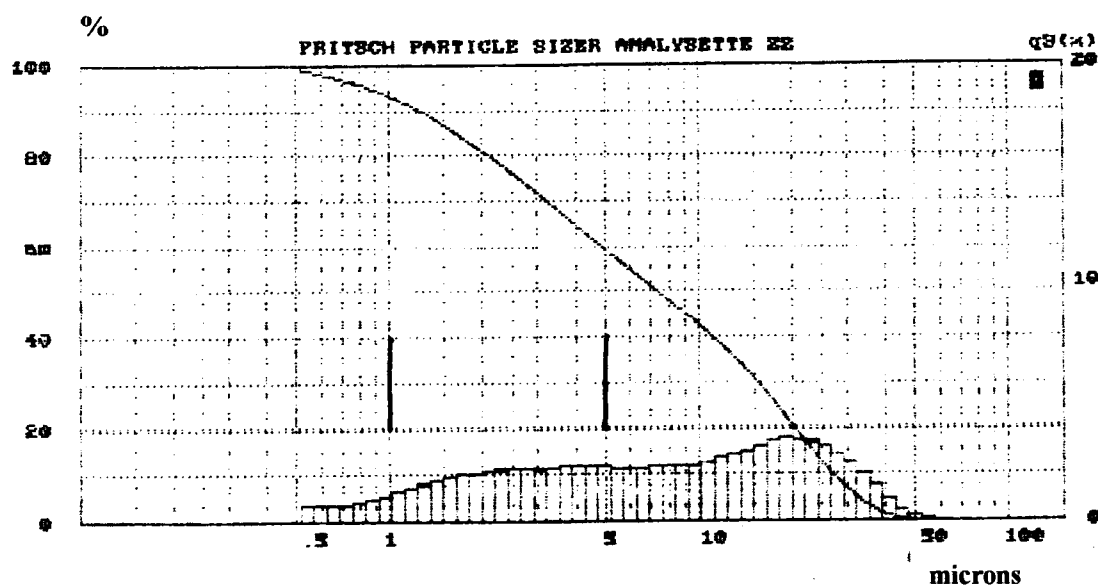
5 μ m : 60% 1 μ m : 13% $\Delta\mu$ m : 47%

a)



b)

5 μ m : 80% 1 μ m : 15% $\Delta\mu$ m : 65%



c)

Fig. 5. 9 – Spectres granulométriques de l'entrée a), de la sortie b), et du concentré c) pour l'essai F.5.

5.5 Résultats de la flottation en conditions optimales

5.5.1 Résultats

Voici maintenant les résultats de l'optimisation de la flottation des particules ultra fines. En fait, cinq essais ont été effectués dans les conditions optimales (tableau 5.9) déterminées selon l'approche de Taguchi (1988).

Tableau 5. 9 – Paramètres optimaux utilisés lors de la flottation en colonne des particules ultra fines.

Concentration du collecteur (mg/L)	14
Concentration du moussant (mL/L)	0,110
Débit de l'eau de lavage (mL/min)	100
Débit d'air (cc/min)	600

Tableau 5. 10 – Résultats des essais de flottation en colonne dans les conditions d'opération optimales pour les particules ultra fines.

Essais	Enlèvement	Pureté	Efficacité	Bilan de matière	
	%	%	%	Cuivre	% global
1	100	20	99	-18	8
2	100	30	99	-40	-27
3	90	18	90	-35	11
4	85	25	89	2	55
5	76	41	77	3	8
Moyenne	90 ± 9	27 ± 9	91 ± 9		

Les résultats présentés au tableau 5.10 confirment qu'il est possible d'enlever presque entièrement le cuivre de la matrice artificielle en utilisant la flottation en colonne. La moyenne obtenue pour l'enlèvement est de 90 % et de près de 30 % au niveau de la pureté avec un maximum à 41 %, ce qui est tout à fait exceptionnel. L'efficacité se situe entre 77 % et 99 % avec une moyenne à 91 %.

Les résultats obtenus dans les conditions d'opération optimales, sont très impressionnants, particulièrement si on les compare avec des essais similaires en colonne ou en cellule, présentés dans la littérature. Comparons tout d'abord nos résultats avec ceux obtenus par Petruck et Lastra (1993). En fait, ces chercheurs ont effectué le même type de travail en utilisant également de la chalcopirite libre dans une matrice de quartz synthétique. Ils ont réalisé leurs essais avec des colonnes et avec des cellules. Les résultats obtenus démontrent que la récupération de la chalcopirite libre est beaucoup plus importante pour les cellules que pour les colonnes. Par contre, comme la littérature le laisse sous-entendre, la pureté du concentré est supérieure lorsque les colonnes sont utilisées.

Examinons la figure 5.10 qui contient un graphique récapitulatif des divers résultats obtenus pour l'enlèvement des particules de taille variant entre 3 et 50

μm . On remarque entre autre, que pour des tailles inférieures à $5 \mu\text{m}$, les résultats en cellule diminuent de façon importante en passant de 90 % à 20 %, contrairement aux nôtres qui restent au-dessus des 90 %. De plus, les résultats obtenus par Petruck et Lastra (1993) démontrent que les cellules sont plus efficaces que les colonnes pour l'enlèvement des particules de diamètre supérieur à $5 \mu\text{m}$ et équivalentes à ces dernières pour les particules ultra fines. Les résultats de Petruck et Lastra (1993) sont présentés à la figure 5.10. Cependant, il semble que contrairement à ces derniers, les essais en colonne effectués lors de la présente étude fonctionnent excessivement bien autant au niveau des particules fines (100% d'enlèvement) que pour les particules ultra fines (90%).

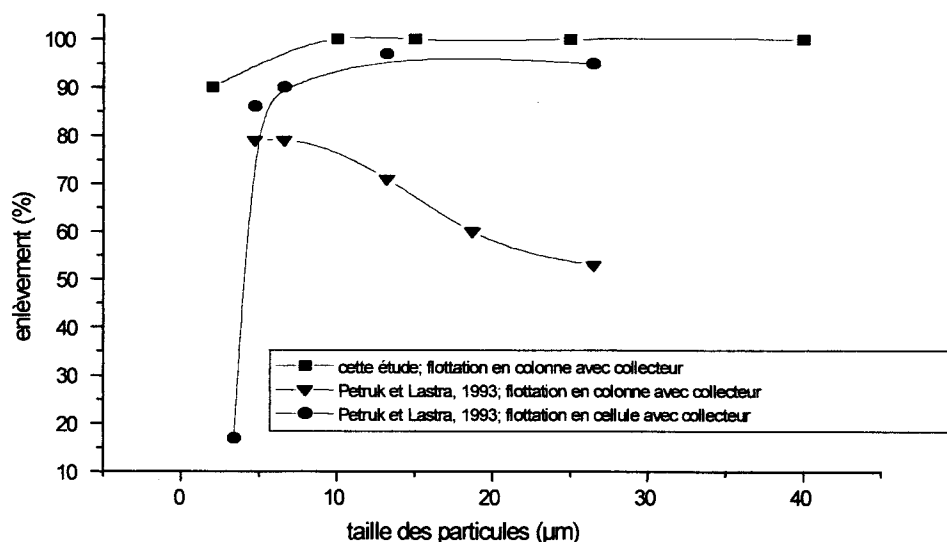


Fig. 5. 10 – Représentation de l'enlèvement selon la taille des particules.

L'écart entre les résultats de cette étude et les données de la littérature peut très bien s'expliquer par la réalisation des essais dans des conditions d'opération optimales, contrairement aux auteurs ici présentés qui n'ont pas rapporté l'utilisation d'un protocole expérimental d'optimisation. On peut difficilement douter du pourcentage d'enlèvement obtenu (91%) puisqu'il est le résultat moyen d'une série de cinq essais, ce qui en fait une valeur très représentative de la réalité et ainsi très crédible.

Pour ce qui est de la pureté obtenue, il s'avère que la moyenne obtenue sur les cinq essais indique une pureté de 27 % en cuivre, ce qui est comparable

à la pureté obtenue par Petruck et Lastra (1993) pour les cellules (28 %) et pour les colonnes (31 %). Par contre, la pureté obtenue par ces deux auteurs est le résultat d'une flottation en série, c'est-à-dire deux cellules et deux colonnes en série. Ainsi, il semble bien que le fait de travailler dans des conditions optimales ait eu une influence majeure sur les résultats de la pureté puisque nous obtenons sensiblement les mêmes résultats qu'eux et ce, avec un seul passage dans la colonne. Un montage en série aurait sans doute permis d'arriver à une pureté encore meilleure. Il aurait été intéressant de connaître les conditions d'opération utilisées par Petruck et Lastra (concentration du collecteur, du moussant, les débits, etc.) ce qui aurait permis une meilleure comparaison.

Par ailleurs, il est très intéressant de comparer nos résultats avec ceux de Trahar (1981) qui a effectué une étude semblable avec un système quartz-chalcopirite en utilisant des cellules. En fait, celui-ci a étudié le comportement du système quartz-chalcopirite à 10 % (masse solide / masse de la pulpe) sans utiliser de collecteur. Les résultats de Trahar (1981) sont très semblables à ceux obtenus dans cette étude au chapitre 4 dans des conditions similaires soit sans l'utilisation du collecteur (fig.5.11)(résultats du chapitre 4).

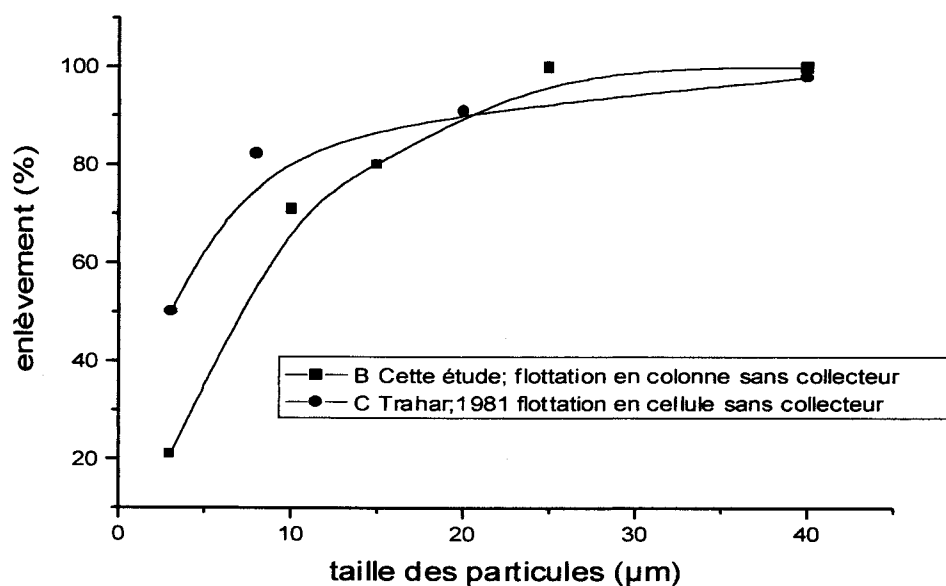


Fig. 5. 11 – Comparaison de la flottation en colonne et en cellule et ce, sans collecteur.

La figure 5.11 démontre en fait que le comportement de la chalcopryrite suit la même tendance lorsqu'elle est flottée sans collecteur dans une matrice artificielle et ce, peu importe la méthode de flottation utilisée. En réalité, hormis les particules ultra fines qui semblent mieux flotter en cellule, très peu de différences sont notées. L'agitation, plus importante pour la cellule, est probablement à l'origine de cette différence, pour les particules inférieures à 8 μm . L'agitation a pour conséquence d'augmenter l'entraînement parasite et évidemment l'enlèvement, au détriment de la pureté. C'est pourquoi il aurait été intéressant que l'article de Trahar (1981) mentionne des résultats sur la pureté des concentrés obtenus, ce qui n'est pas le cas.

5.5.2 Erreur sur l'optimisation des particules ultra fines

Il convient en cette fin de chapitre de discuter de l'erreur associée à cette optimisation des particules ultra fines. La méthode utilisée pour réaliser cette estimation de l'erreur est en fait le calcul de l'écart type de l'efficacité et ce, en utilisant les cinq essais réalisés dans les conditions optimales. À l'aide des données provenant du tableau 5.8, on trouve que l'erreur associée à l'optimisation de la flottation en colonne des particules ultra fines est d'environ $\pm 9 \%$ ($\pm 1s$). Cette erreur englobe les erreurs provoquées par l'instabilité de la mousse, les débits de l'entrée et de la sortie (pompe péristaltique) mais également celles provenant du traitement de l'échantillon et de l'analyse complète du cuivre. Compte tenu de l'ensemble des paramètres à considérer, cette erreur n'apparaît pas excessive et représente sans doute très bien la réalité.

En résumé, ces expérimentations ont permis de déterminer que la flottation des particules ultra fines en colonne est possible et est même très efficace en conditions optimales. En fait, selon les résultats obtenus, la flottation en colonne de particules de chalcopryrite montrant un diamètre moyen de 1,6 μm dans une matrice de quartz dont le diamètre moyen est de 8 μm indique un enlèvement moyen de 90 %, une pureté moyenne de 27 % et une efficacité moyenne de 91 %. Par contre, il ne faut pas négliger le fait que ces résultats sont

grandement influencés par le type de matrice utilisée. Effectivement, l'utilisation d'une matrice artificielle n'est pas directement applicable à une matrice réelle. La matrice artificielle chalcopyrnite-quartz a permis d'obtenir des données inédites sur le comportement des particules ultra fines et indique la possibilité d'employer les colonnes de flottation pour isoler des particules ultra fines hydrophobes.

6 Conclusions

La problématique entourant la décontamination de sites contaminés provient souvent de la spécificité de ces derniers. En effet, il est très rare que deux sites présentent le même problème de contamination, d'où l'utilité de développer une technique polyvalente et peu coûteuse. C'est dans cette optique que la présente étude a été réalisée. Certaines caractéristiques propres à la flottation en colonne laissent entrevoir des possibilités très intéressantes autant au niveau de la décontamination de composés organiques que pour des composés inorganiques, d'où l'intérêt de cette technique puisqu'on se rappelle que les sites présentent régulièrement une contamination mixte. Seule l'optimisation pour la contamination d'origine inorganique a cependant été traitée dans ce travail. La flottation en colonne est utilisée depuis fort longtemps dans le domaine minier et il semble qu'elle pourrait s'adapter au domaine de la restauration environnementale. Ainsi, le présent travail a porté sur l'optimisation de la flottation en colonne des particules ultra fines de chalcoppyrite dans une matrice de quartz.

Notre intérêt vis-à-vis les particules ultra fines provient d'une part du désir de compléter le peu d'information disponible dans la littérature à leur sujet et d'autre part du fait qu'il n'est pas rare de rencontrer des sites contaminés

montrant une contamination importante dans les fractions granulométriques fines. De cette façon, les nombreux essais qui ont été réalisés durant la présente étude ont permis une meilleure compréhension du comportement de ce type de particules lors du processus de flottation en colonne. Avant de présenter une synthèse des différents résultats obtenus, rappelons les principaux objectifs de l'étude :

- 1) Effectuer une revue complète de la littérature sur la flottation en colonne appliquée aux particules fines.
- 2) Identifier, à l'aide d'expériences en laboratoire, les principaux facteurs qui gèrent la récupération de particules fines de chalcopirite ($<100\text{ }\mu\text{m}$) par flottation en colonne.
- 3) Effectuer des essais préliminaires pour se familiariser avec l'équipement et les protocoles expérimentaux dans le but d'obtenir des résultats de flottation en colonne pour une tranche granulométrique comprenant les particules fines.
- 4) Optimiser la récupération des particules ultra fines de chalcopirite en colonne de flottation.
- 5) Comparer les résultats optimaux de la récupération avec ceux de la littérature.

Tout d'abord, mentionnons que le premier objectif a clairement été présenté au chapitre 2 du travail. Également, le cinquième objectif était présenté au fur et à mesure qu'on progressait dans l'expérimentation. Ces deux objectifs ne feront donc pas l'objet d'une synthèse détaillée.

La performance de la flottation en colonne a été étudiée en fonction de 4 facteurs préalablement sélectionnées. On retrouve au chapitre 2 une section complète (2.2.2) sur le choix de ces facteurs et sur l'influence attendue de ceux-ci sur la flottation en colonne.

En regard de la réalisation de l'objectif 3, une série d'essais préliminaires a été effectuée sur des particules dont la taille était supérieure à $5\text{ }\mu\text{m}$ et inférieure à $100\text{ }\mu\text{m}$ (particules fines et ultra fines selon Sivamohan (1990) (tableau 2.1)). Pour ce faire, quatre tranches granulométriques ont été étudiées soit une première tranche montrant une distribution entre 30 et $100\text{ }\mu\text{m}$, une seconde montrant une distribution entre 15 et $30\text{ }\mu\text{m}$, une troisième présentant une distribution entre 8 et $15\text{ }\mu\text{m}$ et finalement une dernière caractérisée par une

distribution entre 5 et 15 μm . Les différents résultats sont regroupés au chapitre 4. Parmi les conclusions intéressantes, notons que l'utilisation d'un collecteur lors de la flottation en colonne de ce type de particules permet d'atteindre 100 % d'enlèvement et entre 90 % et 100 % d'efficacité et ce, pour chacune des fractions flottées. Ces résultats sont tout à fait exceptionnels et sont même, dans certains cas, supérieurs à ce que prévoyait la littérature. Les différents spectres de granulométrie ainsi que les bilans de matière confirment l'efficacité de la flottation en colonne. De plus, cette première série d'essais préliminaires a permis de faire la démonstration que le collecteur est essentiel au bon fonctionnement de la flottation en colonne. Effectivement, des essais effectués sans collecteur démontrent que la flottation sans collecteur est très difficile pour les particules de taille variant entre 5 et 20 μm .

La deuxième partie du travail consistait à optimiser la flottation en colonne, cette fois-ci pour des particules dites ultra fines ($< 5 \mu\text{m}$) tout en tenant compte des quatre facteurs discutés au chapitre 2 et présentés ci-dessous. La flottation de ces particules représentait une problématique fort intéressante étant donné le peu d'information disponible dans la littérature sur le sujet. De plus, un essai préliminaire réalisé avec ce type de particules a confirmé qu'une optimisation s'avérait obligatoire.

L'ensemble des résultats concernant la flottation en colonne des particules ultra fines a été regroupé au chapitre 5. Pour réaliser ce travail, l'approche de Taguchi (section 3.4.2) a été utilisée. Ainsi, une série de neuf essais a été effectuée pour permettre finalement de déterminer les conditions optimales d'opération de la colonne de flottation que voici :

• Concentration du collecteur :	14 ppm
• Concentration du moussant :	0,11 mL / L
• Débit de l'eau de lavage :	100 mL / min
• Vitesse du gaz :	600 cc / min

En plus des résultats précédemment mentionnés, le traitement statistique des données recueillies en cours d'expérimentation, par l'approche Taguchi, a

également permis de déterminer laquelle ou lesquelles des variables influençaient le plus la flottation en colonne. Le débit de l'eau de lavage avec 66 % de poids relatif et le collecteur avec 27 % semblent être les plus importantes au niveau de l'efficacité. L'efficacité est fonction ici à la fois de l'enlèvement et de la pureté, c'est pourquoi on retrouve au premier rang l'eau de lavage. En effet, on sait que l'eau de lavage influence grandement la pureté en diminuant l'entraînement parasite, il ne faut donc pas se surprendre des résultats obtenus. D'un autre côté, on a vu que le collecteur avait une importance certaine sur la flottation lors des essais préliminaires (chapitre 4). L'identification de l'ajout de collecteur comme une variable importante confirme donc sa grande utilité au niveau de l'efficacité de la flottation (pureté et enlèvement). Cette étude démontre l'utilité de l'approche de Taguchi. Bien qu'elle possède certaines limites, elle simplifie toutefois grandement la procédure expérimentale et permet à l'utilisateur une analyse beaucoup plus simple et rapide.

C'est en utilisant les conditions optimales que la dernière série d'essais a été réalisée. L'objectif de cette dernière série consistait à vérifier l'efficacité générale de la flottation en colonne et ce, dans les meilleures conditions d'opération. De plus, cette série d'essais permettait d'évaluer l'erreur associée à la procédure expérimentale puisque les cinq essais étaient réalisés de la même façon et dans les mêmes conditions. L'efficacité de la flottation en conditions optimales a varié entre 77 % et 99 % pour une moyenne de 91 %. L'erreur (1s) associée à cette moyenne est de 9 %. Ainsi, l'efficacité moyenne de la technique de flottation en colonne pour des particules ultra fines de chalcoppyrite dans une matrice de quartz est de 91 ± 9 %. Ce résultat est extrêmement encourageant puisqu'il confirme l'utilité de cette technique pour le traitement d'une contamination d'origine inorganique. L'erreur associée aux différents essais englobe celle sur la flottation et sur l'analyse.

À la lumière des résultats obtenus, il semble évident que l'ensemble des objectifs fixés au départ ont été atteints. De cette façon, il est possible d'affirmer que la flottation en colonne des particules ultra fines de chalcoppyrite dans une matrice de quartz est très efficace (> 90 %) mais ce, dans des conditions d'opération bien spécifiques. En fait, une optimisation des conditions d'opération

est essentielle et doit être effectuée avant d'entreprendre toute nouvelle flottation. Par contre, parmi les limites associées à cette technique on retrouve la stabilité de la flottation qui est difficile à obtenir en colonne ce qui conduit, quelques fois, à des écarts au niveau des bilans de matière. Cependant, les colonnes possèdent un avantage certain sur les cellules, soit celui de concentrer beaucoup plus efficacement les composés. Ainsi, la flottation en colonne semble bien adaptée pour la récupération des contaminants inorganiques présents dans les sols et ce, sur une plage de granulométrie variant entre 1,8 et 50 μm . Reste à savoir si les colonnes peuvent être efficaces pour traiter les contaminants organiques, ce qui leur permettrait de prendre une place importante dans le marché de la restauration environnementale. Malgré ces résultats très encourageants, il faut garder à l'esprit que cette étude a été effectuée sur une matrice artificielle. Ainsi, les résultats sont difficilement transférables à une matrice naturelle. Cependant, tout laisse croire que la flottation pour une matrice réelle sera possible, mais qu'encre là, une optimisation sera nécessaire. C'est pourquoi il pourrait être intéressant d'effectuer un travail similaire à celui-ci, mais cette fois-ci, avec une matrice réelle.

ANNEXE A

RECUEIL DES PROTOCOLES UTILISÉS AU LABORATOIRE

Essais de flottation

Fusion Alcaline au peroxyde de sodium

Analyse des échantillons par absorption atomique

Analyse granulométrique à l'aide du granulomètre à laser

ESSAIS DE FLOTTATION

- Préparer la pulpe en mélangeant solide et eau :
 - matrice artificielle (environ 500 g dans 7 L d'eau) : 5-10%
 - matrice réelle (environ 300 g dans 7 L d'eau) : 2-5 %
- Agiter la pulpe pendant 15 minutes pour la rendre homogène.
- Ajouter de 80 à 100 mL de KOH 1N dans les 7 litres de pulpe pour ajuster le pH à 9.
- Ajouter la quantité requise de collecteur (KAX).
- Agiter pendant 5 minutes.
- Ajouter la quantité requise de moussant (DOWFROTH 250).
- Agiter pendant 1 minute.
- Procédures d'échantillonnage de l'entrée pour analyse et bilan de matière.
- Remplir la colonne
 - durée : entre 8 et 20 minutes selon la quantité de mousse.
- Une fois que le niveau de la mousse atteint les 9/10 de la colonne : démarrer l'eau de lavage.
- Une fois que la mousse déborde de la colonne :
 - début de la flottation (temps zéro de la flottation)
 - démarrer la pompe de sortie
- Durée de la flottation : 15 minutes lorsque possible.
- Récupération du rejet et du concentré :
 - centrifugation des échantillons avec centrifugeuse.
 - marque : *Damon / IEC Division* modèle IEC Cu-5000 centrifuge et IEC UV centrifuge.
- Utilisation d'un four de marque *Despatch* pour sécher complètement les échantillons.

FUSION ALCALINE AU PÉROXYDE DE SODIUM

- Dans un creuset de Zirconium de 55 mL, peser environ précisément entre 300 et 500 mg de l'échantillon. Ajouter entre 3 et 4 grammes de fondant (peroxyde de sodium Na_2O_2).
- Chauffer sous une flamme tout en agitant régulièrement pendant 1 à 5 minutes jusqu'à la fonte complète du mélange. Ajouter au besoin 4 ou 5 granules de KOH.
- Laisser refroidir quelques minutes.
- Utiliser le volume nécessaire d'eau de qualité nano-pure dans un bécher pour dissoudre et laver le solide fondu dans le creuset. Faire chauffer l'eau pour faciliter la solubilisation.
- Ajouter une quantité d'acide chlorhydrique dans le bécher pour obtenir une solution finale soit à 10 % HCl.
- Porter à ébullition durant 2-3 minutes.
- Transférer la solution dans une fiole jaugée préalablement nettoyée et entreposée avec une solution d'acide nitrique 5-10%.
- Laisser refroidir la solution, jauger et analyser.

ANALYSE DES ÉCHANTILLONS PAR ABSORPTION ATOMIQUE

Les limites de détection et de quantification de la méthode doivent être établies avant de doser les standards pour assurer des résultats crédibles. Ces paramètres sont discutés au début des chapitres 4 et 6. Le protocole de validation est celui du *Ministère de l'environnement et de la faune*, 1993.

Les solutions standards de 0 ; 2,5 ; 5,0 ; 7,5 et 10 ppm ont été préparées à l'aide du standard certifié **MP-1a** provenant de chez **Canadian Certified Reference Material Project** et contenant 1,44% de cuivre. Celui-ci était en fait fusionné pour être ensuite solubilisé dans une fiole de 500 mL. Ceci constitue la solution mère.

- Ouverture de l'appareil et des périphériques informatiques. Choix du programme **Cu 0-10 ppm** et des options d'analyse.
- Laisser chauffer la lampe quelques minutes et optimiser l'alignement de la lampe entre 0,700 et 1,000 en absorbance.
- Allumer le brûleur d'air-acétylène et optimiser le signal de la lampe avec la solution la plus concentrée et le blanc.
- Doser les standards et tracer la courbe d'étalonnage. *Un coefficient de corrélation d'au minimum deux neuf (9) après le point est requis(0.99...).*
- Analyser les échantillons et un standard de vérification à tous les 12 échantillons. Un écart de moins de 5 % est accepté.
- Chaque échantillon est analysé selon la démarche décrite à la section 3.4
- Une fois les analyses terminées, bien rincer le brûleur et fermer l'appareil.

ANALYSE GRANULOMÉTRIQUE À L'AIDE DU GRANULOMÈTRE À LASER

- Ouvrir le granulomètre et l'ordinateur. Laisser chauffer le laser durant 20 minutes.
- Analyser un témoin.
- Utiliser une certaine quantité de l'échantillon (10-15 % de suspension solide) et effectuer l'analyse de la taille des particules.
- Sauver les résultats sur le disque dur.
- Imprimer les graphiques résultant.

ANNEXE B

EXEMPLES DE CALCULS

Pureté
Efficacité
% d'enlèvement
Bilan de matière

Exemples de calcul essai F.2 (voir tableau 5.5)

Pureté

$$\left(\frac{64486 \text{ ppm de cuivre dans le concentré}}{318483 \text{ ppm de cuivre dans la chalcopirite}} \right) \times 100 = 16,1 \%$$

Efficacité

$$\left[\left(\frac{98,58 \text{ g dans le rejet}}{100,2 \text{ g initialement}} \right) - \left(\frac{(143 \text{ ppm de cuivre dans le rejet} \times 98,58 \text{ g dans le rejet})}{100,2 \text{ g initialement}} \right) \right] \times 100$$

$$= 88,9 \%$$

% enlèvement

$$\left(\frac{176 \text{ mg de cuivre entré} - 14,1 \text{ mg de cuivre dans le rejet}}{176 \text{ mg de cuivre entré}} \right) \times 100 = 92 \%$$

Bilan de matière

Total

$$\frac{113,5 \text{ g de matériel entré} - 100,6 \text{ g de matériel sorti}}{113,5 \text{ g de matériel entré}} \times 100 = 89 \%$$

Cuivre

$$\frac{176 \text{ mg de cuivre entré} - 144 \text{ mg de cuivre sorti}}{176 \text{ mg de cuivre entré}} \times 100 = 82 \%$$

ANNEXE C

FORMULES UTILISÉES POUR TAGUCHI

**Effets factoriels
Poids relatif des variables**

Estimation de l'effet factoriel

L'effet factoriel a été évalué en utilisant l'équation suivante:

$$\bar{A}_1 = \bar{C}_{enl} + \left[\frac{\sum_{i=1,2,3} (C_{enl\ i} - \bar{C}_{enl})}{3} \right]$$

Où pour chaque variables étudiées $\bar{A}$ (débit de l'eau de lavage par exemple) on peut observer l'impact que chacun des niveaux (1,2 et 3) a sur la flottation et ce, au niveau de la pureté, l'enlèvement et l'efficacité. Nous évaluons cet effet factoriel en calculant tout d'abord la moyenne de l'enlèvement $\bar{C}_{enl}$ de tous les essais effectués lors de l'optimisation (9 essais). Par la suite, nous devons effectuer la sommation de la différence entre les valeurs de l'enlèvement pour les 3 expériences effectuée pour chaque niveau $C_{enl\ i}$ avec la moyenne de l'enlèvement. Le chiffre 3 provient du nombre de niveau pour chacune des variables. Notons en terminant que la formule pour A_2 sera quelque peu différente, la sommation s'effectuant sur les résultats d'enlèvement pour les essais concernés soit les 3 essais effectués au deuxième niveau ($i = 2,4,9$). Les mêmes calculs sont effectués pour les paramètres de l'efficacité et de la pureté et ce, pour chaque niveau.

Estimation de l'impact de chacune des variables sur le processus de flottation en colonne

L'estimation de l'impact des variables sur la flottation a été évalué avec les formules suivantes :

$$S_T = \sum_{i=1}^9 (C_{enl\ i} - \bar{C}_{enl})^2$$

Cette première formule nous permet de calculer la variation totale des données (S_T). L'observation d'une très grande valeur S_T signifie que les variables étudiées ont un grand impact sur le processus de la flottation.

L'effet propre à chacune des variables est estimé par la formule suivante :

$$S_A = \frac{1}{3} \left[\left(\sum_{i=1,6,8} C_{enl\ i} - \bar{C}_{enl} \right)^2 + \left(\sum_{i=2,4,9} C_{enl\ i} - \bar{C}_{enl} \right)^2 + \left(\sum_{i=3,5,7} C_{enl\ i} - \bar{C}_{enl} \right)^2 \right]$$

Notons que la formule différera quelque peu selon la variable étudiée. En fait, seul les i seront différents. Le chiffre 3 correspond au nombre d'expérience réalisées à chacun des niveaux. Ainsi, il est possible d'évaluer l'impact de la variable A (ρ_A) sur le variation du coefficient d'enlèvement de la façon suivante :

$$\rho_A = S_A / S_T$$

Références

APLAN, F.F., 1979. «Fine coal preparation – state of the art, problems and productions for the future.» dans SOMASUNDARAN, P., ARBITER, N. «Beneficiation of mineral fines : Problems and research needs : report of workshop organized by Columbia University and held at Sterling Forest, New York, August 1978.»

ALVAREZ, J. et BOCAZ, J., 1985. Fine particle recovery – column cell flotation, Tiré de Froth Flotation : proceedings of the 2nd Latin-American Congress on Froth Flotation, Concepcion, Chile, 19-23 Août 1985, Amsterdam; New York : Elsevier, 1988.

BISWAL, S.K. and BHAUMIK, S.K., 1992. «Performance comparison between flotation cell and flotation column.», Indian chemical Engineer, 2-3, vol.34, pp.127-139.

CHEVALIER PIERRE, 1996, Gestion de l'environnement en milieux urbain et industriel, Télé-université, Québec, 577 p.

DOBBY, G.S., AMELUNXEN, R., FINCH, J.A., 1985. «Column flotation: Some plant experience and model development.» Mineral Resource development, p. 259-263.

DOBBY, G.S., FINCH, J.A., 1987, «Particle size dependence in flotation derived from a fundamental model of capture process», Int. J. Miner. Process., 21, 241-260.

ESPINOSA-GOMEZ, R., FINCH, J. A., YIANATOS, J. B., DOBBY, G. S., 1987. «Technical note: Flotation column carrying capacity: Particle size and density effects.» Minerals Engineering, vol 1, no 1, p.77-79.

ESPINOSA-GOMEZ, R., FINCH, J. A. and JOHNSON, N.W., 1988. «Column flotation of very fine particles.» Minerals Engineering. vol 1, no 1, p. 3-18.

FINCH, J. A. and DOBBY, G.S., 1990, Column Flotation, Pergamon Press, Oxford.

FUERSTENAU, D.W., 1980. «Fine particles flotation.» dans SOMASUNDARAN, P. «Fine particles processing.» *Proceedings of the International Symposium on Fine Particles Processing*, Chapitre 35.

GILL, C.B., 1991, *Materials Beneficiation*. New York : Springer-Verlag.

GOCHIN, R.J., 1990. «Flotation» dans SVAROUSKY, L., 3^{ème} ed. *Solid-liquid separation*, Butterworths.

GOSSELIN, A., BLACKBURN, D., BERGERON, M. 1997, *Protocole d'évaluation de la traitabilité des sédiments, des sols et des boues à l'aide des technologies minéralurgiques*. Sainte-Foy 133p.

HUANG, S.D., 1992, «Preconcentration techniques for trace elements», chapitre 9.

ITYOKUMBUL, M.T., 1993. «Technical note : Maximum gas velocity in column flotation.» Minerals Engineering, vol 6, no 12, pp. 1279-1286.

JAMESON, G. J., NAM, S., MOO YOUNG, M., 1977. « Physical factors affecting recovery rates in flotation». Minerals Sci. Engng., vol 9, no 3, p.103-118.

JAMIALAHMADI, M., MULLER-STEINHAGEN, 1991. «Effect of solid particules on gas hold-up in bubble columns.» Can. J. Chem. Eng. 69, p. 390-393.

JONHSON, N.W., MCKEE, D.J., LYNCH, A.J., 1974. «Flotation rates of nonsulfide minerals in chalcopryrite flotation processes.» Society of Mining Engineers, vol. 256,. P. 204-209.

KELLY, E.G. et SPOTTISWOOD, D.J., 1982. «Introduction to mineral processing», Chapitre 16.

KLESSEN, V. I. and MOKROUSOV, V. A., 1963, An Introduction to the Theory of Flotation, Butterworths, London, 493 p.

KENT, W. and RALSTON, J., 1984. «Polymer-stabilized emulsions and fine-particle recovery : The chalcopryrite-quartz system.» Int. J. Miner. Process., 14, p.217-232.

MOYS, M.H., FINCH, J.A., 1988. «Developments in the control of flotation columns.» Int. J. Miner. Process, 23, p 265-278.

PETRUCK, W. et LASTRA, R., 1993. «Evaluation of the recovery of liberated and unliberated chalcopryrite by flotation columns in a copper cleaner circuit.», Elsevier Science Publishers B.V.

RAYMOND, N., 1995 ; Ministère de l'Environnement et de la Faune, Guide de procédures, Assurance contrôle de la qualité pour les travaux analytiques contractuels en chimie, Publication du Québec.

ROUESSAC, F., ROUESSAC, A., 1997. «Analyse Chimique Méthodes et techniques instrumentales modernes.» 3^{ème} édition, Masson.

SIVAMOHAN, R., 1990. «The problem of recovering very fine particules in mineral processing- a review.» Int. J. Miner Process., 28, p.247-288.

SKOOG, D.A., LEARY, J.J., 1992, Principles of instrumental analysis, Fourth edition, saunders College Publishing, 700 p.

SOMASUNDARAN, P., 1979. «Processing mineral fines.» Engineering and minning Journal, vol 180, no 12, pp.63-68.

TAGUCHI, G., 1988. *Système of expériemental design*, , Vol.1, Kraus Int. Publication.

TORTORELLI, J. P., CRAVEN, J. W., TOGURI, J. M., DOBBY, G. S., AGAR, G. E., 1997. «The effect of external gas/slurry contact on the flotation of fine particles.» Minerals Engineering, vol 10, no 10, p. 1127-1138.

TRAHAR, W.J., 1981. «A rational interpretation of the role of particule size in flotation.» Int. J. Miner. Precess. 8, p. 289-327.

WILLS, B.A., 1992, Mineral Processing Technology, 5^{ème} édition, Pergamon Press.

Bibliographie

BANISH, S., FINCH, J. A., LAPLANTE, A. R., 1995. «Effect of solid particles on gas holdup in flotation column-I. measurement.» Chemical Engineering Science, vol.50, no 14, p.2329-2334.

BOGDANOV, O.S., HAINMAN, V.J. et MOXOMOV, I.I., On certain physical-mechanical factors determining the rate of flotation. 7th International Mineral Processing Congress, New York, 1964 dans N. Arbiter (Ed) New York, Gordon and Breach, 1965 Pt 4 pp. 169-174.

DOBBY, G. S., FINCH, J. A., 1986. « Particle collection in column- gas rate and bubble size effects. » canadian Metallurgical Quarterly, vol 25, no1, p.9-13.

FALUTSU, M. et DOBBY, G.S., 1992. Froth performance in commercial sized flotation columns, Minerals Engineering, 5(10-12), pp. 1207-1223.

FINCH, J.A. et DOBBY, G.S., 1991 Column flotation : a selected review-1. Int. J. Min. Proc., 33 pp. 343-354.

GOURRAM-BADRI, F., CONIL, P., MRIZOT, G., 1997. «Measurements of selectivity due to coalescence between two mineralized bubbles and characterisation of MIBC action on froth flotation.» Int. J. Process. vol 51, no 197-208.

HARRIS, M.C., FRANZIDIS, J-P., O'CONNOR, C.T. et STONESTREET, P., 1992. «An evaluation of the role of particle size in the flotation of coal using different cell technologies.» Minerals Engineering, vol.5 no. 10-12, pp. 1225-1238.

JOWETT, A., 1961, Investigation of residence time of fluid in froth flotation cells. Br. Chem. Engng., vol. 6, pp. 254-258.

JOWETT, A., 1980 dans Somasundaran (Ed), Fine particles processing. Proc. Int. Symp. Las Vegas, Nev. AIME, New York, N.Y., chap. 27.

KUBOTA, K., MASAHARU, Y., HIRONOBU, I, SHINYA, H., et KUNIO, K., 1998. «A study of a continuous and countercurrent column flotation of quartz particules using a bench scale experimental apparatus.» Ind. Eng. Chem. Res., 37, pp.576-583.

RAJINDER, P.; 1998 <http://cape.uwaterloo.ca/dept/personnel/pal.htm>

RUBIO J., 1996. «Modified column flotation of mineral particles» Int. J. Miner. Process., 48 p. 183-196.

TUTEJA, R.K., SPOTTISWOOD, D.J. and MISRA, V.N., 1995. «COLUMN PARAMETERS: Their effect on entrainment in froth.» Minerals Engineering, vol. 3, no. 11, p. 1359-1368.