

Université du Québec
INRS-Eau-Terre & Environnement

**La récupération de fines particules riches en cuivre
et des hydrocarbures pétroliers de sédiments portuaires contaminés**

Par

Jorge Enrique Medina López

Thèse présentée
pour l'obtention
du grade de Philosophiae Doctor (Ph. D.)
en Science de la Terre

Directeur de recherche

Mario Bergeron Ph. D.
INRS-ETE

Codirecteur de recherche

Marc Richer-LaFlèche Ph. D.
INRS-ETE

Examineur interne

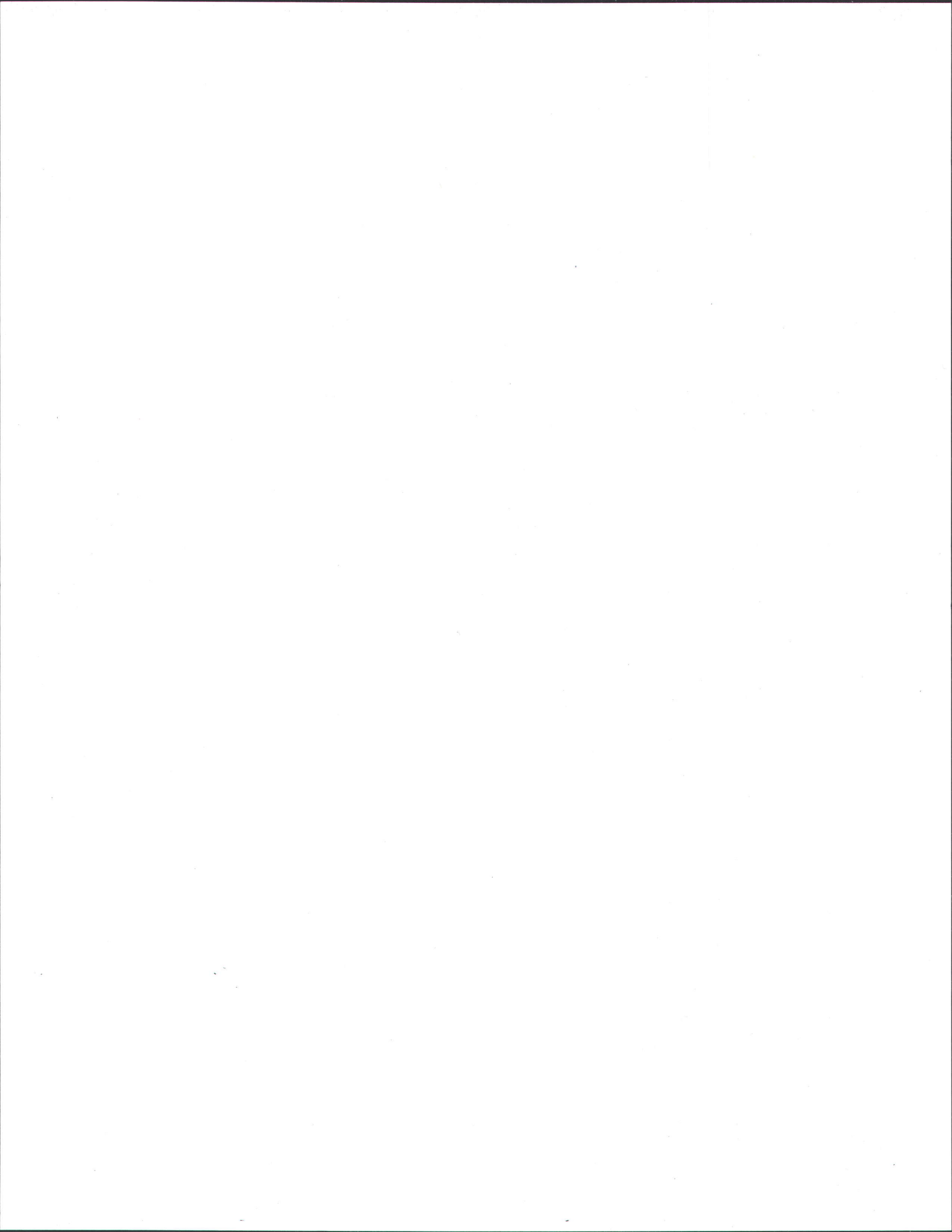
Guy Mercier Ph. D.
INRS-ETE

Examineur externe

Jacques Turcotte Ph. D.
Université Laval

Examineur externe

Roland Leduc Ph. D.
Université de Sherbrooke



RÉSUMÉ

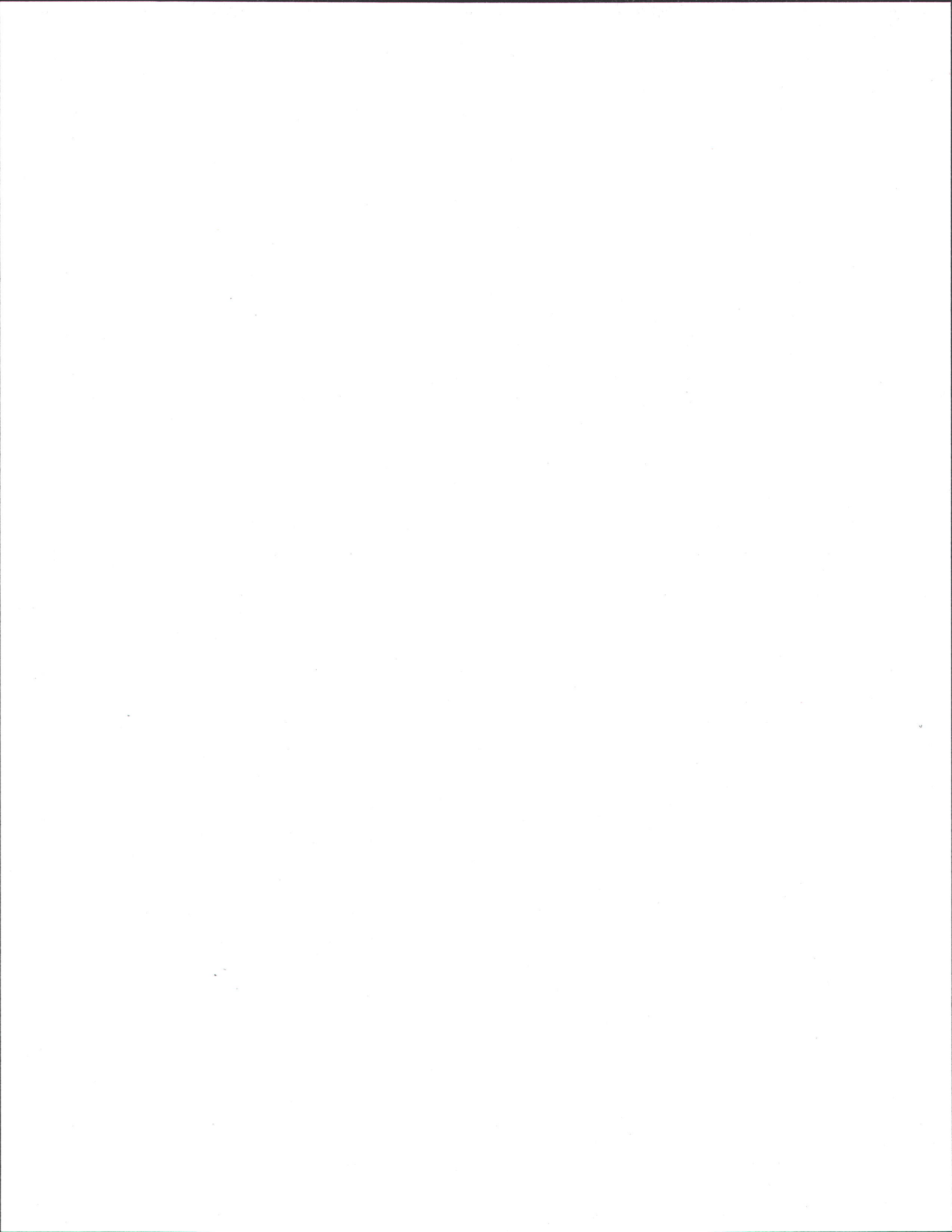
Ce travail de recherche concerne le domaine de la restauration des sols et des sédiments contaminés par des produits organiques et inorganiques. Le procédé minéralurgique de la flottation a été appliqué afin d'enlever les contaminants d'un sédiment portuaire caractérisé par une granulométrie fine. Dans la matrice sédimentaire, des concentrations élevées en cuivre et hydrocarbures pétroliers ont été mesurées, dépassant de loin les critères limites établis par la réglementation gouvernementale en regard d'une obligation de traitement (>critère D).

Une cellule d'agitation mécanique ainsi qu'une colonne agitée ont été utilisées comme appareils de flottation pour évaluer, quantifier et optimiser la séparation de particules fines contaminantes en cuivre. Deux réactifs chimiques ont été essayés pendant les essais, le xanthate-KAX 55 (collecteur) et le méthyl-isobutyl carbinol, MIBC (agent moussant). Le collecteur a comme fonction d'améliorer la performance de flottabilité d'un minéral ou d'un contaminant, et le moussant quant à lui, favorise l'attachement des particules aux bulles d'air.

Pour la cellule d'agitation mécanique, les résultats montrent une récupération optimale de cuivre dans le concentré de 70 à 90 % et un enlèvement optimal de 70 à 85 % dans le rejet. Pour la colonne de flottation agitée, les résultats indiquent une récupération optimale du cuivre de 70 à 80 % dans le concentré et un enlèvement optimal de 50 à 70 % dans le rejet. Bien que ces chiffres soient élevés, il reste encore des concentrations en cuivre dans le rejet, au-dessus des limites établies par la réglementation gouvernementale (> du critère C).

Des paramètres comme la concentration du collecteur, le pourcentage de solides dans la pulpe et le temps de flottation ont influencé de manière importante le procédé de séparation de particules riches en cuivre. Les phases minéralogiques porteuses de cuivre ont été observées avec un degré de libération très élevé, ce qui a contribué à améliorer la séparation du cuivre de la matrice sédimentaire.

L'application d'une technique statistique d'optimisation, pour orienter le plan d'expérimentation, a occupé une place de premier ordre dans cette étude. Les résultats révèlent finalement l'efficacité des deux technologies de flottation employées ainsi que l'action favorable des réactifs chimiques utilisés.



JORGE E. Medina J.

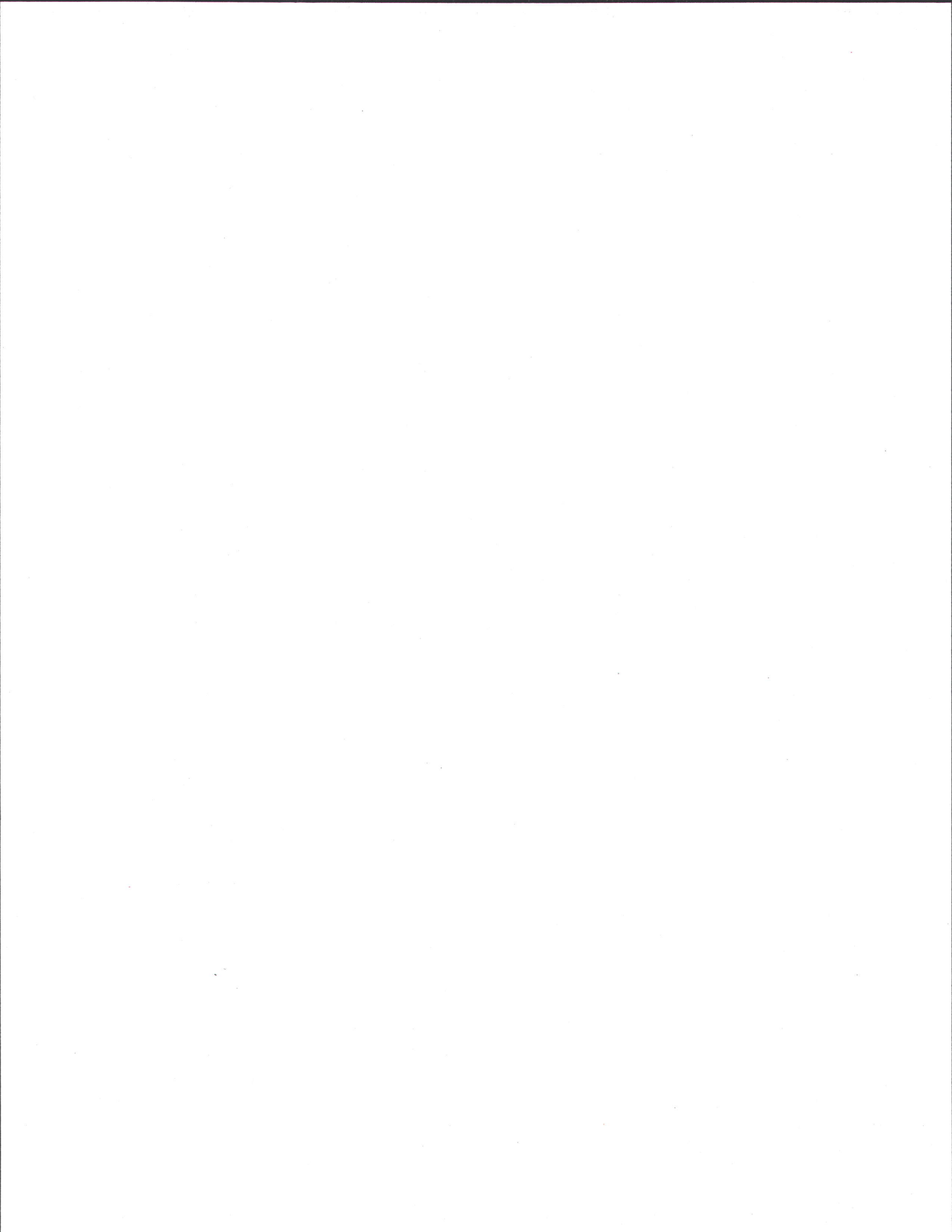
Jorge Enrique Medina López
Étudiant

Marjo Bergeron

Marjo Bergeron
Directeur de recherche



À ma mère
Josefina (chepita)



REMERCIEMENTS

Je veux grandement remercier mon directeur, Monsieur Mario Bergeron, de l'opportunité qu'il m'a offerte de réaliser cette investigation. La confiance qu'il a portée à mon égard et son intérêt à conduire la recherche à bon port mérite les plus sincères remerciements.

Merci également à mon codirecteur Monsieur Marc Richer-LaFlèche pour ses valeureux conseils de tous ordres, particulièrement à ses observations scientifiques discutées pendant les pratiques de laboratoire et aux aspects théoriques analysés durant la recherche.

Mes reconnaissances également à Monsieur Guy Mercier, à Monsieur Jacques Turcotte et à Monsieur Roland Leduc, en tant qu'examineurs de cette thèse.

Ma gratitude s'adresse aussi à Monsieur Stéphane Prémont (M.Sc. Chimie) et aux techniciens de laboratoire : André Hébert, Marc Greendale, Jean-Claude Bérubé, Michelle Bordeleau, René Rodrigue et Réal Gosselin pour leurs appuis appréciables lors des pratiques de laboratoire. Merci également à Madame Suzanne Dussault au secrétariat de l'INRS pour son esprit d'accueil et sa grande gentillesse auprès des étudiants.

Mes remerciements vont aux directeurs, professeurs, étudiants, employés et en particulier au personnel de la bibliothèque de l'INRS-ETE qui m'ont accompagné durant mes études de doctorat. Leur convivialité et leur amitié ont créé un environnement de travail que je garderai toujours en mémoire.

À mon amour Isabelle Lemelin qui m'a toujours encouragé pendant les périodes critiques et les moments d'incertitude. À ma sœur Luz Maria et à mon frère José Luis qui ont toujours été près de moi.

Je suis également très reconnaissant envers l'Institut National de la Recherche Scientifique (INRS) pour l'appui financier et logistique reçu pendant les études.



TABLE DES MATIÈRES

RÉSUMÉ	iii
REMERCIEMENTS	ix
TABLE DES MATIÈRES	xi
LISTE DES FIGURES	xvii
LISTE DES TABLEAUX	xxi
LISTE DES ANNEXES	xxv
1. INTRODUCTION, PROBLÉMATIQUE ET OBJECTIFS	1
1.1 Problématique de la récupération des particules fines contaminantes	4
1.2 Plan de la thèse	6
1.3 Objectif	6
1.3.1 Objectifs principaux	6
1.3.2 Objectifs secondaires	7
2. REVUE DE LA LITTÉRATURE	9
3. RAPPEL SUR LES NOTIONS DE FLOTTATION	15
3.1 La flottation	15
3.2 Minéraux hydrophobes et hydrophiles en flottation	17
3.3 Adsorption physique et chimique sur la surface des minéraux	19
3.4 L'activité du collecteur sur la surface des sulfures métalliques en flottation	20
3.4.1 L'activité du collecteur sur la surface de la chalcopyrite	21
3.5 Contact entre les bulles d'air et les particules	22
3.5.1 L'angle de contact	23
3.5.2 L'adhésion	24
3.6 Les réactifs chimiques en flottation	27
3.6.1 Le collecteur	28
3.6.2 L'agent moussant	30
3.6.3 Les réactifs ajoutés à la pulpe dans la présente étude	32
3.7 Cinétique de flottation	34

3.8	Les appareils utilisés dans la flottation	36
3.8.1	La cellule d'agitation mécanique	37
3.8.2	La colonne de flottation agitée	40
4.	MÉTHODOLOGIE	45
4.1	Caractérisation du sédiment	45
4.1.1	Analyse granulométrique	46
4.1.1.1	Les méthodes du tamisage humide et du tamisage à sec	46
4.1.1.2	Détermination granulométrique par diffraction de rayons laser	47
4.1.2	Délogement, extraction et quantification des produits pétroliers	47
4.1.3	Perte au feu (PAF) à 650°C et à 1025°C	49
4.1.4	Dosage des éléments inorganiques par spectrophotométrie d'émission atomique au plasma à l'argon (ICP-AES)	49
4.1.5	Analyse minéralogique	50
4.1.5.1	Étude pétrographique des sédiments	51
4.2	Les essais de flottation	52
4.2.1	Les essais avec la cellule d'agitation mécanique	52
4.2.2	Les essais avec la colonne de flottation agitée	54
4.3	La méthode statistique de Taguchi	57
4.3.1	L'analyse statistique	59
4.3.2	Le degré de liberté d'une variable	61
4.3.3	Contribution totale des variables de la matrice orthogonale $L_{16}(4^5)$	62
4.3.4	Contribution approximative des variables de la matrice orthogonale $L_{16}(4^5)$	62
4.3.5	Contribution des variables non considérées de la matrice orthogonale $L_{16}(4^5)$	63
4.3.6	Contribution nette de chacune des variables de la matrice orthogonale $L_{16}(4^5)$	64
4.3.7	Rapport en pourcentage de la contribution nette de chacune des variables de la matrice orthogonale $L_{16}(4^5)$	65
4.3.8	L'effet des variables et les conditions optimales de la matrice orthogonale $L_{16}(4^5)$	66
4.3.9	Prédiction des performances dans les conditions optimales	67
4.3.10	Validation des résultats	67
5.	PROBLÉMATIQUE DU SITE D'ÉCHANTILLONNAGE ET CARACTÉRISATION DU SÉDIMENT ÉTUDIÉ	69
5.1	Site d'échantillonnage	69

5.2	Problématique du site d'échantillonnage	70
5.3	Caractérisation du sédiment étudié	73
5.3.1	Brève description de l'aspect du sédiment	74
5.3.2	Analyse granulométrique des échantillons SNEH et SEH	74
5.3.2.1	Concentration des hydrocarbures pétroliers pour les échantillons SNEH et SEH en fonction des différentes fractions granulométriques	78
5.3.3	Analyse de la composition chimique de la matrice sédimentaire	79
5.3.3.1	Variables statistiques pour les éléments majeurs et plusieurs éléments métalliques dans la matrice sédimentaire	83
5.3.3.2	Comparaison de la composition chimique entre la moyenne d'un sédiment et le sédiment de la présente étude	84
5.3.4	La concentration en cuivre et la répartition dans les différentes fractions granulométriques	85
5.3.5	Les concentrations en cuivre et de plusieurs autres contaminants métalliques	87
5.3.5.1	Comparaison entre les concentrations des contaminants métalliques de l'étude actuelle et les concentrations de fond indiquées par la réglementation	91
5.3.5.2	Les concentrations des métaux contaminants et la concentration des hydrocarbures pétroliers comparées aux critères limites spécifiques	92
5.3.6	Analyse minéralogique	94
5.3.6.1	Identification des minéraux par diffraction de rayons X (DRX)	94
5.3.6.2	Identification des phases minérales et des phases porteuses en cuivre	97
5.3.7	Évaluation du degré de libération des phases porteuses en cuivre	105
5.3.8	Résumé sur la caractérisation du sédiment	110
6.	RÉSULTATS ET ANALYSE DES ESSAIS EFFECTUÉS AVEC LA CELLULE D'AGITATION MÉCANIQUE	112
6.1	Essais préliminaires et première approche matricielle orthogonale $L_9(3^3)$	112
6.1.2	Essais sans l'ajout d'agent chimique	112
6.1.3	Essais préliminaires avec l'utilisation de collecteur	113
6.1.4	Première approche matricielle orthogonale $L_9(3^3)$	117
6.1.4.1	Évaluation de la contribution totale et de chacune des variables pour la matrice orthogonale $L_9(3^3)$	120

6.1.4.2	Effet factoriel des variables étudiées pour la matrice orthogonale $L_9(3^3)$	122
6.1.4.3	Prédiction des performances dans les conditions optimales pour la matrice orthogonale $L_9(3^3)$	124
6.1.4.4	Validation des résultats dans les conditions optimales pour la matrice orthogonale $L_9(3^3)$	125
6.1.4.5	Récupération et enlèvement des hydrocarbures pétroliers pour les expériences M-8 et M-9 de la matrice orthogonale $L_9(3^3)$	125
6.1.4.6	Perte au feu à 650°C pour les expériences liées à la matrice orthogonale $L_9(3^3)$	126
6.1.4.7	Perte au feu à 1025°C pour les expériences de flottation	128
6.2	Discussion sur les résultats des essais préliminaires et de la première approche matricielle orthogonale $L_9(3^3)$	130
6.2.1	Variation de la concentration du collecteur en fonction de la récupération, de l'enlèvement et de la concentration en cuivre dans le concentré pour une pulpe de 20 et 30 % de solides	131
6.2.2	Variation de la concentration en cuivre dans le rejet en fonction de la récupération et de l'enlèvement dans une pulpe de 20 % de solides	133
6.2.3	Variation de la concentration du collecteur en fonction de la récupération et du pourcentage de solides dans le concentré dans une pulpe de 20 et 30 % de solides	134
6.2.4	Variation du facteur de concentration (F. C.) en fonction de la variation de la concentration du collecteur	135
6.2.5	Récupération et enlèvement d'autres métaux contaminants liés à la matrice orthogonale $L_9(3^3)$	136
6.3	Cinétique de flottation et granulométrie de la pulpe sédimentaire	139
6.3.1	Cinétique de flottation	139
6.3.2	Granulométrie de la pulpe sédimentaire	140
6.4	Essais préliminaires et deuxième approche matricielle orthogonale $L_{16}(4^5)$	142
6.4.1	Essais préliminaires avec le collecteur et l'agent moussant	142
6.4.2	Deuxième approche matricielle orthogonale $L_{16}(4^5)$	145
6.4.2.1	Évaluation de la contribution totale et de chacune des variables sur la récupération et l'enlèvement du cuivre pour la matrice orthogonale $L_{16}(4^5)$	148
6.4.2.2	Effet factoriel des variables étudiées pour la matrice orthogonale $L_{16}(4^5)$	151

6.4.2.3	Prédiction des performances dans les conditions optimales pour la matrice orthogonale $L_{16}(4^5)$	152
6.4.2.4	Validation des résultats dans les conditions optimales pour la matrice orthogonale $L_{16}(4^5)$	153
6.4.2.5	Récupération et enlèvement des hydrocarbures pétroliers pour les expériences OP-2 et OP-4 de la matrice orthogonale $L_{16}(4^5)$	154
6.4.2.6	Vérification des résultats par rapport à la concentration de l'agent moussant et à la vitesse d'agitation pour la matrice orthogonale $L_{16}(4^5)$	154
6.4.2.7	Récupération et enlèvement d'autres métaux contaminants liés à la matrice orthogonale $L_{16}(4^5)$	157
6.4.2.8	Perte au feu à 650°C pour les expériences liées à la matrice orthogonale $L_{16}(4^5)$	160
6.5	Résumé des résultats obtenus avec la cellule d'agitation mécanique	161
6.5.1	L'approche matricielle orthogonale $L_{16}(4^5)$	162
6.5.2	La perte au feu à 650°C pour les expériences liées aux matrices orthogonales $L_9(3^3)$ et $L_{16}(4^5)$	163
7.	RÉSULTATS ET ANALYSE DES ESSAIS EFFECTUÉS AVEC LA COLONNE DE FLOTTATION AGITÉE	165
7.1	Essais préliminaires	165
7.2	Construction de la matrice orthogonale $L_9(3^4)$ pour la colonne de flottation agitée	174
7.2.1	Évaluation de la contribution totale et de chacune des variables pour la matrice orthogonale $L_9(3^4)$	177
7.2.2	Effet factoriel des variables étudiées pour la matrice orthogonale $L_9(3^4)$	179
7.2.3	Prédiction des performances dans les conditions optimales pour la matrice orthogonale $L_9(3^4)$	181
7.2.4	Validation des résultats dans les conditions optimales pour la matrice orthogonale $L_9(3^4)$	181
7.2.5	Récupération et enlèvement d'hydrocarbures pétroliers pour les expériences CF-21 et CF-24 de la matrice orthogonale $L_9(3^4)$	182
7.2.6	Perte au feu à 650°C pour les expériences liées à la matrice orthogonale $L_9(3^4)$	183
7.3	Résumé des résultats obtenus avec la colonne de flottation agitée	184
7.3.1	Les essais préliminaires	184
7.3.2	L'approche matricielle orthogonale $L_9(3^4)$ dans la colonne de flottation agitée	188

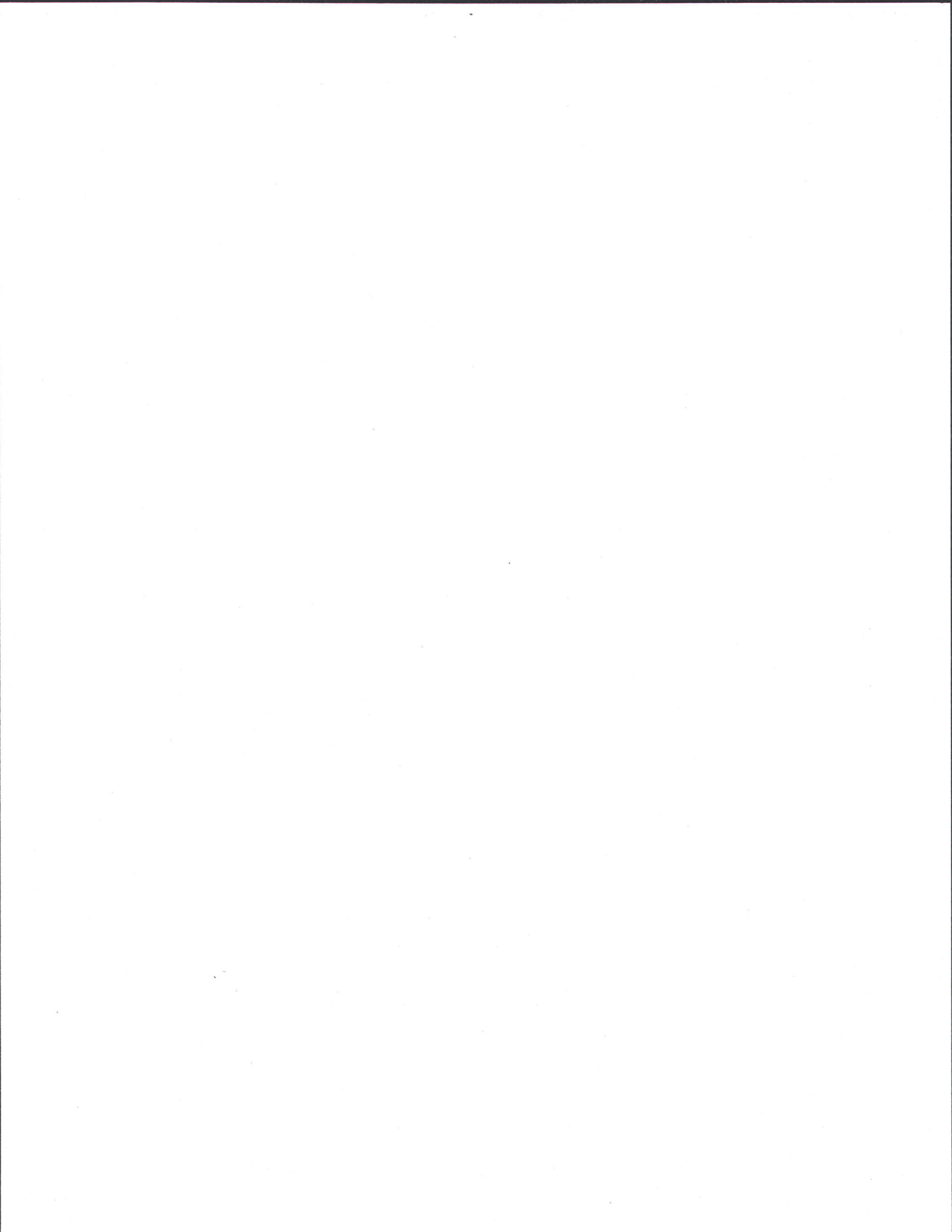
7.3.3	La perte au feu à 650°C pour les essais de la matrice orthogonale $L_9(3^4)$	188
8.	CONCLUSIONS	191
	RÉFÉRENCES	193
	ANNEXES	205

LISTE DES FIGURES

Figure 3.1	Chimisorption de xanthogène (X) et de dixanthogène (X ₂) sur la surface des sulfures métalliques en présence d'oxygène	20
Figure 3.2	Formation du collecteur métallique (MX, MX ₂) sur la surface des sulfures en présence d'oxygène	21
Figure 3.3	Angle de contact dans le système solide-liquide-gaz	23
Figure 3.4	Deux conditions de l'angle de contact	24
Figure 3.5	Système bulle-particule en équilibre	25
Figure 3.6	Structure moléculaire du potassium xanthate d'amyle (xanthate-KAX 55)	33
Figure 3.7	Structure moléculaire du méthyle-isobutyle carbinol (MIBC)	34
Figure 3.8	Cellule d'agitation mécanique	38
Figure 3.9	Identification des zones dans la cellule d'agitation mécanique	39
Figure 3.10	Cellule d'agitation mécanique utilisée pendant la présente étude	40
Figure 3.11	(a) Collision produite par le cisaillement autour d'une bulle d'air (b) Contact passif et limitation inertielle des particules fines près de la bulle	42
Figure 3.12	La colonne agitée et l'ensemble des dispositifs utilisés pendant les pratiques de flottation	43
Figure 4.1	Schéma du montage de la flottation en colonne agitée	56
Figure 5.1	Site d'échantillonnage à proximité du quai 103, port de Montréal	69
Figure 5.2	Distribution du cuivre dans la baie du quai 103 du port de Montréal	73
Figure 5.3	Histogramme granulométrique comparatif entre les échantillons SNEH et SEH	77
Figure 5.4	Courbes granulométriques indiquant le cumulatif passant pour les échantillons SNEH et SEH	78
Figure 5.5	Comparaison de la concentration d'hydrocarbures pétroliers entre les échantillons SNEH et SEH par les différentes fractions granulométriques	79
Figure 5.6	Répartition et concentration du cuivre en fonction des différentes fractions granulométriques	87
Figure 5.7	Concentrations de plusieurs contaminants métalliques dans les différentes fractions granulométriques, comparées au critère C	90
Figure 5.8	Répartition des contaminants métalliques pour les différentes fractions granulométriques du sédiment	91
Figure 5.9	Concentrations des contaminants comparées aux critères spécifiques C et D	94
Figure 5.10	Identification d'un échantillon de la matrice sédimentaire par diffraction de rayons X	96

Figure 5.11	Identification des phases minérales et des phases porteuses en cuivre, photo No. 1	98
Figure 5.12	Identification des phases minérales et des phases porteuses en cuivre, photo No. 2	100
Figure 5.13	Identification des phases minérales et des phases porteuses en cuivre, photo No. 3	102
Figure 5.14	Identification des phases minérales et des phases porteuses en cuivre, photo No. 4	104
Figure 5.15	Identification du degré de libération des phases porteuses en cuivre, photo 5	107
Figure 5.16	Identification du degré de libération des phases porteuses en cuivre, photo 6	107
Figure 5.17	Identification du degré de libération des phases porteuses en cuivre, photo 7	108
Figure 5.18	Identification du degré de libération des phases porteuses en cuivre, photo 8	108
Figure 5.19	Identification du degré de libération des phases porteuses en cuivre, photo 9	109
Figure 5.20	Identification du degré de libération des phases porteuses en cuivre, photo 10	109
Figure 6.1	Flottation, expérience T-7	115
Figure 6.2	Flottation, expérience M-6	119
Figure 6.3	Contribution de chacune des variables de la matrice orthogonale $L_9(3^3)$ pour la récupération du cuivre	122
Figure 6.4	Contribution de chacune des variables de la matrice orthogonale $L_9(3^3)$ pour l'enlèvement du cuivre	122
Figure 6.5	Échantillons M-3 et M-8 après la PAF à 1025°C	130
Figure 6.6	Variation de la récupération, de l'enlèvement et de la concentration en cuivre dans le concentré pour les différentes concentrations du collecteur dans une pulpe de 20 % de solides	132
Figure 6.7	Variation de la récupération, de l'enlèvement et de la concentration en cuivre dans le concentré pour plusieurs concentrations du collecteur dans une pulpe de 30 % de solides	133
Figure 6.8	Variation de la récupération et de l'enlèvement en fonction de la concentration en cuivre dans le rejet	134
Figure 6.9	Variation de la récupération en cuivre et du pourcentage de solides dans le concentré en fonction de la concentration du collecteur, pour un pourcentage de 20 % et 30 % de solides dans la pulpe	135
Figure 6.10	Variation du facteur de concentration de plusieurs métaux contaminants	136
Figure 6.11	Cinétique de flottation pour la pulpe sédimentaire	140
Figure 6.12	Granulométrie d'un essai de flottation indiquant le cumulatif passant par rapport à la taille du grain	141

Figure 6.13	Variation de la concentration du collecteur en fonction du pourcentage de récupération en cuivre pour les essais D-3, D-4 et D-5	144
Figure 6.14	Contribution de chacune des variables de la matrice orthogonale $L_{16}(4^5)$ pour la récupération de cuivre	150
Figure 6.15	Contribution de chacune des variables de la matrice orthogonale $L_{16}(4^5)$ pour l'enlèvement de cuivre	150
Figure 6.16	Pourcentage de récupération et d'enlèvement en fonction de la variation de la concentration de l'agent moussant pour les essais V-1, V-2 et V-3	155
Figure 6.17	Pourcentage de récupération et d'enlèvement en fonction de la variation de la vitesse d'agitation pour les essais V-4, V-5 et V-6	156
Figure 7.1	Flottation avec un échantillon sédimentaire délogé d'hydrocarbures	167
Figure 7.2	Mousse produite pendant l'expérience CF-4	169
Figure 7.3	Mousse produite pendant l'expérience CF-7	171
Figure 7.4	Contribution de chacune des variables de la matrice orthogonale $L_9(3^4)$ pour la récupération de cuivre	178
Figure 7.5	Contribution de chacune des variables de la matrice orthogonale $L_9(3^4)$ pour l'enlèvement de cuivre	179

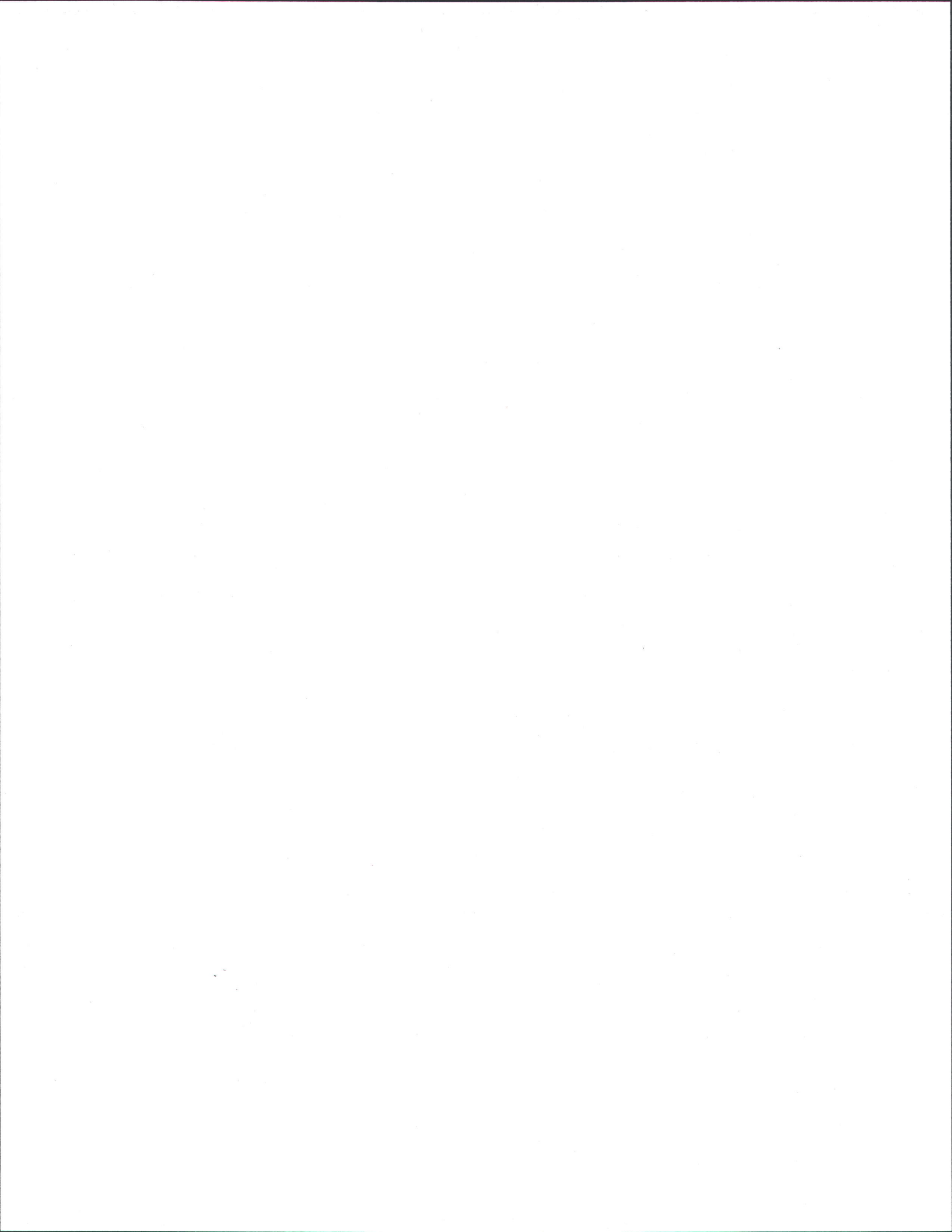


LISTE DES TABLEAUX

Tableau 4.1	Matrice orthogonale $L_4(2^3)$	57
Tableau 4.2	Plan expérimental pour la matrice orthogonale $L_9(3^3)$	58
Tableau 4.3	Plan expérimental pour la matrice orthogonale $L_{16}(4^5)$	59
Tableau 4.4	Plan expérimental pour la matrice orthogonale $L_9(3^4)$	59
Tableau 5.1	Distribution granulométrique de l'échantillon SNEH	75
Tableau 5.2	Distribution granulométrique de l'échantillon SEH	76
Tableau 5.3	Concentration des hydrocarbures pétroliers dans les échantillons SEH et SNEH par les différentes fractions granulométriques	78
Tableau 5.4	Résultats d'analyse chimique pour les éléments majeurs, le soufre, et les résultats pour la perte au feu à 650°C et à 1025°C	81
Tableau 5.5	Répartition en pourcentage d'oxydes des éléments majeurs pour les différentes fractions granulométriques	82
Tableau 5.6	Données statistiques des éléments majeurs, du soufre et des éléments métalliques	83
Tableau 5.7	Comparaison des éléments majeurs entre un sédiment moyen et le sédiment étudié	84
Tableau 5.8	Répartition du cuivre dans six fractions granulométriques	86
Tableau 5.9	La concentration du cuivre et de plusieurs métaux contaminants	88
Tableau 5.10	Comparaison des éléments métalliques entre les concentrations du fond établies par la réglementation et celles du sédiment étudié	92
Tableau 5.11	Critères génériques spécifiques C et D pour les hydrocarbures pétroliers (Hp) et plusieurs métaux contaminants	93
Tableau 5.12	Liste des phases minérales de la figure 5.9	99
Tableau 5.13	Liste des phases minérales de la figure 5.10	101
Tableau 5.14	Liste des phases minérales de la figure 5.11	103
Tableau 5.15	Liste des phases minérales de la figure 5.12	105
Tableau 6.1	Résultats de la flottation sans l'utilisation de collecteur ni d'agent moussant	113
Tableau 6.2	Résultats de la flottation avec une concentration en collecteur de 0,1 mg/g	114
Tableau 6.3	Résultats de la flottation avec une concentration en collecteur de 1 et 2 mg/g	116
Tableau 6.4	Résultats de la flottation avec une concentration en collecteur de 5,3 mg/g	117
Tableau 6.5	Matrice orthogonale composée de 9 expériences et des variables A, B et C, à trois niveaux	118
Tableau 6.6	Résultats de la récupération et de l'enlèvement du cuivre pour la matrice orthogonale $L_9(3^3)$	120

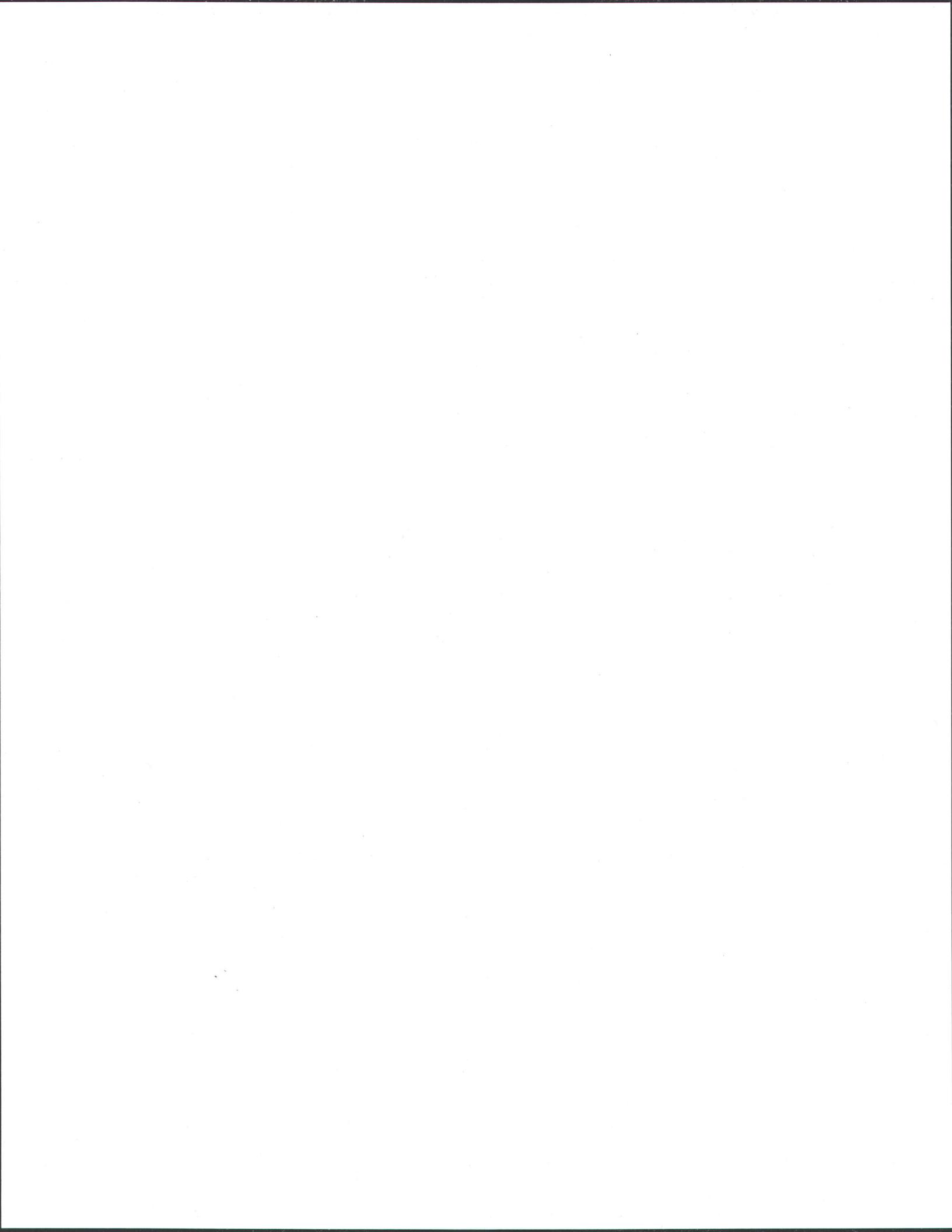
Tableau 6.7	Contribution des variables sur la récupération et l'enlèvement du cuivre pour la matrice orthogonale $L_9(3^3)$	121
Tableau 6.8	Effet factoriel des variables étudiées sur la récupération et l'enlèvement du cuivre pour la matrice orthogonale $L_9(3^3)$	123
Tableau 6.9	Prédiction des performances dans les conditions optimales pour la récupération et l'enlèvement dans la matrice orthogonale $L_9(3^3)$	124
Tableau 6.10	Résultats de la récupération et de l'enlèvement dans les conditions optimales d'expérimentation pour la matrice orthogonale $L_9(3^3)$	125
Tableau 6.11	Résultats de la récupération et de l'enlèvement des hydrocarbures pétroliers pour les expériences M-8 et M-9 de la matrice orthogonale $L_9(3^3)$	126
Tableau 6.12	Pourcentages en PAF (650°C) pour les expériences de la matrice orthogonale $L_9(3^3)$	128
Tableau 6.13	Composition chimique totale pour le concentré de l'expérience M-8	129
Tableau 6.14	Différents essais choisis pour la discussion des résultats préliminaires à 20 % de solides	131
Tableau 6.15	Différents essais choisis pour la discussion des résultats préliminaires à 30 % de solides	132
Tableau 6.16	Récupération et enlèvement de Zn	138
Tableau 6.17	Récupération et enlèvement de Ni	138
Tableau 6.18	Récupération et enlèvement de Cr	138
Tableau 6.19	Récupération et enlèvement de Pb	138
Tableau 6.20	Récupération et enlèvement de Ba	139
Tableau 6.21	Résultats préliminaires de la flottation avec l'ajout du collecteur et de l'agent moussant	143
Tableau 6.22	Variation de la concentration de collecteur avec les autres variables constantes	144
Tableau 6.23	Matrice orthogonale composée de 16 expériences, cinq variables A, B, C, D, E et quatre niveaux	146
Tableau 6.24	Résultats de la récupération et de l'enlèvement de cuivre pour la matrice orthogonale $L_{16}(4^5)$	148
Tableau 6.25	Contribution des variables sur la récupération et l'enlèvement de cuivre pour la matrice orthogonale $L_{16}(4^5)$	149
Tableau 6.26	Effet factoriel des variables étudiées sur la récupération et l'enlèvement de cuivre pour la matrice orthogonale $L_{16}(4^5)$	151
Tableau 6.27	Prédiction des performances dans les conditions optimales de récupération et d'enlèvement pour la matrice orthogonale $L_{16}(4^5)$	152

Tableau 6.28	Validation des résultats de la récupération et de l'enlèvement dans des conditions optimales d'expérimentation pour la matrice orthogonale $L_{16}(4^5)$	153
Tableau 6.29	Résultats de la récupération et de l'enlèvement des hydrocarbures pétroliers pour les expériences OP-2 et OP-4 de la matrice orthogonale $L_{16}(4^5)$	154
Tableau 6.30	Variation de la concentration de l'agent moussant avec les autres variables constantes	155
Tableau 6.31	Variation de la vitesse d'agitation avec les autres variables constantes	156
Tableau 6.32	Récupération et enlèvement de Zn	158
Tableau 6.33	Récupération et enlèvement de Ni	159
Tableau 6.34	Récupération et enlèvement de Cr	159
Tableau 6.35	Récupération et enlèvement de Pb	159
Tableau 6.36	Récupération et enlèvement de Ba	159
Tableau 6.37	Pourcentages de la PAF à 650°C pour les échantillons liés à la matrice orthogonale $L_{16}(4^5)$	161
Tableau 7.1	Résultat de la flottation des expériences de CF-4 à CF-10	173
Tableau 7.2	Conditions d'expérimentation des essais préliminaires	174
Tableau 7.3	Matrice orthogonale $L_9(3^4)$	175
Tableau 7.4	Résultats de la récupération et de l'enlèvement en cuivre pour la matrice orthogonale $L_9(3^4)$	177
Tableau 7.5	Contribution des variables sur la récupération et l'enlèvement de cuivre pour la matrice orthogonale $L_9(3^4)$	178
Tableau 7.6	Effet factoriel des variables étudiées sur la récupération et l'enlèvement de cuivre pour la matrice orthogonale $L_9(3^4)$	180
Tableau 7.7	Prédiction des performances dans les conditions optimales de récupération et d'enlèvement pour la matrice orthogonale $L_9(3^4)$	181
Tableau 7.8	Validation des résultats de la récupération et de l'enlèvement dans les conditions optimales d'expérimentation pour la matrice orthogonale $L_9(3^4)$	182
Tableau 7.9	Résultats de la récupération et de l'enlèvement des hydrocarbures pétroliers pour les expériences CF-21 et CF-24 de la matrice orthogonale $L_9(3^4)$	183
Tableau 7.10	Pourcentages de la PAF à 650°C pour les expériences liées à la matrice orthogonale $L_9(3^4)$	184



LISTE DES ANNEXES

ANNEXE A		205
Figure A1	Identification des phases minérales, photo No. 1	207
Tableau A1	Liste des phases minérales de la figure A1	208
Figure A2	Identification des phases minérales, photo No. 2	209
Tableau A2	Liste des phases minérales de la figure A2	209
Figure A3	Identification des phases minérales, photo No. 3	210
Tableau A3	Liste des phases minérales de la figure A3	210
Figure A4	Identification des phases minérales porteuses en cuivre, photo No. 4	211
Tableau A4	Liste des phases minérales de la figure A4	211
	Données quantitatives obtenues du microscope électronique à balayage	213
ANNEXE B		225
	Les plans expérimentaux indiqués pour développer la méthode de Taguchi	229
ANNEXE C		229
Tableau A5	Résultats expérimentaux obtenus dans la cellule d'agitation mécanique	231
Tableau A6	Résultats expérimentaux obtenus dans la colonne de flottation agitée	232
Tableau A7	Bilan de masse et bilan de cuivre pour la matrice orthogonale $L_9(3^3)$	233
Tableau A8	Bilan de masse et bilan de cuivre pour la matrice orthogonale $L_{16}(4^5)$	234
Tableau A9	Bilan de masse et bilan de cuivre pour la matrice orthogonale $L_9(3^4)$	234



1. INTRODUCTION, PROBLÉMATIQUE ET OBJECTIFS

Depuis le milieu du siècle dernier, l'activité industrielle a provoqué la contamination de grands volumes de sol à différents endroits dans le monde, particulièrement dans les pays industrialisés. Que ce soit à cause de graves négligences ou à l'absence d'une conscience environnementale, la contamination est telle que plusieurs terrains sont devenus des zones inutilisables. Aux États-Unis, la décontamination des sols de raffineries, de cokeries, d'unités de stockage de plomb ou d'acier, de l'industrie de la production de métaux et de produits chimiques, peut coûter deux millions de dollars ou plus par hectare (Chevalier et coll. 1996). Au Québec, les rejets des procédés industriels, les déversements accidentels de divers contaminants et l'enfouissement incontrôlé de substances toxiques sont autant de causes de pollution du sol et de l'eau souterraine. En 1993, la banque de données du Ministère de l'Environnement répertoriait 1384 cas de terrains contaminés. De ce nombre, 580 avaient été restaurés et 292 étaient en voie de l'être. Dans une proportion de 89 %, ces terrains présentaient une contamination par des substances organiques, principalement des hydrocarbures pétroliers (Landry, 1997). En 2005, dans le « Bilan sur la gestion des terrains contaminés » du Ministère de l'Environnement et de la Faune du Québec, 6240 dossiers ont été répertoriés avec une contamination supérieure au critère B de la Politique de protection des sols et de réhabilitation des terrains contaminés. De ces sites, 81 % ont été contaminés avec des produits organiques, 8 % avec des produits inorganiques et 11 % présentaient une contamination mixte.

Pour un nombre croissant de lieux contaminés identifiés, des méthodes de récupération sont envisagées afin de ne pas léguer les problèmes aux générations futures. Dans ce contexte, il existe toute une gamme de technologies capables de décontaminer les sols ou les sédiments pollués par des substances dangereuses ou toxiques.

Dans le domaine de la contamination par les métaux lourds, les substances polluantes peuvent être enlevées par des méthodes de séparation physique, d'extraction chimique ou par des méthodes physico-chimiques.

Les travaux présentés dans cette étude concernent la séparation physique de contaminants et la technologie utilisée est la flottation. Cette technologie implique la concentration d'une proportion relativement petite de contaminants par rapport au volume de sol ou de sédiment à traiter. Une fois les contaminants concentrés, ils peuvent ensuite être traités par d'autres méthodes de dépollution.

La flottation est basée sur l'affinité de la surface des particules du sol ou du sédiment à s'attacher aux bulles d'air. Des particules avec une surface hydrophobe se lient aux bulles d'air pour flotter ensemble et se concentrer dans la couche de mousse. Les particules hydrophiles qui n'ont pas d'affinité avec les bulles d'air ne s'y attachent pas (Bouchard, 2001). Plusieurs éléments métalliques comme le cuivre sont de nature non polaire (hydrophobe). Cependant, l'ajout d'agents chimiques spécifiques comme les collecteurs augmentent leur caractère hydrophobe et par conséquent, il est possible d'utiliser la flottation pour séparer les contaminants métalliques de la matrice sédimentaire. Un collecteur est une molécule organique qui s'absorbe à la surface des minerais utiles ou d'un contaminant et qui les rend hydrophobes.

Le procédé de flottation est utilisé couramment dans l'industrie minéralurgique pour la récupération de minerais. La séparation du matériel organique des sols par flottation est également utilisée dans l'industrie pétrolière pour séparer le bitume des sols sableux (Chevalier et coll. 1996). Dans le cadre de la présente étude, la flottation est une technologie que l'on souhaite adapter à des fins environnementales.

Dans le domaine de la restauration environnementale des sols et des sédiments, les procédés minéralurgiques offrent un potentiel important pour l'extraction des contaminants organiques et inorganiques. Il s'agit d'une approche avantageuse, car les procédés minéralurgiques sont assez simples et bon marché. Les produits qui en résultent sont d'une part la matrice décontaminée (rejet) et d'autre part le concentré (contaminant). Les contaminants peuvent être traités, détruits, valorisés ou encore enfouis dans des sites autorisés. Il s'agit donc de technologies de prétraitement minéralurgique (Gosselin et coll. 1997).

D'autres technologies de séparation physique sont souvent utilisées dans l'enlèvement de métaux des matrices contaminées du sol, comme la concentration gravimétrique, la séparation

magnétique et la séparation électrostatique (Gosselin et coll. 1997, Dermont et coll. 2008). Plusieurs technologies d'extraction chimique sont également utilisées, comme l'extraction à l'acide, l'extraction avec des agents ligands, l'extraction avec des agents réducteurs et oxydants et la solubilisation des métaux avec l'aide de surfactants (Dermont et coll. 2008, Mulligan et coll. 2001, Galvez-Cloutier et coll. 2005, Rulkens, 2005). D'autres technologies comme la restauration électrocinétique *in situ* et la combinaison de technologies de séparation physique et d'extraction chimique sont aussi utilisées (Mulligan et coll. 2001, Dermont et coll. 2008, Galvez-Cloutier et coll. 2005).

L'extraction à l'acide est un procédé utilisé pour transférer les métaux lourds d'un sol ou d'un sédiment pollué à une solution aqueuse. L'acide nitrique ou l'acide sulfurique sont utilisés pour diminuer le pH de la solution et améliorer l'émission d'ions métalliques du sol ou du sédiment. Par exemple Thöming et coll. (1998) ont utilisé des acides organiques et du chlorure de sodium pour lessiver plusieurs contaminants métalliques d'un sol excavé. Ils ont utilisé des techniques hydrométallurgiques bien connues comme l'électrolyse et l'échange d'ions.

La technique de restauration électrocinétique consiste à appliquer un champ électrique à une zone polluée. Ce champ électrique est produit par l'installation de deux électrodes qui sont reliées à faible voltage à un générateur électrique. Le courant électrique cause une mobilisation ou une électromigration des métaux lourds dans le sédiment vers les électrodes, concentrant ainsi les contaminants métalliques. Au laboratoire, Reddy et coll. (2001) ont travaillé sur un sol (kaolinite et *till*) contaminé artificiellement avec du chrome, du nickel et du cadmium. Ils ont appliqué un potentiel électrique afin d'évaluer la migration de contaminants métalliques vers les électrodes. Les résultats obtenus de 20 % d'enlèvement de métaux lourds du sol indiquent une faible efficacité d'enlèvement. D'autres travaux ont été effectués par Beaulieu, (1995, 2000).

L'utilisation de la flottation à des fins environnementales est relativement récente et peu d'articles traitant de ce sujet sont disponibles dans la littérature. Cauwenberg et coll. (1998) ainsi que Vanthuyne et coll. (2002, 2003) ont travaillé dans le domaine environnemental avec un sol contaminé par de fines particules de sulfures métalliques en utilisant la méthode de séparation par flottation. Une description de leurs travaux est indiquée dans le chapitre 2 (revue de la

littérature). Par ailleurs, Mulligan et coll. (2001) ont effectué une évaluation de plusieurs technologies de restauration des sols contaminés par des métaux lourds. De plus, Galvez-Cloutier et coll. (2005) ont indiqué la distribution géochimique et l'interaction des métaux lourds dans les sols, ainsi que les méthodes analytiques servant à quantifier les métaux dans le sol et les méthodes de restauration des sites contaminés par ces métaux.

Par ailleurs, Senior et Trahar, 1991; Kuopanportti et coll. 1997, 2000; Fairthorne et coll. 1998 ont travaillé dans le domaine minéralurgique avec des matrices minérales composées de particules fines de chalcopryrite et de pyrite, en utilisant des cellules d'agitation mécanique pour la flottation. Une description de leurs travaux est indiquée dans le chapitre 2.

Plusieurs auteurs comme Zhang et coll. (2001), Van Rijt (1995), Clifford (1993) et Varadaraj (1995) ont employé la flottation pour l'enlèvement de contaminants organiques.

Van Rijt (1995), cité par Zhang et coll. (2001), indique qu'à la différence des contaminants organiques (HAP) qui sont distribués de manière presque homogène sur les particules du sol ou du sédiment, les polluants métalliques sont concentrés avec les particules fines. Il signale également que la récupération de produits organiques par flottation a été plus efficace dans la fraction granulométrique plus grosse du sol que dans la fraction la plus fine.

Clifford (1993), aussi cité par Zhang et coll. (2001), indique qu'en utilisant une cellule d'agitation mécanique, le pourcentage de récupération de contaminants organiques par flottation des sédiments d'une rivière a été de 60 à 80 %. D'autre part, Varadaraj (1995) propose d'abord une séparation des hydrocarbures contaminants de la matrice du sol en utilisant la méthode du tamisage humide pour les grosses et les plus fines fractions du sol. Ensuite, la plus grosse fraction du sol est flottée pour enlever les contaminants hydrophobes et la fraction fine est traitée avec des solvants organiques.

1.1 Problématique de la récupération des particules fines contaminantes

Très peu d'études existent dans la littérature sur la flottation de particules fines métalliques liées à un processus de décontamination dans un milieu naturel. La plupart des études ont pour objet

la concentration de particules fines de minerais dans le domaine minéralurgique (Capponi et coll. 1993; Trahar et coll. 1976, 1981; Fuerstenau, 1980; Sivamohan, 1990). D'autres auteurs se sont intéressés à la flottation des particules fines provenant d'une matrice du sol composée artificiellement dans le laboratoire (Ityokumbal, 2000; Vanthuyne et coll. 2003; Turgeon, 2001).

Dans les procédés minéralurgiques de flottation, la présence de la fraction fine pose un problème pour la récupération des minerais de valeur dans le concentré. Par ailleurs, dans le domaine environnemental, sa présence diminue l'efficacité de la séparation des phases contaminantes. En effet, les particules fines ont une grande surface spécifique, ce qui provoque une augmentation de leur capacité d'adsorption de réactifs et par conséquent une absorption non spécifique du collecteur, diminuant ainsi la récupération. De plus, la faible masse de ces particules occasionne un faible *momentum* d'adhésion aux bulles d'air, diminuant la probabilité de collision et par conséquent leur récupération (Fuerstenau, 1980).

Il est bien connu que pour les sédiments fins, une fraction importante de contaminants se trouve dans la fraction granulométrique inférieure à 60 μm (Wilichowski et coll. 1998). Une classification basée sur la taille des particules est souvent effectuée pour séparer le sol contaminé de celui non contaminé. Ce type de traitement est efficace pour les sols sableux avec des particules de dimension supérieure à 90 μm , cependant, la procédure est moins efficace lorsqu'une importante fraction granulométrique inférieure à 60 μm est présente. De plus, cette classification est non appropriée lorsque les particules de sédiments contaminés sont similaires en taille et en densité aux particules de sédiments non contaminés. Dans les cas où la classification basée sur la taille des particules échoue, la flottation s'avère une procédure très importante (Mulleneers et coll. 1999).

Dans la présente étude, cette problématique nous amène à considérer la flottation pour la séparation des fines particules riches en cuivre présentes dans une matrice sédimentaire contaminée, autant par des éléments organiques qu'inorganiques.

1.2 Plan de la thèse

Cette thèse est divisée en 8 chapitres : le premier présente l'introduction qui donne un aperçu des lieux contaminés et des différentes méthodes utilisées pour l'enlèvement de polluants métalliques du sol, incluant le procédé de flottation employé au cours de la présente étude. Ce chapitre indique également la problématique de séparation des particules fines contaminantes et les objectifs fixés pour cette recherche. Le deuxième chapitre comprend la revue de la littérature et plusieurs travaux d'intérêt liés à notre sujet d'étude. Dans le troisième chapitre, on fait un rappel sur les notions de flottation, les aspects théoriques, les réactifs et les appareils utilisés en flottation. Le quatrième chapitre concerne la méthodologie suivie pour atteindre les objectifs fixés, les méthodes utilisées pendant la recherche et la méthodologie utilisée pour le développement de la flottation. Le cinquième chapitre présente la caractérisation du sédiment, l'identification des contaminants métalliques et les aspects minéralogiques de la matrice sédimentaire. Dans les sixième et septième chapitres, on analyse les résultats obtenus dans la cellule d'agitation mécanique et dans la colonne de flottation agitée. En dernier lieu, le huitième chapitre contient les conclusions de l'étude.

1.3 Objectif

Vérifier à des fins environnementales la performance d'une cellule d'agitation mécanique et d'une colonne de flottation agitée, utilisées dans le domaine minéralurgique.

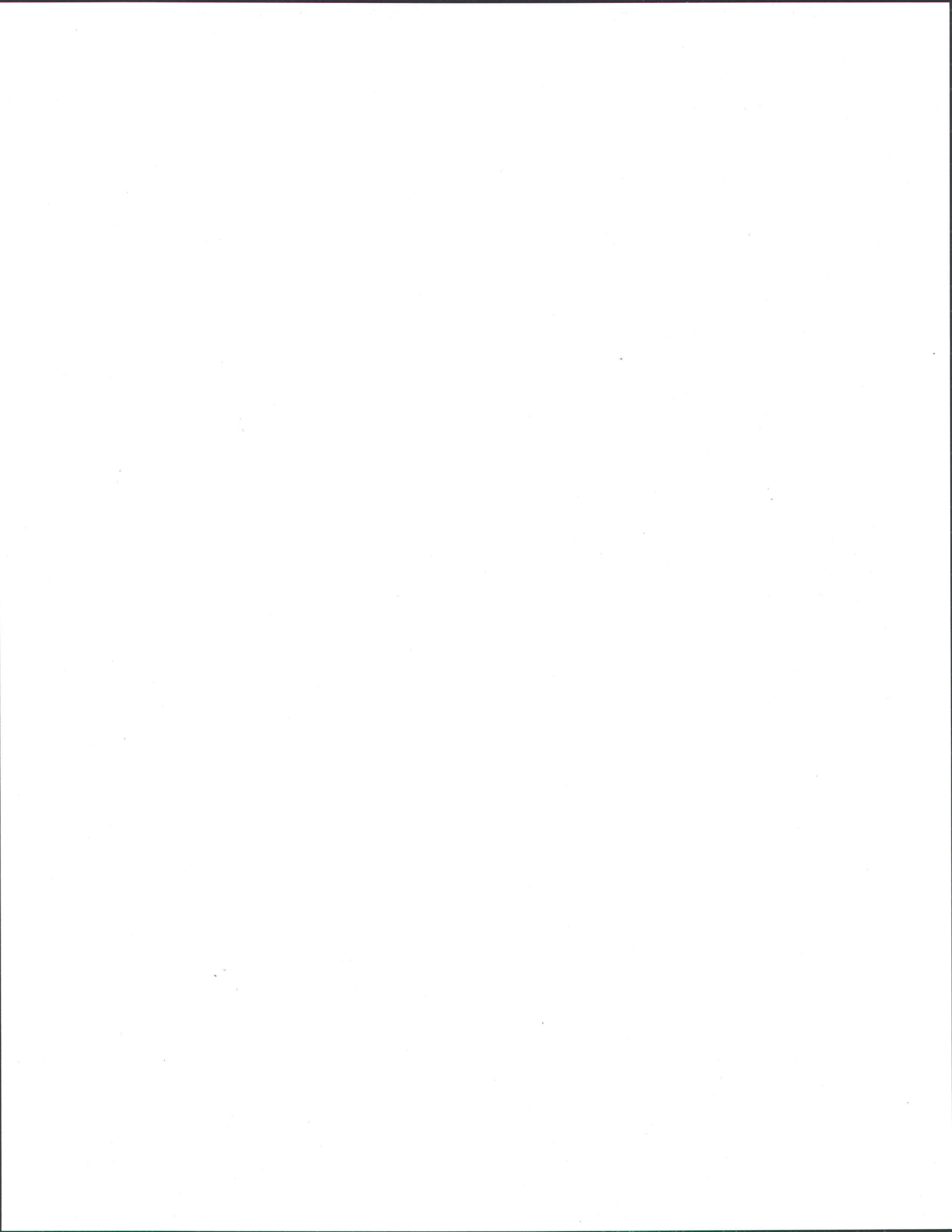
1.3.1 Objectifs primaires

- Évaluer, quantifier et optimiser la récupération et l'enlèvement de particules fines riches en cuivre, en utilisant les deux appareils.
- Identifier les paramètres importants qui influencent la récupération et l'enlèvement des particules fines riches en cuivre.

- Établir une méthodologie expérimentale pour la récupération et l'enlèvement de particules riches en cuivre.

1.3.2 Objectifs secondaires

- Caractériser la matrice sédimentaire utilisée dans la présente étude.
- Évaluer les paramètres clés à utiliser, comme le pourcentage des solides dans la pulpe, la concentration des réactifs, le temps de flottation, le temps de conditionnement et la vitesse d'agitation des appareils, afin de donner suite à l'application de la méthode statistique.
- Vérifier l'applicabilité de la méthode statistique pour optimiser la récupération et l'enlèvement des particules riches en cuivre.



2. REVUE DE LA LITTÉRATURE

Dans le domaine minéralurgique, plusieurs études sur la flottation de particules fines de chalcopryrite en utilisant comme collecteur le xanthate (ou le butyl éthoxycarbonate thiourée, BECTU) ont été effectuées sur des matrices minérales (Senior et Trahar, 1991, Kuopanportti et coll. 1997, 2000, Fairthorne et coll. 1998, Houot et Duhamet, 1990).

Dans le domaine environnemental, quelques auteurs seulement ont travaillé sur des matrices contaminées riches en fines particules, en utilisant la méthode d'extraction de métaux lourds par flottation. Une des études qui se rapproche le plus de la nôtre est celle de Cauwenberg et coll. (1998), qui ont élaboré une recherche sur les sédiments du canal Gent-Terneuzen (ville de Flanders, Belgique) contaminés par de la matière organique et de fines particules métalliques (cadmium, cuivre, plomb et zinc) présentes en tant que phases minérales sulfurées.

Les auteurs ont indiqué qu'une oxydation des sulfures métalliques peut avoir lieu pendant le procédé de flottation. Pour mener à bien leurs expériences, ils ont utilisé une cellule mécanique d'agitation Denver D-12 pour séparer de fines particules métalliques (70 % < 50 µm) en employant le kérosène (0,5 mL) en tant que collecteur et le méthyl-isobutyl carbinol (MIBC) (25 mL, v/v : 1/1000) comme agent moussant, dans un volume de 1,1 litre d'une solution de NaHCO₃ (0,1 M). Un agent moussant est un réactif organique hétéropolaire qui est absorbé à l'interface air/eau et qui facilite l'attachement des particules aux bulles d'air.

Pendant les essais préliminaires Cauwenberg et coll. (1998) ont expérimenté le xanthate d'éthyle et le dithiophosphate comme collecteurs sélectifs de sulfures métalliques, mais des résultats non satisfaisants ont indiqué que les acides humiques présents dans les échantillons testés ont possiblement été la cause d'une diminution de la récupération. Ils ont également souligné que la fraction granulométrique inférieure à 20 µm a été la plus élevée en pourcentage massique dans le concentré après la flottation, une faible efficacité de la récupération des contaminants inorganiques a été constatée pour cette fraction granulométrique. Le plus grand rendement en récupération a été obtenu avec les sulfures présents dans la fraction granulométrique de 20 à 50 µm. De plus, toutes les fractions granulométriques étudiées (< 5 µm, de 5 à 50 µm et >

50 μm) ont eu une concentration beaucoup plus élevée de métaux contaminants dans le concentré que dans l'alimentation et le rejet. Finalement, pour plusieurs métaux (cadmium, plomb, cuivre, zinc, chrome), les auteurs ont obtenu un pourcentage de récupération (sous la forme de sulfures) inférieur à 60 % (à un pH = 8) et inférieur à 80 % (à un pH = 12), ceci avec un pourcentage de solides de la pulpe qui s'est rendu au concentré inférieur à 30 %. Ce travail indique une récupération relativement élevée de métaux dans les sédiments contaminés avec des particules fines et s'avère un bon point de référence pour la présente étude.

Par ailleurs, Vanthuyne et coll. (2003) ont présenté une vue d'ensemble des facteurs qui contrôlent la flottation des métaux lourds dans les sédiments contaminés. Ils ont d'abord indiqué la distribution de métaux dans les différentes phases géochimiques « *metal partitioning* », la répartition de métaux lourds dans les fractions granulométriques et l'adsorption de la matière organique sur la surface du minéral. Ils ont également utilisé une cellule d'agitation mécanique pour les expériences de flottation et employé séparément le xanthate d'éthyle (0,1 M) et le kérosène (0,5 mL) en tant que collecteurs, et le méthyl-isobutyl carbinol (MIBC) (25 mL, v/v : 1/1000) comme agent moussant. Ces réactifs ont été additionnés dans 1,1 litre de NaHCO_3 (0,1 M) comme solution électrolytique de fond. Pendant le conditionnement de la pulpe (10 minutes à 1000 rpm), ils ont fait varier le pH de 8 à 12 avec NaOH. Le temps de flottation a duré 10 minutes et à la fin, la mousse a été ramassée manuellement. Après la flottation, le concentré et le rejet ont été séchés à basse température et les concentrations des métaux (Cd, Cu, Zn et Fe) des deux fractions ont été déterminées par spectrophotométrie d'émission atomique au plasma à l'argon (ICP-AES).

Les résultats signalent qu'en utilisant le kérosène comme collecteur, la récupération (à un pH = 8) a varié de 57 à 68 % pour les métaux indiqués. Lorsque le pH a monté à 12, la récupération a varié de 81 à 90 % pour les mêmes métaux. En utilisant le xanthate d'éthyle comme collecteur, la récupération a varié entre 55 et 65 % (à un pH = 8), et entre 75 et 90 % (à un pH = 12). Finalement, les auteurs ont indiqué que cette augmentation de la récupération, avec le pH, a été due à l'oxydation de la surface des sulfures métalliques dans une condition oxydante très forte, à un pH élevé.

Vanthuyne et coll. (2003) ont aussi effectué des travaux avec une colonne de flottation de 32 cm de hauteur et de 5 cm de diamètre. Ils ont utilisé la même solution et les mêmes additifs chimiques que ceux employés pour la cellule d'agitation mécanique et ont expérimenté, de manière particulière, avec un sédiment synthétique de granulométrie inférieure à 200 µm. Ce sédiment, composé d'un mélange de sphalérite (ZnS), galène (PbS) et covellite (CuS) a été dispersé dans une solution électrolytique de 1 litre de NaHCO₃ (0,1 M). Les auteurs n'ont pas directement indiqué les pourcentages obtenus de récupération des métaux contaminants, cependant, ils ont rapporté les résultats avec un facteur de concentration (F.C. = concentration des métaux dans le concentré/concentration des métaux dans l'alimentation). Lorsque le kérosène a été employé comme collecteur, le facteur de concentration a été de 5,5 (Cu), 4,7 (Pb) et 4,5 (Zn). Avec l'utilisation de xanthate d'éthyle comme collecteur, le facteur de concentration a été de 4,5 (Cu), 4,4 (Pb) et 4,4 (Zn). Par ailleurs, un mélange de kérosène et d'acide humique (0,5 %) a indiqué un résultat du F. C. de 2 (Cu), 1,9 (Pb) et 1,9 (Zn). Le F.C. le plus élevé correspond au kérosène et le plus faible pour le mélange de kérosène et d'acide humique. Ces résultats montrent que l'addition de matière organique (acide humique) contribue à diminuer le F.C. des sulfures métalliques. Finalement, les auteurs ont conclu que la fraction granulométrique fine est plus difficile à faire flotter que les fractions granulométriques plus grossières, et que la matière organique a des effets adverses sur la sélectivité du collecteur dans le processus de flottation.

Afin d'étudier la performance minéralurgique des cellules d'agitation mécanique dans des matrices minérales, plusieurs auteurs ont utilisé différentes approches physico-chimiques liées aux phénomènes de surface (Senior et Trahar, 1991; Kuopanportti et coll. 1997, 2000; Fairthorne et coll. 1998). Une brève description de ces travaux est présentée ci-dessous.

Les études de Senior et Trahar (1991) concernent notre sujet en regard de l'utilisation de xanthate (potassium xanthate d'éthyle) dans la flottation de particules fines de chalcopryrite. Ces essais ont été faites dans le but d'augmenter l'efficacité de la récupération ou la teneur du concentré. D'autres études visaient à mesurer l'influence de l'adsorption du collecteur sur la flottabilité d'un minéral (Kuopanportti et coll. 1997, 2000). Les résultats obtenus pour chaque

condition spécifique dépendent de la méthode mise en oeuvre, du collecteur utilisé, du minéral étudié et du prétraitement employé.

Par exemple, Senior et Trahar (1991) ont étudié l'interférence des hydroxydes métalliques insolubles (hydrophiles) lors de la performance de la flottabilité des sulfures. L'action du xanthate a été étudiée par rapport à l'influence des hydroxydes métalliques sur la surface de la chalcopryrite. Ces hydroxydes, qui ont été produits par l'oxydation des sulfures dans la pulpe, exercent un effet négatif sur la flottabilité de la chalcopryrite en conférant un caractère hydrophile prononcé à la surface. Pendant l'essai, ils ont utilisé une cellule d'agitation mécanique de flottation, agitée à 1200 rpm. Ils ont également employé 50 g de chalcopryrite, 450 g de quartz (haut degré) et un volume d'eau de 2,8 litres dans la cellule. Le diamètre de la chalcopryrite a été inférieur à 120 μm , et la taille la plus élevée récupérée fut de 80 μm . Le potentiel redox (Eh), le pH et l'oxygène dissous ont été mesurés continuellement durant tout l'essai. Senior et Trahar (1991) ont conclu que le xanthate a joué un double rôle à la surface du minéral : d'abord en neutralisant l'effet hydrophile des hydroxydes métalliques et deuxièmement en augmentant l'hydrophobicité du minéral.

Les auteurs ont également essayé avec la chalcopryrite sans l'addition du collecteur. Ils ont trouvé un pourcentage élevé de récupération de la chalcopryrite (95 %) à un pH = 4,5. Selon les auteurs, ceci est dû possiblement à la grande stabilité de sulfures et à l'absence d'hydroxydes hydrophile à ce pH. Cette forte flottabilité naturelle de la chalcopryrite à un pH acide a également été remarquée par Luttrell et Yoon (1984).

D'autre part, Kuopanportti et coll. (2000) ont réalisé des essais avec de fines particules de chalcopryrite et de pyrite (de 37 à 149 μm) dans une cellule d'agitation mécanique, en utilisant le xanthate (sodium xanthate d'éthyle) comme collecteur et le dowfroth-250 (éther méthylique de propylène glycol) comme agent moussant. Ils ont essayé de formuler un modèle cinétique à partir du processus de conditionnement de la pulpe. Ce modèle avait pour but de prédire la densité d'adsorption du collecteur sur la surface du minéral. Cette expérience a été réalisée afin de comprendre les effets du conditionnement chimique sur le taux d'adsorption et la cinétique de récupération. Tous les essais ont été exécutés à 20 °C et à un pH = 9.

D'abord, le conditionnement de la pulpe a été effectué en faisant varier la concentration d'oxygène dissous avant l'ajout du xanthate. Cette variation est passée d'une faible concentration d'oxygène à une concentration plus élevée, jusqu'à la saturation de la solution. Ensuite, le xanthate a été additionné à la pulpe et le conditionnement s'est poursuivi pendant 5 minutes. Une fois le conditionnement terminé, la valve d'air de l'appareil a été ouverte pour permettre de faire entrer de petites bulles d'air à la cellule mécanique de flottation. Ensuite, le processus de flottation a continué pendant 10 minutes et finalement le concentré a été ramassé dans un plateau, à l'extérieur de la cellule. Les résultats ont démontré qu'une concentration élevée d'oxygène produisait une importante diminution de la concentration de xanthate dans la solution, ce qui indique une grande adsorption de collecteur à la surface de la chalcopryrite. Par contre, une petite concentration d'oxygène dissous a montré une valeur constante du xanthate en solution, indiquant une faible adsorption de celui-ci sur les particules de chalcopryrite. Finalement, une récupération efficace de la chalcopryrite dans le concentré de flottation a signalé une adsorption optimale du collecteur en condition de saturation en oxygène. Les auteurs ont conclu que les données obtenues pendant l'expérience peuvent être ajustables à un modèle cinétique d'ordre 1.

Une autre expérience d'adsorption sur les particules fines de chalcopryrite (de 38 à 75 μm) a également été accomplie par Fairthorne et coll. (1998). Ils ont utilisé le butyl ethoxycarbonyle thiourée (BECTU) comme collecteur. Pendant les essais, l'adsorption a été étudiée en fonction du pH et de la concentration d'oxygène et d'azote. Des mesures du potentiel zêta ont été effectuées sur la surface de la chalcopryrite à différents pH, en présence d'oxygène, d'azote et de KCl ($0,01 \text{ mole dm}^{-3}$). Ces mesures avaient pour but, d'une part d'observer le degré d'adsorption du collecteur sur la surface des particules, et d'autre part de comprendre l'incidence de l'adsorption sur la récupération de particules de chalcopryrite en flottation. En conclusion, les auteurs ont signalé que l'adsorption du collecteur (BECTU) sur la chalcopryrite a été efficace en présence d'oxygène. L'adsorption du collecteur impliquait une augmentation de la récupération de particules fines en flottation.

Kuopanportti et coll. (1997) ont également travaillé avec l'oxygène comme conditionneur d'une pulpe composée de particules fines de pyrite et chalcopyrite (de 37 à 149 μm). Au fur et à mesure qu'ils ont augmenté la quantité d'oxygène dans la pulpe, le taux d'adsorption de xanthate (sodium xanthate d'éthyle) et le potentiel redox (Eh) ont aussi augmenté. Ceci indique une forte influence de l'oxygène dissous sur le potentiel redox de la pulpe et sur le taux d'adsorption de xanthate. Le taux d'adsorption du xanthate sur la pyrite a été de l'ordre de 0,5 à pH = 6 et de 0,7 à pH = 9. De façon similaire, Houot et Duhamet (1990) et Fairthorne et coll. (1997) ont trouvé des résultats relativement semblables.

Suite à ces études, il est nécessaire de soulever l'importance de plusieurs paramètres liés au processus de flottation. Dans le cas spécifique de la flottation de la chalcopyrite, la présence d'oxygène dissous est un facteur déterminant pour assurer une bonne adsorption d'un collecteur de type xanthate. À ce paramètre, il faut ajouter l'optimisation de paramètres plus conventionnels comme le pH, le potentiel redox (Eh), la concentration du collecteur, le pourcentage des solides dans la pulpe d'alimentation, la vitesse d'agitation de l'appareil, le taux de génération d'air, le temps de flottation et le temps de conditionnement de la pulpe. Tous ces paramètres influencent la récupération et l'enlèvement des fines particules organiques et inorganiques en flottation, et sont pris en considération dans notre étude.

3. RAPPEL SUR LES NOTIONS DE FLOTTATION

3.1 La flottation

La flottation est certainement une des technologies qui a été le plus développées pendant le XX^e siècle, car aucune autre procédure dans le domaine de la minéralurgie n'a donné tant de changements pendant une courte période de temps. Depuis 1877, lorsque les « Bessel Brothers » ont breveté un processus pour concentrer le graphite avec un mélange d'huile et d'eau, et jusqu'à aujourd'hui, où des technologies sophistiquées sont utilisées pour comprendre les phénomènes chimiques de surface, plusieurs technologies novatrices prennent de l'avance dans des grandes usines minéralurgiques (Parekh et Miller, 1999).

La flottation est sans doute le procédé le plus important parmi les différentes techniques employées pour le traitement de minerai. Cette technique permet la concentration de sulfures (cuivre, plomb, zinc, etc.), d'oxydes (hématite, cassitérite, etc.), de minerais non métalliques (fluorite, phosphate, charbon, etc.) et de minerais complexes (plomb-zinc, cuivre-zinc, etc.). Elle a également permis d'exploiter de manière rentable des gisements pauvres qui autrement n'auraient pu être exploités (Wills, 1988). Elle est aussi la technique de concentration la plus complexe, non seulement à cause de la diversité de phénomènes qui caractérisent le processus, mais aussi par rapport à la diversité des aspects théoriques physico-chimiques qui servent à expliquer les phénomènes (Bouchard, 2000).

Deux classes de phénomènes se produisent en flottation : les microphénomènes et les macrophénomènes. Dans les microphénomènes, l'action des collecteurs, des agents moussants et des autres réactifs est concernée dans les différentes interfaces. La science qui permet d'interpréter l'action de ces réactifs à travers des phénomènes comme l'adsorption, l'adhésion, la double couche électronique et la tension interfaciale se nomme la chimie des surfaces.

Les macrophénomènes ou phénomènes hydrodynamiques se produisent dans l'appareil de flottation proprement dit. Le mécanisme de l'appareil se charge de fournir la puissance au système, de garder les solides en suspension, de disperser l'air et de faire circuler la pulpe.

L'appareil de flottation comprend un récipient dont la grosseur, la forme et d'autres paramètres de conception et de fonctionnement permettent aux macrophénomènes de se produire. L'ensemble des micro et des macrophénomènes conduit à la collision entre les particules hydrophobes et les bulles d'air, et ensuite à la formation des agrégats qui doivent finalement se rendre au concentré.

La flottation a été utilisée comme une technique appropriée pour le traitement de particules dont la taille est comprise entre 5 et 212 μm (Gosselin et coll. 1997). La limite supérieure de cette granulométrie est indiquée par la capacité limitée d'une bulle à soulever un poids. À une masse volumique égale, la flottation de grosses particules nécessite des bulles plus volumineuses que la flottation de petites particules (Jones et Woodcock, 1984, cité par Gosselin et coll. 1997). Le diamètre des bulles et des particules est donc une caractéristique très importante pour la flottation.

Dans la dernière décennie, l'utilisation de la flottation a été mise en application dans le domaine environnemental. Pour faciliter l'application de cette technique, les substances contaminantes doivent posséder un caractère hydrophobe, sinon il est nécessaire d'ajouter un collecteur approprié. Il est donc possible de concentrer par flottation des contaminants inorganiques de nature métallique comme le cuivre, le plomb, le nickel, le zinc, etc. Ces métaux sont présents dans les sols contaminés et ils sont distribués dans différentes formes : des oxydes, des sulfures, etc. On s'attend qu'avec l'utilisation de cette technique, la récupération de métaux d'une granulométrie très fine soit non sélective, d'autant plus s'il y a présence de matière organique dans le sol ou le sédiment (Vanhuynne, 2003). Plusieurs métaux de transition comme le cadmium, le cuivre, le plomb et le zinc se trouvent souvent comme sulfures métalliques dans le sédiment des fleuves, ce qui pourrait avoir une influence sur l'oxydation métallique dans les résultats de la flottation, avec une réduction de la flottabilité des particules fines. Souvent, plus de 80 % des métaux lourds se retrouvent en tant que sulfures métalliques dans le sédiment des fleuves et peuvent être concentrés par flottation (Cauwenberg et coll. 1998).

Il est également possible de flotter des contaminants organiques comme les hydrocarbures pétroliers, les hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) et les biphényles polychlorés

(BPC). Ces substances ont une affinité importante avec l'air et peuvent être adsorbées à la surface des bulles d'air. En plus, il est possible que les particules solides soient enrobées par ces substances organiques, ce que compliquerait la séparation étant donné que la flottation est surtout un phénomène de surface.

La décontamination des sédiments portuaires par flottation peut aussi être menée à bien pour les métaux qui ne s'y trouvent pas en tant que sulfures métalliques. La méthode consiste à traiter les sédiments avant la flottation en utilisant un procédé chimique d'hydroxylation qui augmente le pourcentage de métaux récupérés de 42 % à 82 % (Vanhuynne, 2002).

La flottation de métaux lourds provenant des sédiments ou des sols diffère de la flottation de minerais effectuée dans l'industrie minéralurgique. Les métaux lourds dans les sédiments ou les sols ne se trouvent pas dans une seule forme chimique comme c'est le cas pour les minerais utilisés en flottation dans l'industrie minéralurgique. Les métaux lourds sont associés à différentes phases chimiques dans les sédiments ou les sols, ce qui peut amener à une faible sélectivité du collecteur en flottation. L'hydroxylation contribue à l'obtention d'une seule forme chimique, ce qui facilite la sélectivité et la récupération de métaux lourds pour un collecteur spécifique (Vanhuynne, 2002).

3.2 Minéraux hydrophobes et hydrophiles en flottation

Le principe de flottation est basé sur la différence des propriétés hydrophobes et hydrophiles des surfaces des solides. Ces propriétés peuvent être naturelles ou stimulées à l'aide d'un réactif approprié nommé collecteur. Lorsque l'air est introduit sous forme de petites bulles dans la pulpe (mélange d'eau, de particules solides, de contaminants et de réactifs), il se produit un transport sélectif de particules hydrophobes par les bulles d'air. Ce phénomène est dû à une grande affinité de surfaces hydrophobes avec l'air dont la nature est non polaire. Par contre, les particules présentant des surfaces hydrophiles ne se lient pas aux bulles et restent dans la pulpe (Blazy, 1970, cité par Gosselin et coll. 1997).

Lorsqu'un minéral possède une surface qui n'est pas chargée électriquement, on dit que le minéral est hydrophobe et non polaire (Bouchard, 2001). La surface d'un minéral hydrophobe est neutre et au moment du contact avec l'eau, il n'attire ni les molécules d'eau, ni les ions, ni les molécules hétéropolaires, c'est-à-dire que ces surfaces ne sont pas très actives, mais elles sont qualifiées d'aérophiles car elles attirent l'air. Au contraire, on dit que le minéral est hydrophile et polaire si la surface comporte des charges électriques positives ou négatives. La surface de ces minéraux réagit fortement avec les molécules d'eau, les ions et les composés hétéropolaires. Ces surfaces sont très actives avec les molécules de polarité élevée comme l'eau par exemple, et elles attirent électrostatiquement les ions de signe contraire. L'affinité des surfaces polaires pour les composés hétéropolaires dépend de certaines conditions d'adsorption à la surface. Les composés hétéropolaires peuvent être considérés comme étant l'association d'un ion ou d'un dipôle et d'une chaîne neutre non polaire (Bouchard, 2001).

Selon Wills (1988), les minéraux sont classifiés en polaires et non polaires dépendamment de la caractéristique de leur surface. La surface des minéraux non polaires est caractérisée par des liaisons moléculaires relativement faibles retenues par des forces de Van der Waals. Ces surfaces non polaires ne provoquent pas une attraction électrostatique avec le dipôle de la molécule d'eau et par conséquent, elles sont dites hydrophobes. Wills (1988) a classifié les sulfures (la chalcopirite, la chalcosite, la bornite, la covellite, etc.) comme faiblement polaires, étant donné leurs liaisons covalentes relativement faibles. La faiblesse polaire de ces minéraux est comparée à d'autres minéraux un peu plus polaires, comme les carbonates et les sulfates avec des liaisons ioniques plus fortes.

Par ailleurs, la surface des minéraux polaires est chargée positivement ou négativement, y résultant un dipôle. Cette formation du dipôle est reliée à un partage inégal des électrons à l'intérieur de la molécule. Les électrons d'un atome sont attirés par l'autre atome plus électronégatif. Ce fait produit une divergence des deux centres de gravité des charges opposées et par conséquent la polarité. Ces surfaces sont dites hydrophiles, c'est-à-dire qu'elles attirent les molécules d'eau (polaire), mais n'apprécient pas la présence de l'air (non polaire).

3.3 Adsorption physique et chimique sur la surface des minéraux

Lorsqu'une surface solide attire et retient des molécules, des ions ou des composés hétéropolaires (collecteurs), on dit que se présente le phénomène d'adsorption. Il y a deux types d'adsorption : l'adsorption physique et l'adsorption chimique.

L'adsorption physique est due au contact et à l'adhésion d'un composé chimique sur une surface minérale, à la suite d'une attraction électrostatique de charges de signes contraires ou par des forces de Van der Waals (Bouchard, 2001). Ce type d'adsorption est commun aux minéraux polaires qui ont de la facilité à adsorber les molécules d'eau, les ions et les composés hétéropolaires. Une caractéristique importante de ce type d'adsorption est la possibilité de ces substances à se détacher de la surface (réversibilité). Une autre caractéristique est l'attraction de molécules ou d'ions en solution de signe contraire à la surface, se réalisant sans tenir compte du type de molécule ou d'ion attiré. Un exemple d'adsorption physique est l'hématite. Classée comme étant un oxyde, l'adsorption du collecteur sur la surface de l'hématite est directement liée aux propriétés d'attraction électrostatique et au potentiel électrique à la surface de la particule (Bouchard, 2000).

Par ailleurs, l'adsorption chimique ou chimisorption est définie comme étant l'adhésion de molécules, d'ions ou de composés hétéropolaires en solution à la surface des minéraux, à la suite d'une réaction chimique entre ces substances et les éléments à la surface du minéral. Conséquemment à cette réaction chimique, plusieurs composés non solubles sont formés à la surface. Ce type d'adsorption est irréversible et un type spécifique de molécule ou d'ion en solution réagira avec les éléments de la surface du minéral. L'adsorption chimique se présente dans des minéraux faiblement polaires comme la chalcopryrite, la chalcosite, la blende et la galène. L'hydrophobicité de la chalcopryrite est obtenue par la combinaison du phénomène de l'absorption chimique et d'un processus électrochimique de transfert d'électrons à la surface du minéral (Woods, 1976).

Dans le cas spécifique du mécanisme de la réduction du métal avec le collecteur, la figure 3.2 indique l'oxydation du xanthate ionique (X^- , $2X^-$) transformé en xanthogène (X) et en dixanthogène (X_2) et l'adhésion ultérieure de ces deux éléments à un métal (M). On observe aussi l'oxydation de la surface sulfurée (S) convertie en sulfate SO_4^{-2} en présence d'oxygène. Cette réaction peut se produire en une seule étape : $2X^- + MS + 2O_2 \rightarrow MX_2 + SO_4^{-2}$ comme l'indique la figure 3.2, ou séparément en deux étapes : $MS + 4O_2 \rightarrow MSO_4$ ou $MSO_4 + 2X^- \rightarrow MX_2 + SO_4^{-2}$. Dans la première étape, l'oxydation de la surface sulfurée peut se produire lors d'une exposition du minéral à l'air et dans la deuxième étape, la surface oxydée (MSO_4) s'active avec le xanthate ionique lorsque le collecteur est ajouté.

Plusieurs études électrochimiques soulignées par Woods (1976) ont identifié les produits de l'oxydation anodique du collecteur comme étant le xanthogène (X), le dixanthogène (X_2) et un composé de métal de xanthogène et de dixanthogène (MX , MX_2) (figure 3.1 et 3.2).

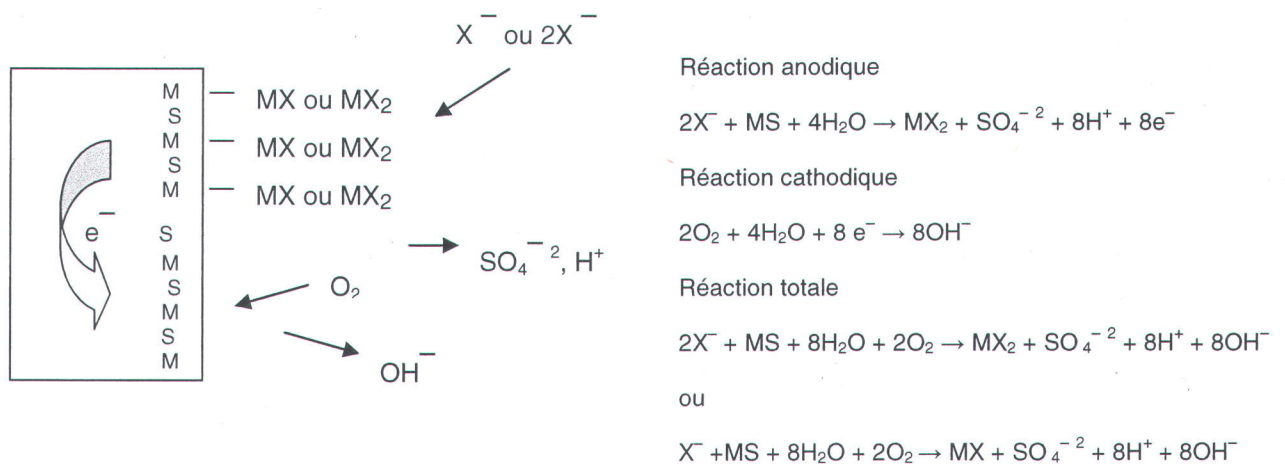


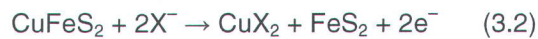
Fig. 3.2 Formation du collecteur métallique (MX , MX_2) sur la surface des sulfures en présence d'oxygène

3.4.1 L'activité du collecteur sur la surface de la chalcopryrite

Malgré que la chalcopryrite n'a pas été trouvé dans le sédiment étudié, elle peut donner information sur l'efficacité du collecteur xanthate d'éthyle. Les deux mécanismes indiqués ci-

dessus par Woods (1976) sont une référence importante dans la compréhension des mécanismes de flottation de la chalcopyrite.

Roos et coll. (1990) ont remarqué la présence de CuX , CuX_2 et X_2 sur la surface de la chalcopyrite afin d'obtenir une bonne performance de la flottation. En appliquant un potentiel électrochimique, ils ont observé la formation de CuX et de CuX_2 dû à l'action directe d'ions xanthate sur la surface de la chalcopyrite. Les auteurs ont également souligné que la meilleure performance de récupération de la chalcopyrite se situe pour un potentiel électrochimique bien défini de -150 à $+150$ mV, là où CuX , CuX_2 et le dixanthogène (X_2) sont présents en tant que produits de la réaction à la surface. Les réactions impliquées dans l'hydrophobicité de la chalcopyrite sont les suivantes :



Basés sur des données thermodynamiques, Hepel et Pomianowski (1997) (cités par Roos et coll., 1990) ont suggéré que les ions xanthate X^- et 2X^- réagissent spontanément avec le cuivre pour former les composantes CuX et CuX_2 comme l'indiquent les réactions 3.1 et 3.2. Roos et coll. (1990) ont également souligné que le dixanthogène (X_2) influence clairement la flottabilité du cuivre à une concentration de 100 ppm de xanthate d'éthyle. L'ensemble des trois composantes CuX , CuX_2 et X_2 est responsable de l'hydrophobicité des particules de chalcopyrite. Les auteurs ont aussi signalé que le dixanthogène (X_2) seul n'est pas suffisant pour rendre les particules flottables.

3.5 Contact entre les bulles d'air et les particules

Lorsqu'une bulle d'air et une particule de taille intermédiaire entrent en contact dans la pulpe, l'agglomérat a deux possibilités : de monter jusqu'à la mousse et sortir, ou bien que la particule

se détache de la bulle d'air pour retourner dans la pulpe. Ce point d'attachement ou de détachement renferme le point commun des trois interfaces et s'appelle système triple ou système solide-liquide-gaz. Les caractéristiques les plus importantes de ce système sont l'angle de contact et l'adhésion.

3.5.1 L'angle de contact

L'angle de contact est mesuré dans la phase aqueuse, entre l'interface solide-liquide et l'interface liquide-gaz. La figure 3.3 indique cet angle.

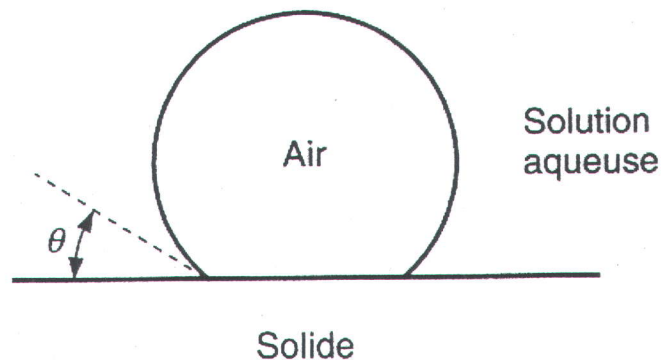


Fig. 3.3 Angle de contact dans le système solide-liquide-gaz

L'angle de contact désigne jusqu'à quel point un contact est réussi entre une bulle d'air et un minéral. Si un minéral hydrophile est caractérisé par un angle de contact très petit, on dit que la solution mouille le solide. Par contre, un angle de contact élevé caractérise un minéral hydrophobe, ce qui indique que la particule peut être attachée à la bulle d'air et ensuite flotter (Bouchard, 2001). La figure 3.4 indique deux conditions de l'angle de contact.

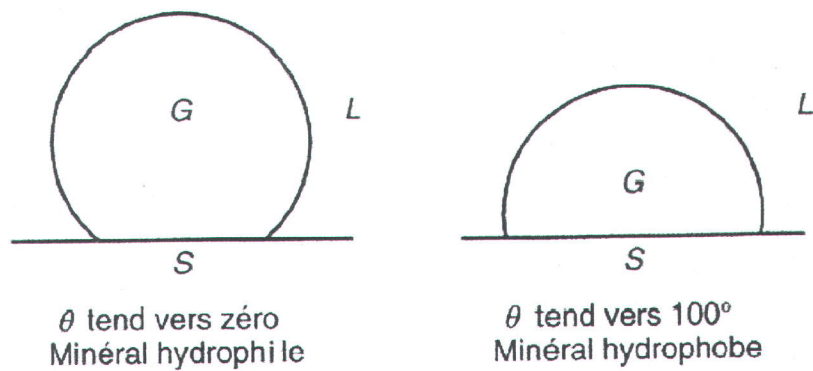


Fig. 3.4 Deux conditions de l'angle de contact

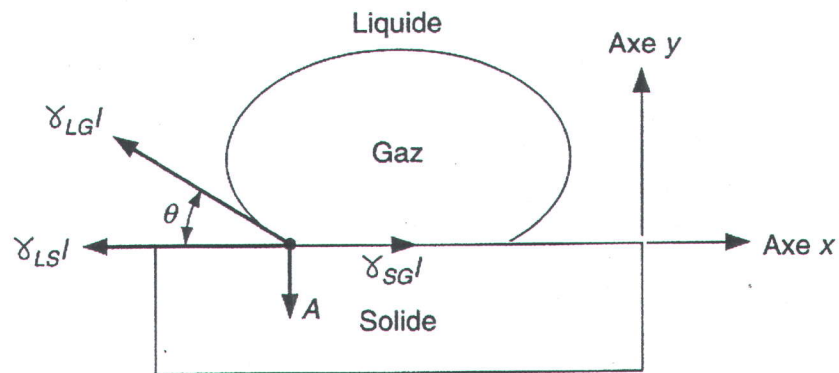
Les minéraux dont l'angle de contact est de 80° ou plus sont naturellement hydrophobes, par exemple le soufre, le graphite et le talc. Ces minéraux peuvent être flottés facilement sans l'ajout de collecteur. D'autres minéraux comme la galène, la chalcopryrite, la bornite et la pyrite sont hydrophiles dans une certaine mesure et nécessitent l'ajout d'un collecteur pour augmenter l'angle de contact (Wills, 1988).

3.5.2 L'adhésion

L'adhésion est un état stable d'attachement dérivé d'un contact ou d'une collision entre une bulle d'air et une particule, favorisée par un angle de contact supérieur à 80° . La figure 3.5 montre la stabilité du système bulle-particule en suspension dans une solution aqueuse. Les forces produites par les tensions interfaciales peuvent être considérées comme étant égales à la résistance de chacune des interfaces (Bouchard, 2001).

Ce système solide-liquide-gaz permet de comprendre la rencontre entre une bulle d'air entourée d'un film de moussant et la surface solide cernée d'une pellicule de collecteur. L'adhésion se produit, si et seulement si, une adsorption moussant-collecteur se présente à l'interface solide-gaz. Cette adsorption s'effectue à la suite de la destruction de plusieurs barrières énergétiques, mais au moment où le contact est imminent, il se produit une sorte de répulsion entre les chaînes

hydrocarbonées du collecteur et l'extrémité polaire de l'agent moussant. Une fois que cette répulsion est vaincue et que l'interface solide-gaz devient plus ou moins stable, les molécules du moussant et du collecteur s'accommodent pour finalement se stabiliser. Cet état final dépend du refus entre les extrémités polaires du moussant et du collecteur à l'intérieur de la phase gazeuse. Par ailleurs, par rapport à la collision des particules fines, Trahar et Warrent (1976) concluent dans leur revue sur la flottabilité des particules fines, que les mécanismes de contact bulles-particules fines n'ont pas été bien définis dans des conditions de haute turbulence dans les appareils de flottation agitée.



γ_{LG}' : Tension interfaciale liquide-gaz

γ_{LS}' : Tension interfaciale liquide-solide

γ_{SG}' : Tension interfaciale solide-gaz

A : Force d'adhésion

Fig. 3.5. Système bulle-particule en équilibre

Il est certain que les particules comprises entre 10 à 100 μm sont plus facilement récupérables que les particules inférieures à 10 μm . Trahar et Warrent (1976) indiquent également que la théorie la plus raisonnable est celle qui décrit la difficulté de collision bulles-particules fines en

termes d'un *momentum* très faible de ces particules, ce qui diminue énormément les chances d'adhésion. Cette hypothèse n'a cependant pas été démontrée par des travaux expérimentaux.

Trahar et Warrent (1976) ont souligné les travaux de plusieurs chercheurs par rapport à la collision et à l'adhésion de particules fines : Sutherland (1948), Reay et Ratcliff (1973), Levich (1962), Deryagin et Dukhin (1960-61), Gaudin, (1957) et Philippoff, (1952).

Sutherland (1948) propose que la collision bulle-particule fine se produit si la particule, voyageant sur la ligne de flux près de la bulle d'air, se rapproche à une distance égale à son diamètre. Pour les particules de taille plus grandes, la possibilité de collision avec la bulle sera majeure. Dans cette théorie, l'effet inertiel et la force gravitationnelle ont été assumés de manière négligeable. Cependant, les travaux de Reay et Ratcliff (1973) ont indiqué que l'inertie des particules de taille inférieure à 20 μm peut être ignorée, mais les effets de la gravité ont comme conséquence une déviation des particules des lignes de flux. Ils soulignent aussi que le taux de collision des particules d'une taille inférieure à 3 μm atteint des valeurs minimales, cependant, pour les particules inférieures à 1 μm , le taux de collision remonte en raison d'un régime de diffusion, sous l'influence d'un mouvement Brownien.

Une autre théorie proposée par Levich (1962) signale que la déformation des lignes de flux causée par une intense turbulence peut conduire à la collision des bulles et des particules fines. Le mécanisme de collision dépend des particules qui se rendent dans le tourbillon ou qui sont en dehors de celui-ci. Dans les deux cas, le taux de collision est proportionnel à l'addition des deux rayons (de la particule et de la bulle) élevés au cube.

D'autres théories sont inconsistantes par rapport à la limitation de données disponibles ou à des considérations théoriques inappropriées, par exemple la théorie de la collision par diffusion (Deryagin et Dukhin, 1960-61). Celle-ci prédit que sous une taille critique des particules et dans certaines conditions spécifiques, l'attachement des particules et des bulles cesse, toutefois les auteurs n'indiquent pas la taille critique des particules. Il y a également la théorie de Gaudin (1957) qui indique que le contact entre une particule et une bulle se produit par la rotation rapide de particules angulaires jusqu'à une collision avec la bulle. Un autre auteur, Philippoff (1952), a calculé l'angle de contact (θ) dans le système particule-bulle, et a obtenu comme résultat un

angle de $0,7^\circ$ pour les particules de galène d'une taille de $200\ \mu\text{m}$, et un angle de $1,7^\circ$ pour les particules d'une taille de $1\ \mu\text{m}$. L'auteur suggère, de façon inattendue, que l'augmentation de θ a influencé négativement la récupération des particules fines de galène.

Dans son étude sur les aspects physiques de la flottation de particules fines, Jameson (1984) signale que Sutherland (1948) postule l'existence « *d'un temps d'induction* », nécessaire pour assurer une adhésion entre la particule et la bulle. Ce temps limité est le temps requis par la particule pour briser le film très mince qui la sépare de la bulle d'air. Après la collision, dans un modèle hydrodynamique de flux, la particule glisse autour de la bulle dans la direction du flux. Si le temps d'induction est moindre que le temps de dérapage de la particule vers l'arrière de la bulle, le temps d'induction et la probabilité d'adhésion dépendront donc de la taille de la particule. Klassen et Mokrousov (1963) ont présenté des travaux expérimentaux indiquant que les particules plus grandes requièrent un plus long temps d'induction que les particules plus petites, et par conséquent, pour les particules plus grandes correspond une plus faible probabilité d'adhésion.

3.6 Les réactifs chimiques en flottation

Le procédé de flottation fait appel à une variété de réactifs chimiques : les collecteurs, les moussants, les activants, les déprimants et les agents modificateurs. Le plus important d'entre eux est le collecteur, les autres agents chimiques l'aidant dans sa tâche. Le processus de flottation est généralement plus sensible au dosage du collecteur qu'au dosage d'autres réactifs (Bouchard, 2000). Cette idée nous a d'abord amenés à essayer le collecteur comme principal réactif.

Les activants sont des réactifs qui modifient l'interface solide-liquide, de façon à faciliter l'adsorption du collecteur. Ils sont souvent des sels solubles qui s'ionisent en milieu aqueux. Les déprimants font le travail contraire des activants et empêchent l'adsorption du collecteur à l'interface solide-liquide. Ce sont des composés inorganiques ou organiques dont l'action consiste à enduire les surfaces de façon sélective, dans le but de les rendre plus hydrophiles et

par conséquent diminuer leur affinité pour les collecteurs. Les agents modificateurs réalisent plusieurs fonctions pendant la flottation et peuvent être des activants, des déprimants, des régulateurs de pH, des flocculants, des dispersants, etc. La plupart des réactifs chimiques ajoutés à la pulpe dépendent du pH, il est donc important de corriger la valeur du pH si nécessaire, en fonction des réactifs utilisés.

Étant donné que nous avons utilisé un collecteur et un agent moussant durant les pratiques de flottation, nous laisserons de côté les autres types de réactifs. Nous nous intéresserons davantage aux deux agents tensioactifs. Il en suivra une brève description.

3.6.1 Le collecteur

Un collecteur est une molécule organique qui s'absorbe à la surface des minerais utiles ou d'un contaminant et qui les rend hydrophobes. Le rôle du collecteur consiste à diminuer la stabilité de la couche hydratée à la surface des particules en favorisant l'attachement particule-bulle d'air pendant le processus de flottation. De façon générale, on utilise les collecteurs dans le but d'améliorer la performance de flottabilité d'un minerai ou d'un contaminant, même s'il existe des particules naturellement hydrophobes que l'on peut faire flotter sans l'ajout de réactifs (Bouchard, 2000).

Les collecteurs sont divisés en trois catégories : en premier, les collecteurs non ionisés et non polaires (kérosène, mazout, alcanes de C_{11} à C_{17}), en deuxième, les collecteurs anioniques et en troisième, les collecteurs cationiques (amines : RNH_2). Les collecteurs anioniques sont divisés en oxhydryles et sulfhydryles. Les oxhydryles comprennent les carboxylates ($RCOONa$), les sulfates (RSO_4Na) et les sulfonates (RSO_3Na) et les sulfhydryles comprennent les xanthates ($RCOS_2Na$) et les dithiophosphates ($R_2PO_2S_2Na$).

Un collecteur anionique est celui qui par dissociation donne un ion négatif; de même que pour un collecteur cationique qui par dissociation donne des ions positifs. Les collecteurs non ioniques ont une faible solubilité dans l'eau, il est donc nécessaire de les dissoudre avant d'entreprendre la flottation. Les collecteurs ioniques sont des composés hétéropolaires constitués des deux

extrémités : une extrémité non-polaire ou hydrophobe, généralement une chaîne hydrocarbonée et l'autre extrémité polaire ou hydrophile, souvent chargée négativement ou positivement. La partie polaire de la molécule s'adsorbe sur la surface de la particule (adsorption chimique ou physique), pendant que la partie non-polaire forme une couche à caractère fortement hydrophobe. Les amines et les collecteurs anioniques oxydés tels que les acides carboxyliques et les sulfonates sont stables en solution aqueuse. Ce n'est pas le cas des collecteurs sulfhydryles dont la stabilité dépend du pH. Par exemple, le xanthate d'éthyle se montre instable avec une variation du pH de 2 jusqu'à 7 ou 8, mais les xanthates demeurent stables dans un milieu alcalin avec un pH de 8 et plus (Bouchard, 2001).

L'activité du collecteur varie en fonction du pH de la pulpe. Si c'est le cas, le pH doit être ajusté par l'ajout d'une base ou d'un acide. La valeur optimale du pH dépend de la nature du minéral (ou substance contaminante) et du collecteur utilisé (Gosselin et coll. 1997).

Par ailleurs, une autre propriété importante des collecteurs est la solubilité. Lorsqu'un collecteur est dispersé dans la phase aqueuse, la partie dans la solution est dissociée selon les propriétés particulières du collecteur et du pH du milieu aqueux. De même, la solubilité du collecteur diminue par rapport à la longueur de la chaîne hydrocarbonée, et pour une même longueur de celle-ci, les sulfates sont plus solubles que les amines et les acides carboxyliques.

Le choix d'un collecteur, pour la pratique de la flottation, repose surtout sur la performance qu'il peut atteindre dans la récupération d'un métal ou d'un contaminant. D'autres aspects sont également importants comme la cinétique de flottation et parfois la capacité que possède le collecteur en tant qu'agent moussant. Un autre facteur à considérer est la possibilité d'interaction du collecteur avec d'autres réactifs, ce qui nous amène à poser une attention particulière lors de l'addition des autres réactifs. Si des réactifs sont ajoutés, il est nécessaire de connaître avec précision les réactions qui peuvent avoir lieu.

Plusieurs minéraux sont naturellement hydrophobes, c'est-à-dire qu'ils peuvent flotter couramment sans collecteur ni moussant, mais rarement ce procédé est suivi. Le charbon et le graphite sont des exemples de minéraux hydrophobes que l'on pourrait flotter sans l'addition de réactifs, cependant on se sert d'un collecteur de type non ionisé, tel que le kérosène ou le

mazout, pour améliorer le contact bulle-particule et d'un agent moussant pour contrôler la dimension et la qualité des bulles. La conséquence directe de cette addition est l'augmentation de la cinétique de flottation et une meilleure performance de la flottation.

De même, certains sulfures métalliques, comme la covellite (CuS), la chalcopyrite (CuFeS₂), la pyrite (FeS₂) et la galène (PbS), sont classifiés par Wills (1988) comme faiblement polaires donc partiellement hydrophobes. Malgré ce fait, on doit additionner des collecteurs et des agents moussants pour améliorer la flottation de ces minerais.

3.6.2 L'agent moussant

Un agent moussant est un réactif organique hétéropolaire qui est absorbé à l'interface air/eau. Les molécules de moussant comportent une tête polaire orientée vers l'eau et une queue non-polaire orientée vers l'air. Les deux fonctions principales des agents moussants sont d'assurer une dispersion des bulles fines dans la pulpe et de maintenir une stabilité adéquate de la mousse qui flotte à la surface de la pulpe. De même, les agents moussants sont responsables de l'attachement des particules aux bulles d'air. Quand on parle d'agent moussant, on dit également composé tensioactif, ce qui signifie un composé qui a la propriété de modifier la caractéristique de l'interface liquide-gaz, appelée tension interfaciale liquide-gaz.

Un agent moussant doit avoir un pouvoir collecteur négligeable pour rendre la mousse stable, malheureusement on observe régulièrement des interactions entre l'agent moussant, les surfaces solides, les collecteurs et d'autres réactifs (Gosselin et coll. 1997). La plupart des agents moussants utilisés dans l'industrie métallurgique sont des alcools. Une grande partie des alcools utilisés comme agents moussants sont synthétiques, le plus utilisé d'entre eux étant le méthyl-isobutyl carbinol (MIBC), employé dans le présent travail. Les alcools, dont l'addition à de faibles concentrations en solution fait décroître la valeur de la tension de surface, sont beaucoup plus stables que l'huile de pin et le crésol, ce qui rend plus facile le contrôle de la flottation et améliore ses performances.

Par ailleurs, l'efficacité de l'agent moussant peut être vérifiée en comparant la grosseur des bulles d'air dispersées dans l'eau. Cette vérification peut être effectuée dans l'eau, avec l'addition de l'agent moussant et en l'absence de celui-ci. Dans l'eau, les bulles d'air sont relativement grosses, d'une dimension de 0,5 à 3 mm, pour un certain débit d'air alimenté. Dans l'eau avec l'agent moussant, la dimension des bulles est plus petite, soit entre 0,1 et 1 mm, pour le même débit d'air. Lorsque les bulles d'air sont trop grosses, la conséquence est une diminution du nombre de bulles par unité de volume de pulpe, ce qui se traduit par une réduction de l'aire interfaciale liquide-gaz. Par contre, si le diamètre des bulles est petit, une augmentation du volume de bulles par unité de volume de pulpe se présente, et par conséquent on assiste à une augmentation de l'aire interfaciale. L'effet de la diminution du diamètre des bulles d'air est positif, en raison du fait que le pouvoir de collection des particules hydrophobes de petite taille dépend directement de l'aire interfaciale liquide-gaz.

De plus, une bulle de plus grande taille s'échappe plus rapidement qu'une bulle de plus petite taille, ce qui indique une diminution du temps de séjour des bulles dans la pulpe et par conséquent, la formation des agglomérats est fortement diminuée.

Mentionnons également que la formation d'une pellicule de moussant autour d'une bulle d'air est un processus spontané. Lorsqu'une variation d'énergie libre négative est associée au changement d'un état, on dit qu'elle correspond à un processus de conversion spontané. Ainsi, l'absorption de l'agent moussant à l'interface liquide-gaz suppose une baisse d'énergie du système, là où les molécules de moussant sont plus efficaces que dans la solution. Les bulles d'air sont plus performantes dans la phase aqueuse, lorsque le rapport entre la solution et l'air se fait par l'intermédiaire de la pellicule de moussant (Bouchard, 2000).

Du point de vue de la composition, les agents moussants sont classés en deux catégories : en premier, ceux qui sont obtenus à partir de produits purs et traités chimiquement, et en deuxième, ceux qui proviennent de l'affinage de produits naturels. Parmi les premiers, il y a les alcools aliphatiques qui produisent une mousse d'une texture plus grosse et lâche. Cette mousse est moins durable, de sorte qu'il faut l'ajouter régulièrement à plusieurs stades de la flottation. De façon générale, les alcools permettent de drainer plus facilement les particules entraînées

accidentellement dans la mousse, et améliorent donc l'obtention de la teneur des minéraux désirés dans le concentré. Le méthyl-isobutyl carbinol (MIBC) appartient à ce type d'alcool.

Un autre alcool utilisé comme agent moussant est le propylène glycol. Cet alcool de courte chaîne hydrocarbonée est très soluble et permet la formation de mousses compactes et durables, mais faciles à détruire dès leur sortie des appareils. Même à concentrations élevées, ce moussant ne réduit pas le volume de la mousse produite, ne cause pas d'effervescence et la mousse devient plus serrée et compacte.

Parmi les agents moussants qui proviennent de l'affinage de produits naturels, on peut indiquer les acides crésyliques et l'huile de pin. Les acides crésyliques sont principalement issus de l'industrie pétrolière et sont un mélange d'une variété de produits dont le crésol, le xylénol, les phénols, les huiles neutres et certains composés sulfurés. Les mousses obtenues avec les acides crésyliques ont une structure serrée qui se brise facilement à la sortie des appareils. Le drainage des particules entraînées accidentellement dans la mousse est relativement difficile et une concentration élevée de ce agent moussant tend à réduire le volume de mousse et à accroître son effervescence. L'huile de pin est extraite du pin par distillation et l'on peut la trouver mélangée avec l'alcool, la cétone, l'éther et les hydrocarbures. Avec cet agent moussant, on peut obtenir une mousse semblable à celle obtenue avec les acides crésyliques, à la différence que les bulles de mousse sont plus petites et d'une texture plus fine.

3.6.3 Les réactifs ajoutés à la pulpe dans la présente étude

Le réactif le plus important ajouté à la pulpe pendant l'étude actuelle a été le potassium xanthate d'amyle, qui est un collecteur souvent utilisé dans l'industrie minéralurgique pour la récupération du cuivre. Il est plus connu commercialement sous le nom de xanthate-KAX 55 de formule chimique $C_5H_{11}OCS_2K$ et d'un poids moléculaire de 202.4, produit par *Charles Tennant & CO (CAN) LTD*. La composition du KAX 55 est la suivante : potassium xanthate d'amyle de 60 à 100 %, hydroxyde de potassium de 1 à 5 % et alcool isoamylique de 1 à 5 %. Ce collecteur a été utilisé depuis 1925 dans la récupération de sulfures et son efficacité a été longtemps vérifiée

dans la récupération de sulfures métalliques. Le xanthate est bon marché, facile à manufacturer et disponible à l'état solide, dans lequel sa durée de conservation est longue, mais lorsqu'il est dissous dans l'eau, sa durée de conservation est limitée. Il est aussi totalement soluble dans l'eau et souvent dosé en concentrations de 100 g/ton dans l'industrie minéralurgique. Il est très efficace dans la récupération de sulfures mais il n'est pas sélectif. Ainsi, sa puissance de collection augmente, mais sa sélectivité décroît avec l'augmentation de la longueur de la chaîne hydrocarbonée (Bouchard, 2001)

De même, on a utilisé un réactif comme agent moussant habituellement utilisé dans la pratique de la flottation. Il s'agit du méthyl-isobutyl carbinol (MIBC), produit par *Laboratoire MAT inc.*, de formule chimique $C_6H_{14}O$, d'un poids moléculaire de 102,18, d'une densité de $0,802 \text{ g/cm}^3$ et d'une solubilité d'environ 1,7 % dans l'eau.

La structure moléculaire des deux réactifs est indiquée dans les figures 3.6 et 3.7.

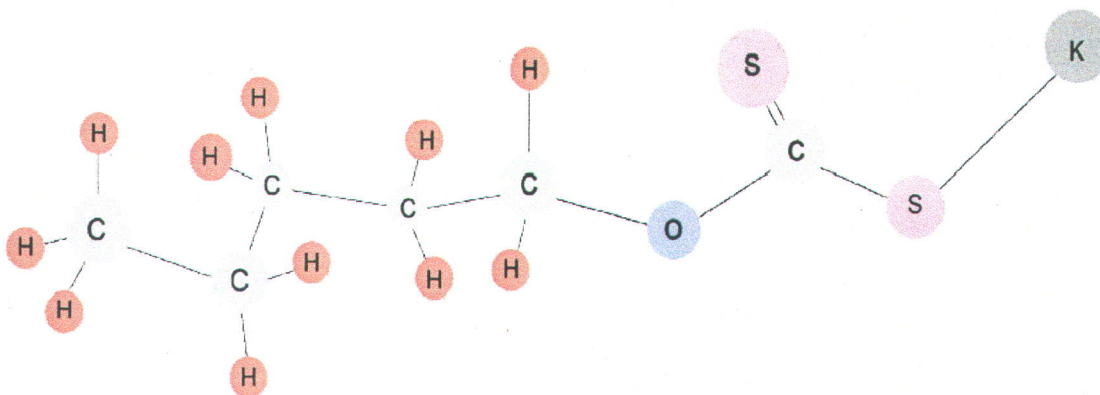


Fig. 3.6 Structure moléculaire du potassium xanthate d'amyle (xanthate-KAX 55)

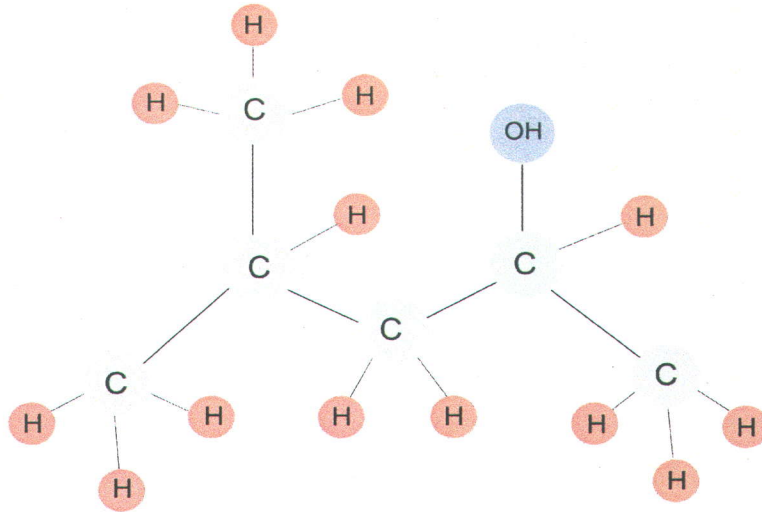


Fig. 3.7 Structure moléculaire du methyl-isobutyl carbinol (MIBC)

3.7 Cinétique de la flottation

Étant donné que l'objectif de la concentration des minerais est d'obtenir un pourcentage maximal de récupération dans le concentré pour un intervalle de temps déterminé, il est important d'établir des conditions cinétiques performantes pour la formation des agglomérats dans la pulpe au moment de la flottation.

Dans la littérature, nous trouvons habituellement une expression qui fait le rapport entre le pourcentage de métal récupéré et le temps de flottation (Bouchard, 2001, Mehrotra et Padmanabhan, 1990, Fichera et Chudacek, 1992). Cette expression est traduite par une loi de cinétique d'ordre 1, selon l'équation exponentielle suivante :

$$R_m = 1 - e^{-k \cdot t} \quad (3.4)$$

Où :

R_m = Pourcentage de métal récupéré

K = Constante de temps (min^{-1})

t = Temps de séjour alloué aux particules dans la pulpe (min)

La constante de temps (K) est directement proportionnelle à la vitesse de flottation : plus la vitesse de flottation est grande, plus la constante est élevée. Ce fait survient dans les premières minutes de la flottation, moment pendant lequel les particules les plus faciles à flotter (souvent d'une granulométrie inférieure à 100 μm) se rendent rapidement à la mousse. Après, la vitesse de flottation commence à diminuer jusqu'à une stabilisation progressive, nous indiquant une cinétique de flottation plus lente et une valeur maximale de récupération.

La constante de temps (K) est reliée à plusieurs paramètres : à la vitesse de l'air à travers l'appareil de flottation, au temps de séjour, au diamètre moyen des bulles d'air, au débit de solides qui peuvent être emportés par les agrégats dans la mousse et à l'efficacité de la formation des agrégats (Bouchard, 2001).

Il est important d'indiquer que la production de mousse dépend en grande mesure du diamètre des bulles d'air. Plus les bulles sont petites, plus la vitesse de flottation est rapide et pourtant un volume majeur de mousse est produit pour un même débit d'air alimenté. De plus, l'aire interfaciale liquide-gaz augmente avec la diminution du diamètre des bulles d'air, et par conséquent la probabilité de collision et d'adhésion se fait plus grande.

De même, la constante de temps (K) est influencée par la vitesse d'entrée d'air dans l'appareil. La collision violente produite par les bulles d'air et les particules à une vitesse rapide d'entrée d'air peut diminuer les solides qui peuvent emporter les agrégats.

Lorsque le débit d'air est élevé, le nombre de bulles d'air traversant un différentiel de volume dans le temps est également élevé, ce qui donne une grande possibilité d'adhérence des particules hydrophobes aux bulles d'air. Par exemple, un débit d'air élevé, combiné à un court temps de séjour des grosses bulles, peut mener à une constante de temps moindre et pourtant à une diminution du pourcentage de métal récupéré (Bouchard, 2001).

D'autre part, mentionnons que le débit d'air peut être lié à la récupération et à la teneur de minéraux désirés dans le concentré. À de faibles valeurs du débit d'air, la récupération diminue pendant que la teneur augmente. Si de faibles valeurs du débit d'air passent par un différentiel de volume dans le temps, on a une quantité moindre des bulles et pourtant une diminution de la récupération. En augmentant le débit d'air, la récupération augmente, mais la teneur diminue,

ceci en raison du fait que la vitesse ascendante de l'air entraîne plus d'eau et par conséquent, plus de particules non désirées dans le concentré.

Une expression utilisée dans les cellules d'agitation mécanique en mode continu est celle de temps de séjour. L'expression est la suivante :

$$t = V_p / Q_{vp} \quad (3.5)$$

où :

t = Temps de séjour des particules (min^{-1})

V_p = Volume du récipient (mL)

Q_{vp} = Débit volumique de la pulpe (mL/min)

Cette expression indique que le temps de séjour total alloué aux particules dans une cellule de flottation est directement proportionnel au volume de la pulpe, mais inversement proportionnel au débit volumique de pulpe qu'on y alimente (Bouchard, 2001).

Dans une colonne de flottation conventionnelle, le temps de séjour alloué aux particules est le même que celui indiqué dans l'équation 3.2, mais avec la différence que le débit volumique de la pulpe change pour celui du rejet (Q_{VPR}). Ceci est en raison du fait que la vitesse des particules associées au débit du rejet est supérieure à la vitesse limite de la chute naturelle de ces particules dans la colonne (Bouchard, 2001). Par ailleurs, le volume du récipient (V_p) garde une proportion avec la hauteur de la zone de récupération et le diamètre de la colonne. Ceci indique que le pourcentage de métal récupéré et la hauteur de la colonne sont en relation directe.

3.8 Les appareils utilisés pour la flottation

De manière générale, deux types d'équipement permettent de faire flotter les particules : les cellules d'agitation mécanique et les colonnes de flottation. Dans la présente étude, nous

utilisons une cellule d'agitation mécanique et un type de colonne de flottation qui se nomme la colonne de flottation agitée.

Les deux appareils utilisés comportent trois entités principales. La première est un système à trois phases : la solution aqueuse, les solides et l'air. Dans l'ensemble, ce système est appelé pulpe aérée. La deuxième entité est la mousse qui contient les particules à récupérer et la troisième le mécanisme d'agitation. Dans la cellule, le mécanisme d'agitation est submergé et utilisé autant pour l'aération que pour l'agitation proprement dite. Dans la colonne de flottation agitée, le mécanisme d'agitation est fourni par un mélangeur statique attaché à des ailettes au centre de la colonne.

3.8.1 La cellule d'agitation mécanique

La figure 3.8 montre le schéma d'une cellule d'agitation mécanique en forme de cuve, nous indiquant le mécanisme d'agitation, l'introduction d'air, le soutirage de la mousse et le débordement du concentré, ainsi que les deux principaux ingrédients : la pulpe et les réactifs additionnés.

La cellule d'agitation mécanique est composée d'un réservoir muni d'une turbine entourée de chicanes dont une des fonctions est d'assurer l'homogénéité de la pulpe. L'air est alimenté dans le système par l'axe de la turbine et l'aération s'effectue de façon autonome, étant donné la rotation très rapide de la turbine qui produit une pression négative et aspire l'air. L'air qui est introduit dans le système est fortement dispersé dans la pulpe sous forme de fines bulles, ceci grâce à l'action de la turbine et des chicanes (Gosselin et coll. 1997).

Le concentré composé de la mousse chargée de particules hydrophobes est récupéré par débordement dans le haut de la cellule et recueilli dans un plateau utilisé à cette fin. Pour certains essais de laboratoire, une raclette d'écumage peut faciliter la récupération de la mousse. Pour les flottations opérées en continu, le rejet est soutiré à la base du réservoir.

La flottation en cellules, disposées en série pour former des bancs de cellules, peut aussi être effectuée à l'échelle industrielle.

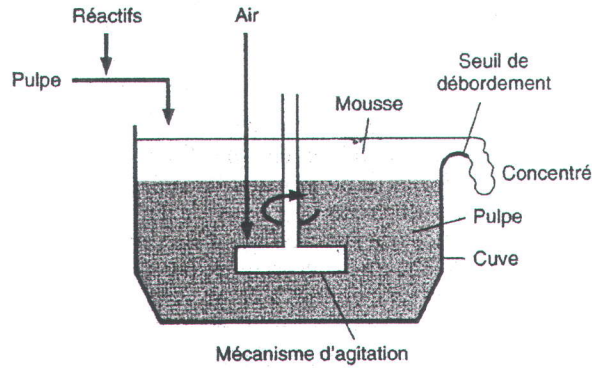


Fig. 3.8 Cellule d'agitation mécanique

La figure 3.9 montre les différentes zones produites dans une cellule d'agitation mécanique pendant la flottation, avec un mécanisme d'agitation submergé en profondeur. On différencie trois zones : la zone de mélange ou de turbulence, la zone de collection (ou flottation proprement dite) et la zone de production de mousse (ou d'écumage). Dans la zone de mélange près du mécanisme d'agitation, l'air aspiré est mis en contact avec le solide. Ensuite, le mélange obtenu est dirigé vers les parois latérales de la cuve. Ainsi, les agrégats stables formés montent à la zone de flottation, tandis que les agrégats instables sont recirculés vers la pulpe pour tenter un contact à nouveau. Il est important d'atteindre un équilibre entre le débit d'air aspiré et le débit de la pulpe recirculée dans la zone de mélange. S'il y a trop d'air, il y a possibilité de sédimentation des plus grosses particules et de formation d'une turbulence accrue dans la zone adjacente. S'il y a trop de pulpe recirculée dans la zone de mélange, il est possible qu'une turbulence accrue se produise dans la zone de collection et dans la zone d'écumage, ce qui cause une recirculation d'agrégats stables, donc la destruction d'une partie des agrégats déjà formés.

Dans la zone de collection, la lévitation des agrégats se produit jusqu'à la zone d'écumage. Les particules entraînées accidentellement dans la zone de collection retombent généralement dans la zone de mélange. La zone de collection est relativement calme par rapport à la zone de mélange (ou de turbulence), jusqu'à ce que les turbulences diminuent dans la partie inférieure de la zone d'écumage.

La zone d'écumage correspond à un volume de mousse d'une certaine épaisseur, dont la portion supérieure est évacuée de la cellule pour donner nom à ce qu'on appelle *le concentré*. Dans la zone d'écumage, la mousse doit être suffisamment perméable pour permettre le drainage de particules entraînées accidentellement.

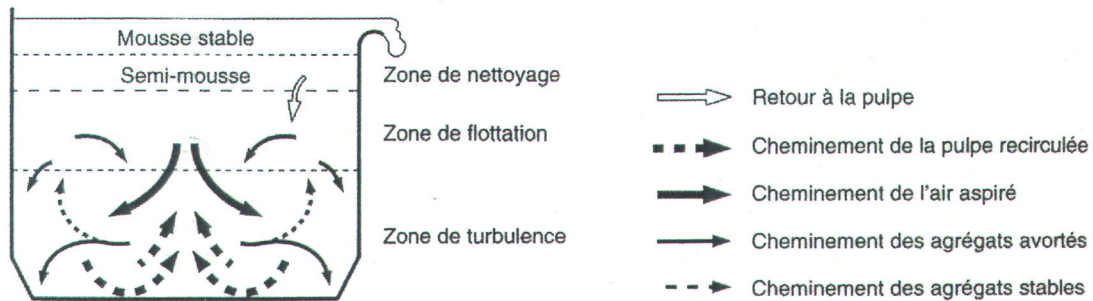


Fig. 3.9 Identification des zones dans la cellule d'agitation mécanique

La cellule d'agitation mécanique utilisée dans la présente étude est montrée à la figure 3.10. C'est une cellule de laboratoire type Denver subaérée dotée de plusieurs réservoirs (1, 2, 3 et 4 litres). La vitesse de rotation maximale de la turbine peut être visualisée dans le tachéomètre en haut de l'appareil et peut atteindre jusqu'à 2800 rpm. Du côté droit de l'appareil se trouve une valve qui peut être manipulée pour permettre l'entrée d'air de l'extérieur. On retrouve également un débitmètre d'air placé à cet endroit.

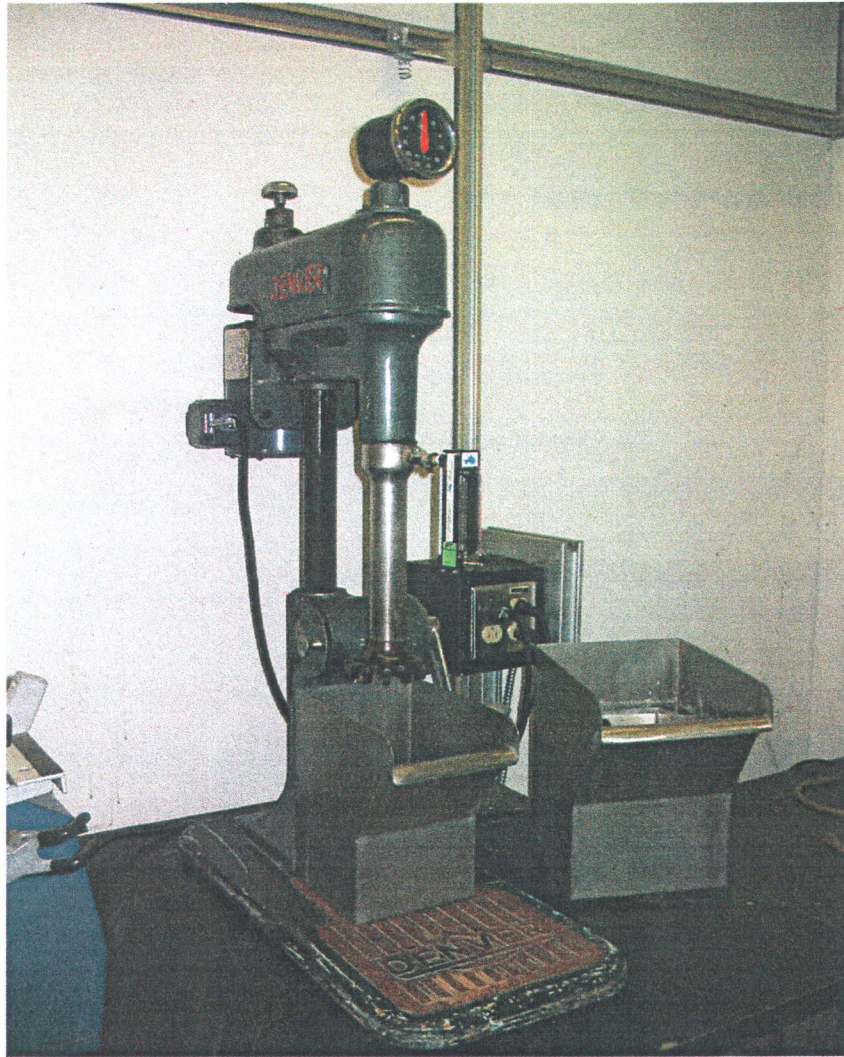


Fig. 3.10 Cellule d'agitation mécanique utilisée pendant la présente étude.

3.8.2 La colonne de flottation agitée

Il est important de développer de nouvelles techniques lorsqu'il s'agit de récupérer des particules fines de valeur dans le processus de flottation. L'utilisation d'une colonne de flottation agitée s'avère un pas important et novateur pour séparer les contaminants inorganiques et organiques d'une matrice sédimentaire hautement contaminée. Ceci implique l'utilisation d'une procédure minéralurgique particulière à des fins environnementales.

Dans une colonne de flottation conventionnelle, le contact passif et l'inhérente limitation inertielle des particules fines rendent difficile leur flottation. Les particules fines ont tendance à suivre la dynamique de flux autour de la bulle d'air à cause de leur petite masse et de leur faible inertie (voir figure 3.11 b). Étant donné la nature passive de cette interaction, de nombreuses particules fines et ultra-fines ne se récupèrent pas. Plusieurs auteurs (Ityokumbul et coll. 2000, Jamenson 1984, Fuerstenau 1980, Warren 1984, et Trahar 1981) ont indiqué la difficulté de récupérer des particules fines inférieures à 30 μm , et la possibilité de surmonter ce problème à partir de différents procédés de flottation. Ce fait nous a conduits à chercher, dans la colonne de flottation agitée, une autre possibilité pour récupérer et enlever les particules fines d'une matrice sédimentaire. Le but principal de l'agitation est de briser l'inhérente limitation inertielle de ces particules autour des bulles d'air. Selon Warren (1984), la trajectoire des lignes de flux autour de la bulle dépendra du nombre de Reynolds et de la viscosité du fluide. Pour un nombre de Reynolds plus grand que 40 et une pulpe non visqueuse, la possibilité de rencontre entre la particule fine et la bulle d'air est élevée.

Dans un flux turbulent, où le gradient de vitesse est très élevé, la collision entre les particules fines et les bulles peut se produire par un mécanisme de cisaillement qui fixe la bulle au centre d'oppositions autour des lignes de flux, permettant plus facilement la collision, tel qu'indiqué dans la figure 3.11 (a) (Jameson, 1984).

Dans le laboratoire, on a pu profiter des aspects géométriques de la colonne de flottation agitée et du flux continu de l'appareil. De même, on a pu contrôler de façon indépendante le débit d'entrée d'air, le diamètre des bulles d'air et la vitesse d'agitation à l'intérieur de la colonne. De plus, au moment de la flottation, des mesures de pH et de potentiel redox (Eh) ont été effectuées dans la zone de récupération de la colonne, à travers des orifices contrôlés par des bouchons blancs disposés le long de la colonne (voir figure 3.12).

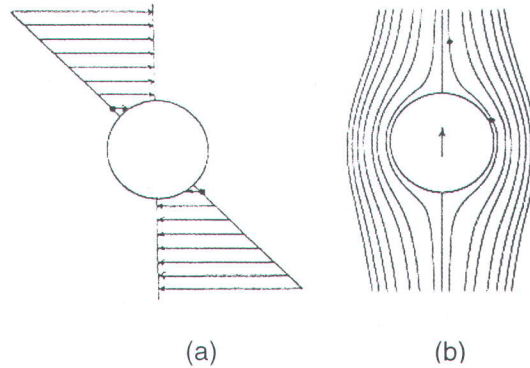


Fig. 3.11 (a) Collision produite par le cisaillement autour d'une bulle d'air (b) Contact passif et limitation inertielle des particules fines près de la bulle

Mentionnons également que la colonne de flottation agitée a presque les mêmes caractéristiques qu'une colonne de flottation conventionnelle, à la différence que la colonne agitée est utilisée pour fonctionner avec un mélangeur statique immergé à l'intérieur de l'appareil qui peut varier le taux d'agitation de 0 à 600 rpm. De plus, de très fines bulles d'air sont introduites à la base de la colonne de flottation. L'agitation du fluide et la distribution de l'air à l'intérieur de la colonne sont fournies par des ailettes attachées à l'axe, et placées au centre de la colonne. Ces ailettes sont distribuées proportionnellement tout le long de l'axe central.

Comme l'indique la figure 3.12, la colonne de flottation agitée est constituée d'un récipient de forme cylindrique dont la hauteur est beaucoup plus importante que la largeur. La dimension de la colonne est de 125 cm (hauteur) et de 10 cm (diamètre). La zone de nettoyage a une longueur de 35 cm et la zone de récupération de 90 cm. Un mélangeur statique et généralement un dispensateur d'eau de lavage sont placés en haut de la colonne, près de la zone de nettoyage. L'eau de lavage permet le nettoyage de la mousse, entraînant les particules indésirables afin d'assurer leur retour à la pulpe. Il est nécessaire d'indiquer que, pendant nos pratiques de flottation, le dispensateur d'eau de lavage n'a pas été utilisé afin d'optimiser le pourcentage de récupération des hydrocarbures pétroliers et des particules fines métalliques dans le concentré. De même, la colonne de flottation agitée est accompagnée d'un réservoir d'air comprimé connecté au réseau d'air à pression du laboratoire. Au-dessus du réservoir, un tachéomètre

indique la pression d'air et un débitmètre est fixé à la sortie du distributeur d'air comprimé. Deux pompes péristaltiques contribuent à l'équilibre du niveau de la pulpe dans la colonne et aident à contrôler le temps de séjour des particules. Lorsque le phénomène se produit, le concentré est recueilli dans la boîte en haut de la colonne et le rejet dans un récipient en bas de celle-ci.

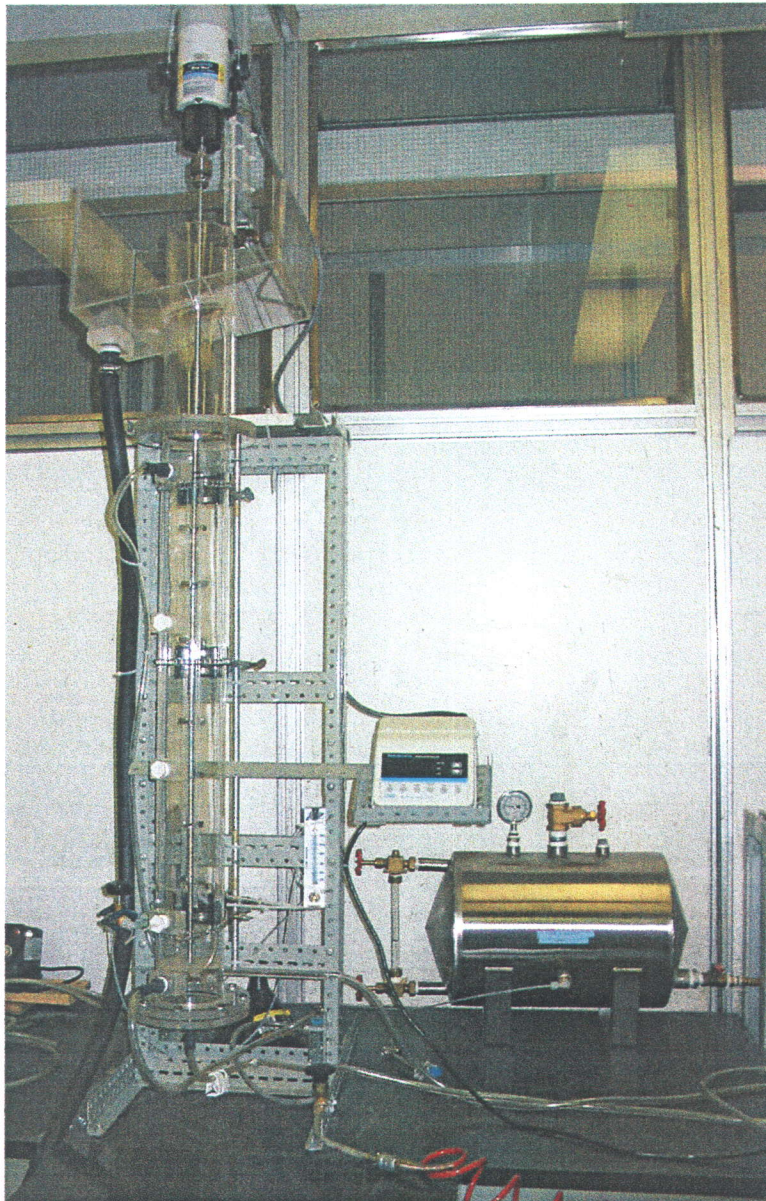
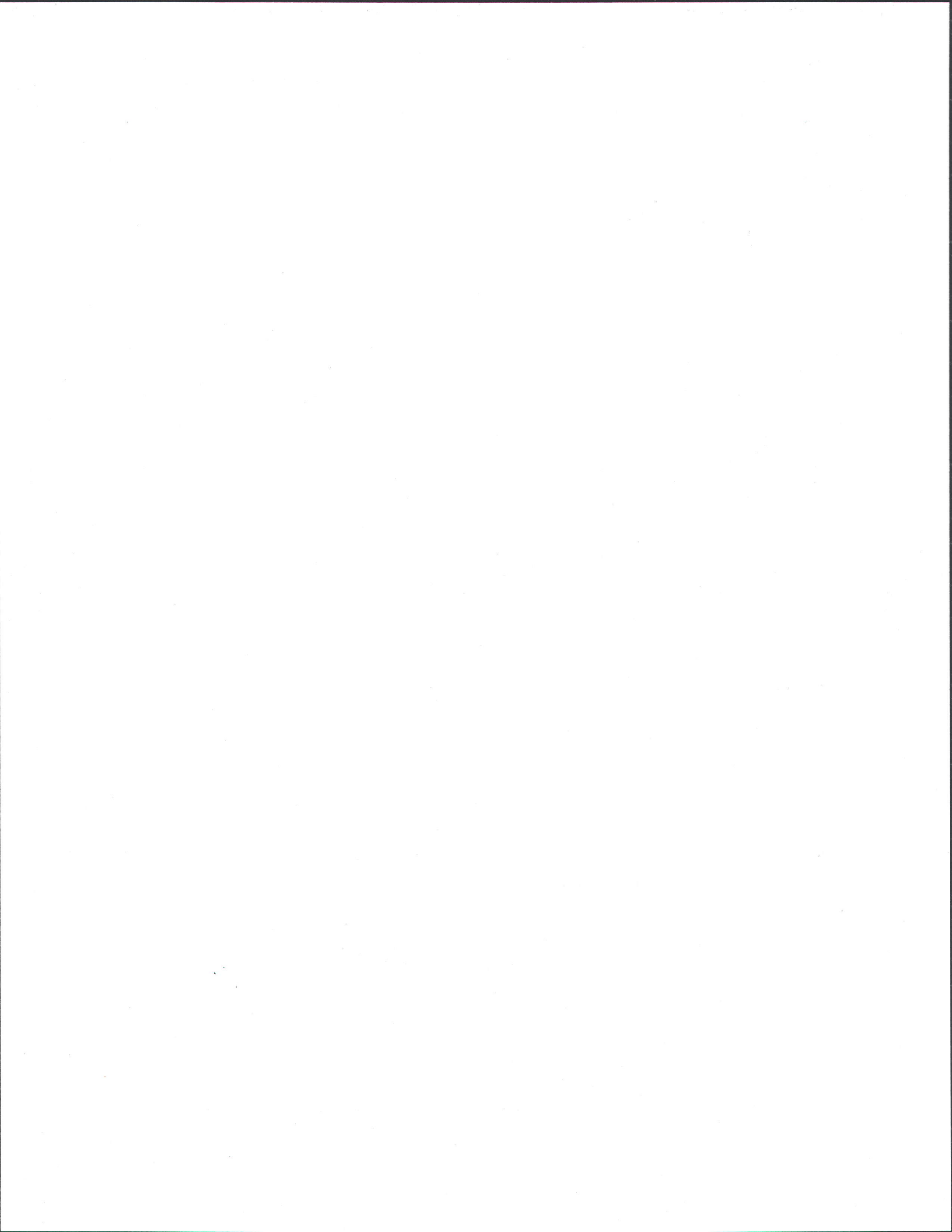


Fig. 3.12 La colonne agitée et l'ensemble des dispositifs utilisés pendant les pratiques de flottation



4. MÉTHODOLOGIE

La méthodologie suivie pendant la présente étude a débuté par une caractérisation minéralogique et chimique du sédiment. Cette étape a été suivie par des essais dans les deux appareils de flottation. Le support statistique aux essais de flottation a été mené à bien avec la méthode d'optimisation de Taguchi (1988). À la fin de ce chapitre, les principes de base de cette méthode sont présentés.

Le but de la caractérisation est de reconnaître les éléments inorganiques et organiques contaminants dans la matrice sédimentaire. Pour parvenir à notre but, on a effectué plusieurs approches techniques : des analyses granulométriques, des analyses des produits pétroliers liés aux particules du sédiment, des analyses quantitatives des éléments inorganiques et des analyses minéralogiques incluant une étude pétrographique du sédiment.

D'autre part, l'objectif des expériences dans les appareils de flottation est d'évaluer et d'optimiser la récupération et l'enlèvement de particules riches en cuivre. La méthodologie suivie commence avec le conditionnement de la pulpe sédimentaire et ensuite la préparation des réactifs à ajouter, la flottation elle-même, l'analyse granulométrique, la mesure de la perte au feu (PAF) et finalement les analyses chimiques.

Par ailleurs, la méthode statistique de Taguchi (1988) est un outil important qui aide à optimiser les résultats provenant des essais effectués. La méthode, basée sur la construction d'une matrice orthogonale à différents niveaux, permet entre autres choses d'identifier les conditions d'expérimentation permettant d'obtenir un résultat optimal.

4.1 Caractérisation du sédiment

La caractérisation du sédiment comprend : l'analyse granulo-chimique, l'analyse minéralogique, l'étude des phases porteuses en cuivre et l'évaluation de leur degré de libération.

4.1.1 Analyse granulométrique

L'analyse granulométrique est définie comme étant la séparation d'un ensemble de particules en fonction de leur taille afin d'obtenir des ensembles de particules appelées fractions granulométriques (Gosselin et coll. 1997). Dans un contexte environnemental, cette séparation est la première étape nous aidant à identifier les contaminants dans les différentes fractions granulométriques.

Dans le cadre de cette thèse, les analyses granulométriques ont été effectuées pour la matrice sédimentaire et pour la matrice sédimentaire libre d'hydrocarbures pétroliers. Les analyses granulométriques ont été réalisées afin d'évaluer l'influence des hydrocarbures par rapport à la taille des grains des particules solides.

Étant donné la finesse des sédiments, la caractérisation granulométrique a débuté par un tamisage humide (ouverture nominale de 25 μm), suivie d'un tamisage à sec. Les deux types de tamisage ont été réalisés autant pour la matrice sédimentaire que pour la matrice sédimentaire libre d'hydrocarbures pétroliers.

4.1.1.1 Les méthodes du tamisage humide et du tamisage à sec

La méthode du tamisage humide constitue un procédé communément utilisé dans l'industrie minière, lorsqu'il y a une présence importante de particules fines. La procédure du tamisage humide utilisée dans cette thèse consiste à déposer un échantillon contenant 250 à 300 grammes sur un tamis très fin, généralement de 25 μm , et ensuite à laver l'échantillon avec un jet d'eau. Les particules fines qui ne sont pas retenues par le tamis sont décantées, séchées à la température du laboratoire et récupérées pour les analyses chimiques. L'autre portion de l'échantillon retenue sur le tamis de 25 μm est séchée et peut alors subir la procédure de tamisage à sec. Cette procédure comprend l'empilement d'une série de tamis, le plus grossier se trouvant sur le dessus de la colonne et le plus fin en dessous. On place l'échantillon sur le tamis du haut, et la colonne entière est soumise à des vibrations. Finalement, toutes les fractions

retenues dans les différents tamis sont pesées séparément et transférées dans des contenants hermétiques. Ces fractions granulométriques sont ainsi prêts pour les analyses chimiques.

4.1.1.2 Détermination granulométrique par diffraction de rayons laser

La granulométrie par diffraction de rayons laser a été utilisée pour plusieurs échantillons obtenus de l'alimentation, du concentré et du rejet.

Le principe d'analyse granulométrique par diffraction de rayons laser consiste à laisser passer un faisceau ultrasonique de faible intensité à travers une cellule de verre contenant une suspension aqueuse de l'échantillon. Les rayons qui traversent la cellule génèrent un modèle de diffraction en fonction de la distribution des tailles de particules. Ce modèle est concentré vers un détecteur qui avec l'aide d'un logiciel, produit un spectre granulométrique de la taille des particules. Cette technique permet de mesurer le diamètre des particules comprises entre 0,1 et 1160 μm .

Il est à noter que les méthodes du tamisage humide et du tamisage à sec séparent les échantillons en différentes fractions de dimensions connues qui seront analysées ultérieurement. D'autre part, le granulomètre laser produit des résultats d'analyse granulométrique sans séparer l'échantillon. La granulométrie par diffraction de rayons laser a été effectuée avec l'appareil Analysette® 22, fabriqué par la compagnie Fritsch.

4.1.2 Délogement, extraction et quantification des produits pétroliers

Avant l'analyse granulométrique d'un échantillon libre d'hydrocarbures, il a été nécessaire de déloger, d'extraire et de quantifier les hydrocarbures pétroliers contenus dans le sédiment. Pour y parvenir, on a utilisé la méthode d'analyse et de dosage des hydrocarbures pétroliers, C₁₀-C₅₀ du Gouvernement du Québec (1997). Cette méthode gravimétrique a été adaptée par Koné (2003).

La méthode de délogement et d'extraction utilisée consiste à dissoudre les hydrocarbures dans l'eau à l'aide d'un surfactant. Ce dernier solubilise les produits organiques du sédiment et les maintient en suspension dans l'eau, en les empêchant de se déposer sur le sédiment. La pulpe

(mélange d'eau, de surfactant aerosol OT et de sédiment) est agitée dans une cellule de flottation mécanique pendant 20 minutes, à une vitesse de rotation de 2800 rpm. Une fois le lavage terminé, la pulpe est centrifugée dans des tubes de décantation pendant 20 minutes à 6000 rpm et rincée de 3 à 5 fois à l'eau propre, afin de séparer le sédiment des produits pétroliers. Le matériel lavé est recueilli et séché à la température du laboratoire (environ 22°C). Finalement, les échantillons sont prêts pour être quantifiés en mesurant par gravimétrie la concentration d'hydrocarbures pétroliers restant.

La méthode de la quantification des hydrocarbures pétroliers est basée sur l'extraction des hydrocarbures à l'aide de l'hexane, qui est un puissant solvant organique. En bref, la procédure se déroule comme suit : à 5 g de sédiment sec (M_s), on ajoute 1,5 g de gel de silice et 20 mL d'hexane (M_h). Le mélange est placé dans un bain à ultrason (puissance de 120 watts) pendant 20 minutes, ensuite installé dans un agitateur mécanique pendant 10 minutes et finalement centrifugé à 5000 rpm durant 20 minutes. Le surnageant est immédiatement prélevé (M_e) et évaporé sous une hotte à environ 22°C pendant 24 heures. Finalement, le résidu d'hydrocarbures (M_{HC}) est pesé et la concentration des hydrocarbures est déterminée selon le rapport suivant :

$$C_{HC} = \left(\frac{M_h \times M_{HC}}{M_e \times M_s} \right) \times 10^6 \quad (4.1)$$

où :

M_h = masse de l'hexane (g)

M_{HC} = masse du résidu d'hydrocarbures (g)

M_e = masse de l'extrait à évaporer (g)

M_s = masse de l'échantillon (g)

C_{HC} = Concentration des hydrocarbures (ppm)

4.1.3 Perte au feu (PAF) à 650°C et à 1025°C

La perte au feu à 650°C a été effectuée dans le but d'enlever les éléments organiques présents dans le sédiment et préparer les échantillons pour les analyses chimiques. La PAF à 1025°C a été réalisée avec l'objectif d'obtenir des informations sur la PAF totale et de vérifier la composition chimique de l'échantillon à $100 \pm 3 \%$.

La méthode utilisée pour déterminer la perte au feu est la suivante : d'abord, les creusets vides en céramique d'un volume de 15 mL sont pesés. Ensuite, les creusets contenant les échantillons sont également pesés et les résultats conservés. Le poids de l'échantillon est d'environ 1 g pour une PAF à 650°C et de 0,4 g pour une PAF à 1025°C. L'ensemble (creuset et échantillon) est déposé durant 2 heures dans le four en céramique, préalablement chauffé à 650°C ou à 1025°C. Par la suite, les échantillons sont sortis et immédiatement laissés refroidir dans un dessiccateur en verre à l'abri de l'humidité. L'ensemble est ensuite pesé de nouveau et la PAF est calculée par rapport à l'expression suivante :

$$PAF = [1 - ((A - B) / (C))] * 100 \quad (4.2)$$

Où:

A = Poids du creuset et de l'échantillon après la PAF (g)

B = Poids du creuset (g)

C = Poids de l'échantillon avant la PAF (g)

4.1.4 Dosage des éléments inorganiques par spectrophotométrie d'émission atomique au plasma à l'argon (ICP-AES)

L'analyse des éléments inorganiques par spectrophotométrie d'émission atomique au plasma à l'argon a permis de déterminer la concentration (ppm) dans le sédiment de plusieurs métaux comme le cuivre, le chrome, le zinc, le nickel, le plomb et le baryum. Cette technologie a

également aidé à identifier plusieurs éléments majeurs, exprimés ici en oxydes, comme l'oxyde de sodium (Na_2O), l'oxyde de manganèse (MnO), l'oxyde d'aluminium (Al_2O_3), etc.

Il est nécessaire de préparer les échantillons avant de les soumettre au spectrophotomètre d'émission atomique. Pour une information plus complète sur le mode de préparation de l'échantillon par fusion alcaline et dissolution acide, il faut se référer à Claisse Fluxy Instruction Manual (Corporation Scientifique Claisse inc., 1994). L'échantillon du sédiment pulvérisé (<70 μm) est mélangé au métaborate de lithium et au bromure de lithium. Le métaborate de lithium, à des températures entre 800 et 1000°C, agit comme un puissant fondant de l'échantillon. Le bromure de lithium, quant à lui, empêche les réactifs et l'échantillon de coller à la paroi du creuset de platine. La fusion est effectuée sur un fluxeur rotatif à haute température, et le produit qui en résulte est solubilisé dans un volume de 100 mL contenant un mélange d'acide nitrique (10 %) et d'acide chlorhydrique (0,5 %).

La solution obtenue est analysée par spectrophotométrie d'émission atomique au plasma inductif d'argon (ICP-AES optima 3000, fabriqué par Perkin-Elmer corp.). Dans l'appareil, le liquide est transformé en aérosol à l'aide d'une chambre de nébulisation et entraîné par un courant d'argon dans la partie centrale du plasma (ICP). Les ions et les complexes chimiques contenus dans l'échantillon sont atomisés, dissociés et excités dans le plasma, de telle sorte qu'ils émettent de l'énergie lumineuse à des longueurs d'onde qui leur sont spécifiques. Pour chaque élément à mesurer en émission atomique, il faut connaître la concentration d'une solution standard contenue dans une matrice similaire à l'échantillon devant être analysé. Les concentrations des éléments majeurs et des éléments traces sont ensuite déterminées par la comparaison entre les intensités lumineuses respectives et la solution standard.

4.1.5 Analyse minéralogique

Les échantillons ont été soumis à une analyse minéralogique afin d'identifier les principaux minéraux, les phases porteuses impliquant le cuivre et une évaluation de leur degré de libération. Pour parvenir au but de l'analyse, on a utilisé la microscopie optique, en lumière transmise ou

réfléchie (Leits Wetzlan, Ortholux Pol-BK) la microscopie électronique (Zeiss, EVO 50 séries SEM) et la diffraction des rayons X (Siemens, D 5000)

Le terme « phase porteuse » est attribué à la forme sous laquelle un contaminant inorganique se présente dans un échantillon de sol ou de sédiment. Le cuivre natif (Cu), la chalcopryrite (CuFeS_2), la covellite (CuS) et la cuprite (Cu_2O) sont des exemples de phases porteuses du cuivre à différents états d'oxydation. Par ailleurs, le degré de libération correspond à la présence d'un minéral donné en tant que particule libre dans un mélange de sols (Gosselin et coll. 1997).

Avant le processus de flottation, une vérification des échantillons s'est avérée importante. En premier lieu, il est nécessaire de déterminer la nature des contaminants inorganiques, par exemple s'ils se trouvent sous la forme de sulfures, d'oxydes, d'hydroxydes, etc., et en deuxième lieu, s'ils sont présents dans une phase minérale libre ou associés avec un autre minéral.

Lorsqu'un contaminant inorganique est complètement libre dans le sédiment, la masse volumique des particules est identique à celle du contaminant et ses propriétés de surface sont constantes. S'il est associé à un autre minéral comme la silice, la masse volumique des particules varie en fonction des proportions de chaque minéral présent et ses propriétés de surface ne sont pas constantes (Gosselin et coll. 1997). La vérification de ces deux aspects est utile et influence le processus de flottation. Finalement, on a utilisé une étude pétrographique de l'échantillon pour identifier les phases porteuses et estimer le degré de libération des principaux contaminants métalliques.

4.1.5.1 Étude pétrographique des sédiments

La pétrographie a permis d'identifier les phases minérales porteuses des éléments contaminants présents dans la matrice sédimentaire. Des sections polies (lames minces) ont été observées au microscope optique et électronique. Le microscope optique a permis d'identifier les phases porteuses à l'aide des critères tels que la couleur, la forme et la texture. Le degré de libération a pu être identifié par l'association ou l'indépendance de la phase minérale d'intérêt. Le microscope électronique à balayage nous a aidé à quantifier les minéraux d'intérêt.

4.2 Les essais de flottation

Les essais de flottation ont été effectués à l'aide d'une cellule d'agitation mécanique et d'une colonne de flottation agitée. Dans chacun de ces appareils, le but de l'expérimentation est d'optimiser le pourcentage de récupération et d'enlèvement des particules fines en cuivre. Cette optimisation repose en grande partie sur la méthode statistique de résolution de matrices orthogonales, développée par Taguchi (1988).

4.2.1 Les essais avec la cellule d'agitation mécanique

Dans cette série d'essais, la pulpe est d'abord conditionnée avant le processus de flottation, de façon à assurer une bonne efficacité de récupération des particules riches en cuivre. La procédure est la suivante : dans la cellule d'agitation, une portion de l'échantillon humide est mélangée avec de l'eau distillée pendant 5 minutes à 1900 rpm, afin de disperser les solides dans la pulpe et le reste des éléments composant la matrice contaminée, mais également dans le but d'homogénéiser tout le matériel dans l'eau. Les réactifs sont ensuite préparés et ajoutés à la pulpe. Lors de l'ajout du collecteur, ou de l'ensemble de collecteur et de l'agent moussant, la pulpe est mélangée pendant 5 minutes à une vitesse d'agitation déterminée, afin de permettre aux différentes réactions chimiques d'avoir lieu. Une fois la pulpe conditionnée, on permet à l'air d'entrer en fines bulles et le procédé de flottation commence. À la fin du processus de flottation, un échantillon de l'alimentation, du concentré et du rejet est prélevé et séché dans la hotte à la température du laboratoire. Ensuite, l'échantillon est préparé pour l'analyse granulométrique laser, la PAF à 650°C et à 1025°C et pour les analyses chimiques.

Pendant les expériences préliminaires, une attention particulière a été portée sur le choix du type de réactif pour l'optimisation des performances de récupération et d'enlèvement. On a d'abord expérimenté avec le collecteur, étant le réactif le plus important, et ensuite avec l'ensemble des deux réactifs : le collecteur et l'agent moussant.

Dans la cellule d'agitation mécanique et dans la colonne de flottation agitée, des approches expérimentales préliminaires ont été entreprises afin de bâtir un plan orthogonal d'expériences. L'approche que nous avons choisie d'utiliser est celle de la variation d'un ou de deux facteurs en même temps, pendant que les autres sont maintenus fixes. Cette approche expérimentale a également permis de sélectionner les variables optimales et leurs niveaux correspondants. Ensuite, la construction de la matrice orthogonale a été entreprise, basée sur la méthode statistique élaborée par Taguchi (1998). Cette dernière indique les conditions optimales de récupération et d'enlèvement des particules riches en cuivre contenues dans le sédiment contaminé. Finalement, plusieurs essais de validation ont confirmé ou infirmé les résultats obtenus dans des conditions optimales.

Des mesures du pH et du potentiel redox (Eh) ont été effectuées pendant presque tous les essais.

Dans la cellule d'agitation mécanique, la concentration optimale du collecteur a été déterminée en faisant un rapport entre les différentes concentrations du collecteur utilisées en fonction des pourcentages de récupération et d'enlèvement de cuivre obtenus. Il a aussi été important d'obtenir une courbe du pourcentage de récupération en fonction du temps de flottation. Cette courbe donne l'information sur les aspects cinétiques de récupération et du temps optimal de flottation des particules riches en cuivre.

Par ailleurs, il a été nécessaire d'évaluer l'activité du collecteur et de l'agent moussant par rapport à la récupération et à l'enlèvement d'autres contaminants comme le zinc, le nickel, le chrome, le plomb et le baryum.

On a profité de la mesure de la valeur de la PAF à 650°C pour établir un rapport entre les pourcentages de récupération et d'enlèvement de cuivre et ceux des éléments organiques de la matrice contaminée. Ceci est dans le but de connaître indirectement les performances de récupération et d'enlèvement des hydrocarbures pétroliers.

Mentionnons également qu'une analyse granulométrique obtenue d'un échantillon de l'alimentation, du concentré et du rejet s'est avérée importante pendant le processus de flottation. Ceci a permis d'identifier la taille des grains déplacés au concentré et au rejet et d'obtenir des

informations connexes de la limite de la taille des grains dans chacun des états de l'échantillon après la flottation.

4.2.2 Les essais avec la colonne de flottation agitée

On commence les essais dans la colonne de flottation agitée par la préparation de la pulpe dans la cellule d'agitation mécanique ou dans le réservoir de conditionnement. Pour des raisons d'expérimentation, les neuf expériences liées à la matrice orthogonale $L_9(3^4)$ ont été effectuées dans le réservoir de conditionnement (figure 4.2). Les autres pulpes, utilisées pendant la validation des résultats de la matrice orthogonale $L_9(3^4)$, ont été conditionnées dans la cellule d'agitation mécanique et ensuite versées dans le réservoir de conditionnement. Pour l'ensemble des essais, l'agent moussant a été ajouté au début du processus de flottation au moment où l'air entrainé sous la forme de fines bulles dans la colonne.

Un volume total de 18 litres de pulpe a été utilisé pour toutes les expériences de la matrice orthogonale $L_9(3^4)$ et les essais de validation de résultats. Différents poids de l'échantillon humide y ont été ajoutés pour finalement obtenir le pourcentage de solides requis dans la pulpe. Pour le conditionnement, le rotor de la cellule d'agitation mécanique a été réglé à une rotation de 2000 rpm pendant 10 minutes, et dans le réservoir de conditionnement à 1000 rpm durant 15 minutes. Une fois que la pulpe a été conditionnée et préparée, la colonne de flottation a été remplie jusqu'à un volume de 8 litres. Lorsqu'on est parvenu à ce volume, on a laissé entrer l'air en fines bulles et ensuite on a ajouté l'agent moussant au-dessus de la colonne et le procédé de flottation a commencé. Pendant le temps de flottation, un volume de 8 litres a été recueilli dans le rejet et de différents volumes ont été ramassés dans le concentré. Les deux pompes péristaltiques, une située devant l'entrée de l'alimentation et l'autre après la sortie du rejet, ont contribué à maintenir l'équilibre du niveau de la pulpe. De même, les débits des pompes d'entrée et de sortie ont été déterminés pour fixer le temps de résidence de la pulpe dans la colonne.

Une évaluation de la pression dans le réservoir d'air comprimé et des mesures du débit d'entrée d'air dans la colonne de flottation ont également été réalisées presque pour tous les essais. À la

fin de la flottation, un échantillon de l'alimentation, du concentré et du rejet ont été séchés dans la hotte à la température du laboratoire et ensuite préparés pour les analyses chimiques.

La figure 4.2 montre le schéma de l'appareillage utilisé pendant les essais de flottation. On observe d'abord le conditionnement de la pulpe dans la cellule d'agitation mécanique et/ou dans le réservoir de conditionnement, avant d'entrer dans la colonne de flottation. Au moment d'introduire l'alimentation dans la colonne, tous les appareils nécessaires à la production de fines bulles d'air ont été prêts : le réservoir d'air comprimé, le débitmètre, le diffuseur d'air et les valves d'admission et d'air. Le mélangeur statique immergé à l'intérieur de l'appareil a fonctionné à la vitesse indiquée pour chacune des expériences.

De la même façon que pour la cellule d'agitation mécanique, les analyses du cuivre et d'autres métaux comme le zinc, le nickel, le chrome, le plomb et le baryum ont été réalisées. Les mesures de la PAF à 650°C et à 1025°C ont été également effectuées.

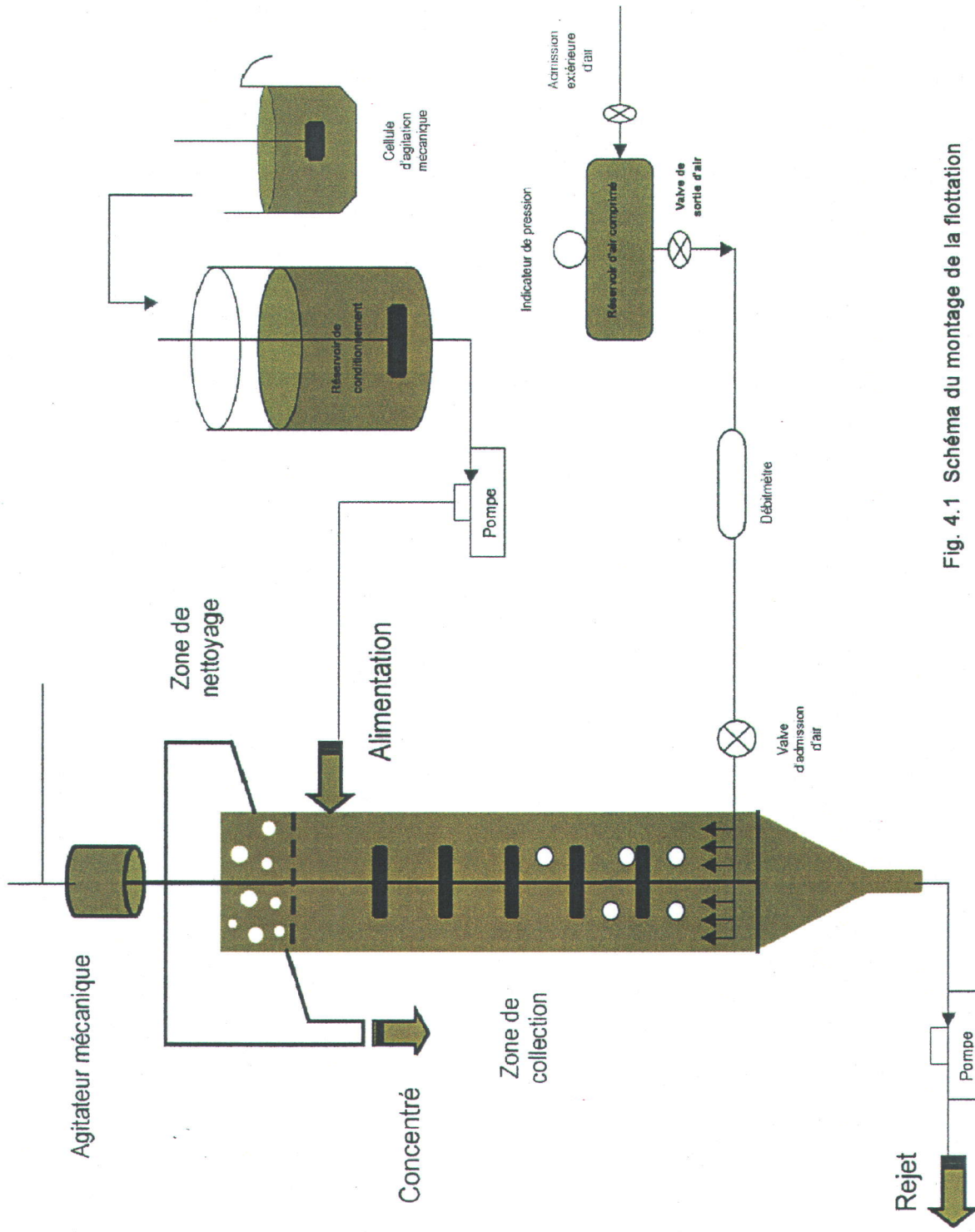


Fig. 4.1 Schéma du montage de la flottation en colonne agitée

4.3 La méthode statistique de Taguchi

La méthodologie utilisée pour l'analyse statistique des pratiques de flottation est celle développée par G. Taguchi. La méthode de Taguchi (1988) consiste à bâtir une matrice orthogonale en fonction d'un nombre de variables et de ses niveaux, pour identifier les conditions optimales d'expérimentation d'un ensemble d'essais effectués.

À partir des résultats d'un plan d'expériences, l'orthogonalité est la condition indispensable pour calculer les effets d'une variable indépendamment des autres variables. Une matrice est dite orthogonale si chacun des niveaux de chaque variable est combiné à chacun des niveaux des autres variables, et ce, un nombre égal de fois (Alexis, 1995). Par exemple, comme il est indiqué dans le tableau 4.1, dans une matrice simple composée de 4 expériences, 3 variables (A, B, et C) et 2 niveaux (1 et 2), lorsque la variable A est au niveau 1 (expérience 1 et 2) et au niveau 2 (essais 3 et 4), un rapport ordonné de la variable B de niveau 1 et 2 a lieu à la même fréquence par rapport à la variable A de niveau 1 et 2, c'est-à-dire que l'effet de B intervient avec le même poids sur la variable A. L'orthogonalité de cette matrice est également indiquée lorsque les quatre combinaisons (1,1), (1,2), (2,1), (2,2) des deux colonnes A et B ont lieu pour les colonnes B et C. Dans la mesure où dans un plan d'expériences toutes les combinaisons de variables respectent cette orthogonalité, il ne peut y avoir de mélange entre leurs variables. Cette caractéristique d'un plan d'expériences est fondamentale pour analyser correctement l'influence des niveaux des différentes variables, car il est possible d'effectuer des essais dans des conditions variées.

Ce rapport d'orthogonalité est extensif pour les matrices orthogonales indiquées dans l'annexe B.

Tableau 4.1 Matrice orthogonale $L_4(2^3)$

Exp.	Variables		
	A	B	C
1	1	1	1
2	1	2	2
3	2	1	2
4	2	2	1

La méthode de Taguchi (1988) permet d'évaluer l'influence de chacune des variables sur un phénomène en question, après avoir obtenu les résultats de développement de la matrice orthogonale, mais également de prédire et de déterminer les conditions optimales de performance des essais effectués.

D'abord, pour développer la méthode, il est important de fixer les objectifs à atteindre afin d'optimiser la récupération et l'enlèvement de cuivre. Ensuite, il est nécessaire de déterminer les variables contrôlables et leurs niveaux respectifs. Après, il est important de choisir l'ordre de la matrice orthogonale, amener à bien les expériences du plan factoriel, réaliser les analyses statistiques (moyenne, variance, etc.) et finalement valider les résultats dans les conditions optimales déterminées.

Pendant la présente étude, trois plans d'expériences orthogonaux ont été sélectionnés et sont indiqués dans les tableaux 4.2, 4.3 et 4.4. D'autres plans expérimentaux utilisés pour développer la méthode de Taguchi (1988) sont présentés à l'annexe B. Les matrices $L_9(3^3)$ et $L_{16}(4^5)$ ont été construites pour les essais réalisés avec la cellule d'agitation mécanique et la matrice $L_9(3^4)$ a été bâtie pour les expériences effectuées dans la colonne de flottation agitée. Les variables et les niveaux ont été choisis par rapport aux résultats des essais préliminaires dans chaque appareil et par rapport à la dimension de la matrice orthogonale.

Tableau 4.2 Plan expérimental pour la matrice orthogonale $L_9(3^3)$

	A	B	C
1	1	1	1
2	1	2	2
3	1	3	3
4	2	1	2
5	2	2	3
6	2	3	1
7	3	1	3
8	3	2	1
9	3	3	2

Tableau 4.3 Plan expérimental pour la matrice orthogonale $L_{16}(4^5)$

	A	B	C	D	E
1	1	1	1	1	1
2	1	2	2	2	2
3	1	3	3	3	3
4	1	4	4	4	4
5	2	1	2	3	4
6	2	2	1	4	3
7	2	3	4	1	2
8	2	4	3	2	1
9	3	1	3	4	2
10	3	2	4	3	1
11	3	3	1	2	4
12	3	4	2	1	3
13	4	1	4	2	3
14	4	2	3	1	4
15	4	3	2	4	1
16	4	4	1	3	2

Tableau 4.4 Plan expérimental pour la matrice orthogonale $L_9(3^4)$

	A	B	C	D
1	1	1	1	1
2	1	2	2	2
3	1	3	3	3
4	2	1	2	3
5	2	2	3	1
6	2	3	1	2
7	3	1	3	2
8	3	2	1	3
9	3	3	2	1

4.3.1 L'analyse statistique

Le point de départ de l'analyse statistique est le résultat de la récupération au concentré et de l'enlèvement obtenus pour chaque expérience composant la matrice orthogonale.

Selon Bouchard (2001), dans le domaine minéralurgique les critères de performance les plus importants que permettent de caractériser une concentration ou un procédé sont le rendement métal ou concentré et le rendement métal au rejet. Le pourcentage de récupération au concentré

est la proportion du métal contenue dans l'alimentation qui se rapporte au concentré. De même, le rendement métal au rejet est la proportion du métal contenue dans la l'alimentation que se rapporte au rejet. L'addition de ces deux paramètres permet un bilan en cuivre de 100 % par chaque expérience. La récupération au concentré et le résidu au rejet sont calculées par les équations 4.3 et 4.4 respectivement.

$$R_C = [(TCu_C * P_C) / (TCu_A * P_A)] * 100 \quad (4.3)$$

Où :

R_C = Récupération au concentré (%)

TCu_C = Concentration en cuivre dans le concentré (ppm)

TCu_A = Concentration en cuivre dans l'alimentation (ppm)

P_C = Poids du concentré (g)

P_A = Poids de l'alimentation (g)

$$R_R = [(TCu_R * P_R) / (TCu_A * P_A)] * 100 \quad (4.4)$$

Où :

R_R = Résidu au rejet (%)

TCu_C = Concentration en cuivre dans le rejet (ppm)

TCu_A = Concentration en cuivre dans l'alimentation (ppm)

P_R = Poids du rejet (g)

P_A = Poids de l'alimentation (g)

Dans le domaine environnemental, la qualité de la matrice décontaminée peut être indiquée selon le coefficient d'enlèvement. Le coefficient d'enlèvement mesure le pourcentage en cuivre qui est retiré de la matrice sédimentaire (Kone, 2002, Huppe 2001). L'expression de l'enlèvement est calculée de la façon suivante :

$$E = [1 - (TCuR * P_R / TCuA * P_A)] * 100 \quad (4.5)$$

Où :

E = Coefficient d'enlèvement (%)

$TCuR$ = Concentration en cuivre dans le rejet (ppm)

$TCuA$ = Concentration en cuivre dans l'alimentation (ppm)

P_R = Poids du rejet (g)

P_A = Poids de l'alimentation (g)

Les deux paramètres, R_C et E , sont très importants pour les expériences de flottation et sont la base des discussions des résultats présentés dans les chapitres 6 et 7.

Un outil statistique très important pour développer la matrice orthogonale de la méthode de Taguchi (1988) est la moyenne de la récupération au concentré et de l'enlèvement (\bar{E}), indiquée par l'expression suivante :

$$\bar{E} = \frac{1}{n} (\sum E_i) \quad (4.6)$$

Où :

E_i = Récupération ou enlèvement d'une expérience (i) donnée

n = Nombre d'expériences effectuées

4.3.2 Le degré de liberté d'une variable

Le nombre de degrés de liberté (f) indique la quantité d'information que l'on peut obtenir d'une observation. Plus on a de degrés de liberté, plus on peut obtenir d'information. Le nombre de degrés de liberté associés à une variable est le nombre de comparaisons nécessaires et suffisantes à l'étude de son effet. De manière générale, plus une variable possède de niveaux étudiés, plus il a de degrés de liberté. Également, plus nombreuses sont les comparaisons

nécessaires à son étude, et plus concise est l'information obtenue sur ses effets (Alexis, 1995). Mathématiquement, le nombre de degrés de liberté d'une matrice orthogonale est égal au nombre d'essais diminué d'une unité.

4.3.3 Contribution totale des variables de la matrice orthogonale $L_{16}(4^5)$

La contribution totale (S_T) est indiquée comme étant l'influence globale des variables et leurs niveaux respectifs sur les résultats de récupération et d'enlèvement. Elle est déterminée par l'expression suivante :

$$S_T = \sum_{i=1}^{16} (E_i - \bar{E})^2 \quad (4.7)$$

Où :

\bar{E} = Pourcentage moyen de récupération ou d'enlèvement

E_i = Récupération ou enlèvement d'une expérience (i) donnée

Si la valeur de S_T est élevée, l'influence des variables et leurs niveaux choisis peuvent être significatifs par rapport aux essais composant la matrice orthogonale. Au contraire, si la valeur de S_T est faible ou tend vers zéro, ceci indiquerait un effet négligeable des variables et leurs niveaux sur les résultats des essais de la matrice orthogonale. On indique que le nombre de degrés de liberté de S_T , est le nombre d'expériences réalisées moins 1, c'est-à-dire $f_T = 15$ pour la matrice orthogonale $L_{16}(4^5)$.

4.3.4 Contribution approximative des variables de la matrice orthogonale $L_{16}(4^5)$

L'influence approximative de la variable A, et ses niveaux respectifs, sur les résultats de l'ensemble des essais de la matrice orthogonale $L_{16}(4^5)$ est calculée selon l'équation 4.8.

$$S_A = \frac{1}{4} \left[\left(\sum_{i=1}^4 (E_i - \bar{E}) \right)^2 + \left(\sum_{i=5}^8 (E_i - \bar{E}) \right)^2 + \left(\sum_{i=9}^{12} (E_i - \bar{E}) \right)^2 + \left(\sum_{i=13}^{16} (E_i - \bar{E}) \right)^2 \right] \quad (4.8)$$

Le nombre 4 indique le nombre d'expériences qui ont été réalisées à chacun des niveaux. La tendance est la même que pour celle de la contribution totale (S_T) : si l'influence de la variable A et ses niveaux respectifs est négligeable, S_A tend vers zéro, et au contraire, si l'influence de la variable A est grande, la valeur de S_A sera alors élevée. Le calcul de l'influence des autres variables B, C, D et E est établi dans l'ordre des niveaux pour chaque variable dans la matrice orthogonale. Les équations pour S_B , S_C , S_D et S_E peuvent être consultée dans le rapport de Koné (2003). Pour chacune des variables, la valeur du degré de liberté est la différence du nombre d'expériences qui ont été réalisées pour chaque niveau moins l'unité, par exemple, pour S_A , $f_T = 4 - 1 = 3$, cette opération est la même pour les autres variables S_B , S_C , S_D et S_E .

4.3.5 Contribution des variables non considérées de la matrice orthogonale $L_{16}(4^5)$

La variation d'erreur (S_e) est calculée selon l'équation 4.9. Elle indique l'influence des variables non considérées dans la construction de la matrice orthogonale $L_{16}(4^5)$, ainsi que l'interaction entre les variables choisies.

$$S_e = S_T - \sum_A^E S_i \quad (4.9)$$

Dans cette équation, le terme S_T est le résultat obtenu de l'équation 4.7 et le deuxième terme est la somme des contributions de chacune des variables S_i . Le nombre de degrés de liberté de S_e (f_e) est la différence entre le degré de liberté de $S_T = 15$ et la somme des degrés de liberté des S_i . Il est calculé de la manière suivante :

$$S_e = S_T - (S_A + S_B + S_C + S_D + S_E)$$

$$S_e = 15 - (3+3+3+3+3)$$

$$S_e = 0$$

$$f_e = f_T - (f_A + f_B + f_C + f_D + f_E)$$

$$f_e = 15 - (3+3+3+3+3)$$

$$f_e = 0$$

Ceci indique que pour la matrice orthogonale $L_{16}(4^5)$, la variation d'erreur (S_e) et son degré de liberté sont nuls. Dans l'équation 4.10, un rapport entre S_e et son nombre de degrés de liberté f_e indique la variation d'erreur (V_e).

$$V_e = S_e / f_e \quad (4.10)$$

Étant donné que pour la matrice orthogonale $L_{16}(4^5)$ les valeurs de S_e et de f_e sont nulles, alors la valeur de V_e est indéterminé. De même, la valeur de V_e est indéterminée pour la matrice $L_9(3^4)$ analysée durant la présente étude, cependant pour la matrice orthogonale $L_9(3^3)$, les valeurs de S_e et f_e sont différentes de zéro. Cette différence existe en raison de la conception particulière de chacune des matrices orthogonales.

4.3.6 Contribution nette de chacune des variables de la matrice orthogonale $L_{16}(4^5)$

La contribution nette de la variable A est calculée par l'équation 4.11 et de façon similaire pour les variables B, C, D et E :

$$S'_A = S_A - (f_A * V_e) \quad (4.11)$$

Étant donné que la valeur de V_e est indéterminée pour la matrice orthogonale $L_{16}(4^5)$, alors la valeur approximative de A est égale à la valeur nette de la même variable, soit $S'_A = S_A$. Ce même rapport d'égalité, entre les valeurs de la contribution approximative des variables et la contribution nette de celles-ci, a été rapporté pour la matrice orthogonale $L_9(3^4)$, mais non pour la matrice $L_9(3^3)$.

La contribution nette des variables non considérées (S'_e) est calculée par l'équation suivante :

$$S'_e = S_T - \sum_{i=A}^E S'_i \quad (4.12)$$

$$S'_e = S_T - (S'_A + S'_B + S'_C + S'_D + S'_E)$$

$$S'_A = S_A - (f_A * V_e)$$

Si V_e est égal à zéro alors,

$$S'_e = S_T - (S_A + S_B + S_C + S_D + S_E)$$

$$S_e = S'_e = 0$$

4.3.7 Rapport en pourcentage de la contribution nette de chacune des variables de la matrice orthogonale $L_{16}(4^5)$

Le rapport en pourcentage de la contribution nette de la variable A est calculé par l'équation 4.13 et de façon similaire pour les variables B, C, D et E.

$$\rho_A = \left(\frac{S'_A}{S_T} \right) \times 100 \quad (4.13)$$

Le rapport en pourcentage de la contribution nette de l'erreur (e) est indiqué par l'équation suivante :

$$\rho_e = 100 - \left(\sum_{i=A}^E \rho_i \right) \quad (4.14)$$

4.3.8 L'effet des variables et les conditions optimales de la matrice orthogonale $L_{16}(4^5)$

L'analyse de l'effet factoriel permet d'établir les conditions optimales de récupération et d'enlèvement pour chacun des niveaux des variables étudiées. L'estimation de l'effet d'une variable (ou l'effet factoriel) nous amène à additionner la moyenne de la récupération ou de l'enlèvement à la moyenne des effets pour chaque niveau de la variable concernée (équation 4.15). L'effet factoriel indique une tendance, et il y a toujours une incertitude associée à chacune des valeurs calculées. La seule façon d'affirmer ou de nier les résultats obtenus de l'effet factoriel est par le biais de l'expérimentation. L'expression de l'effet de la variable A (niveau 1) de la matrice orthogonale $L_{16}(4^5)$ est donc la suivante :

$$\bar{A}_1 = \bar{E} + \left(\frac{\sum_{i=1}^4 (E_i - \bar{E})}{4} \right) \quad (4.15)$$

Les autres effets liés aux niveaux de la variable A (A_2 , A_3 , et A_4) se calculent de la même manière que pour l'équation 4.15, et ce même procédé est effectué pour les variables B, C, D et E.

Dans l'équation 4.15, le premier terme à droite est la moyenne de la récupération ou de l'enlèvement, et le deuxième est la moyenne des effets des quatre expériences liées au niveau 1.

Une fois que les résultats des effets de chaque variable par niveaux ont été obtenus, il est nécessaire de choisir le pourcentage le plus élevé par variable. L'ensemble des pourcentages les plus élevés indique la condition optimale d'expérimentation de la matrice orthogonale. C'est le point le plus important du procédé statistique qui peut nous amener à repenser le plan des expériences ou à décider de changer les variables ou les niveaux expérimentaux, de serrer ou

d'élargir l'écart entre les niveaux, etc. Ceci afin de bien performer et d'atteindre les objectifs d'expérimentation.

4.3.9 Prédiction des performances dans les conditions optimales

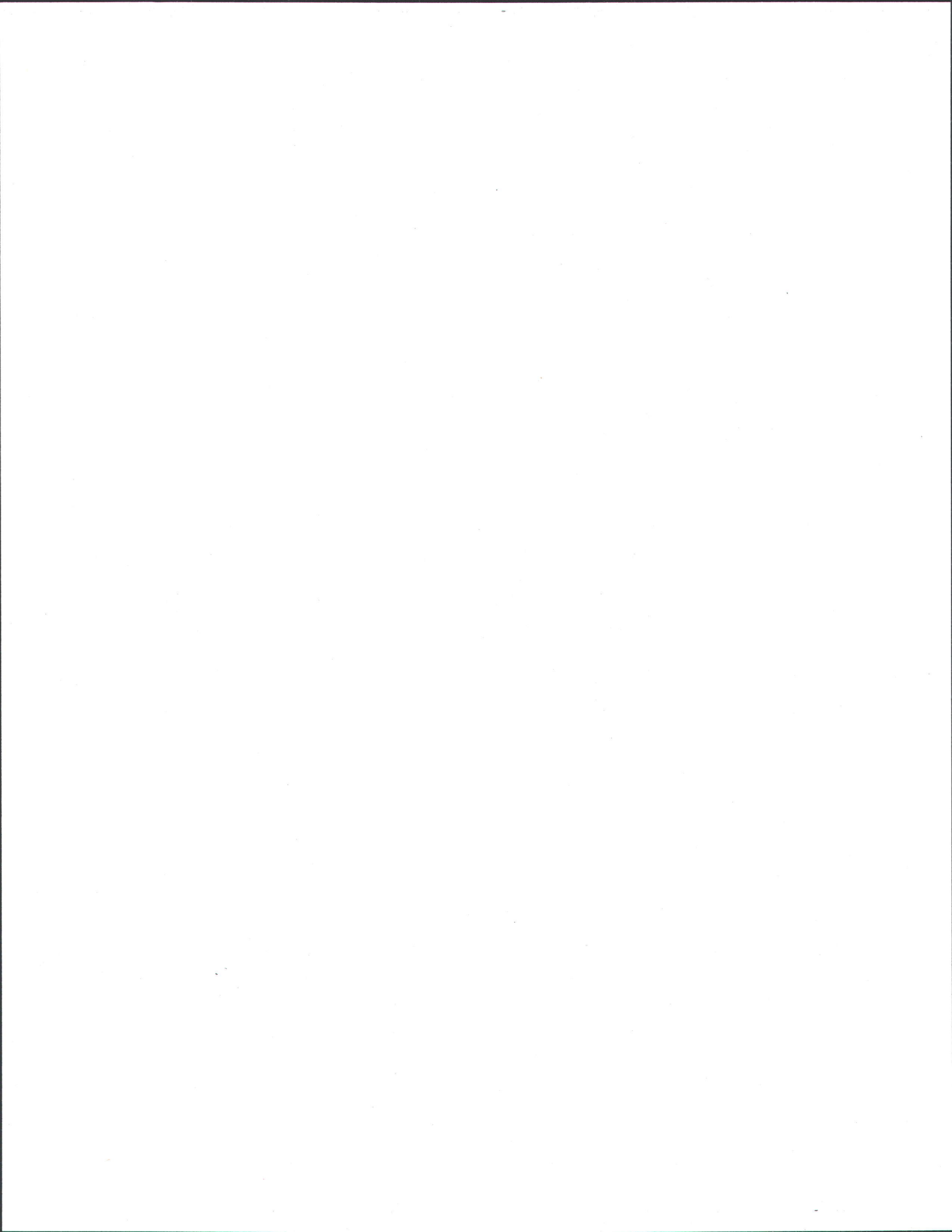
L'équation 4.16 permet de prévoir le pourcentage de récupération ou d'enlèvement (P) dans les conditions optimales déjà définies.

$$P = \bar{E} + \left((\bar{A}_1 - \bar{E}) + (\bar{B}_2 - \bar{E}) + (\bar{C}_3 - \bar{E}) + (\bar{D}_4 - \bar{E}) + (\bar{E}_5 - \bar{E}) \right) \quad (4.16)$$

Où : $\bar{A}_1, \bar{B}_2, \bar{C}_3, \bar{D}_4, \bar{E}_5$ sont les pourcentages les plus élevés par variable dans les conditions optimales que l'on retrouve dans l'équation 4.15.

4.3.10 Validation des résultats

La validation des résultats consiste à effectuer plusieurs essais, permettant de comparer les résultats obtenus dans la prévision théorique, calculée dans l'équation 4.16, et les résultats de la validation. Si ces derniers sont proches des résultats de la prévision théorique, la marge d'incertitude de la prédiction théorique est minimale, sinon il s'avère nécessaire de réaliser plusieurs expériences complémentaires ou d'effectuer un nouveau plan d'expériences.



5. PROBLÉMATIQUE DU SITE D'ÉCHANTILLONNAGE ET CARACTÉRISATION DU SÉDIMENT ÉTUDIÉ

5.1 Site d'échantillonnage

Les sédiments étudiés ont été échantillonnés dans la zone portuaire de Montréal-Est à proximité du quai 103, tel qu'indiqué par la flèche dans la figure 5.1. L'échantillonnage a été réalisé avec l'aide d'une grue à godet mécanique dotée d'une flèche de 30 mètres, ce qui a permis de couvrir la zone contaminée. Les sédiments prélevés par la grue ont été recueillis dans un grand bac, et disposés dans des barils de 250 litres à l'aide d'une rétrochargeuse. Ces barils ont été transportés jusqu'à la station d'essai du Consortium de Recherche en Minéralurgie (COREM) à Québec.



Fig. 5.1 Site d'échantillonnage à proximité du quai 103, port de Montréal
(Coordonnées : 45 ° 37' 26 45" N, 73 ° 29' 57 73" W)

Au COREM, les sédiments ont été tamisés à 65 mailles (212 µm) afin d'obtenir une fraction granulométrique adaptée à la flottation. Le passant de ce tamisage a finalement été emballé dans des sacs en plastique et déposé dans des récipients hermétiques à température de laboratoire (23°C) à l'abri de l'oxygène et de la lumière.

5.2 Problématique du site d'échantillonnage

La problématique environnementale du secteur du quai 103 du port de Montréal a ses origines dans le mouvement d'industrialisation de la fin du XIX^e siècle et du début du XX^e siècle au Québec. Plusieurs compagnies de raffinage de pétrole et de métallurgie se sont établies près du site de l'actuel secteur de la baie 103 du port de Montréal. À cette époque, les rejets de ces industries étaient versés directement dans le fleuve, sans aucune forme de traitement. Plus tard, en 1959, la construction de la voie maritime et la configuration des quais 102, 103, 104 et 105 se terminent, ce qui donne lieu à une modification des conditions naturelles de flux et crée une sorte de baie artificielle, provoquant une variation du courant et une accumulation de sédiments à cet endroit. En plus des rejets industriels, il y avait des déversements d'effluents du collecteur d'un réseau d'égouts de la ville de Montréal, mais également des eaux de ruissellement et des versements d'hydrocarbures à la suite d'accidents lors des activités de transbordement de navires (Forget et Lajeunesse, 2001).

Plus tard durant les années 60, la situation s'est aggravée au fur et à mesure que des entreprises telles que Gulf Canada, Noranda-Affinerie CCR, Pétrolière Shell Canada Limitée et Pétrolière Impériale se développent avec le temps. Pendant plusieurs décennies, ces entreprises ont versé des concentrations élevées d'hydrocarbures pétroliers, d'huiles, de graisses, de HAP (hydrocarbures aromatiques polycycliques), de BPC (biphényles polychlorés) et de métaux lourds comme le cuivre, le sélénium, le mercure, etc. (Forget et Lajeunesse, 2001).

Postérieurement, de 1988 à 1993, la définition d'un plan d'action ouvre le port à l'identification des principaux acteurs impliqués dans la problématique du secteur des quais 103 et 104. C'est à ce moment-là que la contamination des sédiments devient un enjeu important, et plusieurs

actions sont entreprises dans le cadre de « Saint-Laurent Vision 2000 et Zones Prioritaires d'Intervention (ZIP) ». Au cours de l'année 1994, un groupe de travail est formé pour donner suite à la question spécifique des sédiments contaminés du secteur 103 et 104. Ce groupe est formé par : Métallurgie Noranda-Affinerie CCR, Pétrolière Shell Canada Limitée, Pétrolière Impériale, la Société du Port de Montréal et Environnement Canada.

La suspension des activités de la Pétrolière Impériale est le résultat de la responsabilité acquise par ce comité de travail. Par ailleurs, Shell Canada et Noranda CCR installent des systèmes de traitement des rejets de leurs usines. L'administration de la ville de Montréal fait sa part dans l'aménagement du réseau d'égouts afin d'empêcher le déversement des eaux usées dans le fleuve. De façon similaire, des mesures ont été prises pour limiter l'activité portuaire dans ce secteur afin de ne pas risquer de remettre en suspension les sédiments contaminés (Forget et Lajeunesse, 2001).

Avant 1994, le mouvement des navires dans la baie du quai 103 provoquait une remise en suspension des sédiments contaminés, ce qui risquait de les disperser dans le fleuve. De plus, pendant les étés très chauds, même en l'absence de circulation maritime, l'activité bactérienne dans les sédiments produisait une remontée d'hydrocarbures à la surface du fleuve. Pour résoudre ce problème, il a été nécessaire de mettre en place des opérations de récupération, afin de minimiser la dispersion d'hydrocarbures dans le fleuve.

À la fin de l'année 1994, le groupe de travail a mandaté Géophysique GPR International Inc. pour effectuer une étude de caractérisation et de répartition spatiale des sédiments dans les baies situées de part et d'autre du quai 103. L'objectif était également d'établir des volumes précis de sédiments contaminés, pour évaluer ultérieurement les modes d'interventions possibles et leurs coûts (Géophysique GPR International inc., 1995).

La figure 5.2, réalisée par Géophysique GPR International inc., indique la distribution spatiale de la concentration en cuivre dans la baie 103. Dans sa distribution, on observe une concentration en cuivre de 13700 ppm (1,5 m de profondeur) au point B26. C'est ce secteur qui a été échantillonné dans le cadre de notre étude. La préparation des échantillons par Géophysique GPR International inc., a compris le séchage à 60°C, l'analyse de la fraction granulométrique

inférieure à 2 mm, la digestion à l'acide et le dosage par spectrophotométrie d'émission atomique au plasma à l'argon (ICP-AES).

En 2002, le groupe de restauration (Administration Portuaire de Montréal, Noranda, L'impériale et Shell) a convenu de développer le projet d'enlèvement de sédiments contaminés de la partie sud et nord du quai 103. Ce projet de restauration consiste à extraire par dragage 96 % des sédiments contaminés. Les sédiments du quai 103 seront asséchés, traités et enfouis au Québec et les sédiments du quai 104 sud seront biotraités en accord avec la réglementation en vigueur (Ministère de l'Environnement et de la Faune du Québec, direction des évaluations environnementales, 2004).

En 2003, dans le cadre du « 2e Symposium international sur les sédiments contaminés », un article en lien à la décontamination du port de Montréal a été édité. L'article a pour titre « La restauration des baies 103 et 104 du port de Montréal – Scénario d'intervention sélectionné » (Poirier S. et coll. 2003). Dans ce rapport, trois scénarios d'intervention ont été développés pour évaluer la meilleure méthode de restauration des sédiments contaminés. Des trois scénarios, un seul a été choisi, celui du dragage des sédiments suivi d'une gestion terrestre. Ce scénario prévoit le déploiement de mesures de mitigation et d'outils technologiques permettant la minimisation des impacts produits lors de dragage et de la remise en suspension d'une proportion non négligeable de sédiments. La gestion terrestre comprend l'assèchement des sédiments dans un bassin ou sur une surface d'assèchement. Une partie des sédiments de la baie 104 ($\pm 20000 \text{ m}^3$ *in situ*) seront biotraités tandis que ceux de la baie 103 ($\pm 21000 \text{ m}^3$ *in situ*) seront enfouis à l'intérieur d'une cellule à sécurité maximale hors site. La décision de choisir ce scénario a été basée sur les aspects suivants : la réduction élevée de la contamination dans le fleuve, le coût associé à l'intervention, la fiabilité technique mise en œuvre et la réduction des impacts environnementaux produits de la mise en chantier (le bruit, les odeurs, le transport des sédiments contaminés, la qualité de l'air et de l'eau, etc.).

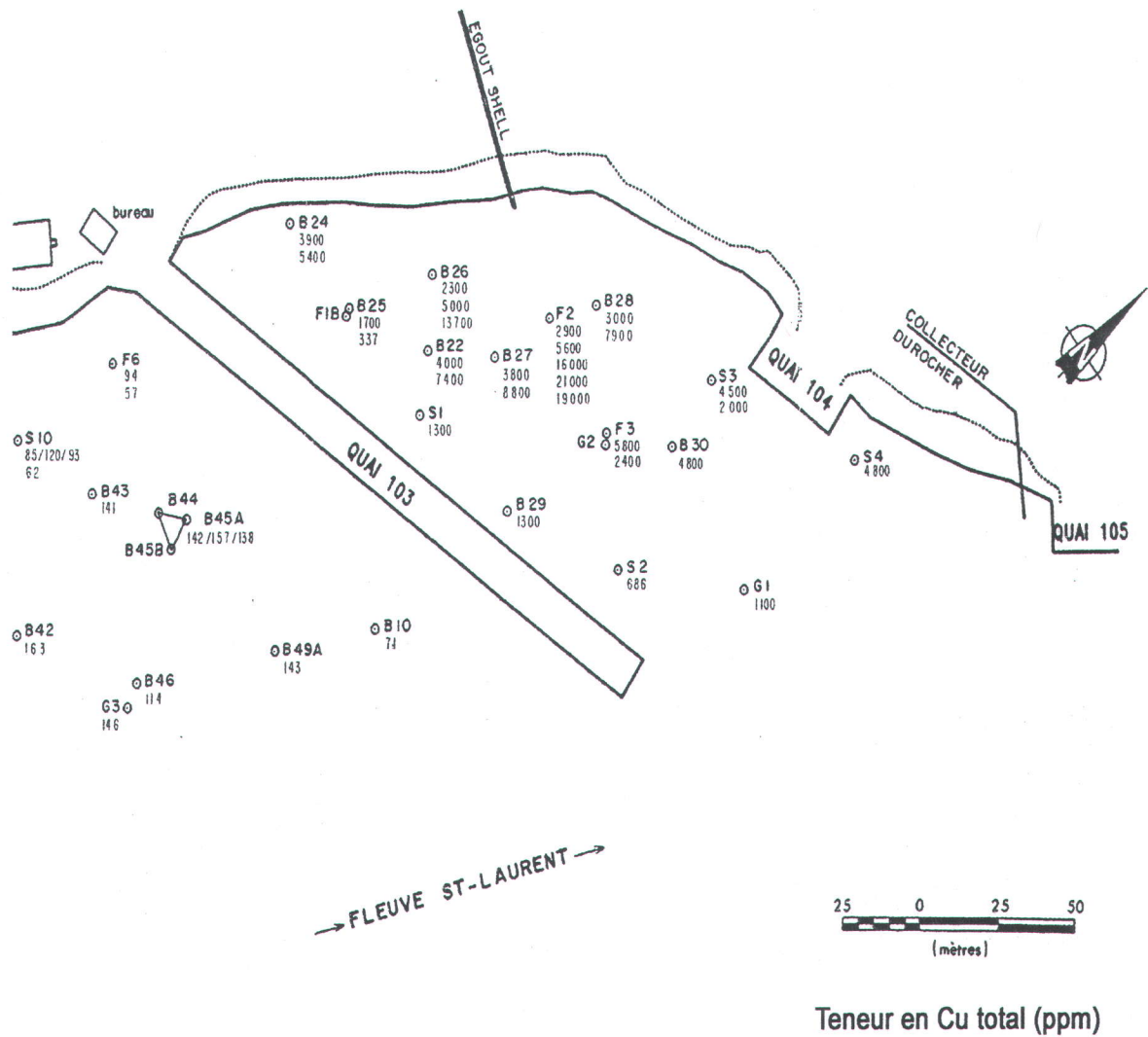


Fig. 5.2 Distribution du cuivre dans la baie du quai 103 du port de Montréal

(d'après le rapport de Géophysique GPR International inc.,)

5.3 Caractérisation du sédiment étudié

La caractérisation du sédiment est présentée en plusieurs parties. La première contient une brève description de l'aspect du sédiment, la deuxième, les résultats obtenus pendant l'analyse granulométrique et la troisième les résultats de la composition chimique de la matrice sédimentaire. Dans la quatrième et la cinquième partie, on a quantifié la concentration en cuivre

et la concentration de plusieurs contaminants métalliques. Dans la sixième partie, l'analyse minéralogique de l'échantillon est décrite, et finalement la dernière partie contient un résumé sur la caractérisation du sédiment.

5.3.1 Brève description de l'aspect du sédiment

Les sédiments prélevés au quai 103 sont composés d'une boue noirâtre à forte odeur d'hydrocarbures pétroliers. Leur consistance varie entre des textures argileuse, sablonneuse ou graveleuse, dépendamment de l'endroit ou de la profondeur où ils ont été collectés. Ces sédiments reposent sur des argiles, ou sur des silts argileux très denses (till) ou encore directement sur le roc. (Géophysique GPR international inc., 1995). Une fois que l'échantillon a été rapporté au laboratoire, son contenu en eau a été estimé varier entre 28 et 36 %.

5.3.2 Analyse granulométrique des échantillons SNEH et SEH

Comme il est déjà indiqué dans la section 5.1, les sédiments prélevés au quai 103 du port de Montréal ont été tamisés à 65 mailles (212 μm). Avec cette limite granulométrique inférieure à 212 μm déjà établie, deux échantillons de 427 g (sec 275 g) ont été prélevés du sédiment pour être soumis à un tamisage humide et à un tamisage à sec. Le premier échantillon duquel les hydrocarbures ont été enlevés a été nommé SEH et le deuxième duquel les hydrocarbures n'ont pas été enlevés SNEH. Le premier échantillon a été soumis au délogement et à l'enlèvement d'hydrocarbures et ensuite au tamisage humide et au tamisage à sec. Le deuxième échantillon correspond à la matrice sédimentaire d'origine et il a été soumis directement au tamisage humide et au tamisage à sec. Un duplicata a été sélectionné pour chaque échantillon.

Dix échantillons du sédiment ont été utilisés afin de déterminer le contenu en hydrocarbures. La méthode gravimétrique a été utilisée pour mesurer la concentration en hydrocarbures pétroliers (voir section 4.1.2). La concentration moyenne avant l'extraction était de 12961 ppm (moyenne obtenue avec un écart type de 404 ppm) et après l'extraction cette concentration chutait à 1844

ppm (écart type de 990 ppm). La procédure d'extraction réalisée a permis de diminuer jusqu'à 86 % des hydrocarbures et d'abaisser le niveau en dessous de 3500 mg/kg (critère C de la norme gouvernementale).

Le tableau 5.1 montre les résultats du tamisage humide et du tamisage à sec pour l'échantillon SNEH. Au premier rang, on retrouve la fraction la plus fine avec 34,2 % du matériel total, suivi au deuxième rang de la fraction 75 – 150 µm, avec un pourcentage massique de 27,7 %. Le troisième rang est occupé par la fraction 38 – 75 µm qui a retenu 17,3 % de la masse totale. On retrouve au quatrième rang la fraction 150 – 212 µm qui représente 13,2 % du contenu complet de l'échantillon. La fraction 25 – 38 µm occupe le cinquième rang avec un pourcentage massique de 6,2 %. Le dernier rang massique est représenté par la fraction supérieure à 212 µm, avec 1,4 % de la masse totale retenue.

Tableau 5.1 Distribution granulométrique de l'échantillon SNEH

Fraction µm	Masse retenue G	% Massique retenu %	Cumulatif passant %
> 212	4,2	1,4	98,6
150 - 212	39,1	13,2	85,4
75 - 150	82,6	27,7	57,7
38 - 75	51	17,3	40,4
25 - 38	18,1	6,2	34,2
< 25	101,2	34,2	0

Le tableau 5.2 indique les résultats du tamisage humide et du tamisage à sec pour l'échantillon SEH. On observe que la fraction massique la plus importante correspond à la fraction la plus fine (inférieure à 25 µm) qui contient un pourcentage massique de 46,4 %. Elle est suivie de la fraction 75 - 150 µm qui représente 25,5 % de la masse totale de l'échantillon et qui comprend la plus large plage granulométrique étudiée. Ensuite, deux fractions de 150 - 212 µm et 38 - 75 µm ont respectivement retenu des pourcentages similaires de 9,7 % et 12,7 %, malgré les différences d'écart entre leurs plages. La fraction 25 - 38 µm correspond à 4,2 % du matériel total, ayant la plus petite plage granulométrique. La fraction supérieure à 212 µm a retenu

seulement 1,5 % de la masse totale. Ce faible pourcentage est une conséquence du tamisage préliminaire effectué au COREM avec le tamis de 65 mailles.

Tableau 5.2 Distribution granulométrique de l'échantillon SEH

Fraction	Masse retenue	% massique retenu	% cumulatif passant
μm	g	%	%
> 212	4,3	1,5	98,5
150 – 212	26,4	9,7	88,8
75 – 150	69,2	25,5	63,3
38 – 75	34,3	12,7	50,6
25 – 38	11,1	4,2	46,4
< 25	125,6	46,4	0

L'histogramme granulométrique présenté à la figure 5.3 permet de mieux visualiser la différence du pourcentage massique entre les deux échantillons. Pour la tranche granulométrique inférieure à 25 μm , le SNEH présente un pourcentage massique de 34,2 %, et celui-ci monte jusqu'à 46,4 % pour le SEH. C'est-à-dire que durant le tamisage de la fraction inférieure à 25 μm de l'échantillon SNEH, le tamis de 25 μm a retenu 12,2 % de plus que le pourcentage massique de l'échantillon SEH. Par contre, pour le reste des fractions granulométriques, à l'exception de la fraction supérieure à 212 μm , le pourcentage massique du SNEH a été plus élevé que pour le SEH. En effet, le pourcentage massique du SNEH a été 4,6 % supérieur au pourcentage massique du SEH dans la fraction 75 – 38 μm . De façon similaire pour la fraction 150 – 212 μm , le pourcentage massique du SNEH a été supérieur de 3,5 % par rapport au SEH; alors que pour la tranche granulométrique comprise entre 150 – 75 μm , le pourcentage massique du SNEH a été de 2,2 % plus élevé que le SEH. Finalement, pour la fraction 25 – 38 μm , le pourcentage en masse du SNEH a été de 2 % supérieur à celle du SEH.

Il est important de souligner l'influence des hydrocarbures dans les résultats massiques des deux échantillons après le tamisage humide. Pour la fraction granulométrique inférieure à 25 μm du SNEH, la présence notée d'hydrocarbures pétroliers a empêché le tamisage de 12,2 % des particules fines.

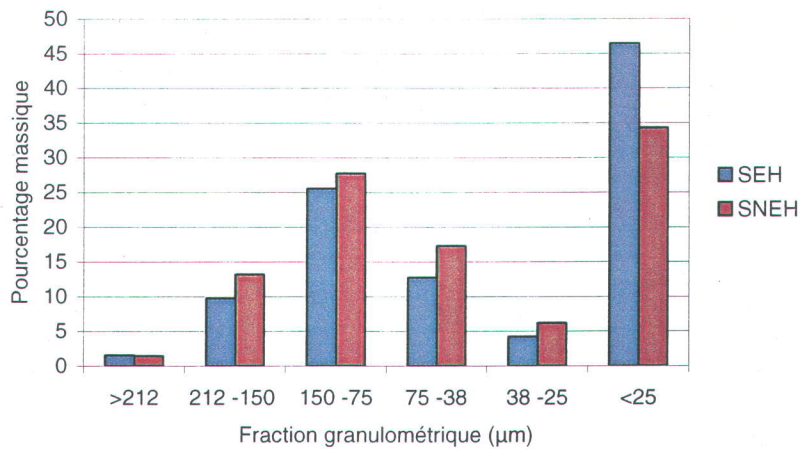


Fig. 5.3 Histogramme granulométrique comparatif entre l'échantillon SNEH et l'échantillon SEH

Il est possible que pour l'échantillon SNEH les particules fines (12,2 %) n'aient pas réussi à passer le tamis d'une ouverture de 25 μm, ces particules ayant formé des agglomérats entre elles ou avec les particules plus grandes, ceci ayant comme conséquence une augmentation du pourcentage massique pour les fractions comprises entre 25 μm et 212 μm.

La figure 5.4 présente les graphiques du pourcentage cumulé passant des deux échantillons étudiés. Dans ce graphique, on observe qu'au fur et à mesure que le diamètre des particules diminue, l'écart de séparation entre les deux courbes se fait plus grand.

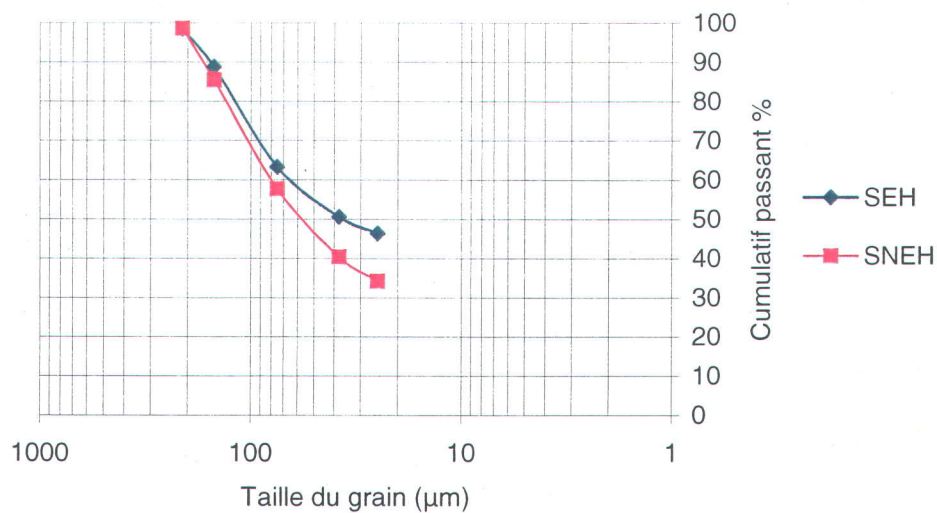


Fig. 5.4 Courbes granulométriques indiquant le cumulatif passant pour les échantillons SNEH et SEH

5.3.2.1 Concentrations des hydrocarbures pétroliers pour les échantillons SNEH et SEH en fonction des différentes fractions granulométriques

Les concentrations en hydrocarbures pétroliers ont été mesurées dans les fractions granulométriques des deux échantillons SNEH et SEH, avec l'aide de la méthode gravimétrique. Les résultats sont présentés au tableau 5.3.

Tableau 5.3 Concentrations des hydrocarbures pétroliers pour les échantillons SEH et SNEH en fonction des différentes fractions granulométriques

Fraction (µm)	Échantillon entier	< 25	25 - 38	38 - 75	75 - 150	150 - 212	Critère C
SEH (ppm)	1844	6209	567	218	N.D.	505,5	3500
SNEH (ppm)	12961	18837	658	830	354	155	3500

La figure 5.5 illustre la concentration en hydrocarbures par fractions granulométriques dans les deux types d'échantillons. Elle indique d'une façon claire que la concentration en hydrocarbures des deux échantillons est très élevée dans la fraction inférieure à 25 µm, par rapport aux autres fractions granulométriques composant chaque type d'échantillon. Près de 95 % des

hydrocarbures pétroliers sont donc concentrés dans la fraction inférieure à 25 μm , et ce dans les deux types d'échantillons.

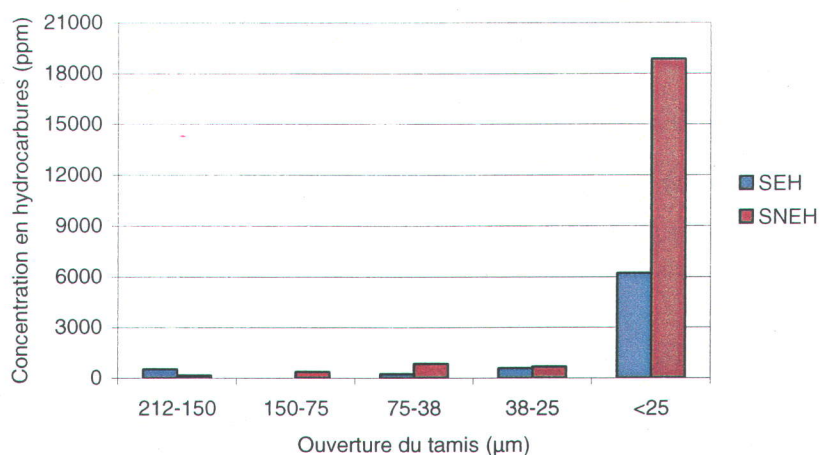


Fig. 5.5 Comparaison de la concentration d'hydrocarbures pétroliers entre les échantillons SNEH et SEH en fonction des différentes fractions granulométriques

De même, dans la fraction fine, on observe que la concentration d'hydrocarbures du SEH est à peu près le tiers de la concentration du SNEH. Une quantité non négligeable d'hydrocarbures pétroliers, soit 6209 ppm, reste dans la fraction fine du SEH. On constate également que seule la fraction inférieure à 25 μm dépasse le critère C (3500 ppm) dans les deux types d'échantillons.

5.3.3 Analyse de la composition chimique de la matrice sédimentaire

Les résultats de l'analyse chimique de la matrice sédimentaire sont présentés dans le tableau 5.4. Ce tableau indique les valeurs des éléments majeurs (SiO_2 , Al_2O_3 , CaO , Fe_2O_3 , K_2O , MgO , Na_2O , TiO_2 , P_2O_5 , MnO), du soufre (S) et de la perte au feu mesurée à 650°C et à 1025°C. Ces valeurs sont montrées pour un échantillon complet et par fractions granulométriques. Les éléments majeurs et le soufre ont été identifiés par spectrophotométrie d'émission atomique au plasma à l'argon, ICP-AES.

Avant de procéder à l'analyse chimique des éléments majeurs, du soufre et de la concentration des éléments métalliques, il a été nécessaire de placer l'échantillon au four à 650°C pendant

deux heures. Ceci dans le but d'enlever la matière organique présente dans le sédiment. Cette procédure a été suivie à cause de l'interférence que produisait une concentration élevée de matière organique, surtout des hydrocarbures pétroliers, durant le procédé de la fusion alcaline (voir le procédé dans la section 4.1.4). Une fois que la matière organique a été enlevée de l'échantillon, une partie de celui-ci a été séparée pour la fusion alcaline et ultérieurement pour l'analyse chimique. L'autre partie, quant à elle, a été placée au four pendant deux heures à 1025°C. Cette dernière mise au four a eu lieu pour obtenir un résultat complet de la perte au feu de l'échantillon.

Dans le tableau 5.4, on note que l'oxyde de silicium (SiO_2) représente le pourcentage le plus élevé des éléments majeurs. L'oxyde d'aluminium (Al_2O_3) correspond au second pourcentage massique de la matrice sédimentaire. Ensuite, l'oxyde de calcium (CaO) se situe au troisième rang et la quatrième position est occupée par l'oxyde de fer (Fe_2O_3).

Si l'on observe les résultats présentés dans le tableau 5.4, les pourcentages massiques de l'oxyde de silicium, d'aluminium, de calcium et de fer totalisent presque 85 % de l'échantillon complet et des fractions granulométriques. Ceci nous indique que les quatre éléments constituent la majorité de l'échantillon en masse étudiée. Le tableau 5.4 présente également la somme en pourcentage des éléments majeurs, du soufre, des éléments traces et de la perte au feu à 1025°C. Cette addition doit atteindre $100 \pm 3\%$ pour compléter et vérifier la qualité de l'analyse chimique.

Tableau 5.4 Résultats d'analyse chimique pour les éléments majeurs, le soufre, les éléments traces et la perte au feu à 650°C et à 1025°C

Éléments majeurs	Échantillon entier %	<25 µm %	25 - 38 µm %	38 - 75 µm %	75 - 150 µm %	150 - 212µm %	>212 µm %
SiO ₂	58,31	56,21	58,2	58,9	66,9	66,3	68,8
Al ₂ O ₃	12,67	13,02	10,5	11,8	12,8	12,2	10,8
CaO	7,65	7,74	8,9	7,3	6,0	4,9	4,3
Fe ₂ O ₃	5,84	5,79	5,2	5,9	5,2	4,0	3,4
K ₂ O	3,03	3,49	2,3	2,7	3,2	3,1	2,8
MgO	2,55	3,03	2,7	2,3	1,8	1,5	1,2
Na ₂ O	2,27	2,22	2,4	2,7	2,8	2,7	2,6
TiO ₂	0,72	0,71	0,7	0,8	0,8	0,5	0,5
P ₂ O ₅	0,66	0,85	0,9	0,6	0,3	0,1	0,2
S	0,56	0,68	0,4	0,3	0,3	0,2	0,1
MnO	0,01	0,01	0,11	0,10	0,08	0,07	0,1
Σ (%)	94,27	93,75	92,4	93,3	100,1	95,5	94,6
Éléments traces	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm
As	99,90	122,10	94,30	98,70	95,40	100,20	102,30
Ba	1754,70	2147,40	4142,00	2376,30	809,90	673,40	943,70
Cd	33,30	33,70	31,40	32,90	31,80	33,40	34,10
Co	16,6	16,80	15,70	24,30	15,90	16,70	17,10
Cr	812,20	979,30	287,20	269,40	184,60	187,20	276,30
Cu	12565,30	15108,90	10187,40	13854,30	14479,50	8987,20	11971,20
Ni	348,80	420,00	186,10	122,70	87,50	68,10	88,80
Sc	11,77	11,57	10,15	10,64	9,0800	7,9900	7,0700
Sr	420,00	359,00	451,30	437,00	409,10	386,00	366,40
V	105,40	101,70	85,60	94,80	78,50	71,40	60,90
Zn	698,90	946,50	320,40	320,40	329,50	124,00	153,90
Y	28,30	27,10	30,30	29,30	26,90	16,90	17,60
Zr	335,70	271,90	641,40	754,10	405,30	128,90	76,60
Pb	182,90	258,80	78,60	139,60	79,50	83,50	174,80
La	39,20	40,20	31,90	33,30	22,50	19,00	16,50
Σ (ppm)	17436,4	20845,0	16593,8	18597,7	17065,0	10903,9	14307,3
Σ (%)	1,74	2,08	1,66	1,86	1,70	1,09	1,43
PAF 1025°C	3,1	2,54	2,82	2,37	1,14	1,28	1,55
Σ Total (%)	99,11	98,37	96,88	97,53	102,94	97,87	97,58
PAF 650°C	11,0	12,7	7,8	5,6	5,0	5,0	4,8

En partie, les tendances observées dans le tableau 5.4 suggèrent que la silice (SiO₂) est le composant le plus abondant dans la fraction granulométrique >212 µm et que la proportion de minéraux argileux est maximale dans la fraction <25 µm. Ceci est d'autant plus important que la proportion de composés organiques augmente dans la fraction fine. En utilisant le logiciel Minlith

(U.S. Geological Survey, 1995), spécialement conçu pour traduire les résultats des analyses chimiques en la composition des minéraux sédimentaires, nous constatons que la fraction >212 µm contient 41 % de quartz, 33 % de feldspath, 12 % d'illite (argile), 0,35 % d'apatite et 12,5 % de carbonates. À l'opposé, la fraction granulométrique la plus fine montre la présence de seulement 25 % de quartz, 28 % de feldspath, 2 % d'apatite, mais fortement riche en illite (argile) de 21 % et en carbonates 22 %. Ceci montre que les argiles minéralogiques et les carbonates se concentrent davantage dans la fraction granulométrique <25 µm.

Le tableau 5.5 montre la répartition du pourcentage d'oxydes pour les différentes fractions granulométriques. On observe que la répartition la plus élevée en pourcentage d'oxydes correspond à la fraction granulométrique inférieure à 25 µm, suivie de la fraction entre 75 - 150 µm. L'ordre décroissant de la répartition en pourcentage d'oxydes est le suivant : la fraction entre 38 - 75 µm, 150 - 212 µm, 25 - 38 µm et finalement la fraction supérieure à 212 µm. Pour parvenir à ce résultat, on utilise le même procédé que pour la répartition du cuivre (voir section 5.3.4).

Tableau 5.5 Répartition en pourcentage d'oxydes des éléments majeurs pour les différentes fractions granulométriques

Fraction (µm)	<25	25 - 38	38 - 75	75 - 150	150 - 212	>212	
% massique	46,32	4,23	12,73	25,47	9,68	1,52	
	%	%	%	%	%	%	% total
SiO ₂	43,0	4,1	12,4	28,2	10,6	1,7	100
Al ₂ O ₃	48,0	3,5	11,9	25,8	9,4	1,3	100
CaO	51,5	5,4	13,3	22,0	6,8	0,9	99,9
Fe ₂ O ₃	49,7	4,1	13,8	24,3	7,1	1,0	100
K ₂ O	50,2	3,1	10,7	25,6	9,3	1,3	100,1
MgO	57,6	4,6	11,8	19,2	5,9	0,8	99,9
MnO	48,4	5,0	14,2	23,6	7,1	1,2	99,5
Na ₂ O	41,5	4,1	13,6	28,9	10,4	1,6	100,2
P ₂ O ₅	68,0	6,8	12,3	11,0	2,2	0,4	100,7
TiO ₂	45,8	4,1	14,9	27,5	6,8	1,0	100,1

5.3.3.1 Variables statistiques pour les éléments majeurs et plusieurs éléments métalliques dans la matrice sédimentaire

Le tableau 5.6 présente les données statistiques obtenues pour les 10 éléments majeurs, le soufre et plusieurs éléments métalliques. Ces résultats ont été obtenus à partir de l'analyse chimique des 23 échantillons utilisés pour les essais de flottation. Tout le matériel sédimentaire employé pour effectuer les essais a été déposé dans 12 contenants hermétiques. Deux aliquotes par contenant ont été utilisées afin d'obtenir les informations chimiques pour les analyses des expériences de flottation, autant que pour les analyses statistiques.

Le tableau 5.6 montre que les résultats obtenus pour la moyenne ne sont pas affectés par des valeurs extrêmes, en effet, le minimum et le maximum sont des valeurs qui se rapprochent de la moyenne. Pour la médiane, qui ne doit pas être affectée par des valeurs extrêmes, ces résultats indiquent une valeur près de la moyenne.

Tableau 5.6 Données statistiques des éléments majeurs, du soufre et des éléments métalliques

Item	Unité	Moyenne	Médiane	Écart-type	Minimum	Maximum
SiO ₂	%	58,31	58,67	2,03	52,80	60,94
Al ₂ O ₃	%	12,67	12,65	0,50	11,43	13,80
CaO	%	7,65	7,73	0,55	6,59	8,41
Fe ₂ O ₃	%	5,84	5,88	0,32	5,31	6,38
K ₂ O	%	3,03	3,12	0,33	2,28	3,48
MgO	%	2,55	2,59	0,14	2,31	2,72
MnO	%	0,01	0,01	0,00	0,009	0,010
Na ₂ O	%	2,27	2,25	0,19	1,96	2,72
P ₂ O ₅	%	0,66	0,67	0,06	0,54	0,80
S	%	0,56	0,58	0,05	0,44	0,67
TiO ₂	%	0,72	0,72	0,04	0,65	0,79
Cr	ppm	812	815	92	598	944
Cu	ppm	12565	12627	1345	10042	14636
Ni	ppm	348	341	78	247	651
Zn	ppm	698	700	80	515	818
Pb	ppm	182	175	27	136	231
Ba	ppm	1754	1710	136	1466	2182

Pour ce qui est des éléments majeurs, les données obtenues des échantillons sont près de la moyenne, indiquant une dispersion serrée par rapport à la courbe de distribution normale, ainsi qu'une faible valeur de l'écart type. En ce qui concerne les éléments métalliques, les données restent légèrement plus dispersées que dans le cas des éléments majeurs. Ceci implique que l'écart type soit plus grand.

5.3.3.2 Comparaison de la composition chimique entre la moyenne d'un sédiment et le sédiment de la présente étude

La composition moyenne d'un sédiment rapporté par Pettijohn (1957) est comparée aux résultats obtenus dans la présente étude. On note dans le tableau 5.4 une composition en Na₂O et en P₂O₅ plus élevée dans le sédiment étudié que dans le sédiment moyen présenté par Pettijohn (1957). Notons également que le sédiment étudié est plus riche en CaO en raison d'une proportion importante de carbonates. La composition des autres éléments majeurs du sédiment moyen, comparée au sédiment d'étude, est relativement équivalente.

Tableau 5.7 Comparaison des éléments majeurs entre un sédiment moyen et le sédiment étudié

Item	Sédiment moyen ¹	Sédiment étudié
	%	%
SiO ₂	57,95	58,31
Al ₂ O ₃	13,39	12,67
CaO	5,89	7,65
Fe ₂ O ₃	5,55	5,84
K ₂ O	2,86	3,03
MgO	2,65	2,55
MnO	N/D	0,01
Na ₂ O	1,13	2,27
P ₂ O ₅	0,13	0,66
S	0,54	0,56
TiO ₂	0,57	0,72
H ₂ O	3,23	N/D
CO ₂	5,38	N/D
C	0,66	N/D
PAF	N/D	3,1
Σ	99,93	97,48

¹ D'après Pettijohn, 1957

5.3.4. Les concentrations en cuivre et la répartition dans les différentes fractions granulométriques

Les différentes fractions granulométriques obtenues lors du tamisage humide et du tamisage à sec ont été soumises à l'analyse des concentrations en cuivre et identifiées par spectrophotométrie d'émission atomique au plasma à l'argon (ICP-AES). Notez que les échantillons utilisés ont été soumis à la PAF à 650°C avant l'étape de la fusion alcaline.

Le tableau 5.8 présente les résultats de l'analyse granulométrique combinés aux résultats de l'analyse du cuivre dans les différentes fractions granulométriques. Ce tableau comprend : le pourcentage massique, la concentration en cuivre, la masse pondérée et la répartition du cuivre dans les différentes fractions granulométriques. La masse pondérée représente la concentration en cuivre dans chaque fraction sur une base de 100 grammes d'échantillon. Celle-ci est calculée à partir de la concentration en cuivre et du pourcentage massique. La répartition du cuivre est obtenue à partir de la masse pondérée de chaque fraction, divisée par la somme des masses pondérées.

Notons également que dans la figure 5.6, la fraction la plus fine détient la répartition et la concentration en cuivre la plus élevée de toutes les fractions granulométriques. Le deuxième rang de la répartition et de la concentration en cuivre correspond à la fraction entre 75 et 150 μm . La répartition en cuivre de cette fraction constitue environ la moitié de la fraction inférieure à 25 μm , cependant la concentration est pratiquement la même que celle de la fraction <25 μm . Ensuite, la troisième place concerne la tranche entre 75 et 38 μm . Cette fraction est le quart de la fraction inférieure à 25 μm quant à la répartition en cuivre, et en ce qui a trait à sa concentration, la différence avec la fraction la plus fine est seulement de 8 % plus basse. Ensuite, la fraction entre 150 et 212 μm occupe le quatrième rang en relation à la répartition en cuivre, mais la concentration en cuivre occupe la dernière place. Cette fraction représente 6,2 % de la répartition en cuivre et compose 60 % de sa concentration par rapport à la fraction inférieure à 25 μm . Pour ce qui est de la fraction entre 38 et 25 μm , la répartition autant que la concentration en cuivre sont placées au cinquième rang. La répartition en cuivre est seulement de 3 % pour cette

fraction, néanmoins la concentration continue d'être élevée et constitue 67 % par rapport à la fraction la plus fine. En relation à la fraction supérieure à 212 μm , le dernier et le quatrième rang correspondent respectivement à la répartition et à la concentration en cuivre. Cette fraction représente seulement 1,3 % de la répartition en cuivre et correspond à 79 % de la concentration par rapport à la fraction la plus fine.

Il est nécessaire de se rappeler que les sédiments prélevés au quai 103 du port de Montréal ont été tamisés sur 65 mailles (212 μm). En conséquence, on ne pourrait s'attendre à un pourcentage massique supérieur sur ce tamis, ce qui influence la répartition en cuivre et non la concentration. Il est à noter que le résultat de la répartition en cuivre dépend du pourcentage massique et de la concentration.

Les résultats du tableau 5.8 sont illustrés à la figure 5.6. On observe sur cette figure que pour une fraction donnée, une teneur en cuivre élevée ne signifie pas nécessairement un pourcentage de répartition élevé. Par exemple, on observe que pour la fraction comprenant les particules inférieures à 25 μm et celle couvrant l'intervalle entre 75 et 150 μm , la concentration en cuivre est similaire (15000 ppm), cependant leur pourcentage en répartition (50 % versus 26 %) dénote une importante différence.

Tableau 5.8 Répartition du cuivre dans six fractions granulométriques

Fraction μm	Pourcentage massique %	Concentration en Cu ppm	Masse pondérée mg/100 g	Répartition en Cu %
>212	1,52	11971	18,19	1,3
212 -150	9,68	8987	86,99	6,24
150 -75	25,47	14480	368,8	26,47
75 -38	12,73	13854	176,36	12,65
38 -25	4,23	10187	43,09	3,09
<25	46,32	15109	699,84	50,23
	Σ 100		Σ 1393,27	Σ 100

Il est également à noter que la teneur en cuivre la moins élevée obtenue dans les diverses tranches granulométriques est environ de 9000 ppm. Cette valeur est encore très élevée par rapport aux critères C (500 ppm) et D (2500 ppm) établis par le Ministère de l'Environnement et de la Faune du Québec (2003), et l'on doit en tenir compte pour les analyses et la discussion dans le présent travail.

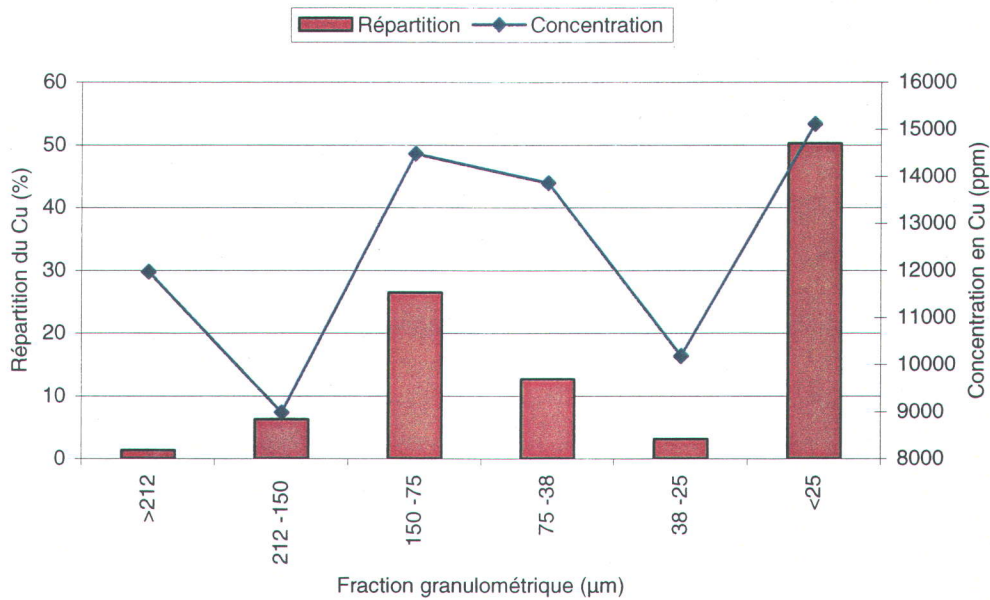


Fig. 5.6 Répartition et concentration du cuivre en fonction des différentes fractions granulométriques

5.3.5 Les concentrations en cuivre et de plusieurs autres contaminants métalliques

Le tableau 5.9 montre les concentrations en cuivre et de plusieurs autres contaminants métalliques présents dans le sédiment. Ces résultats sont indiqués par fractions granulométriques et pour un échantillon complet de la matrice sédimentaire. Cet échantillon a été analysé par spectrophotométrie d'émission atomique au plasma à l'argon (ICP-AES). La concentration de ces éléments métalliques est comparée aux critères génériques spécifiques B et C, établis par le Ministère de l'Environnement et de la Faune du Québec (2003).

Dans le tableau 5.9 et la figure 5.7, on observe que la concentration en cuivre dépasse de loin les critères B et C et ce pour toutes les tranches granulométriques, ainsi que pour l'échantillon complet. Les concentrations les plus élevées en cuivre se trouvent dans les fractions suivantes : la fraction inférieure à 25 µm, la fraction entre 38 - 75 µm et la fraction entre 75 - 150 µm. La concentration des autres fractions granulométriques s'éloigne peu de ces fractions, à l'exception de la fraction 212 - 150 µm. Ceci nous indique l'abondance en cuivre dans toutes les fractions granulométriques, même dans la fraction supérieure à 212 µm, celle-ci ayant le pourcentage massique le plus bas, soit de 1,52 %.

Dans toutes les fractions granulométriques, la concentration en nickel n'excède pas le critère C, mais quelques-unes dépassent le critère B. En effet, la tranche granulométrique inférieure à 25 µm, ainsi que les fractions comprises entre 25 - 38 µm et 38 - 75 µm surpassent le critère B. L'échantillon complet dépasse également le critère B pour le nickel, mais n'excède pas le critère C.

Pour ce qui est de la concentration en zinc, toutes les tranches granulométriques et l'échantillon complet n'excèdent pas le critère C, cependant la fraction fine inférieure à 25 µm, ainsi que l'échantillon complet montrent des concentrations supérieures au critère B. Les autres fractions quant à elles, restent en dessous de ce critère.

Par ailleurs, la concentration en plomb reste en dessous des critères B et C dans toutes les fractions granulométriques et dans l'échantillon complet. La fraction <25 µm est toutefois enrichie en Pb.

Tableau 5.9 La concentration du cuivre et de plusieurs métaux contaminants

Fraction (µm)	<25	25 - 38	38 - 75	75 - 150	150 - 212	>212	Échantillon	Critère B	Critère C
% massique	46,32	4,23	12,73	25,47	9,68	1,52	entier		
	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm
Cu	15109	10187	13854	14480	8987	11971	12565	100	500
Ni	420	186	123	87	68	89	348	100	500
Zn	947	320	332	330	124	154	698	500	1500
Pb	259	78.6	140	79.5	83.5	175	182	500	1000
Cr	979	287	269	185	187	276	812	250	800
Ba	2147	4142	2376	810	673	944	1754	500	2000

Par rapport à la concentration en chrome, la fraction inférieure à 25 µm et l'échantillon complet dépassent le critère C. Les autres fractions restent en dessous de ce critère. Le critère B est dépassé par la concentration en chrome dans toutes les fractions granulométriques à l'exception de deux fractions : les fractions entre 75 -150 µm et 150 - 212 µm.

Finalement, la concentration en baryum est placée au-dessus du critère B pour toutes les fractions granulométriques et pour l'échantillon complet. La fraction inférieure à 25 µm, la fraction entre 25 - 38 µm et la fraction entre 38 - 75 µm surpassent le critère C. Les autres fractions et l'échantillon complet sont situés en dessous de ce critère.

La figure 5.7 illustre également la concentration des éléments métalliques contaminants par fractions granulométriques comparée au critère C. On observe que dans la plage granulométrique entre 25 et 75 µm, le cuivre et le baryum sont les éléments qui dépassent le plus la réglementation établie par le Ministère de l'Environnement et de la Faune du Québec (2003). Le chrome dépasse le critère C dans la fraction inférieure à 25 µm, tandis que le cuivre le dépasse dans toutes les tranches granulométriques.

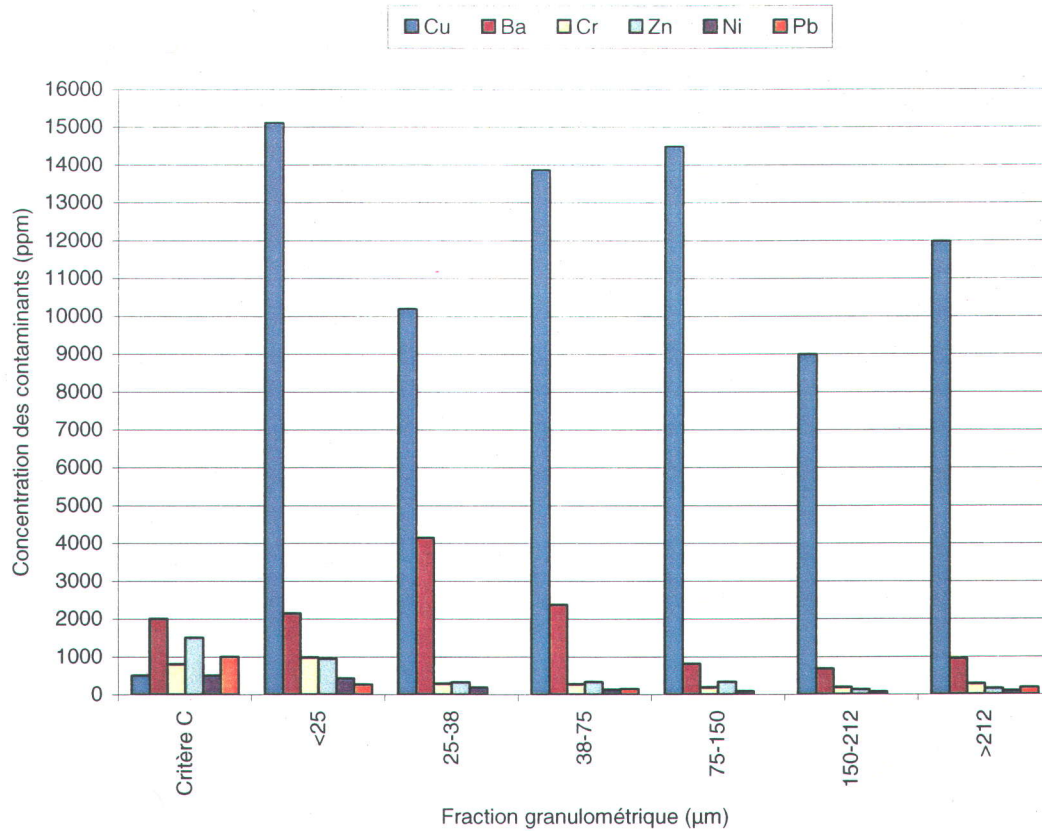


Fig. 5.7 Concentrations de plusieurs contaminants métalliques dans les différentes fractions granulométriques, comparées au critère C

La figure 5.8 montre la répartition en pourcentage des contaminants métalliques. La fraction la plus fine contient la concentration la plus élevée en contaminants, suivie de la fraction 75 - 150 μm et ensuite de la fraction 38 - 75 μm . La concentration de ces fractions totalise, pour chacun des éléments métalliques, environ 85 à 95 % du pourcentage total.

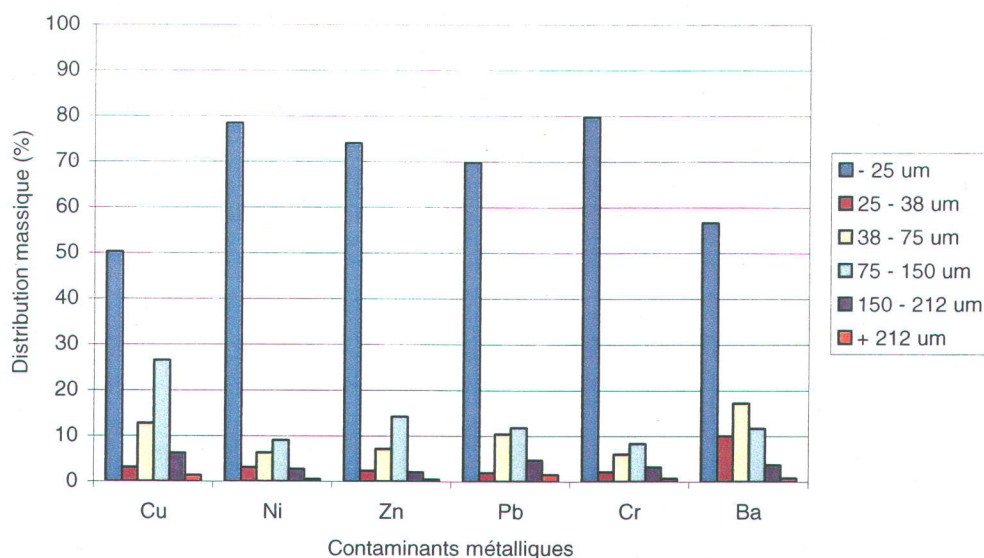


Fig. 5.8 Répartition des contaminants métalliques pour les différentes fractions granulométriques du sédiment

5.3.5.1 Comparaison entre les concentrations des contaminants métalliques de l'étude actuelle et les concentrations de fond indiquées par la réglementation

Le tableau 5.10 présente une comparaison des contaminants métalliques entre la concentration de fond (bruit de fond naturel) énoncée par la réglementation (Ministère de l'Environnement et de Faune du Québec, 2003) et la concentration du sédiment étudié. La concentration de fond correspond à un sédiment naturel pré-anthropique non contaminé, sans aucun effet chronique ou aigu sur les organismes benthiques et sur la qualité de l'eau. Elle permet de dépister les sédiments contaminés et la présence de nouvelles sources de contamination dans l'environnement aquatique (Environnement Canada, Centre Saint-Laurent et le Ministère de l'Environnement du Québec, 1992). Cette concentration de fond correspond à celle de la province géologique des Basses-Terres du Saint-Laurent qui comprend entre autres la ville de Montréal. On remarque au tableau 5.10 de grandes différences entre les concentrations des deux sédiments, ce qui indique une contamination importante du sédiment par plusieurs métaux, dont Cu, Cr, Ni, Zn, Pb et Ba.

Tableau 5.10 Comparaison des éléments métalliques entre les concentrations du bruit de fond établies par la réglementation et celles du sédiment étudié

Élément	Concentration de fond ¹ ppm	Sédiment étudié ppm
Cu	40	12565
Cr	85	812
Ni	50	348
Zn	110	698
Pb	50	182
Ba	200	1754

¹ D'après le Ministère de l'Environnement du Québec, 2003

5.3.5.2 Les concentrations des métaux contaminants et la concentration des hydrocarbures pétroliers comparées aux critères limites spécifiques

Les concentrations des métaux contaminants de la matrice sédimentaire ont été comparées aux critères limites spécifiques C et D établis par le Ministère de l'Environnement et de la Faune du Québec (2003) en ce qui concerne les sédiments et les sols contaminés. Le tableau 5.11 indique les critères génériques spécifiques C et D.

Les valeurs égales ou supérieures au critère C indiquent que le milieu est fortement contaminé et que des travaux de restauration doivent être entrepris le plus tôt possible. Le critère D signale la limite maximale des sols contaminés pouvant être admis dans un lieu d'enfouissement autorisé. Les sédiments dragués et ramenés sur la terre ferme doivent être traités ou enfouis en accord aux critères génériques spécifiques des sols et des sédiments, établis par le Ministère de l'Environnement et de la Faune du Québec (2003), dans le «Règlement sur l'enfouissement de sols contaminés».

Tableau 5.11 Critères génériques spécifiques C et D pour les hydrocarbures pétroliers (Hp) et plusieurs métaux contaminants

	Critère C ¹	Critère D ¹
	ppm	ppm
Hp	3500	10000
Cu	500	2500
Cr	800	4000
Ni	500	2500
Pb	100	5000
Ba	2000	10000

¹ D'après le Ministère de l'Environnement du Québec, 2003

La figure 5.9 illustre les concentrations de plusieurs métaux contaminants et des hydrocarbures pétroliers comparées particulièrement aux critères spécifiques C et D. Notons que dans ce graphique, deux contaminants, le cuivre et les hydrocarbures pétroliers dépassent les critères C et D, tandis que le chrome excède légèrement le critère C. Les autres contaminants : le zinc, le nickel et le plomb restent en dessous de ces deux critères, mais dépassent le critère B, à l'exception du plomb. La concentration en cuivre dépasse 25 fois le critère C et 5 fois le critère D. La concentration en hydrocarbures pétroliers est presque 4 fois plus élevée que le critère C et 1,3 fois supérieure au critère D. Il est important de noter que les concentrations en cuivre et en hydrocarbures pétroliers sont très élevées. Ces deux contaminants, dépassant le critère D et de loin le critère C, nous obligent à agir dans le but de diminuer leurs concentrations en dessous des critères génériques spécifiques.

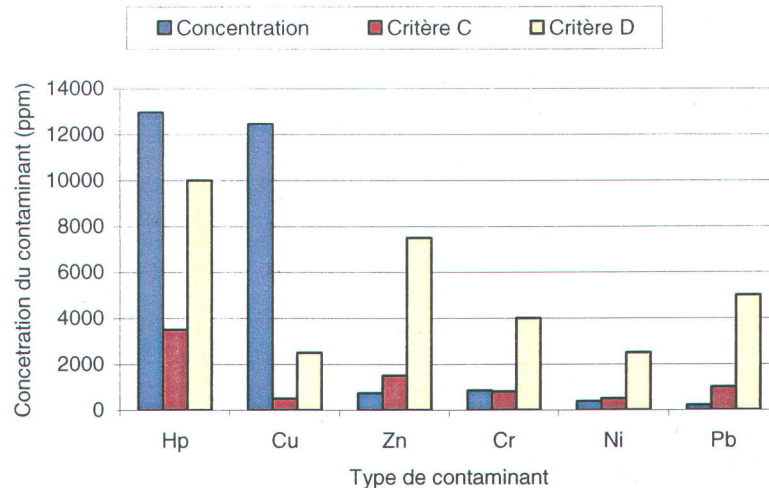


Fig. 5.9 Concentrations des contaminants comparées aux critères spécifiques C et D

5.3.6 Analyse minéralogique

L'étude minéralogique comprend l'identification des minéraux par diffraction de rayons X (DRX), l'identification des phases minérales porteuses du cuivre et l'évaluation de leur degré de libération. L'étude de diffraction de rayons X (DRX) nous a aidé à identifier les principaux minéraux composant la matrice sédimentaire.

Par ailleurs, le degré de libération des phases minérales porteuses du cuivre a été déterminé à l'aide du microscope optique et du microscope électronique à balayage. Un échantillon, le plus concentré en éléments métalliques, obtenu pendant le processus de flottation a été préparé en sections polies (lames minces). En microscopie optique, on a identifié les principales phases minéralogiques dans lesquelles le cuivre se présente par sa couleur, sa forme et sa texture. De même, avec le microscope électronique à balayage, une identification plus spécifique et quantitative a été effectuée par l'analyse en énergie dispersive (SEM-EDS). Cette dernière identification a confirmé ou infirmé les aspects déjà observés en microscopie optique.

5.3.6.1 Identification des minéraux par diffraction de rayons X (DRX)

Un échantillon de la matrice sédimentaire a été soumis à la diffraction de rayons X dans le but d'identifier sa composition. Pour l'identification, on a utilisé l'échantillon libre d'hydrocarbures pétroliers préparé en lames minces, car les hydrocarbures auraient pu produire des interférences lors de la diffraction de rayons X, en produisant des spectres fortement amorphes. Le mécanisme d'enlèvement des hydrocarbures a été la PAF à 650°C.

La figure 5.10 montre, en ordre d'importance, les cinq principaux minéraux identifiés par cette méthode : le quartz (SiO_2), l'albite ($\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$), la calcite (CaCO_3), la hornblende ($\text{Na}_{0.9}\text{K}_{0.4}\text{Ca}_{1.6}\text{Mg}_{2.9}\text{Fe}_{1.4}\text{Ti}_{0.5}\text{Al}_{2.4}\text{Si}_6\text{O}_{24}$) et le clinocllore ($\text{Mg, Fe}_6(\text{Si, Al})_4\text{O}_{10}(\text{OH})_8$). Une brève description de ces minéraux sera ensuite présentée.

D'abord, le quartz est un silicate qui se retrouve couramment dans les roches ignées, métamorphiques et sédimentaires. Il occupe une place dominante dans les gravières et les sables. Il est également un composant important de roches cristallines et de certaines roches sédimentaires (grès) (Pettijohn, 1957).

L'albite, quant à elle, fait partie du groupe des feldspaths. Les feldspaths appartiennent au groupe de minéraux les plus abondants dans la lithosphère et se rencontrent souvent dans les gravières, les silts et les argiles. Ils se situent en second derrière le quartz et sont plutôt rares dans les sédiments transportés sur de grandes distances ou météorisés sur de longues périodes de temps (Degens, 1965).

La calcite et la dolomite, pour leur part, sont les deux carbonates les plus communs remarqués dans la littérature et sont des constituants essentiels des pierres calcaires (Duchesne, 2004). La calcite est particulièrement abondante dans les calcaires du groupe de Trenton (des roches sédimentaires carbonatées) qui affleurent sur l'île de Montréal.

Ensuite, la hornblende qui est un minéral commun des roches ignées et métamorphiques se trouve avec l'albite dans les roches ignées altérées, riches en fer et en magnésium. Ce minéral est classifié dans le groupe des amphiboles (inosilicates) et souvent nommé « minéral lourd ». Il

reste dans les sédiments en survivant à la météorisation et à l'abrasion des roches ignées (Pettijohn, 1957).

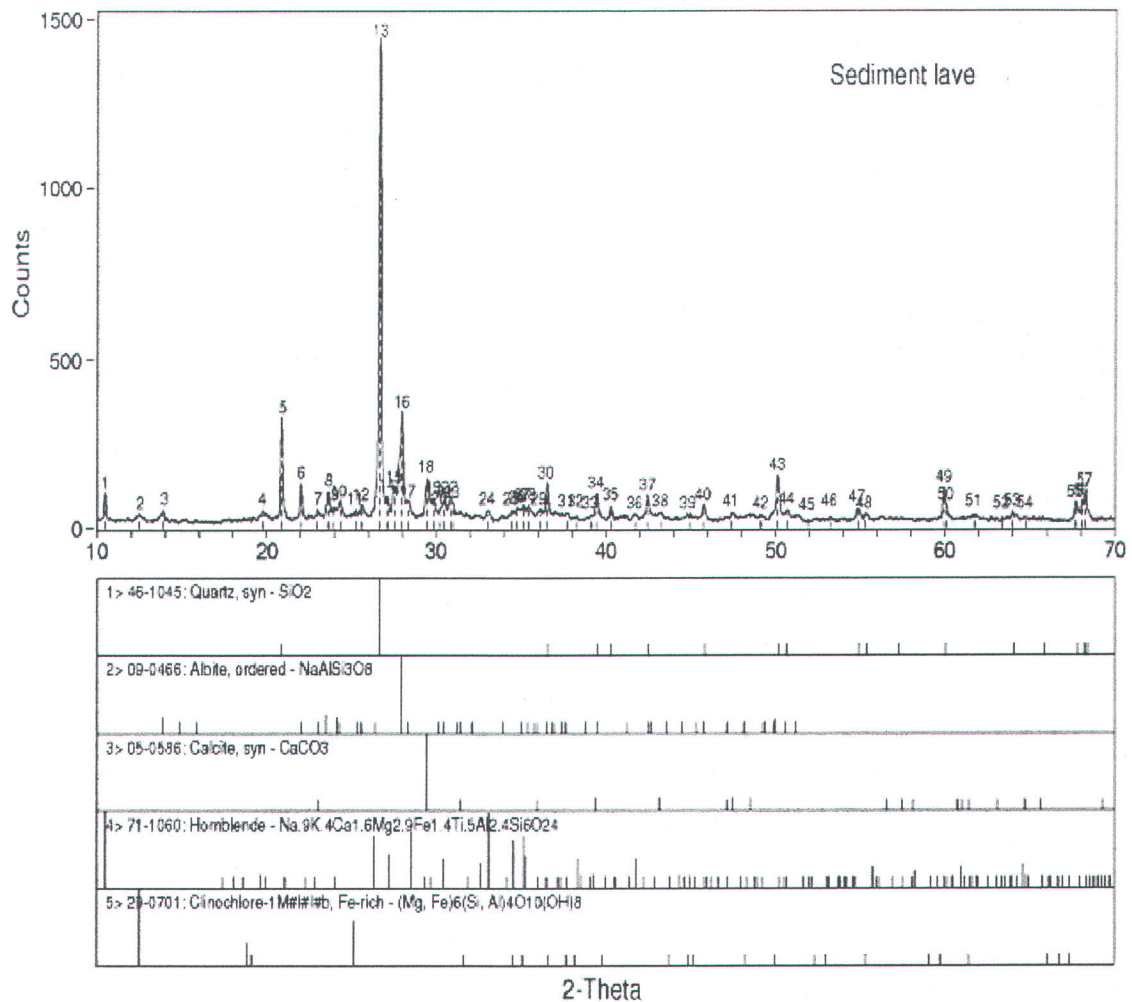
Finalement, le clinochlore est lié aux minéraux des argiles d'origine sédimentaire. Il appartient à la famille de la chlorite (phyllosilicates). Celle-ci résulte de l'altération de pyroxènes, d'amphiboles et de micas de roches ignées et métamorphiques qui sont aussi d'importants constituants de nombreux sédiments argileux (Johnsen, 2000).

Il est probable que d'autres phases argileuses soient présentes dans la matrice sédimentaire (à moins de 5 %). Il aurait été instructif de lessiver les carbonates avec HCl pour rehausser les pics d'autres minéraux possibles dans le sédiment.

ID: 5F15IR01, 15-Jun-2005 09:53

File: 5F15IR01.RAW

Scan: 10-70/02/ 1.2/#3001, Anode: CU



Université Laval, Québec - Wed Jun 22 2005 @ 2:16pm

Fig. 5.10 Identification d'un échantillon de la matrice sédimentaire par diffraction de rayons X

5.3.6.2 Identification des phases minérales et des phases porteuses en cuivre

Dans la matrice sédimentaire, l'identification des phases minérales et des phases porteuses en cuivre ont été effectuées à l'aide du microscope électronique à balayage et du microscope optique. Un échantillon de la matrice sédimentaire libre d'hydrocarbures pétroliers a été disposé en sections polies (lames minces), afin d'être observées aux microscopes optique et électronique. En microscopie optique, on a identifié les principales phases porteuses des

contaminants par leurs couleurs, leurs formes et par leurs textures. Par spectroscopie en énergie dispersive, on a quantifié les éléments composant les minéraux. Dans les photos et les tableaux présentés ci-dessous, les principaux minéraux composant le sédiment ont été identifiés (figures 5.11 à 5.14 et tableaux 5.12 à 5.15). Chaque photo est accompagnée de son tableau correspondant, indiquant la composition du minéral, son nom et sa formule chimique. À l'annexe A, on trouve également plusieurs photos du sédiment et leurs résultats quantitatifs dérivés des observations au microscope électronique à balayage et au microscope optique.

Diverses phases porteuses du cuivre et plusieurs minéraux de la matrice sédimentaire ont été reconnus. Avec l'aide du microscope électronique à balayage, on a identifié le cuivre dans des phases comme la cuprite (Cu_2O), la chalcosite (Cu_2S) et la bornite (Cu_5FeS_4), également comme cuivre natif. Le cuivre a souvent été aperçu avec des traces (tr) de fer et de sulfures. La chalcosite a aussi été détectée avec des traces de nickel, de zinc et principalement de fer. La cuprite est souvent associée à la bornite et à la sphalérite.

Dans la matrice sédimentaire, d'autres minéraux ont été remarqués : la pyrite (FeS_2), l'hématite (Fe_2O_3), l'ilménite (FeTiO_3), la baryte (BaSO_4), et plusieurs silicates comme la hornblende, l'olivine et la titanite.

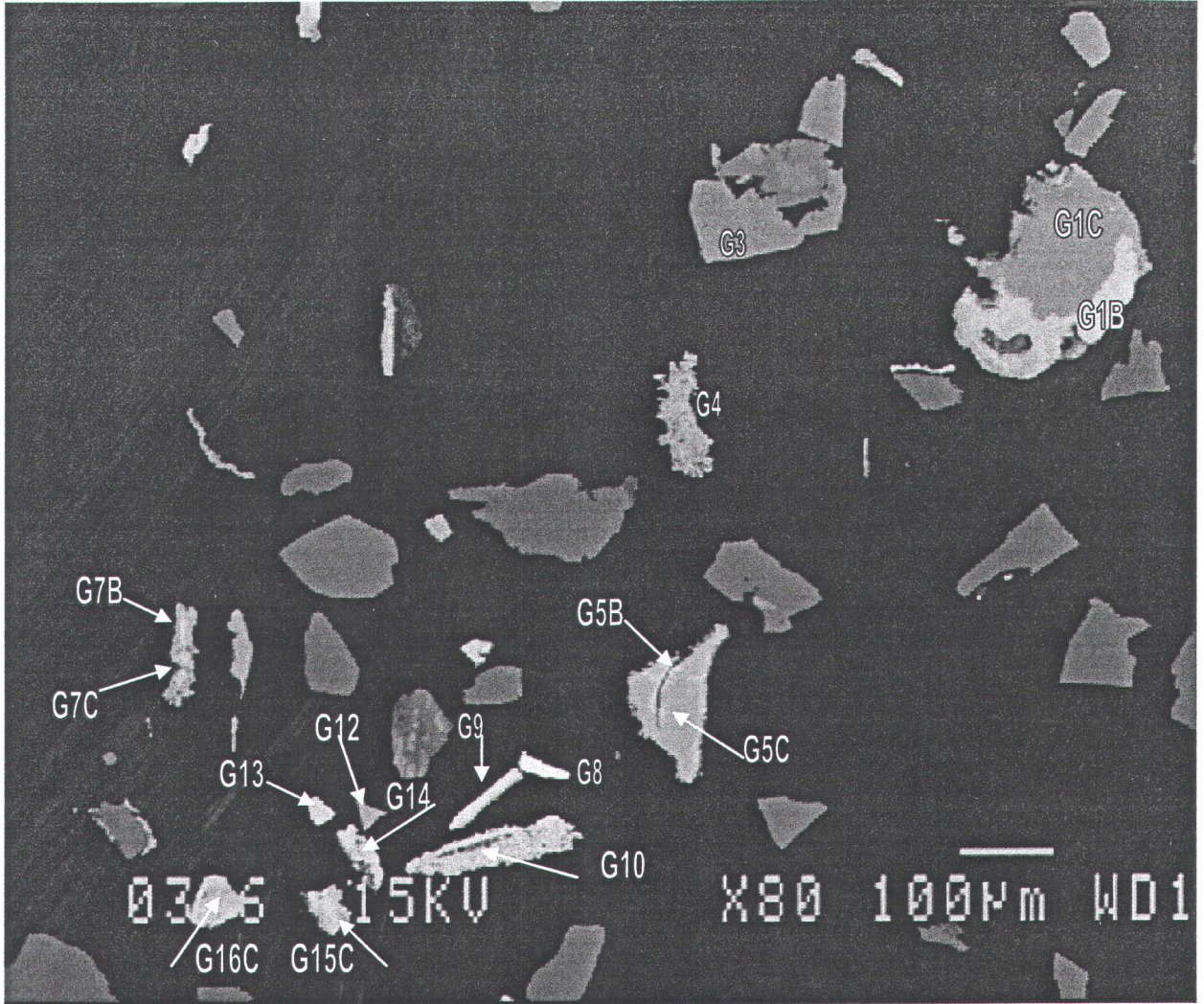


Fig. 5.11 Identification des phases minérales et des phases porteuses en cuivre, photo No. 1

Tableau 5.12 Liste des phases minérales de la figure 5.11

Item	Composition du minéral	Formule chimique	Nom du minéral
G1C	$\text{Cu}_{2.82}\text{S}$	Cu_2S	chalcocite (sulfure)
G1B	$\text{Cu}_{1.5}$	Cu	cuivre
G3	FeTiO_3	FeTiO_3	ilménite (oxyde de fer)
G4	$\text{Cu}_{2.7}\text{S}$	Cu_2S	chalcocite
G5C	$\text{Cu}_{3.86}\text{S}$	Cu_2S	chalcocite
G5B	$\text{Cu}_{1.5}$	Cu	cuivre
G7B	$\text{Cu}_{2.2}\text{S}$	Cu_2S	chalcocite
G7C	$\text{Cu}_{1.5}$	Cu	cuivre
G8	BaSO_4	BaSO_4	baryte (sulfate)
G9	$\text{Cu}_{1.5}$	Cu	cuivre
G10	$\text{Cu}_{1.86}\text{S}$	Cu_2S	chalcocite
G12	Fe_2O_3	Fe_2O_3	hématite (oxyde de fer)
G13	$\text{Cu}_{1.78}\text{S}$	Cu_2S	chalcocite
G14	$\text{Cu}_{1.69}\text{S}$	Cu_2S	chalcocite
G15C	$\text{Cu}_{1.5}$	Cu	cuivre
G16C	$\text{Cu}_{1.61}\text{S}$	Cu_2S	chalcocite

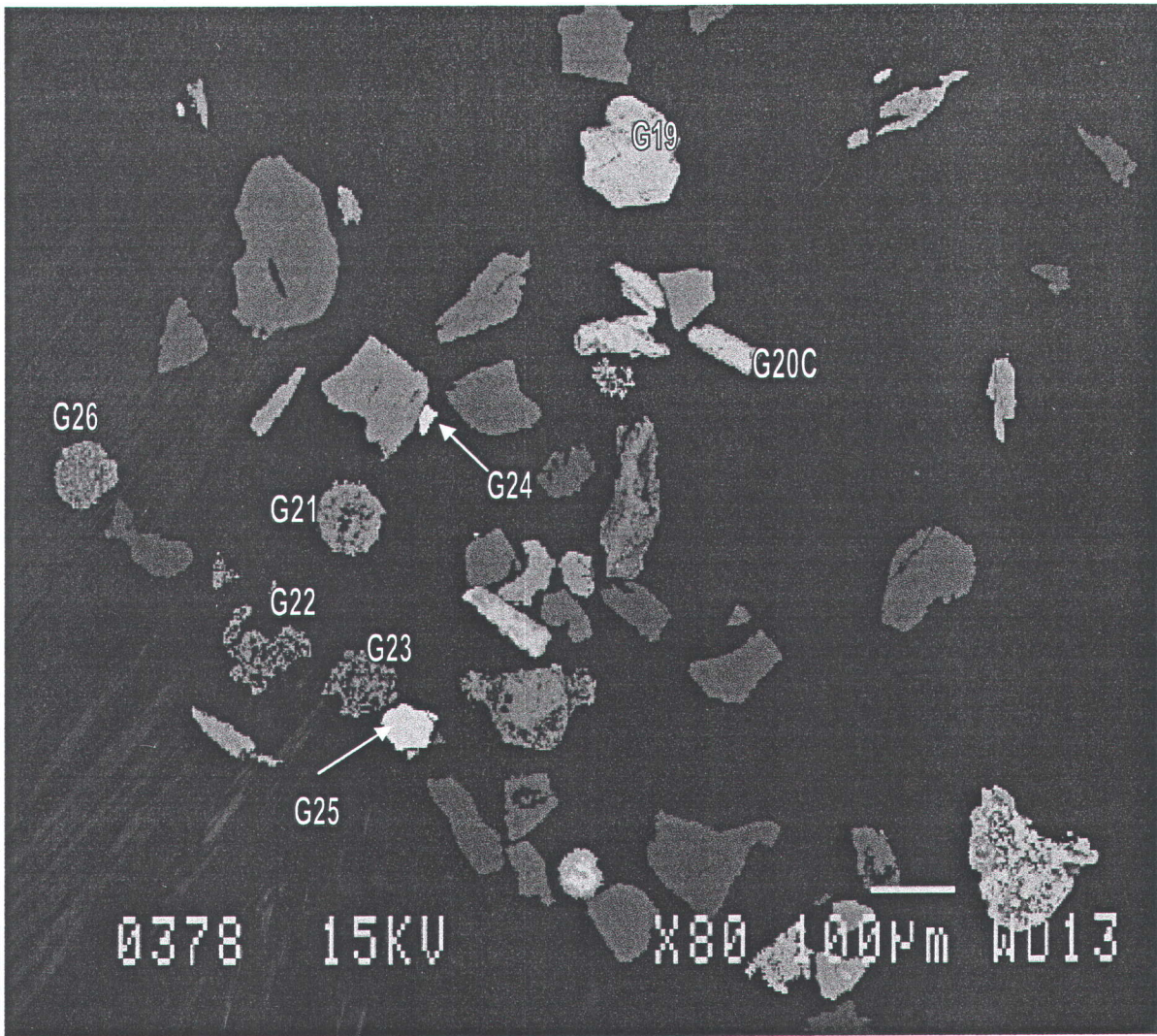


Fig. 5.12 Identification des phases minérales et des phases porteuses en cuivre, photo No. 2

Notons dans la figure 5.12 que la texture de l'hématite est particulière. Elle semble spongieuse et forme des globules sphériques. Il s'agit d'une texture fortement affectée et altérée dû aux conditions environnementales du sédiment.

Tableau 5.13 Liste des phases minérales de la figure 5.12

Item	Composition du minéral	Formule chimique	Nom du minéral
G19	$\text{Cu}_{1.5}$	Cu	civre
G20C	$\text{Cu}_{1.5}$	Cu	civre
G21	Fe_2O_3	Fe_2O_3	hématite
G22	Fe_2O_3	Fe_2O_3	hématite
G23	Fe_2O_3	Fe_2O_3	hématite
G24	BaSO_4	BaSO_4	baryte
G25	BaSO_4	BaSO_4	baryte
G26	Fe_2O_3	Fe_2O_3	hématite

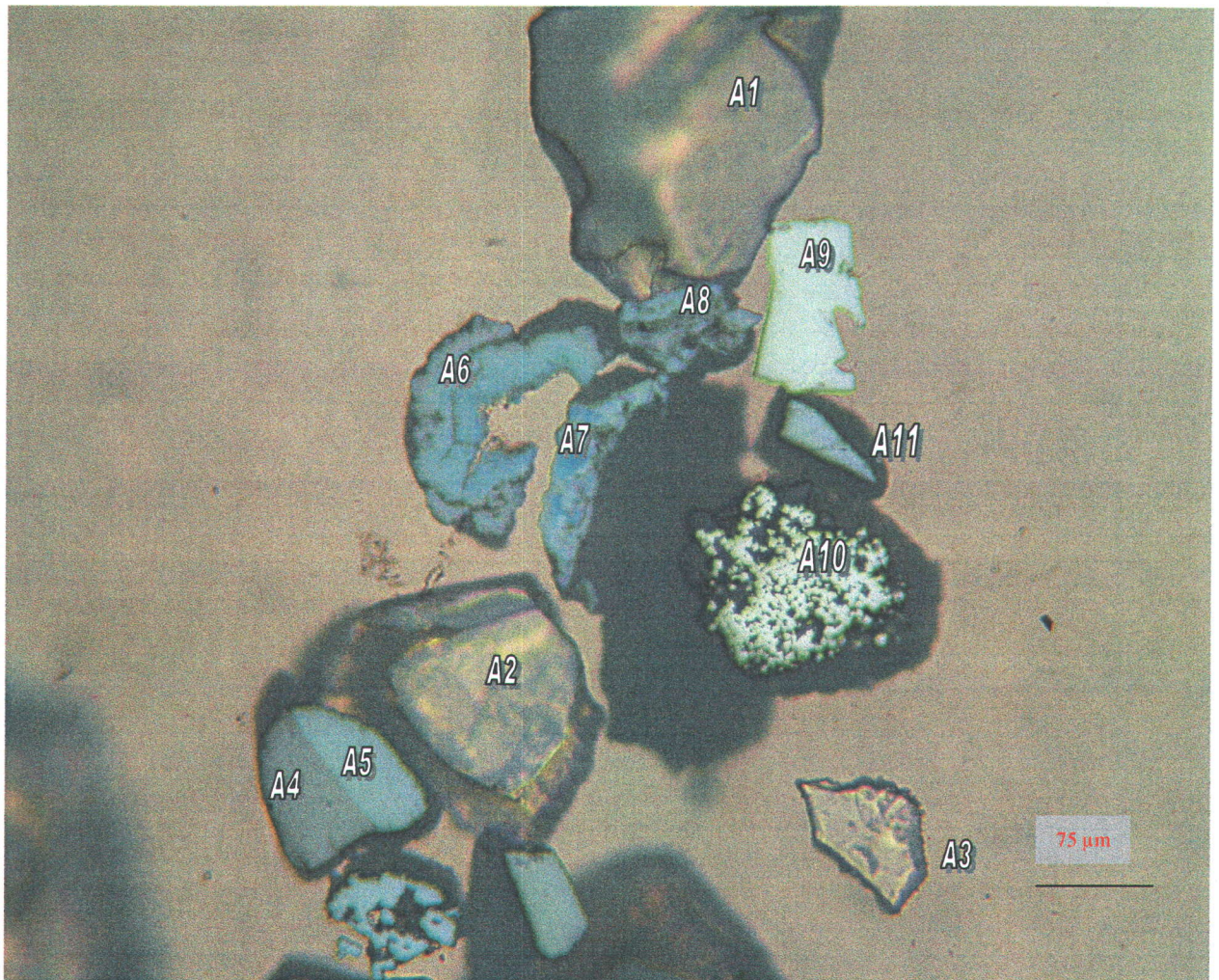


Fig. 5.13 Identification des phases minérales et des phases porteuses en cuivre, photo No. 3

Tableau 5.14 Liste des phases minérales de la figure 5.13

Item	Composition du minéral	Formule chimique	Nom du minéral
A1	$Mg_{0.8}Ca_{0.9}Fe_{3.45}Al_{3.5}Si_{5.6}O_{24}$	$(Na,K)_{0-1}(K,Ca,Na)_{2-3}(Mg,Fe,Al)_{5-6}(Si,Al)_8O_{22}(OH)_2$	inosilicate (hornblende)
A2	$Ca_{0.75}Ti_{1.7}Si_{1.83}O_5$	$CaTiSiO_5$	néosilicate (titanite)
A3	$Mg_{1.4}Ca_{0.7}Fe_3Al_{3.4}Si_{5.2}O_{24}$	$(Na,K)_{0-1}(K,Ca,Na)_{2-3}(Mg,Fe,Al)_{5-6}(Si,Al)_8O_{22}(OH)_2$	inosilicate (hornblende)
A4	$Fe_{0.88}Ti_{1.59}O_3$	$FeTiO_3$	ilménite (oxyde)
A5	$Fe_{1.5}Ti_{1.26}O_3$	$FeTiO_3$	ilménite
A6	$Cu_{2.57}O$ $Cu_{5.15}Fe_{14}S_4$	Cu_2O Cu_5FeS_4	cuprite (oxyde de cuivre) associée à la bornite (sulfure)
A7	$Cu_{1.47}O$ $Cu_{4.5}S$	Cu_2O Cu_2S	cuprite associée à la chalcocite (sulfure)
A8	$Cu_{3.2}O$	Cu_2O	cuprite
A9	N.I.	N.I.	N.I.
A10	$Fe_{0.93}S_2$	FeS_2	pyrite (sulfure)
A11	$Fe_{0.65}Ti_{1.5}O_3$	$FeTiO_3$	ilménite

N.I. : non identifié

La texture de la pyrite (A10) suggère l'effet du processus de la diagenèse. La diagenèse dénote l'ensemble de processus physico-chimiques et biochimiques par lesquels les sédiments sont transformés en roches sédimentaires (Duchesne, 2004). Ce type de texture ne peut résister au transport des sédiments.

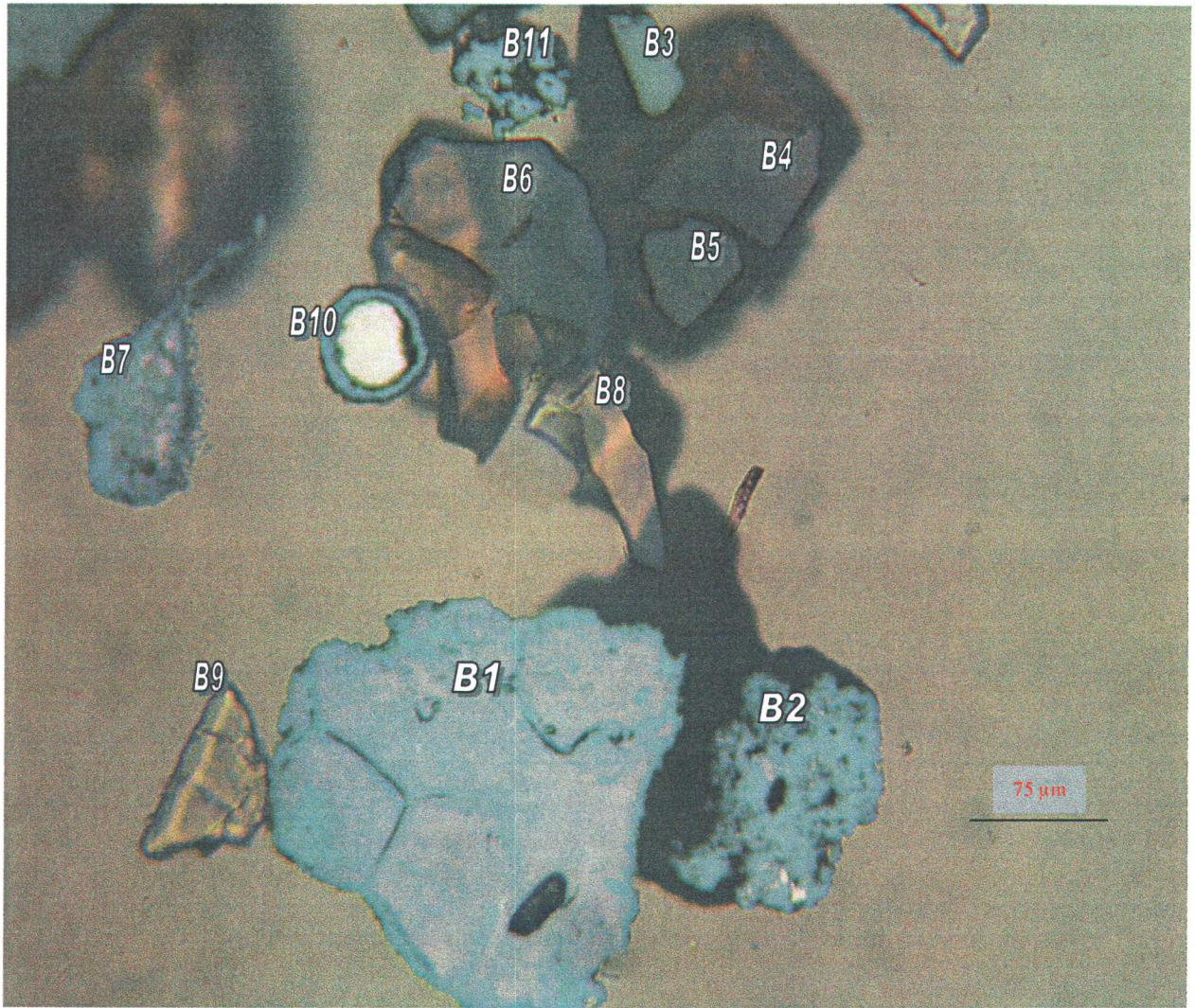


Fig. 5.14 Identification des phases minérales et des phases porteuses en cuivre, photo No. 4

Tableau 5.15 Liste des phases minérales de la figure 5.14

Item	Composition du minéral	Formule chimique	Nom du minéral
B1	$\text{Cu}_{2,34}\text{O}$	Cu_2O	cuprite (oxyde de cuivre)
B2	$\text{Cu}_{1,62}\text{O}$	Cu_2O	cuprite
B3	Fe_2O_3	Fe_2O_3	hématite (oxyde de fer)
B4	$\text{Ca}_3\text{Mg}_{2,3}\text{Fe}_{,7}\text{Ti}_{2,4}\text{Al}_1\text{Si}_{5,8}\text{O}_{24}$	$(\text{Na},\text{K})_{0-1}(\text{K},\text{Ca},\text{Na})_{2-3}(\text{Mg},\text{Fe},\text{Al})_{5-6}(\text{Si},\text{Al})_8\text{O}_{22}(\text{OH})_2$	inosilicate (hornblende)
B5	$\text{Mn}_{,4}\text{Ca}_{0,13}\text{Mg}_{0,4}\text{Fe}_{3,2}\text{Al}_{3,1}\text{Si}_{5,2}\text{O}_{24}$	$(\text{Na},\text{K})_{0-1}(\text{K},\text{Ca},\text{Na})_{2-3}(\text{Mg},\text{Fe},\text{Al})_{5-6}(\text{Si},\text{Al})_8\text{O}_{22}(\text{OH})_2$	inosilicate (hornblende)
B6	$\text{Mn}_{,3}\text{Ca}_1\text{Fe}_{3,5}\text{Al}_{3,3}\text{Si}_{5,2}\text{O}_{24}$	$(\text{Na},\text{K})_{0-1}(\text{K},\text{Ca},\text{Na})_{2-3}(\text{Mg},\text{Fe},\text{Al})_{5-6}(\text{Si},\text{Al})_8\text{O}_{22}(\text{OH})_2$	Inosilicate (hornblende)
B7	$\text{Cu}_{2,5}\text{O}$	Cu_2O	cuprite
B8	$\text{Mn}_{,3}\text{Ca}_1\text{Fe}_{3,5}\text{Al}_{2,9}\text{Si}_{5,2}\text{O}_{24}$	$(\text{Na},\text{K})_{0-1}(\text{K},\text{Ca},\text{Na})_{2-3}(\text{Mg},\text{Fe},\text{Al})_{5-6}(\text{Si},\text{Al})_8\text{O}_{22}(\text{OH})_2$	inosilicate (hornblende)
B9	$\text{Ba}_{,88}\text{S}_{,92}\text{O}_4$	BaSO_4	baryte (sulfate)
B10	Cu_2O	Cu_2O	cuprite
B11	Cu_2O	Cu_2O	cuprite

5.3.7. Évaluation du degré de libération des phases porteuses en cuivre

Le concept de degré de libération correspond à la présence d'un minéral en tant que particule libre dans un mélange de différents minéraux (Kelly et Spottiswood, 1982 cité par Gosselin et coll. 1997). Le processus suivi pour obtenir l'information sur le degré de libération des phases porteuses en cuivre a été le suivant : d'abord, les concentrés de l'échantillon sont préparés en sections polies (lames minces) afin de les observer au microscope optique ou au microscope électronique. Ensuite, le degré de libération est évalué visuellement en examinant l'aspect des grains avec le microscope optique et en confirmant cette information avec le microscope électronique à balayage.

Aux figures de 5.15 à 5.20, on observe que les principales phases minéralogiques porteuses de cuivre sont complètement libres. La figure 5.15 montre un grain rond de cuivre, d'un diamètre de

200 μm , creux à l'intérieur dû aux conditions d'oxydoréduction. Ces conditions se produisent par l'instabilité thermodynamique du cuivre qui réagit facilement avec l'eau et l'oxygène dans certaines conditions de pH. Ceci a comme conséquence une concentration élevée d'ions métalliques solubles dans l'eau et occasionne une érosion sur la surface du grain (Parekh and Miller, 1999).

De même, la figure 5.16 montre une particule ronde de cuivre de 50 μm , ayant déjà commencé intérieurement le processus d'oxydoréduction. La figure 5.17 montre une coquille vide d'un diamètre de 175 μm , très érodée par l'action de l'eau et des conditions environnementales. Aux figures de 5.18 à 5.20, on observe de façon similaire les phases porteuses complètement libres en cuivre et le même phénomène d'érosion.

Un degré de libération élevé a pour conséquence de faciliter la séparation des contaminants inorganiques de la matrice sédimentaire. Lorsqu'un contaminant inorganique est complètement libre, la masse volumique des particules est identique à celle du contaminant en question et les propriétés de surface sont constantes. Par contre, si le contaminant inorganique est associé ou inclus dans autre minéral, la masse volumique varie en fonction des proportions de chaque minéral présent et les propriétés de surface ne sont pas constantes (Gosselin et coll. 1997).

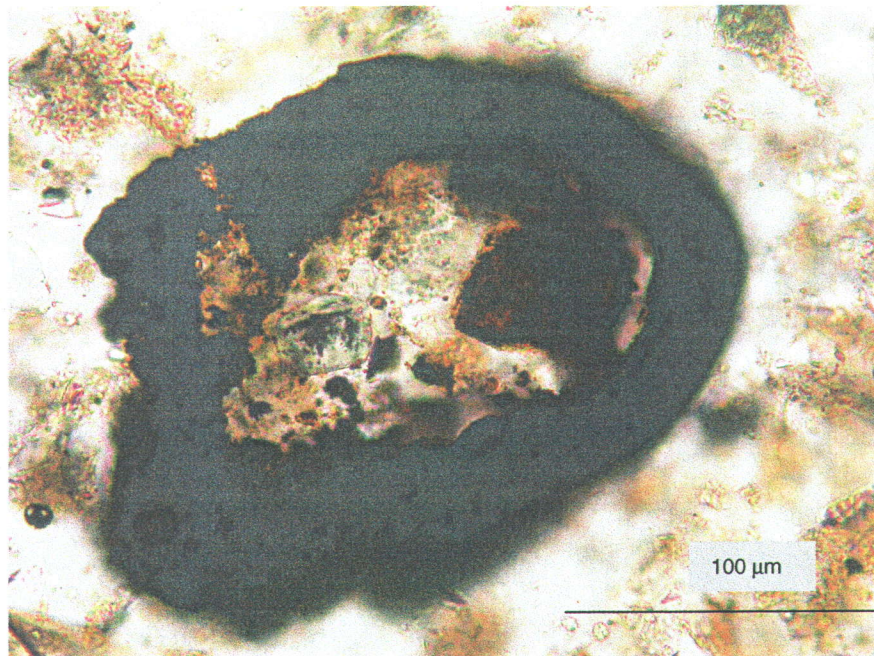


Fig. 5.15 Identification du degré de libération des phases porteuses en cuivre, photo 5

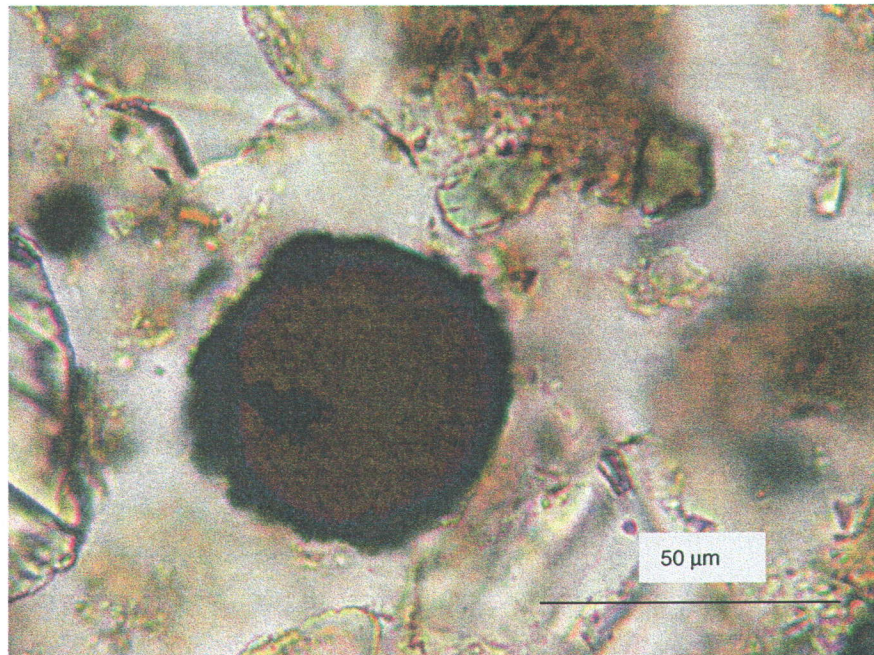


Fig. 5.16 Identification du degré de libération des phases porteuses en cuivre, photo 6

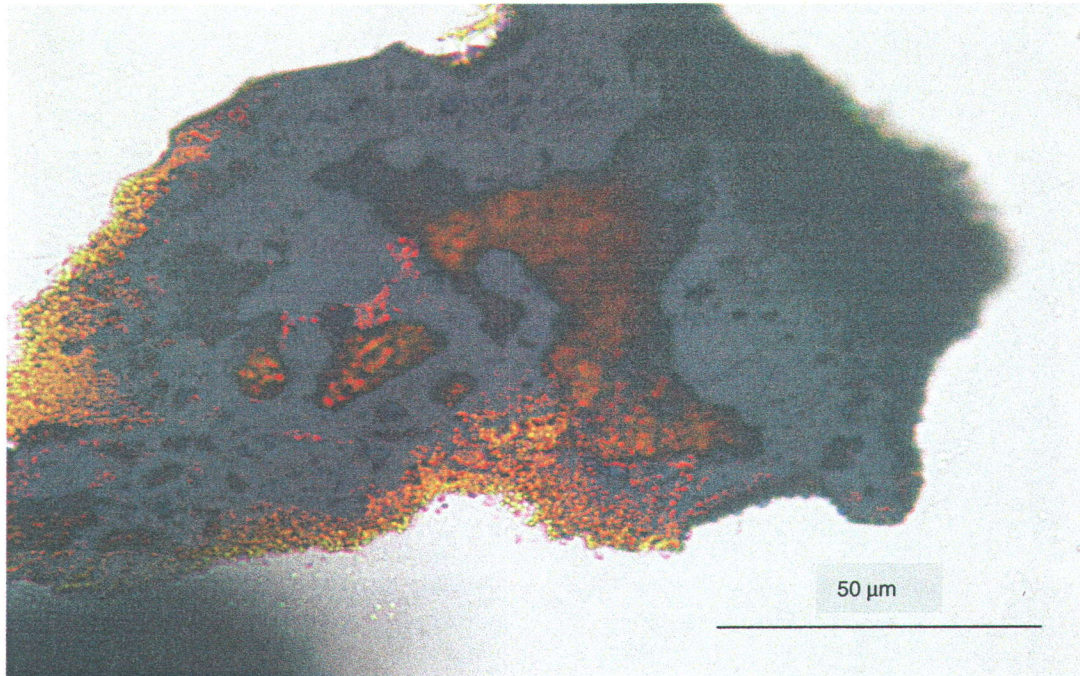


Fig. 5.17 Identification du degré de libération des phases porteuses en cuivre, photo 7

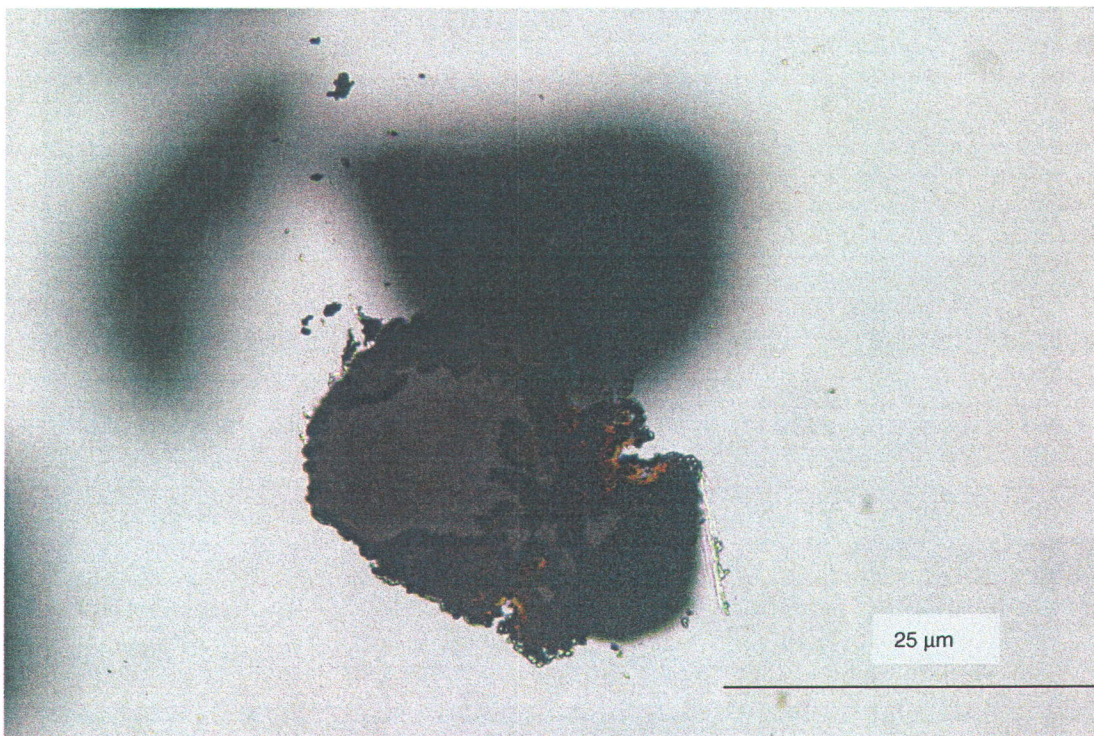


Fig. 5.18 Identification du degré de libération des phases porteuses en cuivre, photo 8

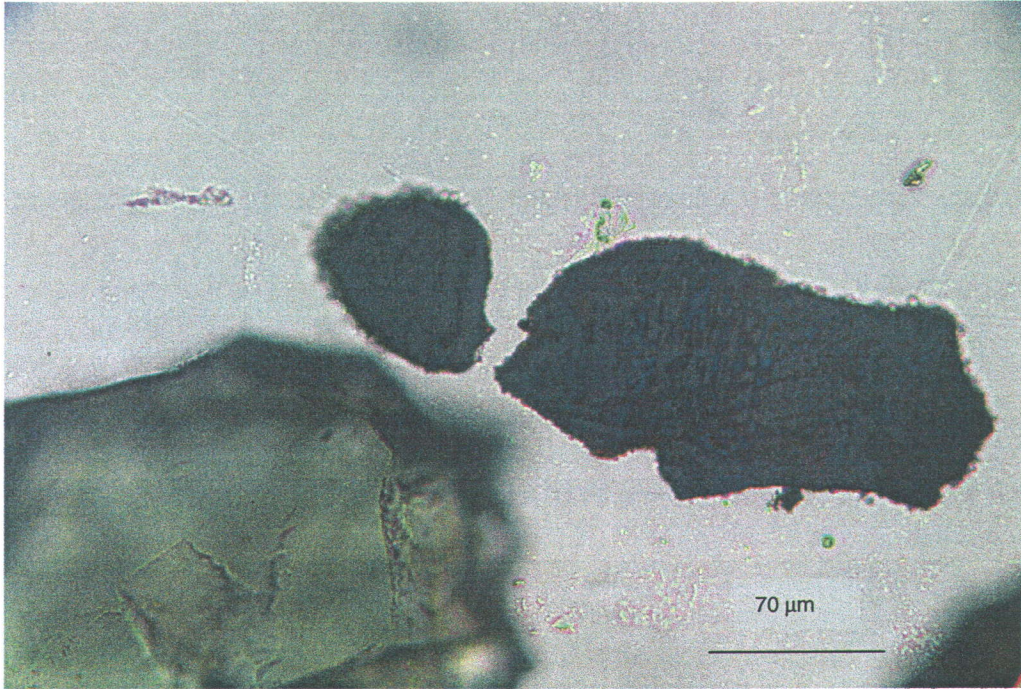


Fig. 5.19 Identification du degré de libération des phases porteuses en cuivre, photo 9

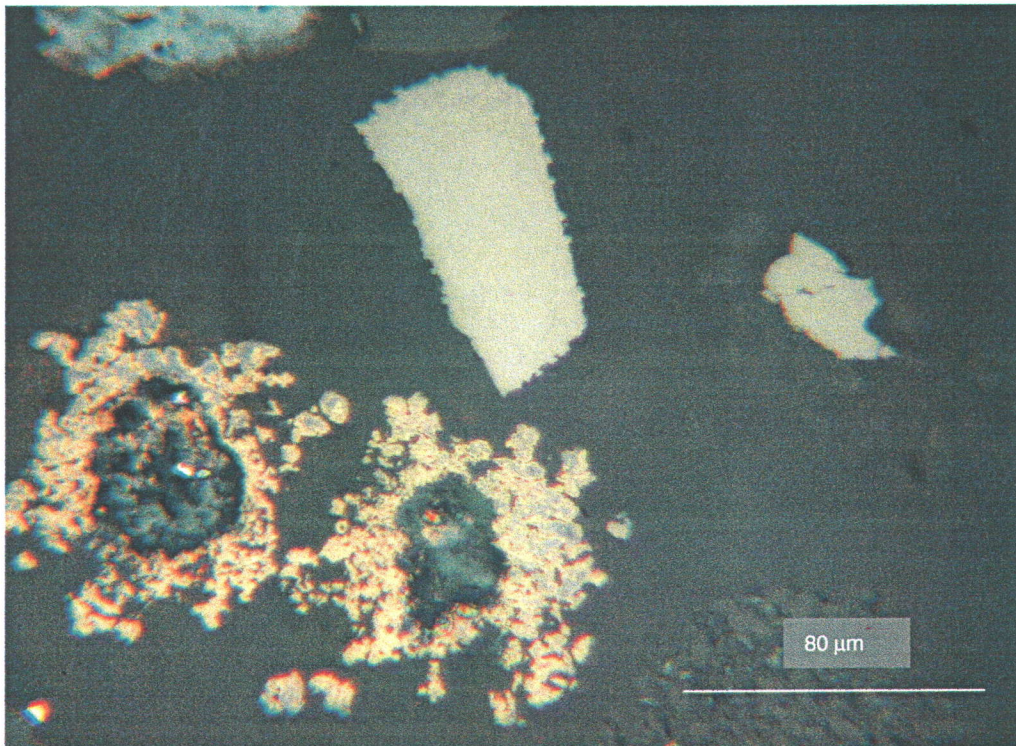


Fig. 5.20 Identification du degré de libération des phases porteuses en cuivre, photo 10

5.3.8 Résumé sur la caractérisation du sédiment

Les concentrations en cuivre et de plusieurs autres éléments métalliques contaminants (Cr, Ni, Zn, et Pb) sont remarquablement plus élevées que celles d'un sédiment non contaminé du même milieu géologique. La concentration très élevée en cuivre de l'échantillon complet dépasse de loin le critère C (25 fois) et la tranche granulométrique la plus contaminée correspond à la fraction inférieure à 25 µm. Cette fraction correspond à la répartition et à la concentration en cuivre la plus élevée des fractions granulométriques. La concentration en cuivre la plus basse est près de 9000 ppm parmi les différentes tranches granulométriques.

La capacité d'adsorption des hydrocarbures aux particules augmente au fur à mesure que celles-ci sont plus fines. Les particules fines ont une surface spécifique beaucoup plus élevée que celles des particules de plus grande taille (Fuerstenau, 1980). Ceci est confirmé par la présence de 95 % des hydrocarbures pétroliers des échantillons SNEH et SEH dans la fraction inférieure à 25 µm. Cette fraction concentre un grand pourcentage d'hydrocarbures après le tamisage humide et le tamisage à sec, et doit être une cible importante de la décontamination lorsqu'il s'agit de nettoyer le sédiment. Il est également à noter que malgré l'enlèvement de 86 % des hydrocarbures de la matrice sédimentaire, les hydrocarbures de l'échantillon SEH correspondent au tiers de ceux de l'échantillon SNEH dans la fraction inférieure à 25 µm.

En flottation, les particules de faible polarité sont récupérables plus facilement. Ce qui nous conduit à cibler les minéraux faiblement polaires comme étant très importants pour la récupération, malgré le problème que pose l'entraînement des particules de polarité différente dans le concentré.

Un autre aspect marquant qui aide à faciliter la récupération des particules contaminantes est la forte libération des phases porteuses en cuivre. L'échantillon étudié montre que le degré de libération des particules porteuses de cuivre est très élevé. Bien que la fraction inférieure à 25 µm soit d'une granulométrie difficile à soustraire avec les procédés minéralurgiques conventionnels, le processus en colonne de flottation agitée peut s'avérer performant pour ce type de granulométrie. Deux aspects favorisent la récupération des particules fines dans la

colonne de flottation agitée : la géométrie de la colonne qui aide à la décantation des particules plus grosses, et l'agitation qui contribue à briser la limitation inertielle des particules autour des bulles d'air.

Finalement, en considérant les résultats obtenus de la caractérisation du sédiment, les équipements de flottation les plus appropriés pour réussir une récupération élevée de particules en cuivre sont : la cellule mécanique de flottation et la colonne de flottation agitée.

6. RÉSULTATS ET ANALYSE DES ESSAIS EFFECTUÉS AVEC LA CELLULE D'AGITATION MÉCANIQUE

Ce chapitre est composé de cinq parties. La première partie présente les essais préliminaires de flottation sans l'ajout et avec l'addition du collecteur. Cette partie comprend aussi la première approche matricielle orthogonale $L_9(3^3)$ pour laquelle on a utilisé seulement le collecteur comme additif chimique. La deuxième partie présente la discussion sur les essais préliminaires et sur la première approche matricielle orthogonale $L_9(3^3)$. La troisième partie concerne la cinétique de flottation et la granulométrie de la pulpe sédimentaire. La quatrième partie implique les essais préliminaires avec le collecteur et le moussant et la deuxième approche matricielle orthogonale $L_{16}(4^5)$. La dernière partie présente le résumé des résultats obtenus dans la cellule d'agitation mécanique.

6.1 Essais préliminaires et première approche matricielle orthogonale $L_9(3^3)$

6.1.2 Essais sans l'ajout d'agent chimique

Les essais de flottation dans la cellule d'agitation mécanique, pour la récupération et l'enlèvement de cuivre, ont débuté sans l'utilisation de collecteur ni de moussant. Ces essais avaient pour but de vérifier l'influence des hydrocarbures pétroliers sur les particules lors du processus de flottation. Il est connu dans la littérature que l'emploi des collecteurs non ionisés et non polaires (hydrocarbures, alcanes de C_{11} à C_{17} , mazout, kérosène, etc.) sont utilisés pour faire flotter des minéraux hydrophobes ou moyennement hydrophobes (Bouchard, 2001).

Les essais reliés à la présente section 6.1.2 et à la section 6.1.3 ont été effectués pour un temps de conditionnement de la pulpe de 5 minutes à une vitesse d'agitation de 1200 rpm. Les résultats obtenus lors des deux essais sans l'ajout d'agent chimique sont indiqués au tableau 6.1. Ces expériences ont été réalisées avec 10 % de solides dans la pulpe ((% solides dans la pulpe = poids de solides secs/poids de la pulpe)*100), un temps de flottation de 10 minutes et une vitesse d'agitation de 2100 et de 2800 rpm.

Pendant la flottation, la couche de mousse observée était très mince, de sorte qu'elle a été ramassée avec le racloir. À la fin de la flottation des deux essais, on a obtenu un pourcentage de solides de l'alimentation qui s'est rendu au concentré, inférieur à 0,2 % ((% de solides de l'alimentation qui s'est rendu au concentré = poids du concentré/poids de l'alimentation)*100 ; voir les résultats complets du pourcentage de solides de l'alimentation qui s'est rendu au concentré dans l'annexe C, au tableau A5), une concentration élevée du cuivre dans le concentré pour l'essai E-2 et une concentration moyenne pour l'essai E-1. Le pourcentage de récupération dans le concentré et le coefficient d'enlèvement de la pulpe sédimentaire ont été inférieurs à 1 et 6 % pour l'essai E-2, et inférieurs à 1 et 13 % pour l'essai E-1, ce qui signale un rôle mineur des hydrocarbures qui agissent en tant que collecteur sur la surface des particules de cuivre.

Du tableau 6.1, il est nécessaire de se rappeler que la valeur de la concentration du cuivre dans l'alimentation (12565 ppm) est la moyenne des 23 échantillons utilisés pendant les essais de flottation. Cette valeur sera utilisée invariablement durant la présente étude.

Il est également important d'indiquer que les résultats en pourcentage de la récupération au concentré, du résidu au rejet et du coefficient d'enlèvement ont été obtenus à partir des équations 4.3, 4.4, et 4.5.

Tableau 6.1 Résultats de la flottation sans l'utilisation de collecteur ni de moussant

Exp.	Solides %	Vitesse d'agitation rpm	Conc. du cuivre dans le conc. ppm	Conc. du cuivre dans l'aliment. ppm	Conc. du cuivre dans le rejet ppm	Récupération au concentré %	Résidu au rejet %	Coefficient d'enlèvement %
E-1	10	2100	48688	12565	11109	0,8	87	12,9
E-2	10	2800	76025	12565	12215	0,8	94,7	5,3

6.1.3 Essais préliminaires avec l'utilisation de collecteur

En poursuivant les essais préliminaires, on a testé le sédiment avec une concentration du collecteur (KAX 55) de 0,1 mg/g (milligramme du collecteur/gramme de solides secs dans la pulpe). Ce dosage est souvent utilisé dans l'industrie métallurgique et on le trouve dans la littérature tel qu'indiqué par Ityokumbul et coll. (2000) et Bouchard (2001).

Plusieurs essais ont eu lieu à divers pourcentages de solides dans la pulpe. Les résultats du tableau 6.2 montrent des pourcentages de récupération au concentré et d'enlèvement très faibles, inférieurs à 1,2 % et à 10,1 % respectivement, ainsi qu'une variation de la concentration en cuivre dans le concentré de 4,5 à 9,9 %. La variation de la vitesse d'agitation de l'appareil et le taux d'entrée d'air ont été négligeables par rapport à la récupération au concentré et à l'enlèvement. Pendant la flottation, la mousse n'a pas dépassé deux centimètres de hauteur, raison pour laquelle on a dû passer le racloir quatre fois à la même hauteur, afin de ramasser le concentré. Par conséquent, les pourcentages de solides de l'alimentation qui se sont rendus au concentré ont été inférieurs à 0,2 % pour les cinq essais. Signalons également que des lectures du pH, variant entre 8,3 à 8,7, ont été prises dans la pulpe pendant les essais. Dans la présente étude, on n'a pas eu besoin de varier le pH par l'ajout d'une base ou d'un acide. Le pH naturel de la pulpe sédimentaire se situe entre 8 et 8,5 et s'ajuste au champ de travail du collecteur ajouté (xanthate-KAX 55) pour la récupération et l'enlèvement du cuivre.

Signalons finalement que pour les cinq essais, le collecteur a eu un très faible effet sur la récupération au concentré et l'enlèvement du cuivre dans la matrice sédimentaire. Une augmentation de la concentration du collecteur s'avère donc nécessaire.

Tableau 6.2 Résultats de la flottation avec une concentration en collecteur de 0,1 mg/g

Exp.	Solides %	Vitesse d'agitation rpm	Conc. collecteur mg/g	Conc. du cuivre dans le conc. ppm	Conc. du cuivre dans l'aliment. ppm	Conc. du cuivre dans le rejet ppm	Récupération au concentré %	Résidu au rejet %	Coefficient d'enlèvement %
T-1	5	900	0,1	52417	12565	13309	0,7	100	0
T-2	10	1800	0,1	50044	12565	13085	0,5	100	0
T-3	10	2100	0,1	99103	12565	13669	1,2	100	0
T-4	20	2300	0,1	45307	12565	11960	0,8	89,9	10,1
T-5	20	2700	0,1	60153	12565	12329	0,8	97,5	2,5

On a continué les essais préliminaires en augmentant de dix et de vingt fois la concentration du collecteur de départ, comme le montre le tableau 6.3. Six expériences avec différents pourcentages de solides dans la pulpe ont été réalisées avec une concentration de 1 mg/g et de

2 mg/g de collecteur. Les six expériences ont été effectuées avec une vitesse d'agitation variant entre 900 et 2700 rpm. Comme dans les expériences antérieures, la mousse n'a pas dépassé deux centimètres de hauteur, raison pour laquelle on a dû passer le racloir quatre fois à la même hauteur. Les pourcentages de solides de l'alimentation qui se sont rendus au concentré ont été inférieurs à 0,9 % et le pH a varié entre 8,3 et 8,5. La photo de la figure 6.1 montre un essai typique de la flottation pour cette série (expérience T-7).

Les résultats du tableau 6.3 montrent encore un très faible pourcentage de récupération et d'enlèvement. De façon générale, ils sont inférieurs à 6 % (récupération) et à 17,9 % (enlèvement). Les résultats sont un peu plus élevés que la récupération et l'enlèvement obtenus avec la concentration du collecteur de 0,1 mg/g. Par ailleurs, les concentrations en cuivre trouvées dans le concentré ont varié de 7,5 % à 17,7 % pour les six essais.



Fig. 6.1 Flottation, expérience T-7

Cette variation de la concentration a aussi été supérieure à celle obtenue avec la concentration du collecteur de 0,1 mg/g. De manière similaire aux expériences antérieures, l'influence de la vitesse d'agitation a été négligeable par rapport à la récupération et à l'enlèvement. Une concentration insuffisante du collecteur a de nouveau empêché la réussite de ces expériences.

Tableau 6.3 Résultats de la flottation avec une concentration en collecteur de 1 et 2 mg/g

Exp.	Solides	Vitesse d'agitation	Conc. du collecteur	Conc. du cuivre dans le conc.	Conc. du cuivre dans l'aliment.	Conc. du cuivre dans le rejet	Récupération au concentré	Résidu au rejet	Coefficient d'enlèvement
	%	rpm	mg/g	ppm	ppm	ppm	%	%	%
T-6	5	2700	1	127177	12565	10721	1,7	83,7	16,3
T-7	20	1800	1	103055	12565	11467	5,2	90,5	9,5
T-8	30	1200	1	84467	12565	11058	6	85,7	14,3
T-9	5	1800	2	177768	12565	12459	2,3	98,9	1,1
T-10	10	900	2	75019	12565	12287	1	97,6	2,4
T-11	10	2700	2	116129	12565	10736	3,5	82,1	17,9

On a poursuivi les expériences en ajoutant 5,3 mg/g du collecteur à une pulpe de 20 % de solides. On a réalisé cet essai en additionnant le collecteur par périodes de temps. Lors des trois premières minutes de la flottation, on a ajouté 2,08 mg/g, ensuite, pour les trois minutes suivantes on a ajouté 1,04 mg/g et finalement, pour les trois et deux minutes ultérieures on a additionné respectivement 1,04 mg/g. La mousse s'est déversée sur le plateau à la 11^e minute de l'expérience. À partir de ce moment-là, on a laissé la mousse se déverser pendant 10 minutes. La vitesse d'agitation a été fixée à 900 rpm et le pourcentage de solides de l'alimentation qui s'est rendu au concentré a été de 11 %.

Le tableau 6.4 indique les résultats obtenus pour cet essai : la récupération de 64 %, le coefficient d'enlèvement de 79 % et la concentration en cuivre dans le concentré de 71427 ppm. On remarque une augmentation notable de la récupération et de l'enlèvement pour cet essai. Une concentration élevée de cuivre dans le concentré et une augmentation à 11 % du pourcentage de solides de l'alimentation qui s'est rendu au concentré, ont permis une bonne récupération. Aussi, une diminution importante de la concentration en cuivre dans le rejet par rapport à l'alimentation indique un enlèvement remarquable en relation aux expériences antérieures. Les résultats obtenus dans cette expérience, dû à l'augmentation de la concentration du collecteur, semblent être reliés à l'effet du double rôle joué par le collecteur en tant que collecteur et comme agent moussant.

Tableau 6.4 Résultats de la flottation avec une concentration en collecteur de 5,3 mg/g

Exp.	Solides	Vitesse d'agitation	Conc. du collecteur	Conc. du cuivre dans le conc.	Conc. du cuivre dans l'aliment.	Conc. du cuivre dans le rejet	Récupération au concentré	Résidu au rejet	Coefficient d'enlèvement
	%	rpm	mg/g	%	ppm	ppm	%	%	%
T-12	20	900	5,3	7,14	12565	2667	64	21	79

À partir de ces résultats satisfaisants de récupération et d'enlèvement, on peut maintenant entreprendre la construction de la matrice orthogonale, en appliquant la méthode statistique de Taguchi (1988).

6.1.4 Première approche matricielle orthogonale $L_9(3^3)$

Pour cette première approche matricielle, on a entrepris la construction d'une matrice orthogonale de 9 expériences avec trois paramètres et trois niveaux, tel qu'indiqué au tableau 6.5. Les trois paramètres A, B et C, correspondent respectivement au poids du collecteur, à la vitesse d'agitation de la cellule mécanique et au pourcentage de solides dans la pulpe. Ces paramètres ont été retenus à partir des essais préliminaires présentés ci-dessus. On a considéré important l'influence de la concentration du collecteur sur la récupération et l'enlèvement, mais également la variation du pourcentage de solides dans la pulpe et la vitesse d'agitation de l'appareil mécanique. Pour la matrice orthogonale $L_9(3^3)$, les poids du collecteur ajoutés à la pulpe qui ont été retenus sont de : 0,51 g, 0,76 g et 1,02 g. On a également utilisé des pourcentages de solides dans la pulpe de 20, 30 et 40 % et des vitesses d'agitation de 1200, 2000 et 2700 rpm.

Entre les plans matriciels orthogonaux présentés pour le développement de la méthode de Taguchi (annexe B), on a choisi une matrice orthogonale $L_9(3^3)$ composée de 9 expériences et des trois paramètres A, B et C à trois niveaux différents (tableau 4.2). On a jugé approprié d'utiliser cette distribution matricielle étant donné qu'elle s'adaptait mieux aux résultats des essais préliminaires. L'importance des trois paramètres principaux et un plan de 9 expériences à trois niveaux étaient suffisants pour confirmer ou non l'influence des variables mises en question.

La pulpe des essais liés à la matrice orthogonale $L_9(3^3)$ a été conditionnée durant 5 minutes à une vitesse de 1200 rpm. Les essais ont été effectués avec un volume de 1 litre de pulpe et le pH est demeuré constant 8,5 ($\pm 0,2$).

Tableau 6.5 Matrice orthogonale composée de 9 expériences et des variables A, B et C, à trois niveaux

Exp.	A	B	C
	Poids du collect. g	Vitesse d'agitation rpm	% solides. %
M-1	0,51	1200	20
M-2	0,51	2000	30
M-3	0,51	2700	40
M-4	0,76	1200	30
M-5	0,76	2000	40
M-6	0,76	2700	20
M-7	1,02	1200	40
M-8	1,02	2000	20
M-9	1,02	2700	30

Les résultats de la matrice orthogonale sont présentés au tableau 6.6. On observe que les récupérations et les enlèvements les plus élevés correspondent aux expériences M-8, M-6 et M-9. Les résultats de ces expériences sont de 91,9, 77,5 et 76,8 % pour la récupération et de 77,5, 77,4 et 66,1 % pour l'enlèvement. De même, les concentrations en cuivre les plus faibles dans le rejet correspondent respectivement aux expériences indiquées ci-dessus et sont équivalentes à 3456, 3720 et 5688 ppm. Les expériences M-8 et M-6, avec un pourcentage de solides dans la pulpe de 20 %, un poids de collecteur de 1,02 et 0,76 g et une vitesse d'agitation de 2000 et 2700 rpm, ont occupé les deux premières places de la récupération et de l'enlèvement. Les pourcentages de solides de l'alimentation qui se sont rendus au concentré, pour les essais M-6 et M-8, sont respectivement de 23 et 18 %. La figure 6.2 montre une photo prise lors de l'essai M-6. De manière générale, les conditions de flottation pour les essais M-6 et M-8 indiquent les raisons pour lesquelles la récupération et l'enlèvement ont été élevés.



Fig. 6.2 Flottation, expérience M-6

Les essais M-1, M-3 et M-5 correspondent aux récupérations les plus basses de 35,9 et 38 %. Les enlèvements les plus faibles ont été pour M-3, M-7 et M-1, de 7,1, 33,1 et 36,9 % respectivement. Une concentration élevée en cuivre dans le rejet indique la mauvaise performance de ces essais. Les essais M-3 et M-1, avec un poids de collecteur de 0,51 g et un pourcentage de solides dans la pulpe de 40 et 20 % respectivement, ont donné les plus basses récupérations. Les essais M-3 et M-7 correspondent aux plus faibles enlèvements, avec un poids de collecteur de 0,51 et 1,02 g et un pourcentage des solides de 40 % pour chaque essai. Il est à noter qu'une cause probable de la faible récupération et de l'enlèvement pour l'expérience M-3 a été le poids du collecteur de 0,51 g et le plus haut pourcentage de solides utilisé de 40 %. Pour l'expérience M-1, la vitesse d'agitation minimale de 1200 rpm et un poids du collecteur de 0,51 g ont probablement été la cause d'une faible récupération et d'enlèvement. Ces deux paramètres (vitesse d'agitation et poids du collecteur) placés au premier niveau dans la matrice orthogonale $L_9(3^3)$ (1200 rpm et 0,51 g) pourraient avoir influencé la mauvaise performance de la récupération et de l'enlèvement pour l'essai M-1. Il est également nécessaire d'indiquer que pour les essais M-3 et M-1, les pourcentages de solides de l'alimentation qui se sont rendus au concentré ont été de 9,1 et 6,4 % respectivement. En plus, ces pourcentages ont été beaucoup plus faibles que pour les essais M-6 et M-8 (de 23,4 et 18,1 %).

Tableau 6.6 Résultats de la récupération et de l'enlèvement du cuivre pour la matrice orthogonale $L_9(3^3)$

Exp.	Conc. du cuivre dans le conc. ppm	Conc. du cuivre dans l'alim. ppm	Conc. du cuivre dans le rejet ppm	Récupération au concentré %	Résidu au rejet %	Coefficient d'enlèvement %
M-1	68556	12565	8547	35	63,1	36,9
M-2	33514	12565	7075	66,9	42,1	57,9
M-3	12897	12565	13041	9,3	92,9	7,1
M-4	37253	12565	5899	62,5	36,3	63,2
M-5	15197	12565	10102	38	54,1	45,8
M-6	41572	12565	3720	77,5	22,6	77,4
M-7	19789	12565	12054	47,6	66,9	33,1
M-8	63879	12565	3456	91,9	22,5	77,5
M-9	38643	12565	5688	76,8	33,9	60,1

6.1.4.1 Évaluation de la contribution totale et de chacune des variables pour la matrice orthogonale $L_9(3^3)$

Lors de l'analyse de la variance établie par la méthode statistique de Taguchi (1988), on a pu déterminer la contribution totale pour chacune des variables étudiées comme l'indique le tableau 6.7. On souligne également que pour arriver à ces résultats, on a utilisé les équations de 4.3 à 4.12 (pages 60 à 65) que l'on trouve dans le chapitre 4.

Il est important de mentionner que la contribution des différents paramètres a été déterminée à partir de la moyenne des neuf expériences composant la matrice orthogonale en étude. Cette valeur moyenne de la récupération et de l'enlèvement a été de 56 % et de 51 % avec un écart type de 25,9 % et de 22,8 % respectivement.

Par ailleurs, il est nécessaire de se rappeler que la contribution totale (S_T) indique jusqu'à quel point les résultats de récupération et d'enlèvement des neuf essais sont éloignés de leurs moyennes respectives. Plus les résultats de récupération et d'enlèvement des neuf essais sont éloignés de leurs moyennes, plus la valeur de S_T sera élevée. Au contraire, plus le terme $(E_i - \bar{E})^2$ dans l'équation 4.7 tendra vers zéro (près de la moyenne), plus la valeur de S_T sera petite, c'est-à-dire que la valeur de S_T sera proportionnelle à l'écart type des résultats.

Le tableau 6.7 montre une contribution totale de 5364 pour la récupération et de 4152 pour l'enlèvement. Ces valeurs se trouvent loin de zéro et indiquent des résultats éloignés de la moyenne. Ce fait se produit par la sélection d'un écart notable entre les niveaux de la matrice orthogonale et par l'influence des variables choisies.

Tableau 6.7 Contribution des variables sur la récupération et l'enlèvement du cuivre pour la matrice orthogonale $L_9(3^3)$

Variable	Degrés de liberté f	Récupération		Enlèvement	
		Contribution approx. de chaque variable	Contribution nette de chaque variable	Contribution approx. de chaque variable	Contribution nette de chaque variable
Poids du collecteur	2	1884	1574	1347	1224
Vitesse d'agitation	2	456	146	419	297
% de solides	2	2713	2403	2263	2140
e	2	310	1241	123	491
Total	8	5364	5364	4152	4152

Les figures 6.3 et 6.4 montrent le rapport en pourcentage de la contribution nette de chacune des variables considérées ou non, pour la récupération et l'enlèvement, tel qu'indiqué dans la section 4.3.7.

Rappelons-nous également que le terme **e** (erreur) représente la contribution des variables non considérées ainsi que les interactions entre les variables représentées. La figure 6.3 indique une contribution de l'erreur de 23 % pour la récupération. Pour les autres paramètres considérés, les contributions sont de : 45 % pour le pourcentage de solides, 29 % pour le poids du collecteur et 3 % pour la vitesse d'agitation. Le pourcentage de solides et le poids du collecteur confirment leur importance dans la récupération du cuivre. Par ailleurs, la vitesse d'agitation est inférieure avec une contribution de 3 %.

Pour l'enlèvement (figure 6.4), on a obtenu une contribution d'erreur de 12 % plus petite que celle liée à la récupération. Ceci indique une influence des paramètres choisis relatifs à l'enlèvement, particulièrement la contribution du pourcentage de solides de 52 %, ainsi que d'autres contributions mineures relatives au poids du collecteur de 29 % et à la vitesse d'agitation de 7 %.

Soulignons finalement qu'autant pour la récupération que pour l'enlèvement, l'influence la plus importante est le pourcentage des solides, suivi du poids du collecteur et de la vitesse d'agitation.

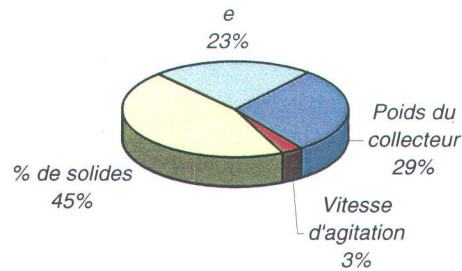


Fig. 6.3 Contribution de chacune des variables de la matrice orthogonale $L_9(3^3)$ pour la récupération du cuivre

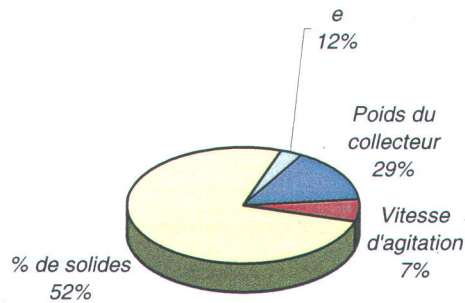


Fig. 6.4 Contribution de chacune des variables de la matrice orthogonale $L_9(3^3)$ pour l'enlèvement du cuivre

6.1.4.2 Effet factoriel des variables étudiées pour la matrice orthogonale $L_9(3^3)$

L'effet factoriel des variables étudiées a été analysé en accord avec la méthode de Taguchi (1988), tel que présenté à la section 4.3.8 du chapitre 4. On se rappelle que l'analyse de l'effet factoriel permet d'établir les conditions optimales de la récupération et de l'enlèvement pour

chaque niveau des variables étudiées. Le tableau 6.8 montre l'effet factoriel pour la récupération et l'enlèvement de la matrice orthogonale $L_9(3^3)$ et les conditions optimales de la variable correspondante.

Soulignons que les effets factoriels optimaux correspondent au poids du collecteur avec 1,01 g (72 %) pour la récupération et 0,76 g (62 %) pour l'enlèvement. Le pourcentage de solides dans la pulpe de 30 % (69 % pour la récupération et 60 % pour l'enlèvement) et la vitesse d'agitation avec 2000 rpm pour la récupération et 1200 rpm pour l'enlèvement, avec un résultat de l'effet factoriel de 66 et 64 % respectivement.

Tableau 6.8 Effet factoriel des variables étudiées sur la récupération et l'enlèvement du cuivre pour la matrice orthogonale $L_9(3^3)$

Variable	Récupération Effet factoriel %	Enlèvement Effet factoriel %
Poids du collecteur (g)		
0,51	37	34
0,76	59	62
1,01	72	57
% de solides		
20	68	44
30	69	60
40	32	48
Vitesse d'agitation (rpm)		
1200	48	64
2000	66	60
2700	55	29

Il est important de noter que l'effet factoriel indique une tendance de l'analyse statistique, raison pour laquelle le chercheur doit utiliser son sens d'observation, d'analyse et d'interprétation des résultats. Ce fait déterminera si les effets factoriels indiqués pour l'analyse statistique sont raisonnables ou s'il est nécessaire d'envisager d'autres solutions influençant les conditions optimales.

6.1.4.3 Prédiction des performances dans les conditions optimales pour la matrice orthogonale $L_9(3^3)$

L'équation 4.16 du chapitre 4 permet de prévoir la valeur de la récupération et de l'enlèvement dans les conditions optimales. Le tableau 6.9 montre les variables, les niveaux et la prédiction des performances optimales autant pour la récupération que pour l'enlèvement. On observe la différence des niveaux par rapport au poids du collecteur et au pourcentage de solides, en lien à la récupération et à l'enlèvement. La vitesse d'agitation est restée égale pour les deux paramètres avec 2000 rpm.

La prédiction optimale de la performance pour la récupération et l'enlèvement a été calculée avec une différence de 10 %, étant donné la valeur moyenne de la récupération et de l'enlèvement, de 56 et de 51 % respectivement.

Il est important d'indiquer que la prédiction des performances dans les conditions optimales est une valeur associée à une certaine subjectivité. On se rappelle que la prédiction de la performance théorique est basée sur des valeurs plus élevées que la moyenne des essais expérimentaux. La prédiction prend également en compte les effets factoriels les plus élevés des variables étudiées (voir équation 4.15).

Tableau 6.9 Prédiction des performances dans les conditions optimales pour la récupération et l'enlèvement dans la matrice orthogonale $L_9(3^3)$

Variable	Niveau	Récupération %
Poids de collecteur	1,01 g	72
Vitesse d'agitation	2000 rpm	66
% de solides	30 %	69
Prédiction optimale		94
		Enlèvement %
Poids de collecteur	0,76	62
Vitesse d'agitation	2000 rpm	60
% de solides	20 %	64
Prédiction optimale		84

6.1.4.4 Validation des résultats dans les conditions optimales pour la matrice orthogonale $L_9(3^3)$

Le tableau 6.10 montre la validation des résultats obtenus dans les conditions optimales d'expérimentation pour la récupération et l'enlèvement (voir section 4.3.10). On a laissé les valeurs de la condition optimale pour les trois variables comme suit : le poids du collecteur de 1,01 g, le pourcentage de solides dans la pulpe de 20 % et la vitesse d'agitation de 2000 rpm. On observe que les valeurs de la récupération (66 et 73 %) et de l'enlèvement (56 et 49 %) sont inférieures aux prédictions de performance indiquées dans le tableau 6.9. Il est possible que les contributions d'erreur (e) de 23% pour la récupération et de 12% pour l'enlèvement aient pu influencer les prédictions de performance. Des essais documentés par Huppé (2001) indiquent aussi une différence marquée entre la prédiction théorique et la validation pratique.

Tableau 6.10 Validation des résultats de la récupération et de l'enlèvement dans les conditions optimales d'expérimentation pour la matrice orthogonale $L_9(3^3)$

Exp.	Solides %	Vitesse d'agitation rpm	Poids du collecteur g	Conc. du cuivre dans le conc. ppm	Conc. du cuivre Dans l'alim. ppm	Conc. du cuivre dans le rejet ppm	Récupération au concentré %	Résidu au rejet %	Coefficient d'enlèvement %
O-1	20	2000	1,01	50331	12565	6583	66	44	56
O-2	20	2000	1,01	78842	12565	7001	73	51	49

6.1.4.5. Récupération et enlèvement des hydrocarbures pétroliers pour les expériences M-8 et M-9 de la matrice orthogonale $L_9(3^3)$

Il a également été important d'obtenir de l'information concernant la concentration des hydrocarbures pétroliers dans les expériences M-8 et M-9, utilisant la méthode gravimétrique (voir section 4.1.2). Celles-ci ont été évaluées pour la récupération et l'enlèvement des hydrocarbures pétroliers, étant donné qu'elles présentent une récupération et un enlèvement élevés en cuivre. Comme nous l'avons déjà mentionné auparavant, le cuivre et les hydrocarbures

pétroliers constituent les principaux contaminants de la matrice sédimentaire. Pour l'expérience M-8, le tableau 6.11 montre un résultat de 52 % pour la récupération et de 71 % pour l'enlèvement d'hydrocarbures et pour l'expérience M-9, des résultats de 61 et 64 % pour les mêmes paramètres. Ces résultats indiquent une performance moyennement supérieure de récupération et d'enlèvement des hydrocarbures pétroliers.

Tableau 6.11 Résultats de récupération et d'enlèvement des hydrocarbures pétroliers pour les expériences M-8 et M-9 de la matrice orthogonale $L_9(3^3)$

Exp.	Solides	Vitesse d'agitation	Conc. d'hydrocarbures dans le conc.	Conc. d'hydrocarbures dans l'alim.	Conc. d'hydrocarbures dans le rejet	Récupération d'hydrocarbures dans le conc.	Résidu d'hydrocarbures dans le rejet.	Coefficient d'enlèvement d'hydrocarbures
	%	rpm	ppm	ppm	ppm	%	%	%
M-8	20	2000	37563	12961	4664	52	29	71
M-9	30	2700	31507	12961	6161	61	36	64

6.1.4.6 Perte au feu à 650°C pour les expériences liées à la matrice orthogonale $L_9(3^3)$

Les échantillons composant la matrice orthogonale $L_9(3^3)$ ont été placés au four pendant 2 heures à 650°C dans le but d'enlever les éléments organiques présents dans le sédiment. Cette perte de masse au feu (PAF) a été effectuée en raison de l'interférence produite par la concentration élevée d'hydrocarbures pétroliers pendant le procédé de la fusion alcaline et les analyses chimiques. La PAF a également été utilisée pour indiquer indirectement le pourcentage des hydrocarbures pétroliers dans le concentré, l'alimentation et le rejet lors du processus de flottation. Souvent, la PAF se fait à une température de 550°C pour brûler la matière organique dans des sols non calcaires. Étant donné la concentration élevée d'hydrocarbures pétroliers et de gras lubrifiant dans notre échantillon, on a augmenté la température à 650°C dans le but de ne pas laisser des éléments organiques résiduels dans l'échantillon. À la fin de l'essai T-12, une mesure de carbone organique total (COT) a été obtenue, après avoir soumis l'échantillon à une PAF à 650°C. Les résultats sont les suivants : < 0,1 % dans l'alimentation, 0,2 % dans le

concentré et < 0,1 % dans le rejet. Ceci indique que la majorité de la matière organique a été enlevée par combustion.

Le tableau 6.12 montre les pourcentages en PAF à 650°C pour le concentré, l'alimentation et le rejet des expériences de flottation. Il est à noter que la valeur de la PAF à 650°C pour l'alimentation est la moyenne des 18 échantillons utilisés durant les essais de flottation. Cette valeur est de 11,03 % (écart type de 1,5 %) et sera aussi utilisée pour les expériences de la matrice orthogonale $L_{16}(4^5)$ et $L_9(3^4)$. Les expériences M-6 et M-8 indiquent un résultat élevé en pourcentage de PAF au concentré, c'est-à-dire une bonne performance d'enlèvement des éléments organiques pour les deux essais. La diminution du pourcentage de PAF dans le rejet signale une réduction de 3 à 4 % par rapport à l'alimentation. Il est important de remarquer que ces deux essais ont également obtenu la valeur la plus élevée de récupération et d'enlèvement en cuivre (voir tableau 6.6).

Les essais M-3 et M-5 ont donné des résultats inférieurs aux essais M-6 et M-8 en pourcentage de PAF à 650°C dans le concentré et des valeurs plus élevées dans le rejet, indiquant une mauvaise performance d'enlèvement des éléments organiques. Le pourcentage de PAF dans le rejet de ces deux essais est resté près de la PAF de l'alimentation, comme l'indique le tableau 6.12. Les essais M-3 et M-5 ont également obtenu de faibles pourcentages de récupération (9,3 et 38 %) et d'enlèvement (7,1 et 46 %) en cuivre (voir tableau 6.6).

Par ailleurs, l'essai M-1 a donné un résultat élevé de PAF dans le concentré de 20,8 % et une diminution dans le rejet de 1,6 % par rapport à l'alimentation, indiquant une bonne performance d'enlèvement des éléments organiques dans le concentré, mais une mauvaise performance dans le rejet. Cet essai a également obtenu un faible résultat de récupération (35 %) et d'enlèvement (37 %) en cuivre.

On a observé que pour la matrice orthogonale $L_9(3^3)$, il existe une relation entre la séparation du cuivre et la séparation des éléments organiques dans la pulpe sédimentaire, à l'exception de l'essai M-1, étant donné la condition particulière de cet essai. On remarque que cet essai a occupé le plus bas niveau des variables A, B et C dans la matrice orthogonale $L_9(3^3)$ (tableau 6.5).

Tableau 6.12 Pourcentages en PAF (650°C) pour les expériences de la matrice orthogonale

$L_9(3^3)$

	Concentré %	Alimentation $\pm 1,5\%$	Rejet %
M-1	20,87	11,03	9,38
M-2	16,76	11,03	6,54
M-3	13,29	11,03	10,66
M-4	15,82	11,03	8,79
M-5	12,39	11,03	9,92
M-6	19,53	11,03	7,70
M-7	11,50	11,03	8,70
M-8	19,93	11,03	7,08
M-9	17,01	11,03	7,13

6.1.4.7 Perte au feu à 1025°C pour les expériences de flottation

Le but de la PAF à 1025°C était de se renseigner sur la PAF totale et de vérifier la fermeture à 100 % de la composition chimique de l'échantillon. C'est la valeur totale de la PAF qui est rapportée dans l'analyse chimique des composants majeurs d'un échantillon. La composition chimique totale de l'échantillon comprend l'addition des éléments majeurs, de la PAF à 1025°C et des éléments traces. Le résultat de cette addition doit atteindre $100 \pm 3\%$ pour compléter l'analyse chimique des composants. Un exemple est indiqué dans le tableau 6.13 du concentré de l'expérience M-8.

Une observation des échantillons M-3 et M-8 a été effectuée après la PAF à 1025°C. Une différence visuelle des échantillons a été remarquée dans les creusets en céramique, comme l'illustre la figure 6.5. En haut de la figure, les trois types d'échantillon M-3 sont indiqués : M-3A pour l'alimentation, M-3C pour le concentré et M-3R pour le rejet. Au bas de la figure, deux types de l'échantillon M-8 sont illustrés : M-8C pour le concentré et M-8R pour le rejet.

Tableau 6.13 Composition chimique totale du concentré de l'expérience M-8

Éléments majeurs		Éléments traces	
	%		ppm
SiO ₂	40,1	As	415,
Al ₂ O ₃	12,0	Ba	2620,
CaO	9,34	Cd	31,7
Fe ₂ O ₃	8,84	Co	30,3
K ₂ O	3,24	Cr	2279,
MgO	3,57	Cu	63879,
MnO	0,126	Ni	1056,
Na ₂ O	1,28	Sc	14,3
P ₂ O ₅	1,13	Sr	387,
S	2,24	V	163,
TiO ₂	0,795	Zn	1985,
PAF 1025°C	8,5	Y	31,5
		Zr	204,
		Pb	783,
		La	56,7
			Σ 73935,4
	Σ 91,2 %		Σ 7,4 %
Total (%)		98,6	

On se rappelle que l'expérience M-3 a obtenu le plus faible résultat de récupération et d'enlèvement (9,3 et 7,1 %) et l'expérience M-8 a été indiquée comme ayant le pourcentage le plus élevé de récupération et d'enlèvement (91,9 et 77,5 %).

Selon la figure 6.5, le concentré et le rejet des essais M-3 et M-8 ont différentes apparences. Dans l'échantillon M-3C, on retrouve une faible quantité de particules métalliques de couleur noire (faible récupération). Par contre, dans l'échantillon M-8C, on trouve une quantité élevée de particules métalliques fusionnées (récupération élevée). On observe également qu'il reste encore une quantité suffisante de particules métalliques pour l'échantillon M-3R (faible enlèvement), cependant, pour l'échantillon M-8R, on note une quantité très réduite de particules métalliques (enlèvement élevé).

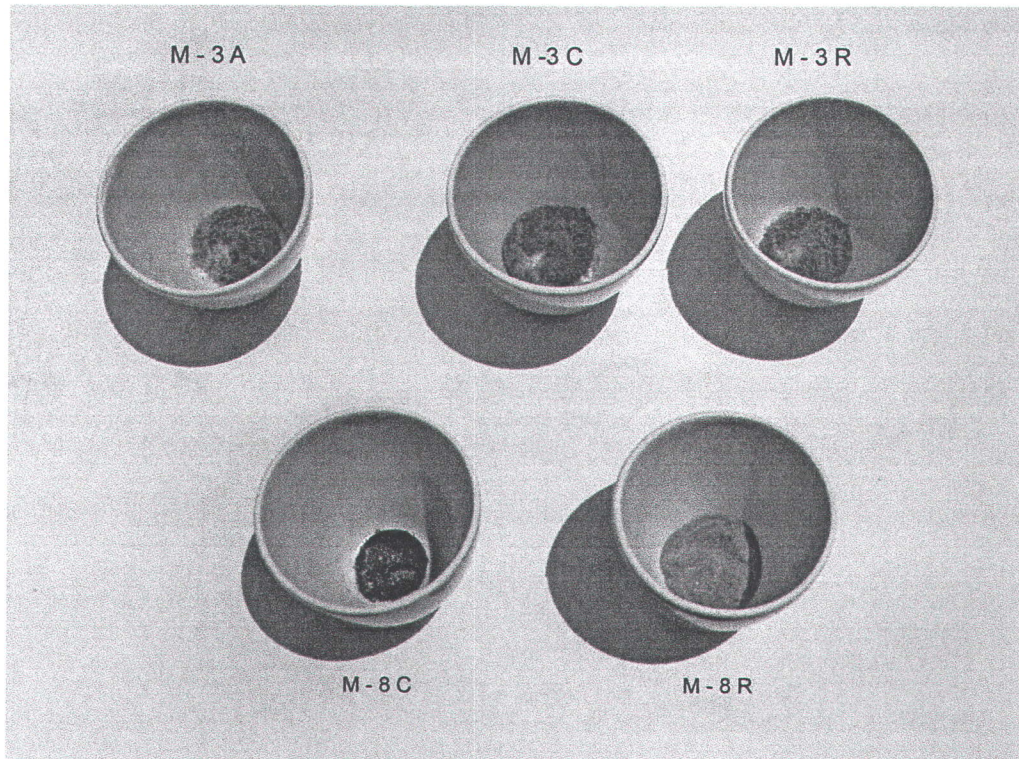


Fig. 6.5 Échantillons M-3 et M-8 après la PAF à 1025°C

6.2 Discussion sur les résultats des essais préliminaires et de la première approche matricielle orthogonale $L_9(3^3)$

Pour la discussion, on a tenu compte de quelques essais préliminaires et de certaines expériences de l'approche matricielle, afin de relier la variation de la concentration du collecteur avec la récupération, l'enlèvement, la teneur du concentré, le pourcentage de solides de l'alimentation qui s'est rendu au concentré et le pourcentage dans une pulpe de 20 et 30 % de solides. Cette section discute le comportement de plusieurs paramètres lorsqu'on a additionné du collecteur à la pulpe pendant le procédé de la flottation.

6.2.1 Variation de la concentration du collecteur en fonction de la récupération, de l'enlèvement et de la concentration en cuivre dans le concentré pour une pulpe de 20 et 30 % de solides

Quelques essais ont été choisis pour tenter de comprendre le comportement de plusieurs paramètres liés à la flottation de particules de cuivre. Le comportement de la récupération, de l'enlèvement et la concentration en cuivre dans le concentré en fonction des différentes concentrations du collecteur sont indiqués dans le tableau 6.14 et la figure 6.6. Ces essais ont été réalisés avec 20 % de solides, une variation de vitesse d'agitation de 1200 à 2700 rpm et une variation de la concentration en collecteur de 0,1 à 5,3 mg/g. On a considéré les essais suivants : T-5, T-7, M-1, M-6 et M-8.

Tableau 6.14 Différents essais choisis pour la discussion des résultats préliminaires à 20 % de solides

Exp.	Solides	Vitesse d'agitation	Conc du collecteur	Conc. du cuivre dans le conc.	Conc. du cuivre dans l'aliment.	Conc. du cuivre dans le rejet	Teneur du concentré	Récupération au concentré	Coefficient d'enlèvement
	%	rpm	mg/g	ppm	ppm	ppm	%	%	%
T-5	20	2700	0,1	60153	12565	12329	6,0	0,8	2,5
T-7	20	1800	1	103055	12565	11467	10,3	5,2	9,5
M-1	20	1200	2,73	68556	12565	8547	6,9	35	36,9
M-6	20	2700	4,09	41572	12565	3720	4,2	77,5	77,4
M-8	20	2000	5,33	63879	12565	3456	6,4	91,9	77,5

À la figure 6.6, on observe une élévation similaire des courbes de récupération et d'enlèvement au fur et à mesure que la concentration du collecteur augmente. Ceci indique l'importance de la concentration du collecteur par rapport à la récupération et à l'enlèvement de cuivre dans une pulpe de 20 % de solides, à différentes vitesses d'agitation. Pour les concentrations du collecteur supérieures à 1 mg/g, l'augmentation de la récupération et la diminution de la concentration en cuivre dans le concentré indiquent un degré élevé d'entraînement de particules non désirées dans le concentré.

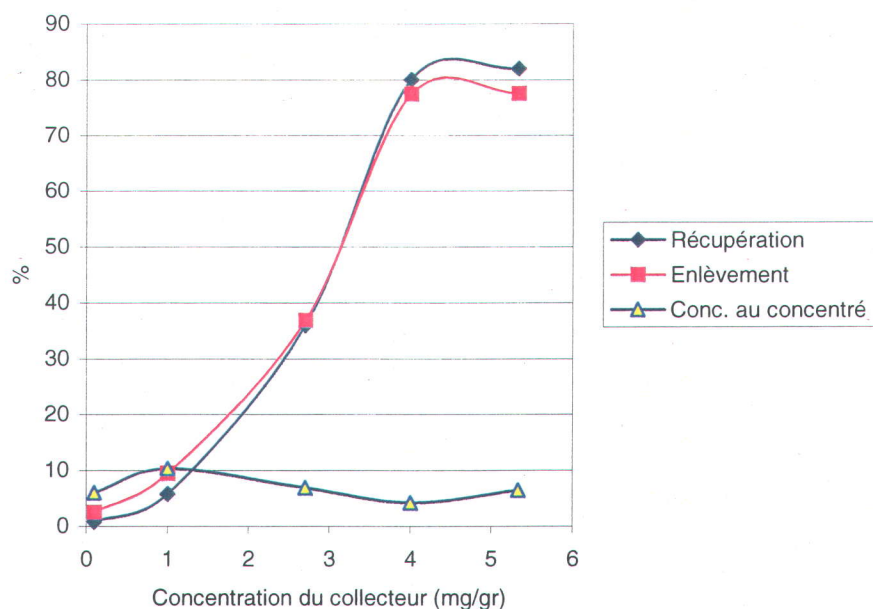


Fig. 6.6 Variation de la récupération, de l'enlèvement et de la concentration en cuivre dans le concentré pour les différentes concentrations du collecteur dans une pulpe de 20 % de solides

De façon similaire, le comportement de la récupération, de l'enlèvement et de la teneur du concentré par rapport à plusieurs concentrations du collecteur ont été examinés pour les paramètres suivants : une pulpe de 30 % de solides, une variation de la vitesse d'agitation de 1200 à 2800 rpm et une concentration du collecteur de 0,9 à 3,3 mg/g. On a pris en compte les essais T-8, M-2, M-4 et M-9 comme l'indiquent le tableau 6.15 et la figure 6.7

Tableau 6.15. Différents essais choisis pour la discussion des résultats préliminaires à 30 % de solides

Exp.	Solides %	Vitesse d'agitation rpm	Conc. du collecteur mg/g	Conc. de cuivre dans le conc. ppm	Conc. de cuivre dans l'aliment. ppm	Conc. de cuivre dans le rejet ppm	Teneur du concentré %	Récupération au concentré %	Coefficient d'enlèvement %
T-8	30	1200	1	84467	12565	11058	8,4	6	14,3
M-2	30	2000	1,71	33514	12565	7075	3,4	66,9	57,9
M-4	30	1200	2,56	37253	12565	5899	3,7	62,5	63,2
M-9	30	2800	3,34	38643	12565	5688	3,9	76,8	66,1

À la figure 6.7, on observe la même tendance des courbes que pour le graphique montré dans la figure 6.6. Au-dessus de 1 mg/g de la concentration du collecteur, autant la récupération que l'enlèvement montent pendant que la concentration au concentré diminue. Ceci confirme que l'orientation des courbes de la récupération, de l'enlèvement et de la concentration en cuivre au concentré est la même par rapport à la concentration du collecteur, même si le pourcentage de solides est 20 ou 30 % dans la pulpe et que la vitesse d'agitation varie entre 900 et 2800 rpm.

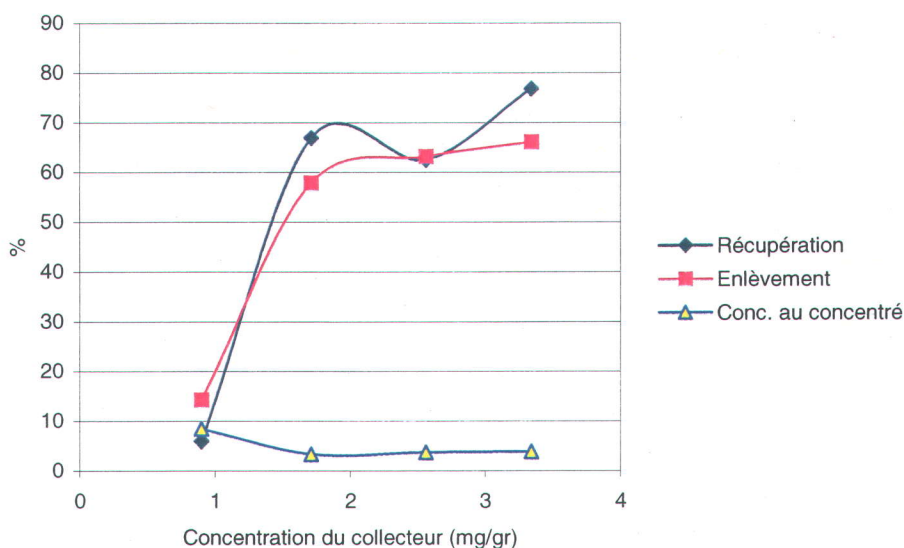


Fig. 6.7 Variation de la récupération, de l'enlèvement et de la concentration en cuivre dans le concentré pour plusieurs concentrations du collecteur dans une pulpe de 30 % de solides

6.2.2 Variation de la concentration en cuivre dans le rejet en fonction de la récupération et de l'enlèvement dans une pulpe de 20 % de solides

Un autre aspect intéressant est le comportement de la récupération et de l'enlèvement en fonction de la concentration en cuivre dans le rejet. On a également utilisé les essais indiqués dans le tableau 6.14 pour étudier ce comportement.

La figure 6.8 montre une diminution de la concentration en cuivre dans le rejet lorsque les pourcentages de récupération et d'enlèvement augmentent. Une faible concentration en cuivre est à prévoir dans le rejet lorsque la récupération et l'enlèvement sont élevés dans la flottation.

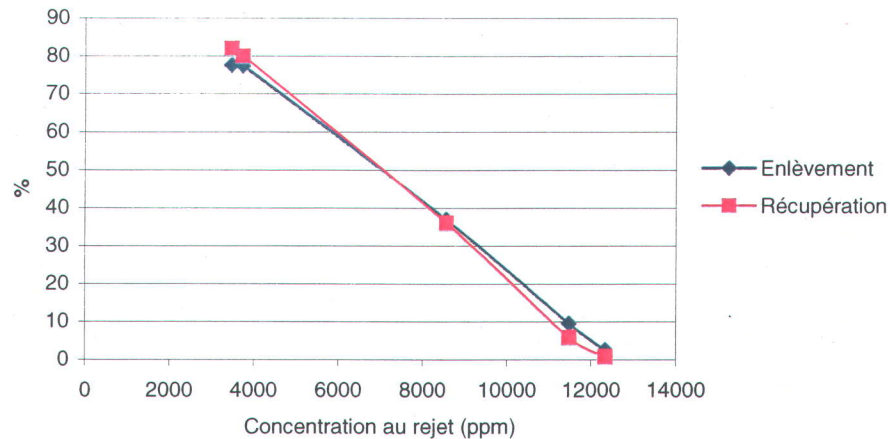


Fig. 6.8 Variation de la récupération et de l'enlèvement en fonction de la concentration en cuivre dans le rejet

6.2.3 Variation de la concentration du collecteur en fonction de la récupération et du pourcentage de solides dans le concentré dans une pulpe de 20 et 30 % de solides

La figure 6.9 montre la variation de la récupération et du pourcentage de solides dans le concentré en fonction de l'augmentation de la concentration du collecteur, ceci pour un pourcentage de solides dans la pulpe de 20 % (à gauche) et 30 % (à droite). Les essais réalisés avec 20 et 30 % de solides sont indiqués dans le tableau 6.14 et 6.15.

On observe pour les deux figures une tendance similaire d'augmentation du pourcentage de solides dans le concentré, en accord avec la récupération, lorsque la concentration du collecteur est plus élevée. De façon générale, on remarque que plus la récupération monte, plus les particules non désirées sont entraînées dans le concentré, ce qui a comme conséquence une augmentation du pourcentage de solides de l'alimentation au concentré. Ceci se traduit aussi par une diminution de la concentration en cuivre dans le concentré.

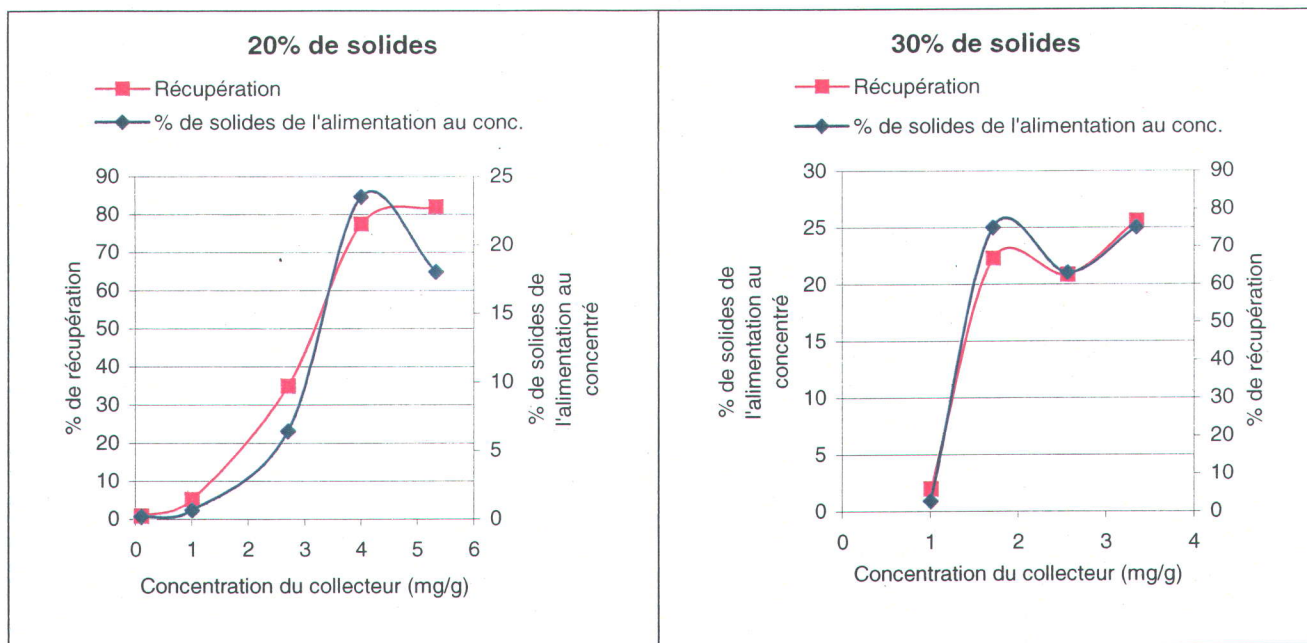


Fig. 6.9 Variation de la récupération en cuivre et du pourcentage de solides dans le concentré en fonction de la concentration du collecteur, pour un pourcentage de 20 % et 30 % de solides dans la pulpe

6.2.4 Variation du facteur de concentration (F. C.) en fonction de la variation de la concentration du collecteur

La figure 6.10 montre le rapport entre le facteur de concentration (concentration du contaminant dans le concentré/concentration du contaminant dans l'alimentation) en fonction de la variation de la concentration du collecteur. Pour cette analyse, on a retenu les expériences T-7, M-1, M-6 et M-8 indiquées dans le tableau 6.14. Le F. C. indique une mesure de la sélectivité du collecteur par rapport aux contaminants pendant le processus de flottation. On observe d'abord un F.C. plus élevé pour le cuivre et le plomb, ensuite pour le nickel, le zinc et le chrome et finalement pour le fer et le baryum. Ceci indique une sélectivité élevée du collecteur par rapport à Cu et Pb et une sélectivité moyenne pour le Ni et le Zn, mais par contre une faible sélectivité par rapport au fer et au baryum. Des figures 6.6, 6,7 et 6.10, on déduit qu'au fur et à mesure que la concentration du collecteur augmente, la récupération et l'enlèvement en cuivre s'élèvent

pendant que la sélectivité diminue. Ceci se traduit aussi par une augmentation du pourcentage des solides de l'alimentation qui s'est rendu au concentré et par une diminution de la concentration en cuivre également dans le concentré.

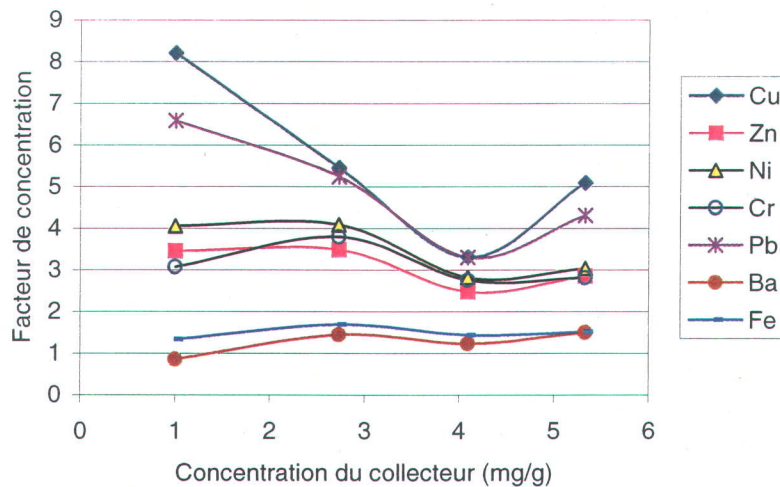


Fig. 6.10 Variation du facteur de concentration de plusieurs métaux contaminants

6.2.5 Récupération et enlèvement d'autres métaux contaminants liés à la matrice orthogonale $L_9(3^3)$

Les résultats de récupération et d'enlèvement de Zn, Ni, Cr, Pb et Ba sont indiqués dans les tableaux 6.16 à 6.20. On a choisi les expériences M-8, M-6, M-1 et M-3 de la matrice orthogonale $L_9(3^3)$ pour souligner ces résultats (tableau 6.6). Les essais M-8 et M-6 ont été sélectionnés en raison des résultats les plus élevés de récupération et d'enlèvement en cuivre. À l'inverse, les essais M-1 et M-3 ont été choisis comme ayant les plus faibles résultats de récupération et d'enlèvement en cuivre. Par conséquent, une comparaison entre ces deux groupes d'essais s'avère intéressante.

Pour la récupération et l'enlèvement de cuivre, on a utilisé le collecteur anionique xanthate (KAX 55). On pourrait également profiter de son efficacité et de sa puissance pour la récupération et l'enlèvement d'autres sulfures métalliques.

Pour les essais M-8 et M-6, les tableaux 6.16, 6.17 et 6.18 indiquent la récupération et l'enlèvement de Zn, Ni et Cr. Les valeurs oscillent entre 51 et 66 % pour la récupération et entre 67 et 76 % pour l'enlèvement de ces trois éléments, indiquant une valeur moyennement supérieure pour les deux paramètres annoncés.

On a constaté une récupération et un enlèvement supérieurs en Pb de 78 % et de 71 % pour l'essai M-8. Pour l'essai M-6, on a également constaté une récupération élevée de 77 %, mais un enlèvement faible de 39 %, étant donné une concentration au rejet de 146 ppm, proche de celle de l'alimentation de 182 ppm (tableau 6.19). Cette faiblesse de l'enlèvement est déconcertante lorsqu'on observe une concentration élevée de 600 ppm dans le concentré. Il est possible qu'une erreur ait pu avoir lieu dans l'analyse chimique de la mesure de Pb. On note aussi que le pourcentage en récupération de Pb est plus élevé que pour les métaux Zn, Ni et Cr.

Mentionnons que le Baryum (Ba), abondant dans la matrice sédimentaire et identifié comme associé à la baryte ($BaSO_4$), se montre dans le concentré avec une faible récupération et le rejet présente donc un enlèvement très faible (tableau 6.20). Ce minéral sulfaté est difficile à séparer avec le collecteur utilisé; par contre, il peut être récupérable avec un collecteur carboxylate (anionique oxyhydre) qui agit sur les surfaces de sels non solubles comme le sulfate de baryum (Bouchard, 2000).

Pour les essais M-1 et M-3, la récupération et l'enlèvement ont respectivement varié de 7 à 34 % et de 10 à 44 % pour les métaux suivants : Zn, Ni, Cr et Pb. Cette faiblesse de récupération et d'enlèvement est similaire à la faiblesse des résultats de récupération et d'enlèvement en cuivre. Pour ce qui est du baryum, la récupération et l'enlèvement ont été encore plus faibles, soit de 9 % respectivement (tableau 6.20), confirmant la difficulté à séparer le sulfate de baryum.

Tableau 6.16 Récupération et enlèvement de Zn

Exp.	Conc. dans le conc. ppm	Conc. dans l'alim. ppm	Conc. dans le rejet ppm	Récupération au concentré %	Résidu au rejet %	Coefficient d'enlèvement %
M-8	1985	698	224	51	26	74
M-6	1723	698	288	58	32	68
M-1	2433	698	436	32	56	44
M-3	715	698	681	7	90	10

Tableau 6.17 Récupération et enlèvement de Ni

Exp.	Conc. dans le conc. ppm	Conc. dans l'alim. ppm	Conc. dans le rejet ppm	Récupération au concentré %	Résidu au rejet %	Coefficient d'enlèvement %
M-8	1056	348	115	55	27	73
M-6	980	348	111	66	24	76
M-1	294	348	296	8	76	24
M-3	1420	348	227	26	61	39

Tableau 6.18 Récupération et enlèvement de Cr

Exp.	Conc. dans le conc. ppm	Conc. dans l'alim. ppm	Conc. dans le rejet ppm	Récupération au concentré %	Résidu au rejet %	Coefficient d'enlèvement %
M-8	2279	812	329	51	33	67
M-6	2228	812	261	64	25	75
M-1	689	812	746	8	82	18
M-3	3080	812	658	24	75	25

Tableau 6.19 Récupération et enlèvement de Pb

Exp.	Conc. dans le conc. ppm	Conc. dans l'alim. ppm	Conc. dans le rejet ppm	Récupération au concentré %	Résidu au rejet %	Coefficient d'enlèvement %
M-8	783	182	65	78	29	71
M-6	600	182	N.D	77	61	39
M-1	203	182	168	10	83	17
M-3	953	182	153	34	78	22

Tableau 6.20 Récupération et enlèvement de Ba

Exp.	Conc. dans le conc. ppm	Conc. dans l'alim. ppm	Conc. dans le rejet ppm	Récupération au concentré %	Résidu au rejet %	Coefficient d'enlèvement %
M-8	2630	1754	1631	27	76	24
M-6	2156	1754	1353	29	59	41
M-1	1677	1754	1778	9	91	9
M-3	2524	1754	1720	9	91	9

6.3 Cinétique de flottation et granulométrie de la pulpe sédimentaire

6.3.1 Cinétique de flottation

Une courbe de cinétique de flottation a été établie dans le but d'obtenir une récupération optimale dans un intervalle de temps donné. À la section 3.7, l'équation 3.4 décrit une cinétique de premier ordre. Dans cette équation, la constante de temps (K) est le facteur cinétique de la flottation : plus K est élevé, plus la vitesse de flottation est grande.

Pour l'essai sur la cinétique de flottation, on a utilisé une pulpe de 10 % en solides, une vitesse d'agitation de 2600 rpm et une concentration de collecteur de 2 mg/g. Les résultats de la récupération cumulative sont présentés à la figure 6.11. Durant l'essai, on a recueilli quatre concentrés sur le plateau, chacun après une période respective de 2, 6, 8, et 10 minutes. La courbe de tendance indique une récupération de 30 % à la deuxième minute ($K = 0,21 \text{ min}^{-1}$), une récupération de 68 % à la sixième minute ($K = 0,19 \text{ min}^{-1}$), une récupération de 72 % à la huitième minute et à la dixième minute ($K = 0,15 \text{ min}^{-1}$), au moment où la récupération a monté à une valeur maximale. La courbe présente une stabilisation de la récupération après la huitième minute, ce qui indique une diminution de la cinétique de flottation lors des dernières minutes.

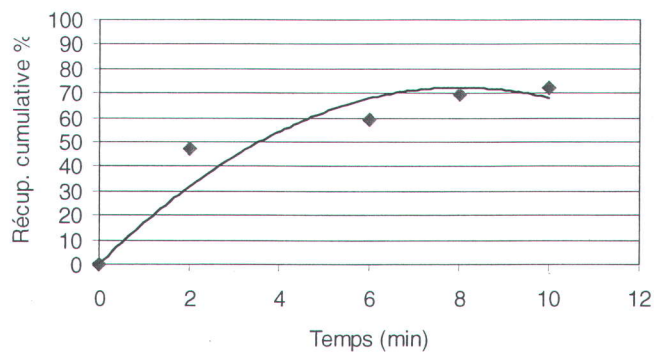


Fig. 6.11 Cinétique de flottation pour la pulpe sédimentaire

6.3.2 Granulométrie de la pulpe sédimentaire

Un essai de flottation a été réalisé avec l'objectif d'étudier les aspects granulométriques d'un échantillon sédimentaire, à partir d'une pulpe de 15 % en solides et une concentration du collecteur de 4 mg/g. Cette expérience renseigne sur la granulométrie de l'alimentation, du concentré et du rejet. Des sous-échantillons ont été prélevés de l'alimentation, du concentré et du rejet pour ensuite être soumis à l'analyse granulométrique laser.

La figure 6.12 montre les courbes pour les trois types d'échantillon, celles-ci étant reliées à la valeur de la masse cumulative passante (%) et à la taille du grain (μm). Notons que la courbe granulométrique du concentré indique une taille plus petite du grain par rapport au rejet et à l'alimentation. Ainsi, une taille du grain de 10 μm représente 48 % de la masse du concentré, 35 % de celle de l'alimentation et 26 % du rejet. Il est de même pour la taille du grain de 30 μm : 84 % de la masse de l'échantillon dans le concentré, 64 % dans l'alimentation et 50 % dans le rejet. On observe que pour une taille du grain de 30 μm , les courbes ont un écart plus étendu en pourcentage que pour la taille du grain de 10 μm . Ceci indique qu'au fur et à mesure que la taille du grain augmente, le concentré aura un pourcentage de particules fines plus élevé (et plus distant) par rapport au pourcentage de particules fines dans l'alimentation et le rejet.

On constate aussi que pour le concentré, le cumulatif passant maximal (100 %) correspond à la taille du grain maximal de 100 μm . Pour l'alimentation et le rejet, le cumulatif passant maximal (100 %) correspond à une taille du grain supérieure à 200 μm .

Mentionnons finalement que pour cet essai de flottation, une majorité de particules fines de l'alimentation se sont rendues au concentré et les grains de taille plus grande sont restés dans le rejet. Le tableau 5.8 (section 5.3.4) montre que l'on a trouvé 66 % de cuivre dans des particules inférieures à 75 μm dans un échantillon sédimentaire. L'abondance de cuivre dans la partie fine de l'échantillon et l'affluence de particules fines au concentré indiquent une bonne performance de la récupération de 82 % et de l'enlèvement de 68 % pour l'essai présent.

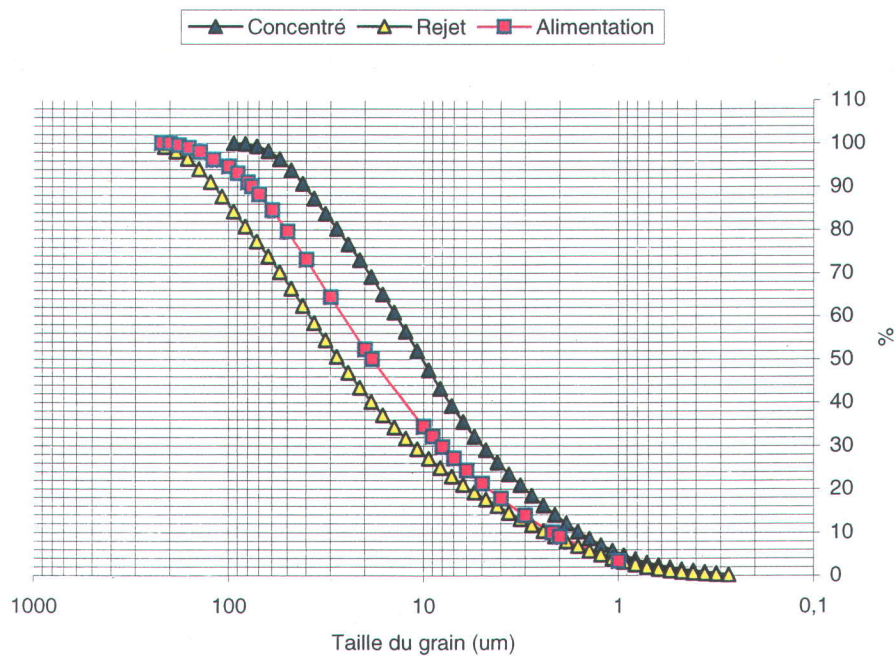


Fig. 6.12 Granulométrie d'un essai de flottation indiquant le cumulatif passant en fonction de la taille du grain

6.4 Essais préliminaires et deuxième approche matricielle orthogonale $L_{16}(4^5)$

Plusieurs autres essais préliminaires et un deuxième plan orthogonal d'expériences ont été nécessaires afin de poursuivre l'évaluation et l'optimisation de la flottation des éléments contaminants visés dans la pulpe sédimentaire, avec l'addition du collecteur et de l'agent moussant.

6.4 1 Essais préliminaires avec le collecteur et l'agent moussant

Il était également important de tester la matrice sédimentaire en ajoutant de l'agent moussant pour essayer de diminuer la concentration du collecteur et pour vérifier l'efficacité des deux réactifs dans la pulpe.

On a déjà observé la possibilité du double rôle joué par le collecteur à des concentrations élevées (section 6.1.3). À certaines concentrations, en plus d'agir sur la surface des éléments inorganiques de la pulpe, il semble que le collecteur opère sur les bulles d'air en modifiant les caractéristiques de l'interface liquide-gaz. Ceci se manifeste par l'amélioration de la production et de la formation de la mousse, et aussi dans l'augmentation du pourcentage de récupération et d'enlèvement en cuivre.

La concentration de collecteur utilisée pendant les expériences antérieures s'avère élevée (4 à 6 mg/g) pour réussir une récupération et un enlèvement de cuivre supérieurs à 70 %. Pour tenter de diminuer la concentration de collecteur dans la pulpe, avec un résultat satisfaisant de récupération et d'enlèvement, il s'est avéré nécessaire d'ajouter l'agent moussant à certaines concentrations.

Deux essais préliminaires de flottation auxquels on a ajouté du collecteur et de l'agent moussant sont présentés dans le tableau 6.21. Pour l'essai D-1, les résultats de récupération de 81 % et d'enlèvement de 72 % ont été satisfaisants en raison d'une valeur très élevée de la concentration de cuivre dans le concentré de 103700 ppm et à une faible valeur de la concentration en cuivre

dans le rejet de 3916 ppm. Pour cet essai, les expérimentations ont été réalisées avec une concentration de collecteur de 2,65 mg/g et une concentration de l'agent moussant de 1,72 mg/g. Selon l'essai D-2, le résultat indique une récupération acceptable de 67 %, en dépit d'une faible concentration de cuivre dans le concentré de 31244 ppm et une valeur élevée du pourcentage de solides de l'alimentation qui s'est rendu au concentré de 27 %. Par conséquent, ceci indique une quantité élevée de particules non désirables entraînées dans le concentré. Dans le rejet, la concentration de cuivre (10231 ppm) proche de celle de l'alimentation (12565 ppm) donne un résultat d'enlèvement de 41 %. Pour l'essai D-2, on a expérimenté avec une concentration plus faible de collecteur et de l'agent moussant que par rapport à l'essai D-1, comme le montre le tableau 6.21.

Au cours des expériences, on a observé que l'ajout de l'agent moussant en début de flottation était plus performant, étant donné l'amélioration en termes de récupération et d'enlèvement en cuivre. Cet aspect a aidé à améliorer les performances de flottation dans la cellule d'agitation mécanique.

Tableau 6.21 Résultats préliminaires de la flottation avec l'ajout du collecteur et de l'agent moussant

Exp.	Solides %	Vitesse d'agitation rpm	Conc. du collecteur mg/g	Conc. de l'agent moussant mg/g	Conc. de cuivre dans le conc. ppm	Conc. de cuivre dans l'alim. ppm	Conc. de cuivre dans le rejet ppm	Récup. au concentré %	Résidu au rejet %	Coefficient d'enlèvement %
D-1	10	1200	2,65	1,72	103700	12565	3916	81	28	72
D-2	30	2000	1,57	0,69	31244	12565	10231	67	59	41

On a continué de tester les deux réactifs en diminuant d'abord de moitié la concentration de collecteur, et ensuite en réduisant d'une façon plus importante la concentration de l'agent moussant, comme le montrent le tableau 6.22 et la figure 6.13. Ceux-ci indiquent trois essais effectués avec une variation de la concentration de collecteur pendant que la concentration de l'agent moussant est restée constante tout comme les autres variables.

Tableau 6.22 Variation de la concentration de collecteur avec les autres variables constantes

Exp.	Solides %	Vitesse d'agitation rpm	Conc. du collecteur mg/g	Conc. de l'agent moussant mg/g	Conc. de cuivre dans le conc. ppm	Conc. de cuivre dans l'alim. ppm	Conc. de cuivre dans le rejet ppm	Récupération au concentré %	Coefficient d'enlèvement %
D-3	20	2100	0	0,043	34276	12565	N.D.	33	N.D.
D-4	20	2100	0,34	0,043	32901	12565	N.D.	40	N.D.
D-5	20	2100	0,69	0,043	46414	12565	N.D.	70	N.D.

À la figure 6.13, on note la variation du pourcentage de récupération en cuivre en fonction de la concentration du collecteur. En l'absence du collecteur et avec l'ajout d'une concentration de l'agent moussant de 0,043 mg/g, le résultat de la récupération obtenu était le plus faible, avec une valeur de 33 %. Pour une concentration de collecteur de 0,34 mg/g et de l'agent moussant de 0,043 mg/g, le résultat de récupération a été un peu plus élevé, 40 %. Pour une concentration de collecteur de 0,69 mg/g et de l'agent moussant de 0,043 mg/g, la récupération s'élève à 70 %. Pour les essais de la section suivante, on tiendra compte de ces deux dernières concentrations de collecteur et de l'agent moussant. Il est nécessaire d'indiquer que ces essais ont été effectués avec 20 % de solides dans la pulpe et à une vitesse d'agitation de 2100 rpm.

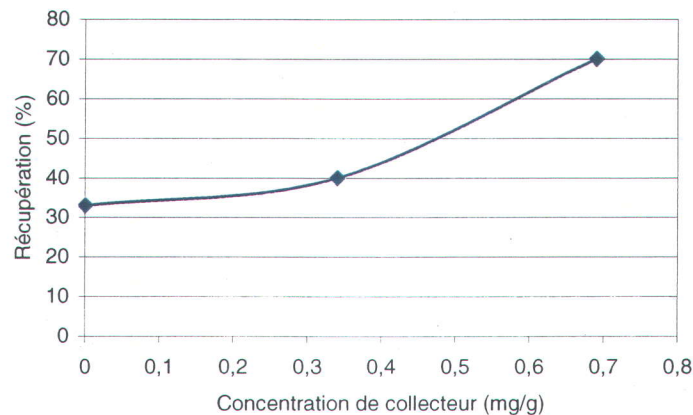


Fig. 6.13 Variation du pourcentage de récupération en cuivre en fonction de la concentration du collecteur, pour les essais D-3, D-4 et D-5

6.4.2 Deuxième approche matricielle orthogonale $L_{16}(4^5)$

Pour la deuxième approche matricielle, on a entrepris la construction d'une matrice orthogonale de 16 expériences avec 5 paramètres et 4 niveaux comme l'indique le tableau 6.23 (voir aussi le tableau 4.3). On a estimé propice d'utiliser cette distribution matricielle étant donné qu'elle s'adaptait davantage aux résultats obtenus jusqu'à maintenant. Ceci amène également à essayer de diminuer la contribution du pourcentage d'erreur sur les variables contrôlées et non contrôlées.

Les cinq paramètres A, B, C, D et E correspondent respectivement à : A - pourcentage de solides dans la pulpe, B - concentration du collecteur, C - temps de flottation, D - concentration de l'agent moussant, E - vitesse d'agitation. On a choisi un écart de 17 à 24 % en pourcentage de solides dans la pulpe en raison de leur proximité avec la condition optimale de 20 %, expérimentée pour la matrice orthogonale $L_9(3^3)$. Les concentrations du collecteur ont varié de 0,8 à 1,4 mg/g, celles-ci étant un peu plus élevées que les concentrations utilisées pour les essais indiqués dans le tableau 6.22. Les concentrations de l'agent moussant ont varié de 0,035 à 0,065 mg/g et les vitesses d'agitation de 1700 à 2600 rpm. On a également inclus le paramètre du temps de flottation pour vérifier les résultats déjà obtenus pendant l'expérience sur la cinétique de flottation. Tous les essais reliés à la matrice orthogonale $L_{16}(4^5)$ ont été effectués avec un temps de conditionnement de 5 minutes, un volume de pulpe de 3 litres et à une vitesse d'agitation de 1900 rpm. Le pH est demeuré constant à 8,5 ($\pm 0,2$).

Tableau 6.23 Matrice orthogonale composée de 16 expériences, cinq variables A, B, C, D, E et quatre niveaux

Exp.	A Solides %	B Concentration du collecteur mg/g	C Temps de flottation min	D Concentration de l'agent moussant mg/g	E Vitesse d'agitation rpm
E-1	17	0,8	4	0,035	1700
E-2	17	1	6	0,045	2000
E-3	17	1,2	8	0,055	2300
E-4	17	1,4	10	0,065	2600
E-5	19	0,8	6	0,055	2600
E-6	19	1	4	0,065	2300
E-7	19	1,2	10	0,035	2000
E-8	19	1,4	8	0,045	1700
E-9	21	0,8	8	0,065	2000
E-10	21	1	10	0,055	1700
E-11	21	1,2	4	0,045	2600
E-12	21	1,4	6	0,035	2300
E-13	24	0,8	10	0,045	2300
E-14	24	1	8	0,035	2600
E-15	24	1,2	6	0,065	1700
E-16	24	1,4	4	0,055	2000

Le tableau 6.24 montre les résultats de la récupération au concentré, du résidu au rejet et du coefficient d'enlèvement en cuivre pour la matrice orthogonale $L_{16}(4^5)$. Les résultats de la récupération au concentré et du résidu au rejet sont utilisés pour le bilan en cuivre (voir annexe C, tableau A8). Notons que les valeurs les plus élevées de récupération et d'enlèvement correspondent à l'essai E-7, avec des résultats de 80 et 77 % respectivement, suivi de l'essai E-4, montrant des valeurs respectives de 75 et 78 %. Par ailleurs, les résultats les plus faibles de récupération et d'enlèvement sont pour les essais E-1, E-16 et E-15.

Avec une récupération de 22 % et un enlèvement de 19 %, l'essai E-1 donne le plus faible rendement, suivi de l'essai E-16 (récupération et enlèvement de 50 et 57 %) et de l'essai E-15 (récupération et enlèvement de 51 et 55 %).

Il est à noter que pour les essais E-7 et E-4 (récupération et enlèvement élevés), le temps maximal de flottation a été de 10 minutes, tandis que pour les essais E-1, E-16 et E-15 (faible récupération et enlèvement) le temps de flottation a été inférieur à 6 minutes. Pour les essais E-7

et E-4, les concentrations de collecteur de 1,2 et de 1,4 mg/g et les pourcentages de solides dans la pulpe de 17 et 19 % ont conduit à une récupération et un enlèvement élevés.

Pour l'essai E-1, le niveau minimal des paramètres A, B, C, D et E est relié aux résultats les plus faibles de récupération et d'enlèvement. Pour les essais E-15 et E-16, le pourcentage élevé de solides dans la pulpe (24 %) et les temps inférieurs de flottation (6 et 4 minutes) ont conduit aux résultats de récupération et d'enlèvement les plus faibles, malgré des concentrations de collecteur de 1,2 et 1,4 mg/g et de l'agent moussant de 0,065 et 0,055 mg/g.

Pour les essais E-7 et E-4, les concentrations en cuivre dans le rejet ont été les plus basses, de 3377 et 3397 ppm. Dans le concentré de ces deux essais, les concentrations en cuivre se trouvent élevées, de 66524 et 60958 ppm respectivement. Le pourcentage de solides de l'alimentation qui s'est rendu au concentré a été de 15 % pour les deux essais.

Pour les essais E-16 et E-15, les concentrations en cuivre dans le rejet se trouvent moyennement élevées, de 6254 et 6584 ppm respectivement. Dans le concentré, des résultats moyens en cuivre de 51554 et de 46024 ppm ont été obtenus. Les pourcentages de solides de l'alimentation qui se sont rendus au concentré ont été de 12 et 14 % respectivement.

Pour l'essai E-1, la concentration de cuivre dans le rejet a été de 10486 ppm (la plus élevée de la matrice orthogonale), la concentration de cuivre dans le concentré de 104273 ppm (également la plus élevée) et le pourcentage de solides de l'alimentation qui s'est rendu au concentré a été de 2,7 % (le plus bas). Ces résultats indiquent que l'essai E-1 a obtenu la concentration de cuivre dans le concentré la plus élevée, mais d'autre part les plus petits pourcentages de récupération et d'enlèvement de la matrice orthogonale, étant donné les conditions d'expérimentation de cet essai.

Pour les essais E-2, E-6, E-9, E-10, E-11 et E-13, les récupérations ont oscillé de 56 à 58 % et les enlèvements de 56 à 56 %, indiquant des valeurs moyennes pour ces paramètres. De même, pour les essais E-3, E-5, E-8, E-12 et E-14, les récupérations ont varié de 64 à 67 % et les enlèvements de 62 à 72 %, indiquant des valeurs moyennement supérieures.

Tableau 6.24 Résultats de la récupération et de l'enlèvement en cuivre pour la matrice orthogonale $L_{16}(4^5)$

Exp.	Conc. de cuivre dans le conc. ppm	Conc. de cuivre dans l'alim. ppm	Conc. de cuivre dans le rejet ppm	Récupération au concentré %	Résidu au rejet %	Coefficient d'enlèvement %
E-1	104273	12565	10486	22	81	19
E-2	78488	12565	6229	56	44	56
E-3	64242	12565	4498	65	31	69
E-4	60958	12565	3397	75	22	78
E-5	61146	12565	4644	66	32	68
E-6	74481	12565	5497	58	39	61
E-7	66524	12565	3377	80	23	77
E-8	66705	12565	4693	67	32	68
E-9	45363	12565	5945	58	39	61
E-10	53005	12565	6199	58	42	58
E-11	64526	12565	5964	56	42	58
E-12	47625	12565	4308	66	28	72
E-13	35180	12565	6230	57	40	60
E-14	37669	12565	6035	64	38	62
E-15	46024	12565	6584	51	45	55
E-16	51554	12565	6254	50	43	57

6.4.2.1 Évaluation de la contribution totale et de chacune des variables sur la récupération et l'enlèvement du cuivre pour la matrice orthogonale $L_{16}(4^5)$

Lors de l'analyse de la variance établie par la méthode statistique de Taguchi (1988), on a déterminé la contribution de chacune des variables étudiées comme l'indique le tableau 6.25. Il est à noter que la contribution des différentes variables a été déterminée à partir de la moyenne de seize expériences composant la matrice orthogonale étudiée. Les valeurs moyennes de récupération et d'enlèvement ont été respectivement de 59 et de 61 % avec 13 % d'écart type pour chaque paramètre. Le tableau 6.25 montre une contribution totale de 2414 pour la récupération et de 2688 pour l'enlèvement. Ces valeurs sont éloignées de zéro, mais elles ont diminué de presque la moitié des valeurs correspondantes de la matrice orthogonale $L_9(3^3)$. En effet, la sélection d'un plus petit intervalle des niveaux de la matrice orthogonale $L_{16}(4^5)$ et

l'influence des variables choisies ont eu comme conséquence une réduction de la contribution totale.

Tableau 6.25 Contribution des variables sur la récupération et l'enlèvement de cuivre pour la matrice orthogonale $L_{16}(4^5)$

Variable	Degrés de liberté <i>f</i>	Récupération		Enlèvement	
		Contribution approx. de Chaque variable	Contribution nette de chaque variable	Contribution approx. de chaque variable	Contribution nette de chaque variable
% de solides	3	419	419	377	377
Conc. du collecteur	3	448	448	632	632
Temps de flottation	3	995	995	886	886
Conc. de l'agent moussant	3	12	12	96	96
Vitesse d'agitation	3	540	540	698	698
<i>e</i>	0	0	0	0	0
Total	15	2414	2414	2688	2688

Le tableau 6.25 montre également une contribution de 0 % d'erreur pour la récupération et l'enlèvement, indiquant une contribution totale des variables choisies. Toutes les variables importantes ont été considérées ainsi que les interactions entre les variables représentées.

À la figure 6.14, on retrouve la contribution des différentes variables composant la matrice orthogonale $L_{16}(4^5)$ pour la récupération du cuivre. Notons que selon cette matrice orthogonale, le temps de flottation a été la variable qui a le plus influencé le procédé de flottation (41,2 %), suivi en ordre décroissant de la vitesse d'agitation (22,4 %), de la concentration de collecteur (18,6 %), du pourcentage de solides dans la pulpe (17,4 %) et finalement de la concentration de l'agent moussant (0,5 %).

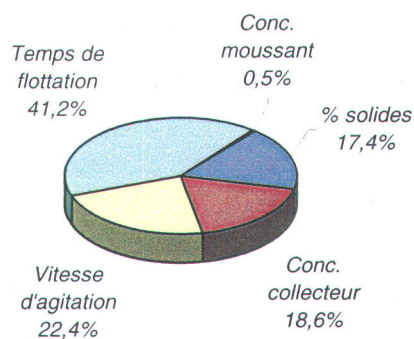


Fig. 6.14 Contribution de chacune des variables de la matrice orthogonale $L_{16}(4^5)$ pour la récupération de cuivre

En regard de l'enlèvement (figure 6.15), le temps de flottation a également été la variable qui a plus influencé le procédé de flottation (33 %), suivi en ordre décroissant de la vitesse d'agitation (26 %), de la concentration de collecteur (23,3 %), du pourcentage de solides dans la pulpe (14 %) et finalement de la concentration de l'agent moussant (3,6 %). Notons que, autant pour la récupération que pour l'enlèvement, l'influence la plus importante est le temps de flottation, suivi de la vitesse d'agitation, de la concentration du collecteur, du pourcentage de solides dans la pulpe et finalement de la concentration de l'agent moussant.

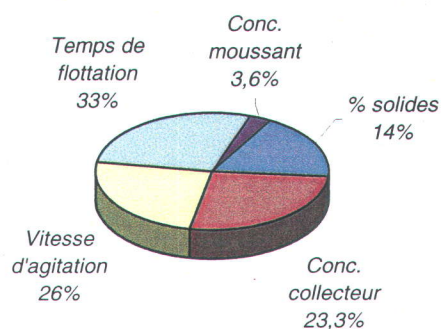


Fig. 6.15 Contribution de chacune des variables de la matrice orthogonale $L_{16}(4^5)$ pour l'enlèvement de cuivre

6.4.2.2 Effet factoriel des variables étudiées pour la matrice orthogonale $L_{16}(4^5)$

Le tableau 6.26 montre l'effet factoriel des variables étudiées sur la récupération et l'enlèvement du cuivre. Les conditions optimales de la variable correspondante y sont identifiées en caractère gras.

L'effet factoriel optimal, autant pour la récupération que pour l'enlèvement, correspond aux variables suivantes : un pourcentage de solides de 19 %, un temps de flottation de 10 minutes, une vitesse d'agitation de 2600 rpm, une concentration du collecteur de 1,4 mg/g, et une concentration de l'agent moussant de 0,055 ou de 0,065 mg/g.

Tableau 6.26 Effet factoriel des variables étudiées sur la récupération et l'enlèvement de cuivre pour la matrice orthogonale $L_{16}(4^5)$

Variable	Récupération Effet factoriel	Enlèvement Effet factoriel
% de solides dans la pulpe	%	%
17	54,6	55,5
19	67,6	68,5
21	59,5	62,3
24	55,7	58,5
Temps de flottation (min)		
4	46,5	48,8
6	59,7	62,8
8	63,6	65,0
10	67,5	68,3
Vitesse d'agitation (rpm)		
1700	49,7	50,0
2000	60,7	62,8
2300	61,9	65,5
2600	65,1	66,5
Concentration du collecteur (mg/g)		
0,8	50,8	52,0
1	59,2	59,3
1,2	63	64,8
1,4	64,3	68,8
Concentration de l'agent moussant (mg/g)		
0,035	58,2	57,5
0,045	58,9	60,5
0,055	63,6	63,0
0,065	60,5	63,8

6.4.2.3 Prédiction des performances dans les conditions optimales pour la matrice orthogonale $L_{16}(4^5)$

Le tableau 6.27 indique les variables, les niveaux et la prédiction des performances optimales pour la récupération et l'enlèvement dans la matrice orthogonale $L_{16}(4^5)$. Les prédictions de performance pour la récupération et l'enlèvement ont été calculées à 91 et 88 % respectivement. On observe les mêmes niveaux optimaux des variables, tant pour la récupération que pour l'enlèvement, à l'exception de la concentration de l'agent moussant. On note également une petite différence de 3 % dans la prédiction optimale des performances pour la récupération et l'enlèvement.

Tableau 6.27 Prédiction des performances dans les conditions optimales de récupération et d'enlèvement pour la matrice orthogonale $L_{16}(4^5)$

Variable	Niveau	Récupération %
% de solides dans la pulpe	19 %	68
Concentration du collecteur	1,4 mg/g	64
Vitesse d'agitation	2600 rpm	65
Temps de flottation	10 min	68
Concentration de l'agent moussant	0,065 mg/g	61
Prédiction optimale		88
		Enlèvement %
% de solides dans la pulpe	19 %	68,5
Concentration du collecteur	1,4 mg/g	69
Vitesse d'agitation	2600 rpm	67
Temps de flottation	10 min	68
Concentration de l'agent moussant	0,065 mg/g	64
Prédiction optimale		91

6.4.2.4 Validation des résultats dans les conditions optimales pour la matrice orthogonale

$L_{16}(4^5)$

Le tableau 6.28 montre les quatre essais de validation des résultats pour les conditions optimales de récupération et d'enlèvement. Pour les cinq variables, on a retenu les valeurs de condition optimale comme suit : un pourcentage de solides dans la pulpe de 19 %, une concentration de collecteur de 1,4 mg/g, une vitesse d'agitation de 2600 rpm, un temps de flottation de 8 minutes et une concentration de l'agent moussant de 0,065 mg/g. On a retenu le temps de flottation de 8 minutes, car c'est la valeur maximale obtenue de la courbe de cinétique de flottation (fig. 6.11).

Les valeurs moyennes des quatre essais de validation des résultats dans les conditions optimales de récupération et d'enlèvement sont de 83,5 % et de 84 %, avec un écart type de 6 et 2 % respectivement. Le pourcentage de solides qui s'est rendu au concentré est de 24 % (moyenne des quatre essais). Ces résultats de récupération et d'enlèvement sont près des prédictions optimales de performance de 88 % et 91 %, tel qu'indiqué dans le tableau 6.27, et supérieurs à la valeur de la moyenne de 59 et 55 % de récupération et d'enlèvement de la matrice orthogonale $L_{16}(4^5)$.

Tableau 6.28 Validation des résultats de récupération et d'enlèvement dans des conditions optimales d'expérimentation pour la matrice orthogonale $L_{16}(4^5)$

Exp.	Solides %	Conc. de collecteur mg/g	Conc. de l'agent moussant mg/g	Conc. de cuivre dans le conc. ppm	Conc. de cuivre dans l'alim. ppm	Conc. de cuivre dans le rejet ppm	Récupération au concentré %	Résidu au rejet %	Coefficient d'enlèvement %
OP-1	19	1,4	0,065	33060	12565	3000	75	17	83
OP-2	19	1,4	0,065	44461	12565	2290	86	13	87
OP-3	19	1,4	0,065	51173	12565	2855	85	17	83
OP-4	19	1,4	0,065	48710	12565	2689	88	16	84

6.4.2.5 Récupération et enlèvement des hydrocarbures pétroliers pour les expériences OP-2 et OP-4 de la matrice orthogonale $L_{16}(4^5)$

Les deux expériences OP-2 et OP-4 ont été choisies pour quantifier la concentration des hydrocarbures pétroliers, utilisant la méthode gravimétrique (voir section 4.1.2). Ces expériences ont été utilisées, car elles présentaient une récupération et un enlèvement élevés en cuivre, comme c'était le cas pour les expériences choisies de la matrice orthogonale $L_9(3^3)$ (voir tableau 6.11).

Pour l'expérience OP-2, le tableau 6.29 montre des résultats de 86 % pour la récupération et de 63 % pour l'enlèvement d'hydrocarbures. Pour ce qui est de l'expérience OP-4, il montre des résultats de 79 % et de 69 % pour les mêmes paramètres. Ces résultats signalent une bonne performance de récupération et d'enlèvement des hydrocarbures. Cependant, pour les essais OP-2 et OP-4, les concentrations d'hydrocarbures dans le rejet demeurent au-dessus du critère C (3500 ppm).

Tableau 6.29 Résultats de récupération et d'enlèvement des hydrocarbures pétroliers pour les expériences OP-2 et OP-4 de la matrice orthogonale $L_{16}(4^5)$

Exp.	Conc. d'hydrocarbures dans le concentré ppm	Conc. d'hydrocarbures dans l'alimentation ppm	Conc. d'hydrocarbures dans le rejet ppm	Récupération d'hydrocarbures au concentré %	Résidu d'hydrocarbures au rejet %	Coefficient d'enlèvement d'hydrocarbures %
OP-2	45644	12961	6642	86	37	63
OP-4	48061	12961	5249	79	31	69

6.4.2.6 Vérification des résultats par rapport à la concentration de l'agent moussant et à la vitesse d'agitation pour la matrice orthogonale $L_{16}(4^5)$

On a jugé nécessaire de vérifier les résultats liés à la concentration de l'agent moussant et à la vitesse d'agitation pour la matrice orthogonale $L_{16}(4^5)$. Pour accomplir cette tâche, on a réalisé trois essais pour chacune des deux variables dans un volume de 3 litres. Le tableau 6.30 montre

les résultats de la variation de la concentration de l'agent moussant alors que les autres variables sont constantes. Pour effectuer la vérification, on a choisi une valeur supérieure et inférieure à la concentration optimale de l'agent moussant de 0,065 mg/g.

Pour les essais indiqués dans le tableau 6.30 et 6.31, le temps de conditionnement a été de 10 minutes à une vitesse de 1900 rpm. On remarque également un pourcentage de solides de l'alimentation qui s'est rendu au concentré entre 20 et 22 % pour ces essais.

Tableau 6.30 Variation de la concentration de l'agent moussant avec les autres variables constantes

Exp.	Solides %	Vitesse d'agitation rpm	Conc. de collecteur mg/g	Conc. de l'agent moussant mg/g	Conc. de cuivre dans le conc. ppm	Conc. de cuivre dans l'alim. ppm	Conc. de cuivre dans le rejet ppm	Récupération au concentré %	Coefficient d'enlèvement %
V-1	19	2600	1,4	0,035	44948	12565	3236	79	81
V-2	19	2600	1,4	0,065	51173	12565	2855	85	83
V-3	19	2600	1,4	0,105	50811	12565	2758	86	83

La figure 6.16 montre les courbes de récupération et d'enlèvement par rapport à la concentration de l'agent moussant. Notons qu'à partir de la valeur de 0,065 mg/g, la tendance des courbes de récupération et d'enlèvement se stabilise, ce qui indique que les valeurs variant entre 0,065 à 0,105 mg/g sont acceptables pour une bonne performance de la flottation.

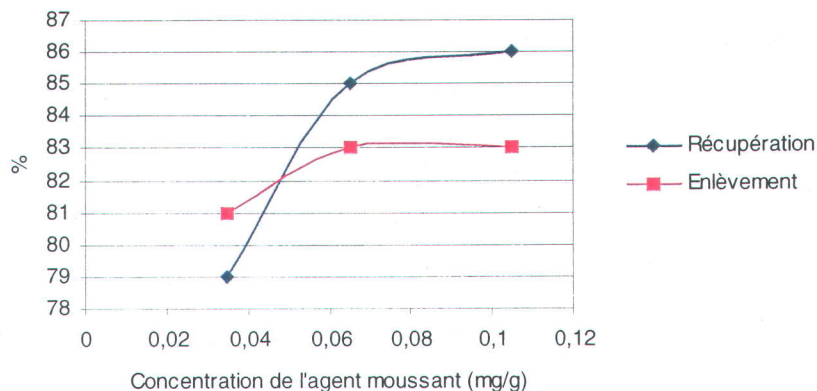


Fig.6.16 Pourcentage de récupération et d'enlèvement en fonction de la variation de la concentration de l'agent moussant, pour les essais V-1, V-2 et V-3

Par ailleurs, le tableau 6.31 indique les résultats des trois essais pour la variation de vitesse avec les autres variables constantes. On a vérifié la vitesse d'agitation optimale de 2600 mg/g, accompagnée de deux valeurs inférieures de vitesse de 2200 et 1700 rpm. On remarque également un pourcentage de solides de l'alimentation qui s'est rendu au concentré entre 17 et 23 % pour ces essais.

Tableau 6.31 Variation de la vitesse d'agitation avec les autres variables constantes

Exp.	Vitesse Solides %	Vitesse d'agitation rpm	Conc. du collecteur mg/g	Conc. de l'agent moussant mg/g	Conc. de cuivre dans le conc. ppm	Conc. de cuivre dans l'alim. ppm	Conc. de cuivre dans le rejet ppm	Récupération au concentré %	Coefficient d'enlèvement %
V-4	19	1700	1,4	0,065	57791	12565	3981	78	74
V-5	19	2200	1,4	0,065	45713	12565	4075	77	76
V-6	19	2600	1,4	0,065	48710	12565	2689	88	84

La figure 6.17 montre l'effet de la variation de la vitesse d'agitation par rapport aux pourcentages de récupération et d'enlèvement. Ce graphique montre une certaine stabilité des courbes entre 1700 et 2200 rpm, correspondant à une récupération de 78 % et à un enlèvement de 74 %. Une élévation des pourcentages de récupération et d'enlèvement a lieu lorsque la vitesse a varié de 2200 à 2600 rpm. Une vitesse d'agitation optimale de 2600 rpm est donc jugée comme étant acceptable, autant pour la récupération que pour l'enlèvement.

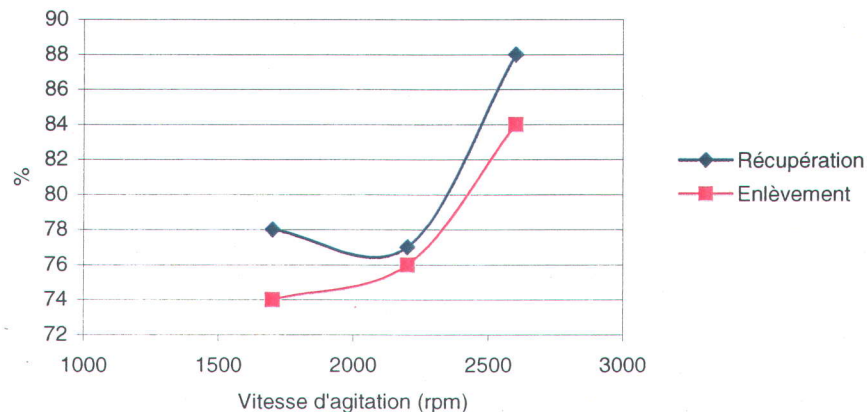


Fig. 6.17 Pourcentage de récupération et d'enlèvement en fonction de la variation de la vitesse d'agitation, pour les essais V-4, V-5 et V-6

Autant pour la figure 6.16 que pour la figure 6.17, on a observé la même tendance en regard des courbes de récupération et d'enlèvement en cuivre.

6.4.2.7 Récupération et enlèvement d'autres métaux contaminants liés à la matrice orthogonale $L_{16}(4^5)$

Les tableaux de 6.32 à 6.36 montrent trois essais OP-2 E-16 et E-1 pour l'analyse de la récupération au concentré, du résidu au rejet et de l'enlèvement de Zn, Ni, Cr, Pb et Ba. L'essai OP-2 a été choisi pour ses résultats élevés de 86 et 87 % de récupération et d'enlèvement en cuivre (voir tableau 6.28). L'essai E-16 a été choisi pour ses résultats moyens de 50 et de 57 % de récupération et d'enlèvement en cuivre (voir tableau 6.24). L'essai E-1 a été sélectionné pour ses faibles résultats de 22 et de 19 % de récupération et d'enlèvement en cuivre (voir tableau 6.24).

Les résultats de récupération et d'enlèvement de Zn, Ni, Cr, Pb et Ba sont comparés à ceux du cuivre ci-dessous.

Selon l'essai OP-2, des récupérations au concentré élevées de 72 à 80 % ont été observées pour Zn, Ni, Cr et Pb (tableaux 6.32 à 6.35). Ces valeurs de récupération correspondent également à une valeur élevée du pourcentage de récupération en cuivre (86 %). Pour le même essai OP-2 et pour les mêmes métaux, on a observé des enlèvements variant de 54 à 67 %. La faiblesse de l'enlèvement de Ni est déconcertante (37 %) lorsqu'on observe une concentration élevée de 1060 ppm dans le concentré. Il est possible qu'une erreur ait pu avoir lieu dans l'analyse chimique de la mesure de Ni dans le rejet.

Pour ce qui est de l'essai E-16, des variations de récupération de 32 à 36 % ont été obtenues pour Zn, Ni, Cr et Pb, ces variations étant en dessous de la récupération en cuivre (50 %) pour le même essai. De plus, des enlèvements variant de 28 à 39 % ont été obtenus pour l'essai E-16, ces résultats étant encore en dessous de l'enlèvement en cuivre de 50 % obtenu pour le même essai.

Pour l'essai E-1, les récupérations ont varié de 10 à 15 % et les enlèvements de 8 à 16 % pour Zn, Ni, Cr et Pb. Ces résultats sont également faibles par rapport à la récupération et à l'enlèvement en cuivre qui sont de 22 et de 17 % respectivement.

Les trois essais du tableau 6.36 indiquent un très faible résultat en récupération et en enlèvement pour le baryum. Ceci montre l'impossibilité de récupérer et d'enlever le baryum dans les mêmes conditions de flottation que celles utilisées pour le cuivre.

En résumé, par rapport à la comparaison avec le cuivre pour l'essai OP-2, on obtient pour les trois métaux Zn, Ni, et Cr des récupérations élevées correspondantes au pourcentage élevé de récupération en cuivre. En regard des essais avec une récupération et un enlèvement de cuivre faible et moyen (E-16 et E-1), les résultats de récupération et d'enlèvement des trois métaux tombent en dessous de celui du cuivre.

Une comparaison est importante entre les deux matrices $L_9(3^3)$ et $L_{16}(4^5)$ par rapport aux résultats de récupération de Zn, Ni et Cr. Une meilleure performance pour la matrice $L_{16}(4^5)$ de 72 à 74 % (l'essai OP-2) par rapport à la matrice $L_9(3^3)$ de 51 à 66 % (les essais M-8 et M-6), en termes de récupération a lieu. Par rapport à l'enlèvement et les mêmes essais, la matrice $L_{16}(4^5)$ montre un résultat plus faible de 54 à 61 % par rapport à celui de la matrice $L_9(3^3)$ de 67 à 76 %. Pour les deux matrices, en regard des résultats les plus faibles de récupération et d'enlèvement de Zn, Ni et Cr, ceux-ci sont en dessous de 34 % pour la récupération et de 39 % pour l'enlèvement.

Tableau 6.32 Récupération et enlèvement de Zn

Exp.	Conc. dans le conc. ppm	Conc. dans l'alim. ppm	Conc. dans le rejet ppm	Récupération au concentré %	Résidu au rejet %	Coefficient d'enlèvement %
OP-2	2109	698	381	73	39	61
E-16	1973	698	492	34	61	39
E-1	3168	698	648	12	90	10

Tableau 6.33 Récupération et enlèvement de Ni

Exp.	Conc. dans le conc. ppm	Conc. dans l'alim. ppm	Conc. dans le rejet ppm	Récupération au concentré %	Résidu au rejet %	Coefficient d'enlèvement %
OP-2	1060	348	304	74	63	37
E-16	990	348	248	34	62	38
E-1	1904	348	301	15	84	16

Tableau 6.34 Récupération et enlèvement de Cr

Exp.	Conc. dans le conc. ppm	Conc. dans l'alim. ppm	Conc. dans le rejet ppm	Récupération au concentré %	Résidu au rejet %	Coefficient d'enlèvement %
OP-2	2392	812	518	72	46	54
E-16	2134	812	672	32	72	28
E-1	3007	812	772	10	92	8

Tableau 6.35 Récupération et enlèvement de Pb

Exp.	Conc. dans le conc. ppm	Conc. dans l'alim. ppm	Conc. dans le rejet ppm	Récupération au concentré %	Résidu au rejet %	Coefficient d'enlèvement %
OP-2	598	182	83,1	80	33	67
E-16	547	182	144,	36	69	31
E-1	994	182	166,	15	88	12

Tableau 6.36 Récupération et enlèvement de Ba

Exp.	Conc. dans le conc. ppm	Conc. dans l'alim. ppm	Conc. dans le rejet ppm	Récupération au concentré %	Résidu au rejet %	Coefficient d'enlèvement %
OP-2	1881	1754	2023	26	83	17
E-16	1836	1754	1708	13	85	15
E-1	1860	1754	1747	3	97	3

6.4.2.8 Perte au feu à 650°C pour les expériences liées à la matrice orthogonale $L_{16}(4^5)$

Le tableau 6.37 montre le pourcentage de la PAF à 650°C pour les échantillons de la matrice orthogonale $L_{16}(4^5)$ et pour les deux essais de validation des résultats dans les conditions optimales d'expérimentation (OP-2 et OP-4).

Les expériences E-7 et OP-4 indiquent un pourcentage élevé de la PAF dans le concentré de 20,1 et 21,2 %. Elles présentent également une diminution de 4 à 5 % dans le rejet par rapport à l'alimentation. Ces expériences ont aussi un pourcentage élevé de récupération (80 et 88 %) et d'enlèvement (73 et 79 %) en cuivre (voir tableaux 6.24 et 6.28), ce qui indique une étroite relation entre la récupération, l'enlèvement en cuivre et la PAF à 650°C. Cependant, l'essai E-13 indique le contraire : un résultat élevé de PAF à 650°C de 19,1 % dans le concentré et une diminution de 5 % dans le rejet par rapport à l'alimentation et une récupération et un enlèvement moyen en cuivre de 57 et 50 % respectivement. Ceci indique que le rapport entre la récupération et l'enlèvement de cuivre, et la récupération et l'enlèvement des éléments organiques ne sont pas toujours proportionnels, étant donné les conditions différentes d'expérimentation pour chaque essai.

Pour l'essai E-1, malgré un résultat de PAF élevé de 24 % dans le concentré, le résultat dans le rejet de 10,58 % est près du résultat de la PAF de l'alimentation. Ceci indique qu'un pourcentage élevé d'éléments organiques s'est rendu dans le concentré et un pourcentage presque égal à l'alimentation est resté dans le rejet. Une bonne performance de séparation des éléments organiques a eu lieu dans le concentré pour cet essai, mais un résultat de récupération en cuivre a été faible (22 %). Un pourcentage de la PAF dans le rejet de 10,58 % correspond proportionnellement au faible pourcentage d'enlèvement en cuivre de 17 %. L'essai E-1 a été effectué avec le niveau le plus bas d'expérimentation des variables choisies A, B, C, D et E de la matrice orthogonale $L_{16}(4^5)$, ce qui a pu influencer le résultat ci-dessus énoncé.

Tableau 6.37 Pourcentages de la PAF à 650°C pour les échantillons liés à la matrice orthogonale

$L_{16}(4^5)$

Exp.	Concentré %	Alimentation $\pm 1,5\%$	Rejet %
E-1	24,05	11,03	10,58
E-2	21,87	11,03	8,97
E-3	23,09	11,03	7,87
E-4	22,64	11,03	7,66
E-5	20,22	11,03	6,90
E-6	21,66	11,03	8,05
E-7	20,19	11,03	6,02
E-8	19,56	11,03	9,08
E-9	21,04	11,03	8,54
E-10	20	11,03	9,34
E-11	21,88	11,03	9,65
E-12	21,98	11,03	8,54
E-13	19,13	11,03	6,70
E-14	20,03	11,03	7,96
E-15	20,46	11,03	7,23
E-16	20,51	11,03	8,77
OP-2	20,39	11,03	8,25
OP-4	21,22	11,03	6,79

Pour l'essai E-10, le pourcentage de la PAF a été de 20 % dans le concentré et de 9,3 % dans le rejet, près de celui de la PAF de l'alimentation. Ces pourcentages correspondent dans une certaine mesure aux pourcentages moyens de 58 % de récupération et de 51 % d'enlèvement en cuivre. On indique que pour la matrice orthogonale $L_{16}(4^5)$, il existe difficilement un rapport proportionnel entre la séparation du cuivre et les éléments organiques de la pulpe sédimentaire.

6.5 Résumé des résultats obtenus avec la cellule d'agitation mécanique

Les résultats finaux des essais dans la cellule d'agitation mécanique ont montré des pourcentages élevés de récupération et d'enlèvement en cuivre. L'obtention de ces résultats est la dernière étape du développement d'une procédure qui a débuté sans l'addition de réactifs chimiques dans la pulpe sédimentaire. La procédure a continué avec l'addition du collecteur à différentes concentrations pour parvenir à un niveau acceptable de récupération et d'enlèvement

en cuivre. Une fois ce niveau atteint, on a bâti la matrice orthogonale $L_9(3^3)$. Après, les analyses statistiques ont été développées pour indiquer l'influence du pourcentage de solides dans la pulpe et la quantité de collecteur ajoutée aux essais de flottation. À cette étape, la concentration de collecteur ajoutée a été très élevée pour réussir une récupération et un enlèvement importants. On a aussi observé le rôle du collecteur en tant que agent moussant : au fur et à mesure que la concentration du collecteur augmentait, le volume de la mousse, le pourcentage de récupération et d'enlèvement en cuivre croissaient. L'élévation de la récupération et de l'enlèvement a occasionné une diminution de la concentration de cuivre dans le concentré, indiquant un entraînement élevé de particules non désirées.

Une deuxième approche a été effectuée par l'ajout d'un autre composé à la pulpe : l'agent moussant. Il était important de le tester étant donné l'utilisation du collecteur à une concentration très élevée. On a cherché la possibilité d'abaisser la concentration demandée du collecteur et de substituer une partie de son activité par celle de l'agent moussant. Pendant les essais préliminaires, on a vérifié l'efficacité de l'ensemble des deux réactifs dans la pulpe avec un résultat de 70 % de récupération. Ayant établi de façon favorable l'efficacité des deux réactifs, on a ensuite construit la matrice orthogonale $L_{16}(4^5)$.

6.5.1 L'approche matricielle orthogonale $L_{16}(4^5)$

On a entrepris la construction de la matrice orthogonale $L_{16}(4^5)$ composée de 16 expériences, 5 paramètres et 4 niveaux. Les paramètres choisis ont été les plus représentatifs des essais préliminaires. De plus, le nombre d'expériences a aidé à diminuer la contribution du pourcentage d'erreur. On a organisé les valeurs appartenant aux 4 niveaux, avec un faible écart entre eux, pour s'approcher des résultats optimaux de récupération et d'enlèvement déjà obtenus pendant les essais préliminaires.

L'écart étroit entre les niveaux n'a pas permis l'obtention de résultats de récupération et d'enlèvement suffisamment éloignés des moyennes des 16 expériences, comme c'était le cas pour la matrice orthogonale $L_9(3^3)$. On observe que les moyennes des résultats de récupération

et d'enlèvement liés à la matrice orthogonale $L_{16}(4^5)$ ont été de 59 et 55 %, avec un écart type de 13 % pour chaque paramètre. Pour la matrice orthogonale $L_9(3^3)$, les moyennes des résultats de récupération et d'enlèvement ont été de 56 et 51 %, avec un écart type de 26 et 23 % respectivement. Si l'on compare les résultats des deux écarts types des deux matrices orthogonales, on déduit un écart type plus étendu pour la matrice orthogonale $L_9(3^3)$ que pour la matrice orthogonale $L_{16}(4^5)$. On a obtenu des résultats de récupération et d'enlèvement plus proches de la moyenne pour la matrice orthogonale $L_{16}(4^5)$ que pour la matrice orthogonale $L_9(3^3)$.

Par ailleurs, pour la matrice orthogonale $L_{16}(4^5)$ les résultats statistiques indiquent l'influence du temps de flottation, suivi de la vitesse d'agitation, de la concentration du collecteur, du pourcentage de solides dans la pulpe et de la concentration de l'agent moussant. Soulignons que dans les conditions optimales de récupération et d'enlèvement pour le cuivre, la moyenne des résultats de validation a été élevée, de 83,5 et 84 % respectivement.

Il est difficile de faire une analyse comparative entre la contribution de chacune des variables dérivées des deux matrices orthogonales $L_9(3^3)$ et $L_{16}(4^5)$, étant donné la construction différente de ces deux matrices.

6.5.2 La perte au feu à 650°C pour les expériences liées aux matrices orthogonales $L_9(3^3)$ et $L_{16}(4^5)$

Le résultat de la moyenne de la PAF à 650°C des essais de la matrice orthogonale $L_{16}(4^5)$ dans le concentré et dans le rejet a été de 21 et 8 % respectivement. On observe un pourcentage élevé de récupération des éléments organiques dans le concentré, mais il en reste une quantité importante dans le rejet. Dans l'ensemble des 16 essais, on ne constate presque aucun rapport entre la PAF à 650°C (concentré et rejet) et le pourcentage de récupération et d'enlèvement en cuivre.

Pour la matrice orthogonale $L_9(3^3)$, les résultats de la PAF à 650°C ont correspondu aux pourcentages de récupération et d'enlèvement de cuivre, à l'exception de l'essai M-1. Les essais

qui ont obtenu les résultats les plus élevés en récupération et en enlèvement du cuivre ont également été les essais qui ont obtenu les meilleurs résultats de séparation des éléments organiques. De même, les essais qui ont obtenu les résultats les plus faibles en récupération et en enlèvement du cuivre ont été les essais avec une mauvaise performance de séparation des éléments organiques.

Cette différence des résultats entre les deux plans expérimentaux est liée à la manière dont les deux matrices ont été construites.



7. RÉSULTATS ET ANALYSE DES ESSAIS EFFECTUÉS AVEC LA COLONNE DE FLOTTATION AGITÉE

Ce chapitre est divisé en trois parties. La première partie présente les essais préliminaires effectués avec la colonne de flottation agitée. Cette partie comprend le développement d'une méthodologie qui permet d'obtenir un résultat acceptable de récupération et d'enlèvement en cuivre. Dans la deuxième partie, on a entrepris la construction de la matrice orthogonale $L_9(3^4)$ et effectué la validation de ses résultats. La dernière partie présente le résumé des résultats obtenus avec la colonne de flottation agitée.

7.1 Essais préliminaires

Une description des conditions d'expérimentation pour les essais préliminaires CF-1 à CF-10 est indiquée au tableau 7.1. Les résultats des essais préliminaires sont présentés au tableau 7.2. De même, pour toutes les expériences effectuées avec la colonne de flottation, le poids de l'alimentation (P_A) (indiqué dans l'équation 4.3 pour calculer le pourcentage de récupération) a été obtenu de l'addition du poids du concentré et du rejet. Le schéma du montage de la flottation en colonne agitée a déjà été présenté à la section 4.2.2, figure 4.2.

Le premier essai CF-1 a commencé par le délogement des hydrocarbures pétroliers de la matrice sédimentaire dans la cellule d'agitation mécanique, en accord à la méthode indiquée à la section 4.1.2. Pour déloger les hydrocarbures, on a utilisé 1 % de surfactant (aérosol OT) dans une pulpe de 15 % de solides, à un volume de 7 litres et à une vitesse d'agitation de 2700 rpm. Une fois le délogement terminé, on a versé la pulpe dans le réservoir de conditionnement incluant le surfactant et les hydrocarbures dissous, et ensuite on a ajouté une concentration de 1 mg/g de collecteur et de 0,1 mg/g de l'agent moussant. Le conditionnement a duré 15 minutes à une vitesse d'agitation de 250 rpm. Ensuite, la pulpe a été introduite dans la colonne de flottation agitée pour effectuer une flottation par lot (batch). À côté de la colonne, le réservoir d'air contenait un volume de 8 litres d'eau à une pression de 520 kPa, ceci en raison du fait qu'à cette pression, on pouvait produire une quantité suffisante d'air dissous dans l'eau. En conséquence,

on espérait obtenir de très fines bulles d'air une fois la pression libérée à l'entrée de la colonne. L'air dissous dans l'eau a été acheminé par un tuyau de 3 mm de diamètre jusqu'à la colonne. À ce moment-là, le mécanisme immergé d'agitation de la colonne fonctionnait à 300 rpm. On a observé de petites bulles d'air monter dans la colonne, d'un diamètre inférieur à 500 µm.

Cette expérience n'a malheureusement pas donné le résultat escompté, car le volume de mousse n'était pas assez important pour déborder en haut de la colonne. Il est possible que l'échec de cette expérience ait été dû à la dilution de la pulpe, en raison d'un volume d'eau provenant du réservoir de pression, mélangé à la pulpe sédimentaire au moment d'essayer la flottation.

L'expérience CF-2 a aussi commencé par le délogement des hydrocarbures de la matrice sédimentaire, comme ce fût le cas pour l'expérience CF-1. À la différence de l'expérience CF-1, on a séparé par centrifugation le surnageant contenant les produits organiques suspendus dans l'eau, puis on a séché les solides décantés à la température du laboratoire. Après, dans le réservoir de conditionnement, à une vitesse de rotation de 250 rpm, la pulpe a été préparée avec les solides séchés et mélangés à 7 litres d'eau, afin d'obtenir 15 % de solides. On a poursuivi l'expérience avec l'addition de 1 mg/g de collecteur et ensuite, on a conditionné la pulpe pendant 15 minutes. Au moment où la pulpe est entrée dans la colonne, la vitesse de rotation du mécanisme immergé d'agitation était de 300 rpm. À la fin de l'essai, on a observé la formation de petits flocons qui ont ensuite sédimenté. Pour cette expérience, on a utilisé un diffuseur d'air poreux en céramique en bas de la colonne de flottation. À travers le diffuseur, on a observé de petites bulles d'air en provenance de l'air dissous dans l'eau, au moment d'essayer la flottation. On n'a pas utilisé de l'agent moussant pour cette expérience, de même que pour l'expérience antérieure, cet essai a été réalisé par lot.

Pour cette expérience, il est possible que la floculation ait été due à plusieurs facteurs : l'activité des réactifs chimiques ajoutés à la pulpe, l'activité des deux appareils de rotation et les conditions particulières d'expérimentation de cet essai.

Pour les mêmes conditions et caractéristiques que l'essai CF-1, on a tenté l'expérience CF-3 de façon à produire un volume suffisant de mousse se déversant en haut de la colonne. Pour cette

expérience, on a versé également la pulpe dans le réservoir de conditionnement incluant le surfactant et les hydrocarbures dissous. À la différence de l'essai CF-1, on a laissé passer uniquement de l'air comprimé (non dissous dans l'eau) à 520 kPa à travers un diffuseur poreux en céramique (\varnothing des bulles > 1 mm).

De façon similaire aux expériences antérieures, on n'a pas réussi à obtenir un débordement de la mousse compacte en haut de la colonne, mais à la place de celle-ci, une mousse blanche a émergé du mélange à l'intérieur de la colonne, comme l'indique la figure 7.1 (A). Trois facteurs ont possiblement produit la mousse blanche dans la colonne : une quantité suffisante d'air qui est entré dans la colonne (520 kPa) et la présence de l'agent moussant et de surfactant dans la pulpe.

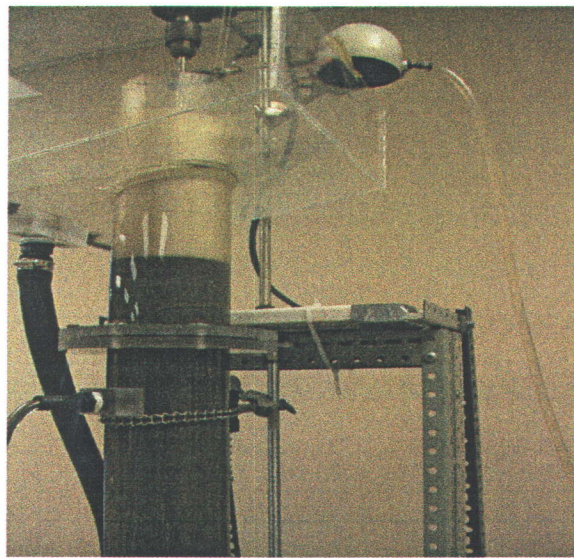


Fig. 7.1 Flottation avec un échantillon sédimentaire délogé d'hydrocarbures

Les expériences ultérieures (de CF-4 à CF-10) ont été réalisées en flottation continue et sans délogement d'hydrocarbures pétroliers. On est passé du mode fournée (ou par lots) à un mode continu de flottation. Pour ces expériences, la pulpe a été conditionnée avec 15 % de solides (à l'exception de CF-5 et CF-8) pendant 10 minutes à 2000 rpm dans la cellule d'agitation mécanique et pendant 20 minutes à 250 rpm dans le réservoir de conditionnement, avant d'être introduite dans la colonne de flottation. On a également poursuivi les expériences avec une

vitesse de rotation dans la colonne de 300 rpm, à l'exception des essais CF-9 et CF-10. Au moment de la flottation, un pH de $8,5 (\pm 0,2)$ et un Eh de $-200 (\pm 50 \text{ mV})$ ont été mesurés pour les expériences de CF-4 à CF-10.

On a poursuivi avec l'expérience CF-4 qui a été effectuée avec une concentration de collecteur de 1,74 mg/g et en l'absence de l'agent moussant. Un débit de 11 mL/s a été assigné aux pompes utilisées pour l'alimentation et le rejet de la pulpe dans la colonne de flottation. Le temps de séjour de la pulpe a été estimé à 11 minutes. Un volume de 12,6 litres de pulpe a été divisé en trois sous échantillons de 4,2 litres chacun. Chaque sous échantillon a été conditionné dans la cellule d'agitation mécanique avec l'ajout du collecteur. Ensuite, les trois sous échantillons ont été rassemblés dans le réservoir de conditionnement et la pulpe a été mélangée pendant 20 minutes à une vitesse de rotation de 250 rpm. Par la suite, on a rempli la colonne avec un volume de 7 litres de pulpe et permis à l'air de passer à travers des diffuseurs en porcelaine (diamètre des bulles inférieur à 1 mm), au moment où l'alimentation était introduite. Pendant la flottation, le volume de rejet évacué a été de 5,6 litres et un volume similaire a été obtenu pour les expériences de CF-5 à CF-10. Le réservoir d'air a été mis à une pression de 180 kpa au moment où le débitmètre indiquait une valeur d'environ 4 LPM. Pour les essais préliminaires de CF-5 à CF-9 le débitmètre a varié de 3 à 5 LPM.

Le tableau 7.2 indique les résultats de l'expérience CF-4. Cet essai présente une récupération de 14 % et un enlèvement nul, malgré une concentration élevée de cuivre dans le concentré (79200 ppm). Le pourcentage de solides de l'alimentation qui s'est rendu au concentré a été de 2,2 % (voir les annexes, le tableau A6), ce qui a influencé le résultat de récupération. Pour cette expérience, l'absence de l'agent moussant a été un facteur important en regard du faible résultat de récupération et d'enlèvement nul.

Pour l'expérience CF-4, la figure 7.2 montre la partie supérieure de la colonne de flottation agitée, au moment où la mousse déborde dans la boîte du concentré.

Les essais de CF-5 à CF-10 ont été effectués dans des conditions similaires à celles de CF-4, à l'exception des concentrations de l'agent moussant. Ces conditions sont les suivantes : le conditionnement de la pulpe en trois volumes avec la cellule d'agitation mécanique, des

conditions égales d'approvisionnement d'air (à l'exception de CF-10), une vitesse d'agitation égale du rotor dans le réservoir de conditionnement, une vitesse d'agitation dans la colonne de 300 rpm (à l'exception de CF-9 et CF-10), un pourcentage des solides dans la pulpe (à l'exception de CF-8), le temps de séjour de la pulpe (à l'exception de CF-7, CF-9 et CF-10) et la concentration de collecteur (à l'exception de CF-5, CF-6 et CF-8).

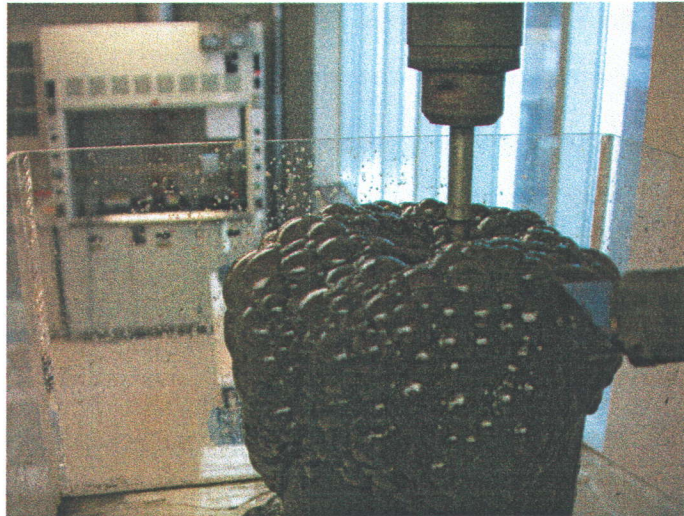


Fig. 7.2 Mousse produite pendant l'expérience CF-4

On a poursuivi avec l'expérience CF-5. Pour cet essai, on a utilisé également un régime de pompage de 11 mL/s pour l'alimentation et le rejet (régime de pompage utilisé pour les essais CF-4, CF-6 et CF-8). À la différence des essais antérieurs, on a préparé la pulpe avec un pourcentage de 5 % de solides, augmenté la concentration du collecteur à 2,3 mg/g et additionné une concentration de 0,04 mg/g de l'agent moussant à la pulpe dans le réservoir de conditionnement. À la fin de l'essai, on a obtenu un pourcentage de solides de l'alimentation qui s'est rendu au concentré de 2 % et une concentration de 40938 ppm en cuivre dans le concentré, ce qui a donné lieu à un faible résultat de récupération, comme l'indique le tableau 7.2. Il est possible que le pourcentage de solides de 5 % dans la pulpe soit la cause de la faible performance de récupération de cet essai. Ce pourcentage de solides peut être considéré faible pour réussir une agglomération efficace bulle-particule.

L'expérience CF-6 a été réalisée dans des conditions d'expérimentation similaires à celles des essais CF-4 et CF-5 (voir tableau 7.1), à la différence que cette fois-ci, on a élevé la concentration du collecteur à 3,42 mg/g pour vérifier si une augmentation du pourcentage de récupération et d'enlèvement pouvait avoir lieu. De plus, on a fixé de nouveau le pourcentage de solides de 15 % dans la pulpe.

Pour cette expérience, le pourcentage de solides de l'alimentation qui s'est rendu au concentré a augmenté à 7,8 %, la concentration de cuivre dans le concentré était de 29639 ppm, ce qui correspond à une augmentation de la récupération à 18 %. La concentration de cuivre a diminué à 7094 ppm dans le rejet, ce qui se traduit par une augmentation de l'enlèvement à 48 % (voir le tableau 7.1). Notons que par rapport à la récupération et à l'enlèvement, l'augmentation de la concentration du collecteur a joué un rôle important dans la performance de l'essai.

On remarque que pour les expériences CF-5 et CF-6, l'addition de l'agent moussant à la pulpe dans le réservoir de conditionnement a pu avoir un effet négligeable, étant donné une distribution non homogène de l'agent moussant. L'influence de l'agent moussant peut avoir lieu si un contact plus direct s'effectue entre celui-ci et les bulles d'air entrant à la colonne.

L'expérience CF-7 a été effectuée pour tenter d'augmenter le volume de mousse et d'améliorer le résultat de récupération et d'enlèvement. On a expérimenté avec un débit de pompage de la pulpe de 5 mL/s pour l'alimentation et le rejet, un débit de pompage plus faible que celui des expériences CF-4, CF-5 et CF-6. Cette diminution du débit a été effectuée afin de permettre aux particules un temps de séjour plus long à l'intérieur de la colonne (25 minutes). On a repris la concentration du collecteur de 1,74 mg/g, une concentration plus faible en relation aux essais antérieurs CF-5 et CF-6. L'agent moussant (0,04 mg/g) a été additionné en haut de la colonne lorsque le niveau de la pulpe indiquait 7 litres. À ce moment précis, l'air entrant déjà à travers des diffuseurs en porcelaine pour amorcer la flottation. Ceci a augmenté le volume de la mousse jusqu'à ce qu'elle remplisse totalement la boîte du concentré, comme l'indique la figure 7.3. En conséquence, le pourcentage de solides de l'alimentation qui s'est rendu au concentré a été de 8,7 % et la concentration de cuivre dans le concentré a été obtenue de 72135 ppm, ce qui a permis de hausser le résultat de la récupération à 49 % et de l'enlèvement à 37 %.

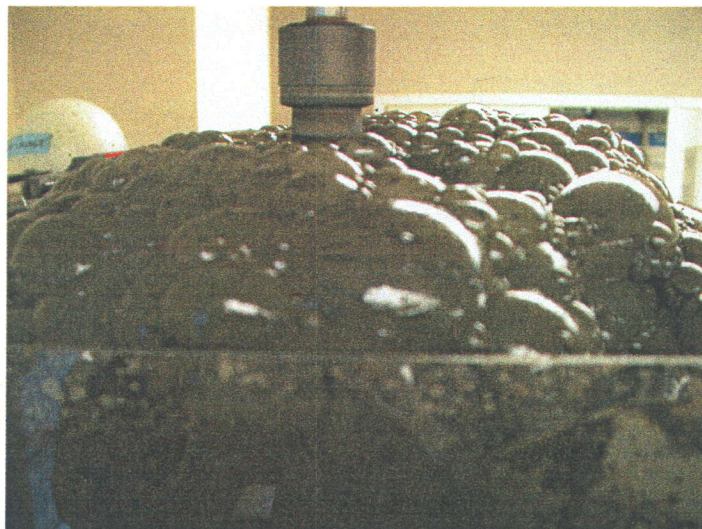


Fig. 7.3 Mousse produite pendant l'expérience CF-7

On a poursuivi les expériences avec l'essai CF-8. On a fixé de nouveau le régime de pompage de 11 mL/s pour l'alimentation et le rejet. À la différence des expériences antérieures, le pourcentage de solides a été fixé à 10 % dans la pulpe et la concentration du collecteur et de l'agent moussant a été augmentée à 4 mg/g et à 0,62 mg/g respectivement, afin d'évaluer une possible augmentation du pourcentage de récupération et d'enlèvement.

Le pourcentage de solides de l'alimentation qui s'est rendu au concentré a été de 12,2 % et le résultat obtenu de la récupération a été de 50 %. Par rapport à l'essai antérieur (CF-7), un pourcentage similaire de récupération a été obtenu, malgré l'augmentation de la concentration du collecteur, de l'agent moussant et la diminution du temps de séjour de la pulpe.

Pour les expériences CF-9 et CF-10, le régime de pompage a été le même pour les deux essais : un débit de 4 mL/s autant pour l'alimentation que pour le rejet (temps de séjour de la pulpe de 31 minutes). Pour les deux expériences, la concentration du collecteur et de l'agent moussant a été la même, soit de 1,74 et de 0,04 mg/g respectivement. L'agent moussant a été additionné en haut de la colonne au moment où le niveau de la pulpe indiquait un volume de 7 litres. Le réservoir d'air a été mis sous une pression de 180 kPa pour l'essai CF-9 et de 290 kPa pour l'essai CF-10. La vitesse de rotation du mélangeur statique immergé à l'intérieur de la colonne de flottation a été fixé à 100 rpm pour l'essai CF-9 et à 450 rpm pour l'essai CF-10. Cette variation

de la pression et de la vitesse du mélangeur a été introduite pour vérifier une possible amélioration du résultat de récupération et d'enlèvement.

Pour l'expérience CF-9, on a obtenu un pourcentage de solides de l'alimentation qui s'est rendu au concentré de 11,5 % et une concentration du cuivre dans le concentré de 75810 ppm, ce qui correspond à une récupération de 69 %. Cet essai indique qu'on peut obtenir une bonne récupération lorsqu'on fixe la vitesse du mélangeur statique de la colonne à 100 rpm.

Pour l'expérience CF-10, la concentration de cuivre dans le concentré a été de 39164 ppm et le pourcentage de solides de l'alimentation qui s'est rendu au concentré de 16,7 %. Ce résultat indique une diminution de la concentration en cuivre dans le concentré et une augmentation du pourcentage de solides de l'alimentation qui s'est rendu au concentré, ce que se traduit par un entraînement élevé de particules non désirées dans le concentré. Le résultat indique également qu'à une pression d'air de 290 kPa (6 LPM) et à une vitesse du mélangeur statique dans la colonne de 450 rpm, on peut obtenir un résultat moyen de récupération de 52 %.

Avec les résultats de récupération obtenus des expériences C-7, CF-8, CF-9 et CF-10, on peut maintenant entreprendre la construction de la matrice orthogonale, en appliquant la méthode statistique de Taguchi (1988).

Tableau 7.1 Conditions d'expérimentation des essais préliminaires

Exp.	Délogement d'hydrocarbures en cellule	Addition de surfactant		Conditionnement cellule		Pression d'air kPa	Air dissous dans l'eau	Air comprimé	Diffuseur d'air		Vitesse d'agitation en colonne rpm	Débit aliment. mL/s	Débit rejet mLs	Temps de séjour min
		%		rpm	rpm				tuyau (Ø3 mm)	poreux en céramique				
CF-1	X	1		-	250	520	X	-	X	-	300	-	-	-
CF-2	X	1		-	250	520	X	-	X	-	300	-	-	-
CF-3	X	1		-	250	520	-	X	X	-	300	-	-	-
CF-4	-	-		2000	250	180	-	X	-	X	300	11	11	11
CF-5	-	-		2000	250	180	-	X	-	X	300	11	11	11
CF-6	-	-		2000	250	180	-	X	-	X	300	11	11	11
CF-7	-	-		2000	250	180	-	X	-	X	300	5	5	25
CF-8	-	-		2000	250	180	-	X	-	X	300	11	11	11
CF-9	-	-		2000	250	180	-	X	-	X	100	4	4	31
CF-10	-	-		2000	250	290	-	X	-	X	450	4	4	31

Exp.	Conc. du collecteur mg/g	Conc. de l'agent moussant mg/g	Temps de conditionnement		% de solides dans la pulpe %	Flottation en lot	Flottation en continu	Lieu d'addition de l'agent moussant
			min	min				
CF-1	1	0,1	15	15	15	X	-	Réservoir de conditionnement
CF-2	1	-	15	15	15	X	-	-
CF-3	1	0,1	15	10	15	X	-	Réservoir de conditionnement
CF-4	1,74	-	10	10	15	-	X	-
CF-5	2,27	0,04	10	10	5	-	X	Haut de la colonne
CF-6	3,42	0,04	10	10	15	-	X	Haut de la colonne
CF-7	1,74	0,04	10	10	15	-	X	Haut de la colonne
CF-8	4	0,62	10	10	10	-	X	Haut de la colonne
CF-9	1,74	0,04	10	10	15	-	X	Haut de la colonne
CF-10	1,74	0,04	10	10	15	-	X	Haut de la colonne

Tableau 7.2 Résultats de la flottation en continu des expériences de CF-4 à CF-10

Exp.	Solides dans la colonne	Vitesse d'agitation dans la colonne	Conc. du collecteur	Conc. de l'agent moussant	Conc. de cuivre dans le conc.	Conc. de cuivre dans l'alim.	Conc. de cuivre dans le rejet	Récupération dans le concentré	Coefficient d'enlèvement
	%	rpm	mg/g	mg/g	ppm	ppm	ppm	%	%
CF-4	15	300	1,74	-	79200	12565	12996	14	0
CF-5	5	300	2,27	0,04	40938	12565	N.D.	7	N.D.
CF-6	15	300	3,42	0,04	29639	12565	7094	18	48
CF-7	15	300	1,74	0,04	72135	12565	8645	49	37
CF-8	10	300	4	0,62	51889	12565	N.D.	50	N.D.
CF-9	15	100	1,74	0,04	75810	12565	N.D.	69	N.D.
CF-10	15	450	1,74	0,04	39164	12565	N.D.	52	N.D.

7.2 Construction de la matrice orthogonale $L_9(3^4)$ pour la colonne de flottation agitée

On a entrepris la construction d'une matrice orthogonale $L_9(3^4)$ composée de neuf expériences, quatre variables et trois niveaux, comme l'indique le tableau 7.3 (voir aussi le tableau 4.4). Les quatre variables A, B, C et D correspondent aux paramètres suivants : A - au pourcentage de solides dans la pulpe, B - à la concentration du collecteur, C - à la vitesse d'agitation du mélangeur statique, D - au temps de séjour de la pulpe dans la colonne. Ces paramètres ont été retenus à partir des essais préliminaires présentés ci-haut. Il est également à noter que les valeurs des différents niveaux de la matrice orthogonale $L_9(3^4)$ s'approchent des valeurs d'intérêt liées aux résultats des essais préliminaires.

Plusieurs paramètres sont restés constants pendant la pratique des neuf essais : la concentration de l'agent moussant de 0,06 mg/g, la pression d'air à 180 KPa, la vitesse du rotor dans le réservoir de conditionnement de 1000 rpm, le temps de conditionnement de 15 minutes et le débit d'air constant de 4 LPM. On a également effectué les expériences de la matrice orthogonale $L_9(3^4)$ par flottation continue, en utilisant les diffuseurs poreux en porcelaine.

Tableau 7.3 Matrice orthogonale $L_9(3^4)$

Exp.	A Solides %	B Concentration. du collecteur mg/g	C Agitation colonne flottation rpm	D Temps de séjour min
CF-11	15	1,6	150	17
CF-12	15	2,1	300	24
CF-13	15	2,6	450	31
CF-14	19	1,6	300	31
CF-15	19	2,1	450	17
CF-16	19	2,6	150	24
CF-17	23	1,6	450	24
CF-18	23	2,1	150	31
CF-19	23	2,6	300	17

On a pris la décision de préparer la pulpe uniquement dans le réservoir de conditionnement pour simplifier l'ensemble du processus. Avec la cellule d'agitation mécanique, le conditionnement était long (3 heures et demie) et les efforts pour préparer la pulpe rendaient le processus laborieux.

Dans le réservoir de conditionnement, on a augmenté la vitesse d'agitation de 250 rpm (utilisée pendant les essais préliminaires) à 1000 rpm, afin d'obtenir un mélange suffisant de la pulpe et permettre des conditions semblables que celles utilisées dans la cellule d'agitation mécanique.

Les expériences liées à la matrice orthogonale $L_9(3^4)$ ont été effectuées de la façon suivante : un volume de 18 litres de pulpe a été préparé dans le réservoir de conditionnement pour chaque expérience. Ensuite, on a additionné le collecteur à la pulpe et le tout a été conditionné pendant 15 minutes, puis on a rempli la colonne de pulpe jusqu'à un volume de 8 litres et diffusé de l'air en fines bulles pendant qu'un volume de 8 litres (alimentation) entrant dans la colonne. Pendant que la flottation avait lieu, un volume égal de 8 litres a été récupéré dans le rejet. On a ajouté l'agent moussant en haut de la colonne au moment où l'air y était introduit et agité la pulpe à l'aide du mélangeur. Au moment de la flottation, un pH de 8,5 ($\pm 0,2$) et un Eh de $-200 (\pm 50 \text{ mV})$ ont été mesurés pour la matrice orthogonale $L_9(3^4)$.

Les résultats de la récupération au concentré, de la récupération au rejet et de l'enlèvement de cuivre de la matrice orthogonale $L_9(3^4)$ sont indiqués dans le tableau 7.4.

On observe au tableau 7.4 que les résultats les plus élevés de récupération, de 60,5 et 61,2 % correspondent aux expériences CF-13 et CF-12, avec des concentrations de cuivre dans le

concentré de 35389 et 39903 ppm et des pourcentages de solides de l'alimentation qui se sont rendus au concentré de 21,5 et 18,3 % respectivement. On observe également une réduction de presque la moitié de la concentration de cuivre dans le rejet par rapport à la concentration dans l'alimentation.

Les résultats de récupération et d'enlèvement de ces deux expériences n'ont pas été très élevés par rapport aux résultats les plus élevés de récupération et d'enlèvement des deux matrices orthogonales utilisées pendant les essais dans la cellule d'agitation mécanique (M-8 de 91,9 % et E-7 de 80 % de récupération et M-8 de 77,5 % et E-7 de 77 % d'enlèvement).

Les pourcentages de récupération les plus faibles correspondent aux essais CF-17 et CF-18 avec 30,1 et 32,7 %. Pour ces pourcentages, les faibles concentrations de cuivre dans le concentré ont été de 20425 et 20346 ppm et les pourcentages de solides de l'alimentation qui se sont rendu au concentré ont été de 18,5 et 20 % respectivement. On remarque que l'expérience CF-13 a été réalisée avec le plus faible pourcentage de solides dans la pulpe, 15 %, et avec la concentration la plus élevée de collecteur, 2,6 mg/g. Par contre, l'expérience CF-17 a été réalisée avec le pourcentage le plus élevé de solides dans la pulpe, 23 %, et avec la plus faible concentration de collecteur, 1,6 mg/g.

Par ailleurs, les coefficients d'enlèvements les plus élevés de 67,3 et 63,3 % ont correspondu aux essais CF-18 et CF-17, avec des concentrations de cuivre de 5145 et de 5663 ppm dans le rejet. Ces valeurs demeurent plus élevées que celles des concentrations en cuivre des rejets qui correspondent aux enlèvements les plus élevés des deux matrices orthogonales, présentées au chapitre 6 (M-8 de 3456 ppm et E-4 de 3397 ppm). Malgré ce fait, les valeurs de cuivre dans le rejet sont presque la moitié de celles de l'alimentation pour les essais CF-18 et CF-17.

Il est aussi à noter que pour les essais CF-17, CF-18 et CF-19, les résultats obtenus de récupération sont plus faibles que les résultats d'enlèvement. Ceci indique que pendant la flottation, une concentration importante en cuivre dans la zone de collection ne s'est pas rendue au concentré, restant dans la colonne. Ces essais ont les pourcentages les plus élevés de solides dans la pulpe, 23 %, ce qui correspond à un faible résultat de la récupération. Il est également

important de souligner que pour ces expériences, les résultats d'enlèvement sont similaires à ceux des autres expériences de la matrice orthogonale $L_9(3^4)$, à l'exception de CF-11 et CF-14.

Tableau 7.4 Résultats de récupération et d'enlèvement en cuivre pour la matrice orthogonale $L_9(3^4)$

Exp.	Conc. de cuivre dans le conc. ppm	Conc. de cuivre dans l'alim. ppm	Conc. de cuivre dans le rejet ppm	Récupération au concentré %	Résidu au rejet %	Coefficient d'enlèvement %
CF-11	33243	12565	7522	42,4	50,3	49,7
CF-12	39903	12565	6098	58,2	39,6	60,4
CF-13	35389	12565	6207	60,5	38,8	61,2
CF-14	29490	12565	7823	33,7	53,3	46,7
CF-15	31406	12565	6607	45,3	43,1	56,9
CF-16	53677	12565	6321	51,8	44,2	55,8
CF-17	20425	12565	5663	30,1	36,7	63,3
CF-18	20346	12565	5145	32,7	32,7	67,3
CF-19	30619	12565	6195	36,9	41,8	58,2

7.2.1 Évaluation de la contribution totale et de chacune des variables de la matrice orthogonale $L_9(3^4)$

On a déterminé la contribution totale et chacune des variables de la matrice orthogonale $L_9(3^4)$, les résultats étant indiqués au tableau 7.5. Il faut souligner que la contribution des différentes variables a été déterminée à partir de la moyenne des neuf expériences composant la matrice orthogonale $L_9(3^4)$. Cette valeur moyenne de la récupération et de l'enlèvement a été estimée à 43,5 et 57,7 % avec un écart type de 11,2 et 6,4 % respectivement.

Le tableau 7.5 signale une contribution totale de 1013 pour la récupération et de 332,5 pour l'enlèvement. Pour la récupération, la valeur de S_T se situe encore loin de zéro, mais elle a diminué de 80 % de la valeur correspondante de la matrice orthogonale $L_9(3^3)$. Pour l'enlèvement, la valeur de S_T s'approche davantage de zéro, diminuant de 94,5 % de la valeur correspondante de la matrice orthogonale $L_9(3^3)$. On observe aussi une valeur de la contribution approximative égale à la contribution nette de chaque variable, à la fois pour la récupération et l'enlèvement. Ceci est dû au fait que toutes les variables importantes ont été considérées ainsi que les interactions entre les variables représentées, c'est-à-dire que la variation d'erreur $S_e = 0$ (voir section 4.3.4 et 4.3.5).

Tableau 7.5 Contribution des variables sur la récupération et l'enlèvement de cuivre pour la matrice orthogonale $L_9(3^4)$

Variable	Degrés de liberté <i>f</i>	Récupération		Enlèvement	
		Contribution approx. de chaque variable	Contribution nette de chaque variable	Contribution approx. de chaque variable	Contribution nette de chaque variable
% de solides dans la pulpe	2	628	628	145	145
Concentration du collecteur	2	323	323	106	106
Vitesse d'agitation	2	15	15	44	44
Temps de séjour	2	47	47	38	38
<i>e</i>	0	0	0	0	0
Total	8	1013	1013	332,5	332,5

La figure 7.4 illustre la contribution de chacune des variables de la matrice orthogonale $L_9(3^4)$ pour la récupération en cuivre. Pour cette matrice, la contribution la plus élevée provient du pourcentage de solides dans la pulpe (62 %), suivie de la concentration du collecteur (31,8 %), du temps de séjour (4,6 %) et de la vitesse d'agitation dans la colonne (1,5 %).

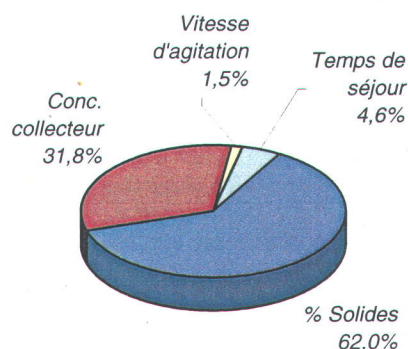


Fig. 7.4 Contribution de chacune des variables de la matrice orthogonale $L_9(3^4)$ pour la récupération en cuivre

Pour l'enlèvement, le pourcentage de solides dans la pulpe (44 %) a été la variable qui a le plus influencé le procédé de flottation, suivi par la concentration du collecteur (32 %), du temps de séjour (11 %) et finalement de la vitesse d'agitation (13 %).

De façon générale, on remarque qu'autant pour la récupération que pour l'enlèvement, l'influence la plus importante est due au pourcentage de solides dans la pulpe et à la concentration du collecteur, suivi du temps de séjour de la pulpe et de la vitesse d'agitation.

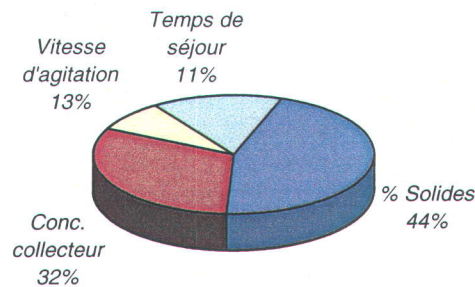


Fig. 7.5 Contribution de chacune des variables de la matrice orthogonale $L_9(3^4)$ pour l'enlèvement de cuivre

7.2.2 Effet factoriel des variables étudiées pour la matrice orthogonale $L_9(3^4)$

Le tableau 7.6 indique l'effet factoriel de la matrice orthogonale $L_9(3^4)$, autant pour la récupération que pour l'enlèvement. En relation à l'enlèvement, le pourcentage le plus influent est celui de 23 % de solides dans la pulpe avec un effet factoriel de 63 %. Pour ce qui est de la récupération, un pourcentage de 15 % de solides dans la pulpe avec un effet factoriel de 54 % est aussi notable. De même, un effet factoriel de récupération de 50 % et d'enlèvement de 63 % a été calculé pour une concentration du collecteur de 2,6 mg/g et de 2,1 mg/g respectivement. Concernant la vitesse d'agitation de 450 rpm dans la colonne, un effet factoriel de 45 et 60 % est indiqué pour la récupération et l'enlèvement. Finalement, pour le temps de séjour de 24 minutes, un effet factoriel de 47 et 60 % a été obtenu respectivement pour la récupération et l'enlèvement.

Tableau 7.6 Effet factoriel des variables étudiées sur la récupération et l'enlèvement de cuivre pour la matrice orthogonale $L_9(3^4)$

Variable	Récupération Effet factoriel %	Enlèvement Effet factoriel %
% de solides dans la pulpe		
15	54	57
19	44	53
23	33	63
Concentration du collecteur (mg/g)		
1,6	35	53
2,1	45	62
2,6	50	58
Vitesse d'agitation (rpm)		
150	42	58
300	43	55
450	45	60
Temps de séjour (min)		
17	42	55
24	47	60
36	42	58

Du tableau 7.6, si l'on prend la moyenne des effets factoriels les plus élevés (en caractère gras), autant pour la récupération que pour l'enlèvement, on obtient des valeurs de 49 et de 61 % respectivement; on constate que ces résultats sont près de la moyenne des neuf expériences de récupération et d'enlèvement (43,5 et 57,7 %). Ceci indique une faible variation des effets factoriels des neuf expériences de récupération et d'enlèvement par rapport à leurs moyennes respectives.

7.2.3 Prédiction des performances dans les conditions optimales pour la matrice orthogonale $L_9(3^4)$

Le tableau 7.7 présente les variables, les niveaux correspondants et la prédiction optimale de performance de la récupération et de l'enlèvement pour la matrice orthogonale $L_9(3^4)$. On observe les mêmes niveaux optimaux des variables, tant pour la récupération que pour l'enlèvement, à l'exception du pourcentage de solides dans la pulpe et la concentration du collecteur. On constate également une faible différence de 7 % entre la récupération et l'enlèvement dans la prédiction optimale de performance (en caractère gras).

Tableau 7.7 Prédiction de performances dans les conditions optimales de récupération et d'enlèvement pour la matrice orthogonale $L_9(3^4)$

Variable	Niveau	Récupération
		%
% de solides dans la pulpe	15 %	54
Concentration de collecteur	2,6 mg/g	50
Vitesse d'agitation	450 rpm	45
Temps de séjour	24 min	47
Prédiction optimale		65
		Enlèvement
		%
% de solides dans la pulpe	23 %	63
Concentration de collecteur	2,1 mg/g	62
Vitesse d'agitation	450 rpm	60
Temps de séjour	24 min	60
Prédiction optimale		72

7.2.4 Validation des résultats dans les conditions optimales pour la matrice orthogonale $L_9(3^4)$

Le tableau 7.8 montre les cinq essais de validation des résultats dans les conditions optimales de récupération et d'enlèvement. Pour mener à bien la validation des résultats, on a retenu les valeurs optimales des cinq variables comme suit : 15 % de solides dans la pulpe, une concentration du collecteur de 4 mg/g, une vitesse d'agitation dans la colonne de 450 rpm, un temps de séjour de 24

minutes et une concentration de l'agent moussant de 0,54 mg/g. On a jugé nécessaire d'augmenter la concentration du collecteur à 4 mg/g afin d'améliorer la performance de la flottation.

Par ailleurs, on a employé un conditionnement de la pulpe dans la cellule d'agitation mécanique comme c'était le cas pour les essais préliminaires. Ceci dans l'unique but d'augmenter les résultats de récupération et d'enlèvement en cuivre.

Il est à noter que pour les cinq essais de validation, la moyenne de la récupération et de l'enlèvement a été de 77 et 72 % avec un écart type de 5,4 et de 5 % respectivement. La moyenne de la récupération est supérieure à la prédiction optimale de 65 % et la moyenne de l'enlèvement est égale à la prédiction optimale. Au moment de la flottation, un pH de 8,5 ($\pm 0,2$) et un Eh de $-200 (\pm 50 \text{ mV})$ ont été mesurés pour les essais de validation.

Tableau 7.8 Validation des résultats de récupération et d'enlèvement dans les conditions optimales d'expérimentation pour la matrice orthogonale $L_9(3^4)$

Exp.	Solides %	Conc. du collecteur mg/g	Conc. de l'agent moussant mg/g	Conc. de cuivre au conc. ppm	Conc. de cuivre dans l'alim. ppm	Conc. de cuivre au rejet ppm	Récupération au concentré %	Résidu au rejet %	Coefficient d'enlèvement %
CF-20	15	4	0,54	46971	12565	4256	74	27	73
CF-21	15	4	0,54	38893	12565	4004	82	23	77
CF-22	15	4	0,54	30799	12565	5146	71	29	71
CF-23	15	4	0,54	30602	12565	6258	73	35	65
CF-24	15	4	0,54	28160	12565	4580	82	23	77

7.2.5 Récupération et enlèvement d'hydrocarbures pétroliers pour les expériences CF-21 et CF-24 de la matrice orthogonale $L_9(3^4)$

Deux expériences CF-21 et CF-24 ont été évaluées pour l'enlèvement des hydrocarbures pétroliers, utilisant la méthode gravimétrique (section 4.1.2). Ces deux expériences présentent une récupération et un enlèvement élevés en cuivre (voir tableau 7.8). Pour l'expérience CF-21, le tableau 7.9 montre une récupération de 73 % et un enlèvement d'hydrocarbures de 56 %, pour l'expérience CF-24 une récupération de 84 % et un enlèvement de 65 %. Pour les deux expériences, les résultats signalent une moyenne performance d'enlèvement des hydrocarbures.

La concentration des hydrocarbures pétroliers dans le rejet des essais CF-21 et CF-24 est supérieure à celle obtenue pour les expériences M-8, M-9, OP-2 et OP-4 effectuées avec la cellule d'agitation mécanique (voir tableaux 6.11 et 6.29).

Tableau 7.9 Résultats de l'enlèvement d'hydrocarbures pétroliers pour les expériences CF-21 et CF-24 de la matrice orthogonale $L_9(3^4)$

Exp.	Conc. d'hydrocarbures dans le concentré ppm	Conc. d'hydrocarbures dans l'alimentation ppm	Conc. d'hydrocarbures dans le rejet ppm	Récupération d'hydrocarbures dans le concentré %	Résidu d'hydrocarbures dans le rejet %	Coefficient d'enlèvement d'hydrocarbures %
CF-21	46130	12961	9994	73	44	56
CF-24	34905	12961	8496	84	35	65

7.2.6 Perte au feu à 650°C pour les expériences liées à la matrice orthogonale $L_9(3^4)$

Le tableau 7.10 présente le pourcentage de la PAF à 650°C pour les échantillons de la matrice orthogonale $L_9(3^4)$ et pour deux essais de validation des résultats dans les conditions optimales d'expérimentation (CF-20 et CF-21).

On note pour l'expérience CF-20, une valeur élevée de 20,1 % de la PAF dans le concentré et une diminution de 2,5 % dans le rejet par rapport à l'alimentation. Pour cet essai, il existe une relation proportionnelle entre le pourcentage de la PAF et le résultat élevé de 74 % de récupération et de 73 % d'enlèvement en cuivre (voir tableau 7.8). Pour l'expérience CF-21, on a une valeur élevée de 20,2 % de la PAF dans le concentré et une diminution de 4,56 % dans le rejet par rapport à l'alimentation. Ces résultats sont proportionnels au pourcentage élevé de 82 % de récupération et de 77 % d'enlèvement

Pour l'expérience CF-18, on remarque un pourcentage de 18,1 % de la PAF dans le concentré, le plus faible de la matrice orthogonale $L_9(3^4)$, et un pourcentage de 11,25 % dans le rejet, supérieur de 0,22 % par rapport à l'alimentation. La diminution du pourcentage de la PAF dans le concentré correspond au faible résultat de récupération en cuivre de 32,7 %. Par contre, le pourcentage de la PAF dans le rejet ne correspond pas au résultat le plus élevé d'enlèvement de 67,3 % en cuivre.

On confirme que la séparation du cuivre et la séparation d'éléments organiques ne sont pas toujours proportionnelles.

Tableau 7.10 Pourcentages de la PAF à 650°C pour les expériences liées à la matrice orthogonale

$L_9(3^4)$

Exp.	Concentré %	Alimentation %	Rejet %
CF-11	18,27	11,03	7,89
CF-12	19,96	11,03	11,04
CF-13	20,60	11,03	10,95
CF-14	20,33	11,03	9,21
CF-15	18,84	11,03	9,30
CF-16	20,19	11,03	8,39
CF-17	19,03	11,03	9,43
CF-18	18,16	11,03	11,25
CF-19	19,76	11,03	12,70
CF-20	20,15	11,03	8,47
CF-21	20,20	11,03	6,47

7.3 Résumé des résultats obtenus avec la colonne de flottation agitée

7.3.1 Les essais préliminaires

Au début des expériences, on a essayé de produire de très fines bulles d'air au moment de la flottation (essai CF-1). Ceci en raison de la granulométrie fine de l'échantillon, particulièrement de la répartition élevée en cuivre (50 %) dans la fraction inférieure à 25 μm . Tel qu'indiqué par Fuerstenau (1980), la collision entre les fines particules et les bulles d'air de petits diamètres peut contribuer à une bonne performance de la flottation. On a dissous de l'air dans un volume de 8 litres d'eau, à une pression de 520 KPa, pour obtenir des bulles d'un diamètre inférieur à 500 μm . Cette expérience n'a malheureusement pas donné le résultat escompté en ce qui concerne la production de mousse. Un facteur à tenir compte dans l'échec de cet essai a été l'addition d'eau à la pulpe sédimentaire et par conséquent la dilution de la pulpe et la diminution de la concentration des réactifs ajoutés.

Pour l'essai CF-2, le délogement d'hydrocarbures de la pulpe a également été effectué comme c'était le cas pour l'essai CF-1, mais cette fois-ci, on a essayé de séparer les éléments organiques de la pulpe après le délogement. Pour parvenir à cette séparation, l'échantillon a été centrifugé et séché. Après, la pulpe a été conditionnée pendant 15 minutes à 250 rpm dans le réservoir de conditionnement. Comme dans l'expérience CF-1, on a produit de très petites bulles d'air provenant du dégagement de l'air dissous dans l'eau. À l'intérieur de la colonne, la vitesse de rotation du rotor a été fixée à 530 rpm. Une fois l'agitation terminée, on a observé de petits flocons se former et sédimenter dans la pulpe. Les conditions de l'essai indiquent un cas de floculation, où les principaux intervenants sont les réactifs chimiques présents dans la pulpe et la vitesse d'agitation des appareils.

L'expérience CF-3 a été effectuée dans les mêmes conditions que celles de l'essai CF-1, à l'exception qu'on a inséré de l'air comprimé à travers un diffuseur poreux en céramique, afin de faire déborder un volume suffisant de mousse en haut de la colonne. À la fin de l'essai, une mousse blanche a émergé de la pulpe. Ceci signale probablement que le processus de délogement d'hydrocarbures dans la cellule d'agitation mécanique interfère avec la bonne performance de la flottation en colonne agitée.

Pour l'expérience CF-4, on est parvenu à faire déborder une quantité de mousse dans la boîte du concentré, mais pas suffisamment pour réussir une bonne récupération et un bon enlèvement. Plusieurs facteurs ont contribué à améliorer la performance de la flottation de cet essai : la flottation continue, l'absence de surfactant relié au processus de délogement des hydrocarbures, le conditionnement dans la cellule d'agitation mécanique, le changement d'un diffuseur poreux en céramique ($\emptyset > 1$ mm) pour un diffuseur poreux en porcelaine ($\emptyset < 1$ mm) et l'admission d'air comprimé directement dans la colonne. L'absence de l'agent moussant a été un facteur important à tenir compte pour cette expérience. Ce facteur a probablement été la cause d'une faible récupération et d'un enlèvement nul.

Pour l'essai CF-5, on a expérimenté dans les mêmes conditions que CF-4, à l'exception que le pourcentage de solides dans la pulpe a été fixé à 5 %. On a additionné l'agent moussant à la pulpe dans le réservoir de conditionnement et augmenté la concentration du collecteur à 2,27 mg/g.

Malgré l'addition de l'agent moussant et une augmentation de la concentration du collecteur, on a obtenu un très faible résultat de récupération (7 %). Le faible pourcentage de solides dans la pulpe (5 %) a pu limiter une augmentation du pourcentage de récupération.

Pour l'essai CF-6, les conditions de flottation se sont beaucoup améliorées. On a fixé le pourcentage de solides dans la pulpe à 15 % et augmenté la concentration du collecteur à 3,42 mg/g. De même que pour l'expérience CF-5, on a ajouté l'agent moussant dans le réservoir de conditionnement. Pour cet essai, on a obtenu une récupération de 18 % et un enlèvement de 48 %. Il semble que la hausse de la concentration du collecteur ait eu un effet bénéfique sur la récupération et l'enlèvement. D'autre part, on a observé que l'addition de l'agent moussant à la pulpe dans le réservoir de conditionnement a pu limiter l'influence de l'action tensioactive de cet agent pour la production de mousse.

Encouragés par le succès de l'expérience antérieure, on a poursuivi avec l'essai CF-7 dans des conditions similaires à l'essai CF-6, à l'exception que cette fois-ci, on a expérimenté un régime de pompage de 5 mL/s pour l'alimentation et le rejet, un régime plus faible que ceux des expériences CF-4, CF-5 et CF-6. On a cherché à prolonger le temps de séjour de la pulpe de 11 à 25 minutes, afin de faciliter l'adhésion d'un plus grand nombre de particules aux bulles d'air. La concentration du collecteur a été réduite à 1,74 mg/g pour vérifier si une diminution de la concentration de collecteur influencerait le pourcentage de récupération et d'enlèvement. Au moment où les bulles d'air sont entrées dans la colonne de flottation, on a additionné l'agent moussant (0,04 mg/g) en haut de la colonne pour faciliter le contact entre l'agent moussant et les bulles d'air. Ceci a influencé positivement la performance de la flottation, le volume de mousse ayant augmenté et la mousse étant devenue plus compacte. Les modifications effectuées pour cet essai ont conduit à un pourcentage de 49 % de récupération et de 37 % d'enlèvement, signalant une bonne orientation de la démarche suivie.

On a poursuivi avec l'essai CF-8 pour lequel une augmentation de la concentration en collecteur à 4 mg/g et de l'agent moussant à 0,62 mg/g a été effectuée. On a fixé de nouveau le temps de séjour à 11 minutes et utilisé un pourcentage de solides dans la pulpe de 10 %. On a essayé d'identifier l'influence de l'augmentation du collecteur, de l'agent moussant et l'importance d'une

modification du temps de séjour de la pulpe sur la récupération et l'enlèvement. Les conditions de cet essai n'ont pas réussi à élever le pourcentage de récupération.

Pour les essais CF-9 et CF-10, les concentrations du collecteur et de l'agent moussant ont été fixées respectivement à 1,74 mg/g et à 0,04 mg/g. Dans la colonne de flottation, la vitesse du mélangeur statique a été fixée à 100 rpm pour l'essai CF-9 et à 450 rpm pour l'essai CF-10. On a augmenté le temps de séjour à 31 minutes et la pression d'air comprimé a été ajustée à 290 kPa (7 LPM) pour l'essai CF-10. Les autres conditions de flottation sont restées les mêmes que pour celles de l'essai CF-8. Les variations de vitesse du mélangeur statique dans la colonne de flottation ont été effectuées pour observer les performances de la flottation à une vitesse lente et rapide.

Le résultat de l'essai CF-9 montre que l'on peut réussir une bonne performance de flottation à une vitesse d'agitation plus basse que celles pratiquées aux essais précédents. Il est important d'indiquer que l'essai CF-9 a été le plus significatif des essais préliminaires, en raison d'un résultat élevé de récupération de 69 %.

L'essai CF-10 montre qu'à une vitesse d'agitation de 450 rpm et une pression d'air de 290 kPa (7 LPM), on obtient un résultat de récupération moyen de 52 %. Ces deux conditions n'exercent pas une influence marquante sur le résultat de récupération.

On a effectué 10 expériences préliminaires pour se familiariser et comprendre plusieurs aspects liés à la performance de la flottation des particules de cuivre en colonne agitée. Ces expériences ont indiqué que pour une bonne performance de la flottation, plusieurs variables doivent être considérées : le conditionnement de la pulpe dans la cellule d'agitation mécanique, l'addition de l'agent moussant à la pulpe au moment de la flottation, le temps de séjour de la pulpe variant de 11 à 31 minutes, une pression d'air fixée à 180 kPa (4 LPM) et un pourcentage de solides dans la pulpe variant de 15 à 25 %.

7.3.2 L'approche matricielle orthogonale $L_9(3^4)$

Pour la construction de la matricielle orthogonale $L_9(3^4)$, on a retenu les paramètres et les niveaux les plus importants utilisés pendant les essais préliminaires. De même que pour la matrice orthogonale $L_{16}(4^5)$, on a organisé les niveaux de façon à obtenir un écart étroit entre eux.

Par ailleurs, afin de diminuer le temps de conditionnement de la pulpe et de l'ensemble du procédé de flottation, on a décidé de préparer la pulpe dans le réservoir de conditionnement et non dans la cellule d'agitation mécanique. Le conditionnement en réservoir a probablement été la cause de l'obtention de faibles résultats de récupération et d'enlèvement pour les essais réalisés dans le cadre de la matricielle orthogonale $L_9(3^4)$, étant donné la distribution non homogène du collecteur dans un volume élevé de 18 litres de pulpe, ceci affectant le contact entre le collecteur et les particules d'intérêt.

Pour les essais de validation des résultats dans les conditions optimales de récupération et d'enlèvement, on a choisi d'effectuer le conditionnement de la pulpe en plusieurs parties dans la cellule d'agitation mécanique. La concentration de collecteur a été augmenté à 4 mg/g et de l'agent moussant à 0,54 mg/g pour assurer une quantité suffisante de réactifs dans le mélange et une distribution complète dans la pulpe.

Précisons finalement que la moyenne des résultats de validation a été encourageante dans les conditions optimales de récupération et d'enlèvement (77 et 72 % respectivement). Ces résultats sont supérieurs à la moyenne des neuf expériences (de 43,5 et 57,7 %) de la matrice $L_9(3^4)$, indiquant une amélioration de l'ensemble du processus de flottation.

7.3.3 La perte au feu à 650°C pour les essais de la matrice orthogonale $L_9(3^4)$

En regard des cinq essais de validation dans les conditions optimales de récupération et d'enlèvement (de CF-20 à CF-24), on a remarqué un pourcentage élevé en PAF à 650°C dans le concentré (20 %). Ce résultat, moyenne des cinq expériences avec un écart-type de 0,7 %, est presque le double de celui obtenu pour l'alimentation (11 %). Dans le rejet, on a obtenu une

moyenne de 8 % en PAF, avec un écart-type de 0,9 %. La PAF dans le rejet a été de 3 % inférieur à celle de l'alimentation.



8. CONCLUSIONS

À des fins environnementales, la performance de la flottation de fines particules riches en cuivre a été évaluée, quantifiée et optimisée en employant une cellule d'agitation mécanique et une colonne de flottation agitée.

Le sédiment utilisé pendant les essais de flottation se caractérise par une fine granulométrie (1 à 212 μm) et une contamination élevée de cuivre et d'hydrocarbures pétroliers. Les phases minéralogiques porteuses en cuivre ont été observées avec un degré de libération très élevé, ce qui a aidé à la séparation du cuivre de la matrice sédimentaire.

Pour la cellule d'agitation mécanique, les résultats montrent une récupération optimale de cuivre dans le concentré de 70 à 90 % et un enlèvement optimal de 70 à 85 % dans le rejet. Les résultats montrent une excellente performance lorsqu'on utilise la cellule mécanique de flottation pour séparer le cuivre de la matrice sédimentaire polluée.

Par ailleurs, pour la colonne de flottation agitée, les résultats montrent une récupération optimale du cuivre de 70 à 80 % dans le concentré et un enlèvement optimal de 50 à 70 % dans le rejet. Ces résultats révèlent une bonne performance de la flottation, cependant avec moins de succès qu'avec la cellule d'agitation mécanique.

Bien que les chiffres d'enlèvement de cuivre dans les deux appareils aient été élevés, il reste encore des concentrations en cuivre de 2000 à 3000 ppm dans le rejet, pour les essais réalisés avec la cellule d'agitation mécanique, et des concentrations de 4000 à 6300 ppm pour les expériences effectuées avec la colonne de flottation agitée. Ces valeurs demeurent encore loin du critère C (de 500 ppm) et près des valeurs du critère D (de 2500 ppm) pour le cuivre, établies par le Ministère de l'Environnement et de la Faune du Québec (2003).

Il est également difficile d'établir une évaluation comparative entre la contribution de chacune des variables des deux matrices orthogonales $L_9(3^3)$ et $L_{16}(4^5)$ utilisées pendant les essais de la cellule d'agitation mécanique, ceci en raison de la construction différente de ces deux matrices. Malgré ce fait, pour chacune d'elles, les résultats de récupération et d'enlèvement en cuivre ont été similaires. Pour la matrice $L_9(3^3)$, les résultats de récupération ont été supérieurs à 77 % et ceux de

l'enlèvement supérieurs à 70 %. Pour la matrice $L_{16}(4^5)$ les résultats ont été supérieurs à 75 % pour la récupération et supérieurs à 76 % pour l'enlèvement. La variable qui a le plus contribué à la récupération et à l'enlèvement a été le pourcentage de solides dans la pulpe selon la matrice $L_9(3^3)$. Pour la matrice $L_{16}(4^5)$ la variable qui a le plus contribué à la récupération et à l'enlèvement a été le temps de flottation.

Notons également l'efficacité du collecteur utilisé pendant les essais effectués. En plus d'être efficace avec le cuivre, il l'a aussi été dans une moindre mesure avec d'autres métaux contaminants comme le zinc, le nickel, le chrome et le plomb.

La récupération des hydrocarbures pour les expériences effectuées dans la cellule d'agitation mécanique OP-2 et OP-4 (86 et 79 %) a été similaire à la récupération obtenue dans la colonne de flottation agitée pour les expériences CF-21 et CF-24 (73 et 84 %). Pour ce qui est des hydrocarbures pétroliers restant dans le rejet, des procédés microbiologiques sont aujourd'hui mis au point pour ce type de contaminant.

Ce travail contribue de manière novatrice à la restauration de sites contaminés. Il est difficile de trouver dans la littérature un travail lié à la dépollution d'une matrice sédimentaire contaminée, autant par des métaux que par des hydrocarbures pétroliers. C'est la première fois que s'utilise une colonne de flottation agitée pour la dépollution d'une matrice sédimentaire avec les caractéristiques indiquées. Ces aspects ont permis la mise en application d'une méthodologie particulière et originale dans le domaine de la restauration des lieux contaminés.

Les deux appareils ont donné de bonnes performances. Il faut se rappeler que les technologies utilisées pendant cette investigation sont des technologies de prétraitement et que d'autres méthodes ou technologies peuvent être envisagées pour rendre le rejet sédimentaire conforme à la réglementation environnementale. L'objectif d'évaluer et d'optimiser la récupération et l'enlèvement de fines particules riches en cuivre d'une matrice sédimentaire, en utilisant les deux appareils de flottation, a été atteint.

RÉFÉRENCES

ADS. 1995. Sélection d'options et développement de scénarios d'interventions pour la restauration des baies situées de part et d'autre du quai 103 (port de Montréal). Rapport final, rapport synthèse et résumé.

AL-SHAMRANI, A. A. JAMES, A. AND XIAO, H. 2002. Separation of oil from water by dissolved flotation. *Colloids and Surface A: Physicochemical and Engineering Aspects* 209, 15-26. www.elsevier.com/locate/colsurfa.

ALEXIS, J. 1995. Pratique industrielle de la méthode Taguchi. Les plans d'expériences. Éditorial AFNOR.

AUCLAIR, M. J. 1995. Regional Assessment Montreal-Longueuil Sector. Environnement Canada, Centre Saint-Laurent.

BEAK INTERNATIONAL. 1998. Évaluation des risques pour l'environnement et la santé humaine – Secteur 103 de la zone portuaire de Montréal. Rapport final.

BEAULIEU, J. F. 2000. Décontamination électrocinétique de sols pollués aux métaux lourds par des activités industrielles : établissement de paramètres et optimisation du traitement. Thèse de doctorat à l'université de Sherbrooke.

BEAULIEU, J. F. 1995. Contrôle des pH dans la décontamination des sols par électrocinétique. Mémoire de maîtrise à l'université de Sherbrooke.

BHASKAR, G. and KHANGAONKAR, R. 1982. Electro-flotation of chalcopyrites fines. *Int. J. Mine. Process.* Vol. 9, pp. 133-143.

BLAZY, P. 1970. La valorisation des minerais. Paris : Presse Universitaire de France, p. 146.

BOUCHARD, S. 2001. Traitement du minerai, Flottation méthodes physiques. Sainte-Foy, Québec. Les éditions, Le Griffon d'argile.

CASSELL, E. A. and al. 1971. Removal of colloidal pollutants by micro-flottation. American Institute of Chemical Engineers Journal, Vol. 17, p. 1486.

CASSIDY, D. HAMPTON, D. and KOHLER, S. 2001. Ozonation and biodegradation of persistent bioaccumulative toxins in sediments. In R.E. Hinchee, A. Porta and M. Pellei (Eds.). Proceedings of the first international conference on remediation of contaminated sediments. p. 71-78. Battelle Press, Columbus, OH.

CAPPONI, F. MATIOLO, E. NUNES, D. and RUBIO, J. 1993. Advances in flotation of minerals fines. Departamento de Engenharia de Minas-Laboratório de Tecnologia Mineral e Ambiental- Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Av. Osvaldo Aranha 99/512, 90035-190, Porto Alegre, RS, Brazil. jrubio@vortex.ufrgs.br.

CAUWENBERG, P. VERDONCKT, F. and MAES, A. 1998. Flottation as a remediation technique for heavily polluted dredged material. 1. A feasibility study. 2. Characterisation of flotated fractions. The Science of the Total Environment 209. (1) pp. 113-119 (2) pp. 121-131.

CHANDER, S. 1978. Recent developments in floatability of fine particles - A review. The Indian Institute of Metals Vol. 31, No.1.

CHEVALIER, P. et coll. 1996. Technologies d'assainissement et prévention de la pollution. Chapitre 5 : Les sols contaminés.

CLIFFORD, S. 1993. Removal of organic contamination from Buffalo River by froth flotation. *Miner. Metall. Processing* 294 pp.195-199.

CORPORATION SCIENTIFIQUE CLAISSE. 1994. Claisse Fluxy Instruction Manual. 2522, chemin Sainte-Foy, G1V 1T5, Québec, Canada.

DEGENS, T. 1965. *Geochemistry of sediments. A brief survey*. Prentice-Hall, inc. Englewood Cliffs, New Jersey.

DEL VILLAR, R. 1999. *Procédés minéralurgiques, Volume I, II*. Université Laval. Québec, Canada.

DENVER. 2003. Operating and maintenance instructions. Laboratory sub-A flotation machine. Models D-1, D-2 and D-3.

DERMONT, G. BERGERON, M. MERCIER, G. LAFLÈCHE, M. 2008. Soil washing for metal removal : A review of physical/chemical technologies and field applications. *Journal of Hazardous Materials* 152, p. 1-31. Science Direct. www.sciencedirect.com.

DERYAGIN, B.V. and DUKHIN, S.S. 1960-61. Theory of flotation of small and medium-size particles. *Trans. Inst. Min. Metall.*, 70 : pp. 221-245.

DeVIVO, D. G. and KARGER, B. L. 1970. Studies in the flotation of colloidal particulates : effects of aggregation in the flotation process. *Separation Science*, 5 (2), pp.145-167.

DUCHESNE, J. 2004. *Matériaux de l'écorce terrestre*. Département de géologie et de génie géologique. Faculté de Science et de génie. Université Laval.

ENVIRONNEMENT CANADA, CENTRE SAINT-LAURENT ET LE MINISTÈRE DE L'ENVIRONNEMENT DU QUÉBEC. 1992. Guide méthodologique de caractérisation des sédiments. Plan d'action Saint-Laurent, Numéro de catalogue EN40412/1991F, ISBN 0-0662-96885-9.

ENVIRONNEMENT CANADA, CENTRE SAINT-LAURENT. Classification des sédiments. Infos Saint-Laurent. Eau et sédiments. Site web : www.qc.ec.gc.ca.

ENVIRONNEMENT CANADA, NORANDA, RAFFINERIE CCR, PÉTROLIÈRE IMPÉRIALE, PRODUITS SHELL CANADA LIMITÉE, SOCIÉTÉ DU PORT DE MONTRÉAL. 1998. Problématique des sédiments contaminés des baies du secteur 103 de la zone portuaire de Montréal.

FAIRTHORNE, G. FORNASIERO, D. and RALSTON, J. 1997. Effect of oxidation on the collectorless flotation of chalcopyrite. *Int. J. Mine. Process.*, Vol. 49, pp. 31-48.

FAIRTHORNE, G. BRINEN, J. FORNASIERO, D. NAGARAJ, D. and RALSTON, J. 1998. Spectroscopic and electrokinetic study of the adsorption of butyl ethoxycarbonyl thiourea on chalcopyrite. *Int. J. Mine. Process.*, Vol. 54, pp. 147-163.

FICHERA, M. and CHUDACEK, M. 1992. Batch cell flotation models – A review. *Mineral Engineering*, Vol. 5 No. 1, pp. 41-55.

FINCH, J. and DOBBY, G. 1990. *Column flotation*. Pergamon press. 180 p.

FORGET, E. et LAJEUNESSE, S. 2001. Étude écosystémique : cas du secteur 103 de la zone portuaire de Montréal. *VERTIGO, La revue en sciences de l'environnement sur le WEB*, Vol. 2 No. 1. Site web : www.vertigo.uqam.ca/

FUERSTENAU, D. 1980. Fine particle flotation. Tiré de Fine Particles Processing, Vol. 1. Published by American Institute of Mining, Metallurgical and Petroleum Engineers, Inc. New York, Somasundaran Editor, pp. 669-705.

GALVEZ-CLOUTIER, R. et LEFRANÇOIS, P. J. 2005. Les sols contaminés par des métaux lourds : distribution géochimique et techniques de restauration. Vecteur Environnement, Vol. 38, numéro 3.

GAUDIN, A. M. 1957. Flotation. McGraw-Hill, New York, N.Y. 2nd ed., p. 572.

GÉOPHYSIQUE GPR INTERNATIONAL INC. 1995. Caractérisation et répartition spatiale des sédiments dans les baies situées de part et d'autre du quai 103 (port de Montréal). Volumes I et II.

GÉORESSOURCES ET LE CENTRE DE RECHERCHE MINÉRALE. 1997. Développement d'un procédé de traitement de sédiments contaminés par utilisation de technologies minéralurgiques. Sainte-Foy, p.118.

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 p.133 p.

GOUVERNEMENT DU QUÉBEC, 1997. Méthode d'analyse : sols, dosage des hydrocarbures pétroliers (C10-C50) (MA. 410-HYD.1.0). Centre d'Expertise en Analyse Environnementale du Québec, 11 p.

HEPEL, T. and POMIANOWSKI, A. 1977. Diagrams of electrochemical equilibria of the system cooper-potassium ethyl xanthate-water at 25°C. Int. J. Miner. Process., 4 : 345-361.

HOUOT, R. and DUHAMET, D. 1990. Importance of oxygenation of pulps in the flotation of sulfides ores. Int. J. Mine. Process. Vol. 29, pp. 77-87.

HUPPE, R. 2001. Évaluation, optimisation et comparaison des cellules et des colonnes de flottation afin de retirer des contaminants organiques de sédiments portuaires. Mémoire présenté pour l'obtention du grade de Maître ès sciences. Institut National de la Recherche Scientifique (INRS), Québec, Canada.

ITYOKUMBUL, M. AQUINO, J. O'CONNOR, C. and HARRIS, M. 2000. Fine pyrite flotation in an agitated column cell. *International Journal of Mineral Processing*, Vol. 58, pp. 167-178.

JAMESON, G. 1984. Physical aspects of fine particle flotation. Tiré de *Principles of Mineral flotation*, The Wark Symposium, Symposia Series No. 40. Published by The Australasian Institute of Mining and Metallurgy, pp. 215-232.

JIANG, Z.W. and HOLTHAM, P. 1986. Theoretical model of collision between particles and bubbles in flotation. *Trans. Instn. Min. Metall. Sect. C: Mineral Process. Extr. Metall.*

JONES, M. H. and WOODCOCK, J.T. 1984. *Principles of mineral flotation*. Victoria, Australia: The Australasian Institute of Mining and Metallurgy, p. 320.

JOHSEN, OLE. 2002. *L'encyclopédie des minéraux*. Éditeur : Lonay, Suisse : Delachoux et Niestle.

KELLY, E. G. et SPOTTISWOOD, D. J. 1982. *Introduction to Mineral Processing*. New York : John Wiley & Sons; p. 479.

KIHLSTEDT, P. 1969. Particle size distribution and separation results of selective flotation of complex sulfide ores. *Proceedings, VIII International Mining Congress, Leningrad*, Vol. 2, p. D-5.

KLASSEN, V. and MOKROUSOV, V. 1963. *An introduction to the Theory of flotation*. Butterworths, London, 493 p.

KONE, M. 2003. Enlèvement d'hydrocarbures dans des sédiments contaminés. Thèse de Doctorat. Université de Québec INRS-ETE, Québec, Canada.

KUOPANPORTTI, H., SUORSA, T. and PÖLLÄNEN, E. 1997. Effects of oxygen on kinetics of conditioning in sulphide ore flotation. *Minerals Engineering*, Vol. 10, pp. 1193-1205.

KUOPANPORTTI, H. SUORSA, T. DAHL, O. and NIINIMÄKY, J. 2000. A model of conditioning in the flotation of a mixture of pyrite and chalcopyrite ores. *Int. J. Miner. Processing*, Vol. 59, pp. 327-33.

LANDRY, B. 1997. Génie de l'environnement. Les éditions « Le Griffon d'argile ».

LEVICH, V. G. 1962. *Physicochemical hydrodynamics*. Prentice-Hall, Englewood Cliffs, N. J., 700 p.

LUTTRELL, G. and YOON, R. 1984. The collectorless flotation of chalcopyrite ores using sodium sulphide. *Int. J. Miner. Process.*, Vol. 13, pp. 271-283.

MINISTÈRE DE L'ENVIRONNEMENT ET DE LA FAUNE DU QUÉBEC. 2003. Politique de protection des sols et de réhabilitation des terrains contaminés.

MINISTÈRE DE L'ENVIRONNEMENT ET DE LA FAUNE DU QUÉBEC, DIRECTION DES ÉVALUATIONS ENVIRONNEMENTALES. 2004. Avis sur la recevabilité de l'étude d'impact. Projet de restauration environnementale des cellules 1 et 3 des baies du secteur 103 du port de Montréal. Dossier 3211-02-197.

MINISTÈRE DE L'ENVIRONNEMENT ET DE LA FAUNE DU QUÉBEC. 2005. Bilan sur la gestion des terrains contaminés. Site web : www.mddep.gouv.qc.ca/sol/terrains/bilan2005/bilan2005-tc.pdf.

MEHROTRA, S. and PADMANABHAN N. 1990. Flotation kinetics – A review. Transactions. Indian Institute of Metals, vol. 43, No.1, pp. 9-21.

MULLENEERS, H. KOOPAL, L. SWONKELS, G. BRUNING, H. and RULKENS. W. 1999. Flotation of soot particles from a sandy soil sludge. Colloids and surfaces. A : Physicochemical and Engineering Aspects 151 (1999) 293-301.

MULLIGAN, C. N. YONG, R. N. and GIBBS, B. F. 2001. Remediation technologies for metal-contaminated soils and groundwater: an evaluation. Engineering Geology 60, p. 193-207 Site web : www.elsevier.nl/locate/enggeo

PAREKH B.K. and MILLER J. D. 1999. Advances in flotation technology. Publiée par Society Mining, Metallurgy and Exploration, Inc. Littleton Colorado USA.

PETTIJOHN, F. 1949. Sedimentary rocks. Second edition. Harper & Row publishers, New York, Evanston, and London.

PHILIPPOFF, W. 1952. Some dynamic phenomena in flotation. Min. Eng., 4 : 386-390.

POIRIER, S. ALLEN, B. and VERMETTE, M. 2003. Restoration of cells 1 and 3 of sector 103 of the Montreal harbour –Selected intervention scenario. 2^{ième} International Symposium on Contaminated Sediments.

REAY, D. and RATCLIFF G. 1973. Removal of fine particles from water by dispersed air flotation: effects of bubble size and particle size on collection efficiency. Can. J. Chem. Eng., 51 : 178-185.

REDDY, K. XU, C. and CHINTHAMREDDY, S. 2001. Assessment of electrokinetic removal of heavy metals by sequential extraction analysis. *Journal of hazardous material*, Vol. 48. No. 2-3 pp. 279-296.

ROOS, J. R. CELIS, J. P. and SUDARSONO, A. S. 1990. Electrochemical control of metallic copper and chalcopyrite-xanthate flotation. *International Journal of Mineral Processing*, Vol. 28, pp. 231-245. Elsevier Science Publishers B.V., Amsterdam.

RULKENS, W. 2005. Cleanup technologies for dredged fine sediments: review and future challenges. Remediation of contaminate sediments. Proceedings of the third international conference on remediation of contaminated sediments (New Orleans, Louisiana; Jan. 24-27, 2005). ISBN 1-57477-150-7.

RULKENS, W. 2005. Introduction to the treatment of polluted sediments. *Reviews In environmental Science and Bio/technology*. Vol. 4, pp. 213-221.

SAMSON, R. 1994. Biorestauration des sites contaminés. Éditorial : CQVB.

SENIOR, G. and TRAHAR, W. 1991. The influence of metal hydroxides and collector on the flotation of chalcopyrite. *Int. J. Miner. Process.*, Vol. 33, pp. 321-341.

SIVAMOCHAN, R. 1990. The problem of recovering very fine particles in mineral processing – A review. *Int. J. Mineral Processes*, 28 : 247-288.

SUTHERLAND, K. L. 1948. Kinetics of the flotation process. *J. Phys. Colloid. Chem.* 52 : 349-425.

SOMASUNDARAN, P. 1980. Fine Particles Processing. Proceedings of the International Symposium on Fine Particules Processing, Las Vegas, Nevada, February 24-28, 1980. Volume 1.

Publiée par American Institute of Mining, Metallurgical, and Petroleum Engineers, Inc. New York 1980.

TAGUCHI, G. 1988. System of experimental design. Col. 1, Kraus Int. Publication.

THÖMING, J. STICHNOTHE H. and CALMANO W. 1998. Clean-up of heavy metal polluted soils: applicability and limitations of hydrometallurgical techniques. In Proceedings Consoil'98, the Sixth International FZK/TNO Conference on contaminated soil, pp.1093-1094. Thomas Telford, London.

TORTORELLI, J. CRAVEN, J. TOGURI, G. DOBBY, G. and AGAR, G. 1997. The effect of external gas/slurry contact on the flotation of fine particles. Minerals Engineering, Vol. 10, pp. 1127-1138,

TRAHAR, W. J. AND WARREN, L. J. 1976. The flotability of very fine particles – A review. International Journal of Mineral Processing, 3: 103-131.

TRAHAR, W. 1981. A rational interpretation of the role of particle size in flotation. Int. J. Miner. Process., Vol 8, pp. 289-327.

TURGEON, F. 2001. Optimisation d'un procédé de flottation en colonne à des fins environnementales pour la récupération de particules fines et ultra fines de chalcopyrite. INRS Géoresources, Université du Québec, Québec, Canada.

U.S GEOLOGICAL SURVEY. 1995. Minlith program. Minerals lithology group.

VANTHUYNE, M. and MAES, A. 2002. The removal of heavy metals from contaminated soil by a combination of sulfidisation and flotation. The science of the Total Environment 290, 69-80. Site web : www.elsevier.com/locate/scitotenv.

VANTHUYNE, M. MAES, A. CAUWENBERG, P. 2003. The use of flotation techniques in the remediation of heavy metal contaminated sediments and soils: an overview of controlling factors. Minerals Engineering. Site web : www.elsevier.com/locate/mineng.

VAN RIJT, C. 1995. Cleaning contaminated sediments by separation on the basis of particle size. Water Sci. Technol. 28, pp. 283 –295.

VARADAJAJ, R. 1995. Decontamination of hydrocarbon containing substrates. US Patent # 5,417,864 (Cl. 210-703).

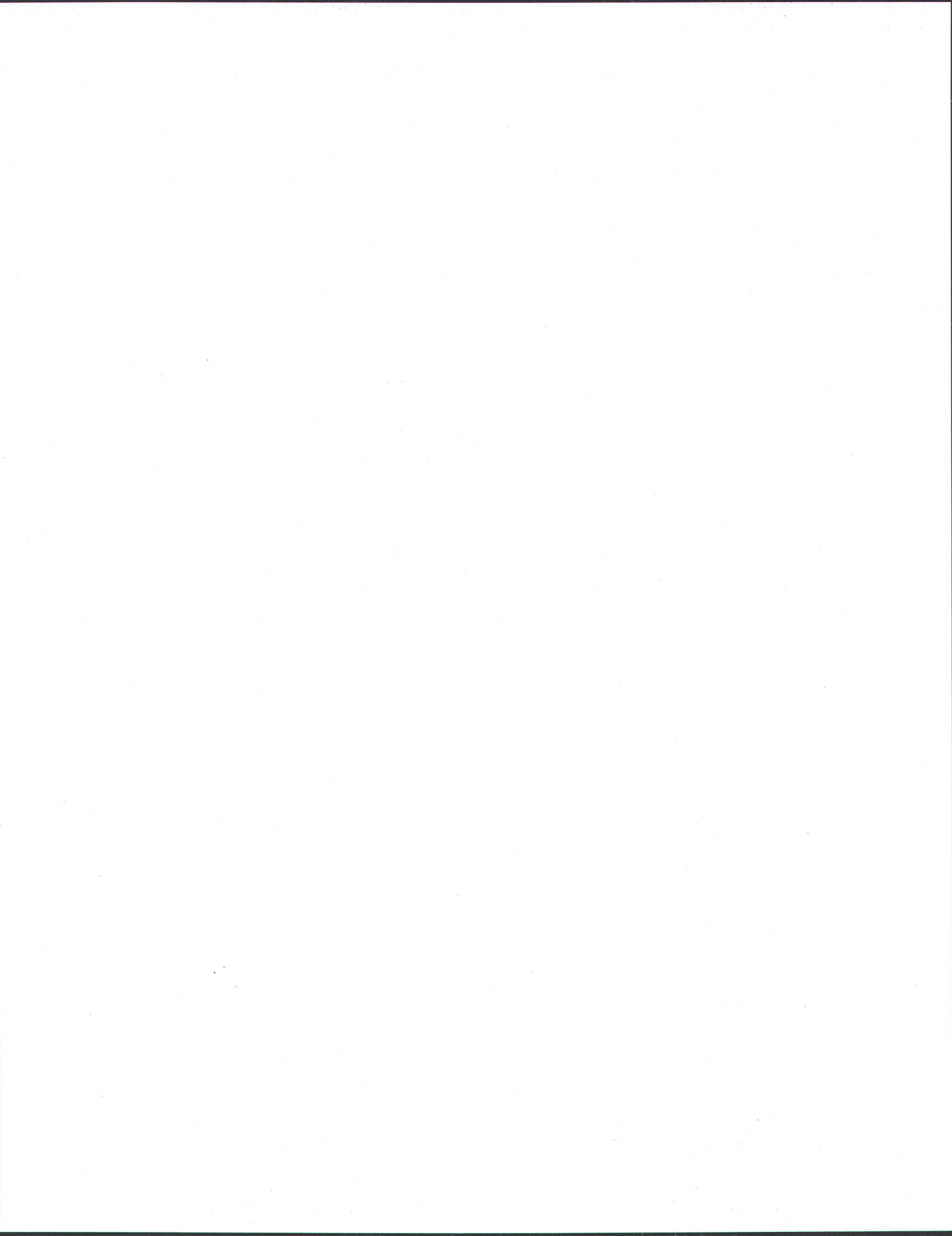
WILICHOWSKI, M. VENGHAUS, T. and WERTHER, J. 1998. Flotation as a process step in the treatment of soil contaminated with mineral oils. Environmental Technology, Vol. 19, pp. 801-810.

WARREN, L. 1984. Ultrafine particles in flotation. Tiré de Principles of Mineral flotation, The Wark Symposium, Symposia Series No. 40. Published by The Australasian Institute of Mining and Metallurgy, pp.185-213.

WILLS, B. A. 1988. Mineral Processing Technology. 5e Ed. Pergamon Pres.

WOODS, R. 1976. Electrochemistry of sulphide flotation. Flotation – A.M. Gaudin memorial volume. Ed., M.C. Fuerstenau, AIME, NY, pp. 298-333.

ZHANG, L. SOMASUNDARAN, P. OSOSKOV, V. and CHOU, C. 2001. Flotation of hydrophobic contaminants from soil. Colloids and surfaces. A : Physicochemical and Engineering Aspects 177, pp. 235-246.



ANNEXE A



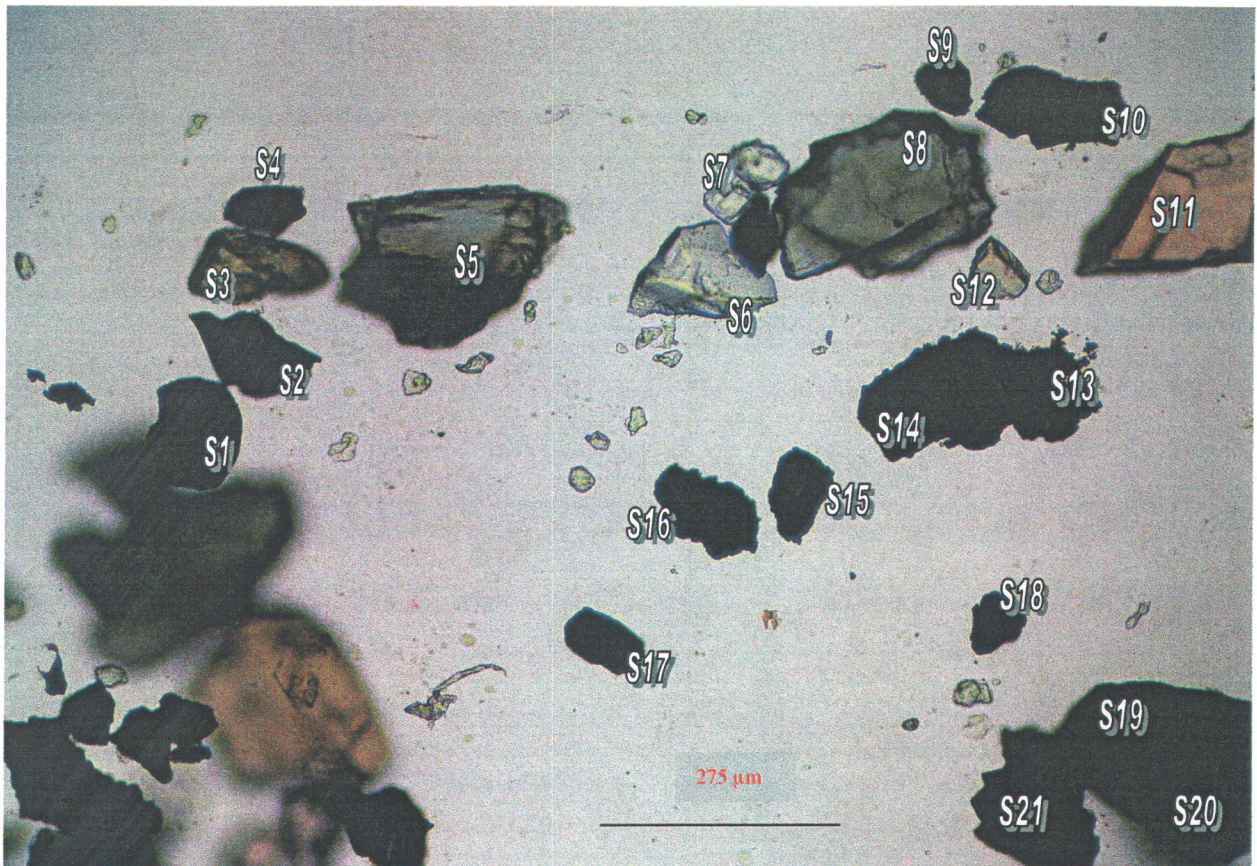


Fig. A1. Identification des phases minérales, photo No. 1

Tableau A1. Liste des phases minérales de la figure A1

Item	Composition du minéral	Formule chimique	Nom du minéral
S1	$Fe_{.81}Ti_{.7}O_3$	$FeTiO_3$	ilménite
S2	N.I.	N.I.	N.I.
S3	$(Mn_{.02}Mg_{.07}Fe_{.43})_2Si_{1.11}O_4$	$(Mn, Mg, Fe)_2SiO_4$	nésosilicate (olivine)
S4	$Fe_{.81}Ti_{.78}O_3$	$FeTiO_3$	ilménite
S5	$Mg_4Ca_{.09}Fe_{2.8}Al_{.2}Si_{6.7}O_{24}$	$(Na,K)_{0-1}(K,Ca,Na)_{2-3}(Mg,Fe,Al)_{5-6}(Si,Al)_8O_{22}(OH)_2$	inosilicate (horblende)
S6	$Mg_{1.35}Ca_{.5}Fe_{6.8}Al_{4.7}Si_{7.5}O_{24}$	$(Na,K)_{0-1}(K,Ca,Na)_{2-3}(Mg,Fe,Al)_{5-6}(Si,Al)_8O_{22}(OH)_2$	inosilicate (horblende)
S7	$Ba_{.92}S_{.98}O_4$	$BaSO_4$	baryte (sulfate)
S8	$Mg_{1.35}Ca_{.5}Fe_{6.8}Al_{4.7}Si_{7.5}O_{24}$	$(Na,K)_{0-1}(K,Ca,Na)_{2-3}(Mg,Fe,Al)_{5-6}(Si,Al)_8O_{22}(OH)_2$	inosilicate (horblende)
S9	$Fe_{2.3}O_3$	Fe_2O_3	hématite (oxyde de fer)
S10	$Cu_{1.33}O$	CuO	ténorite (oxyde de cuivre)
S11	$Mg_{.35}Ca_1Fe_{3.1}Al_{3.3}Si_{5.2}O_{24}$	$(Na,K)_{0-1}(K,Ca,Na)_{2-3}(Mg,Fe,Al)_{5-6}(Si,Al)_8O_{22}(OH)_2$	inosilicate (horblende)
S12	$(Mg_{.32}Fe_{.22})_2Si_{1.13}O_4$	$(Mg, Fe)_2SiO_4$	nésosilicate (olivine)
S13	Cu_2O $Zn_{1.1}S$	Cu_2O ZnS	cuprite (oxyde) associée à la blende (sphalérite)
S14	$Cu_{1.6}O$ $Zn_{6.8}S$	Cu_2O ZnS	cuprite (oxyde) associée à la blende (sphalérite)
S15	$Cu_{1.4}O$	Cu_2O	cuprite (oxyde de cuivre)
S16	$Cu_{1.7}O$ $Fe_{.25}S$	Cu_2O FeS	cuprite (oxyde) associée à la blende (sphalérite)
S17	$Fe_{1.5}O_3$	Fe_2O_3	hématite (oxyde de fer)
S18	$Fe_{1.76}O_3$	Fe_2O_3	hématite
S19	$Fe_{.77}Ti_{.76}O_3$	$FeTiO_3$	ilménite
S20	$Fe_{.8}Ti_{.73}O_3$	$FeTiO_3$	ilménite
S21	N.I.	N.I.	N.I.

N.I. : non identifié

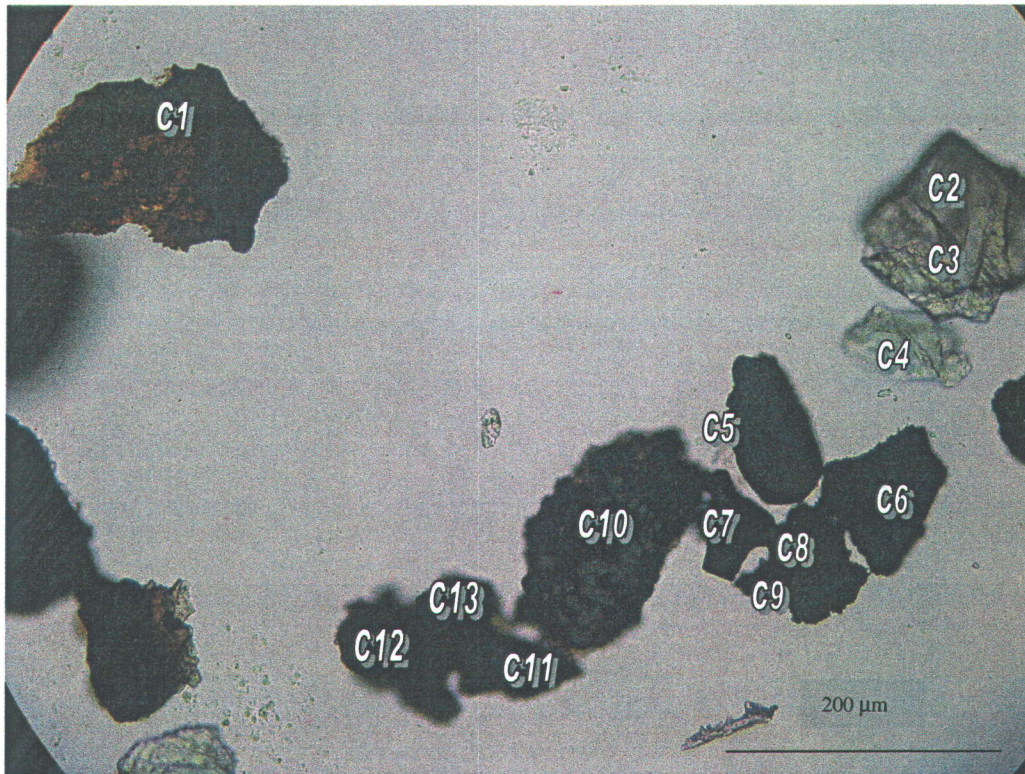


Fig. A2. Identification des phases minérales, photo No. 2

Tableau A2. Liste des phases minérales de la figure A2

Item	Composition du minéral	Formule chimique	Nom du minéral
C1	Cu_2O	Cu_2O	cuprite (oxyde de cuivre)
C2	$(\text{Mg}_{.97}\text{Fe}_{.5})_2\text{Si}_{1.8}\text{O}_4$	$(\text{Mg}, \text{Fe})_2\text{SiO}_4$	nésosilicate (olivine)
C3	$(\text{Mg}_{.35}\text{Fe}_{.5})_2\text{Si}_{1.8}\text{O}_4$	$(\text{Mg}, \text{Fe})_2\text{SiO}_4$	nésosilicate (olivine)
C4	$\text{Al}_{\text{tr}}(\text{Mg}_{.65}\text{Fe}_{.09})_2\text{Si}_{1.1}\text{O}_4$	$(\text{Mg}, \text{Fe})_2\text{SiO}_4$	nésosilicate (olivine)
C5	$\text{Fe}_{2.28}\text{Ti}_{.26}\text{O}_3$	FeTiO_3	ilménite (oxyde de fer)
C6	Cu_2O	Cu_2O	cuprite
C7	$\text{Fe}_{1.5}\text{O}_3$	Fe_2O_3	hématite (oxyde de fer)
C8	$\text{Ca}_{\text{tr}}\text{Cu}_{1.45}\text{O}$	Cu_2O	cuprite
C9	$\text{Ca}_{\text{tr}}\text{Cu}_{1.14}\text{O}$	CuO	ténorite (oxyde de cuivre)
C10	$\text{Fe}_{2.2}\text{O}_3$ $\text{Fe}_{.98}\text{S}_2$	Fe_2O_3 FeS_2	hématite (oxyde de fer) associé à la pyrite (sulfure)
C11	$\text{Cu}_{2.49}\text{O}$	Cu_2O	cuprite
C12	Fe_3O_3	Fe_2O_3	hématite (oxyde de fer)
C13	$\text{Fe}_{.95}\text{Ti}_{.85}\text{O}_3$	FeTiO_3	ilménite (oxyde de fer)

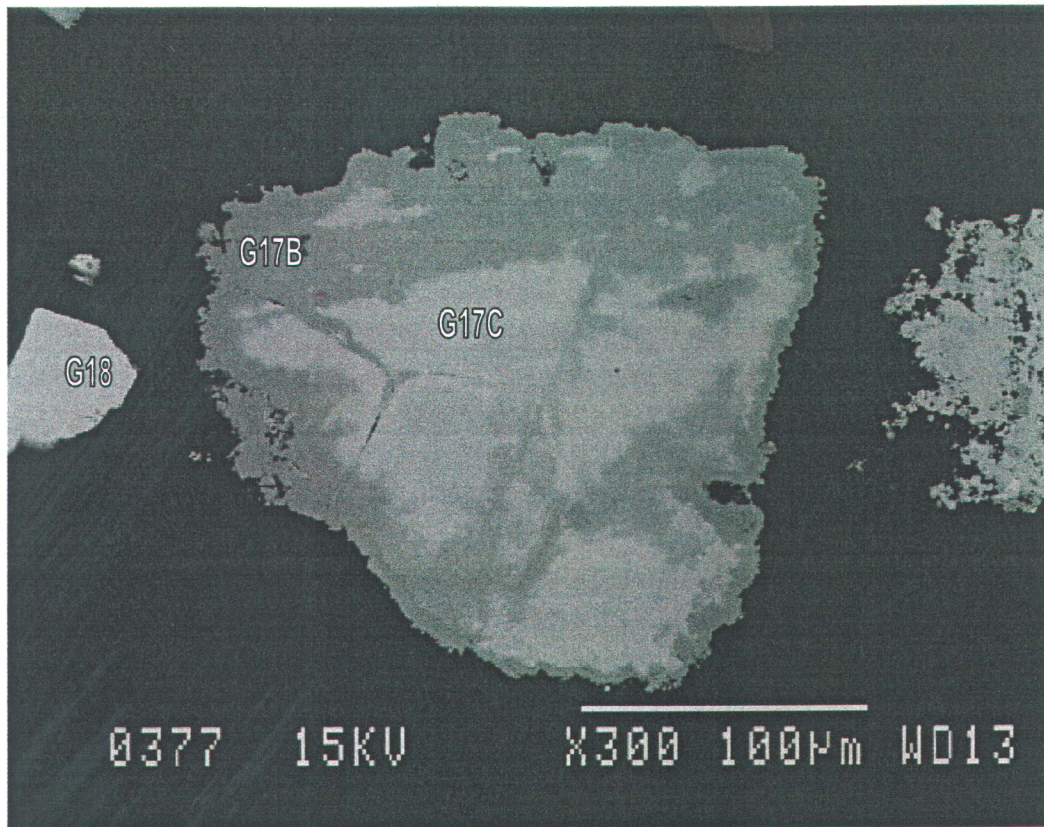


Fig. A3. Identification des phases minérales, photo No. 3

Tableau A3. Liste des phases minérales de la figure A3

Item	Composition du minéral	Formule chimique	Nom du minéral
G17B	$\text{Cu}_{1.5}$	Cu	cuivre
G17C	$\text{Cu}_{1.5}$	Cu	cuivre
G18	BaSO_4	BaSO_4	baryte (sulfate)

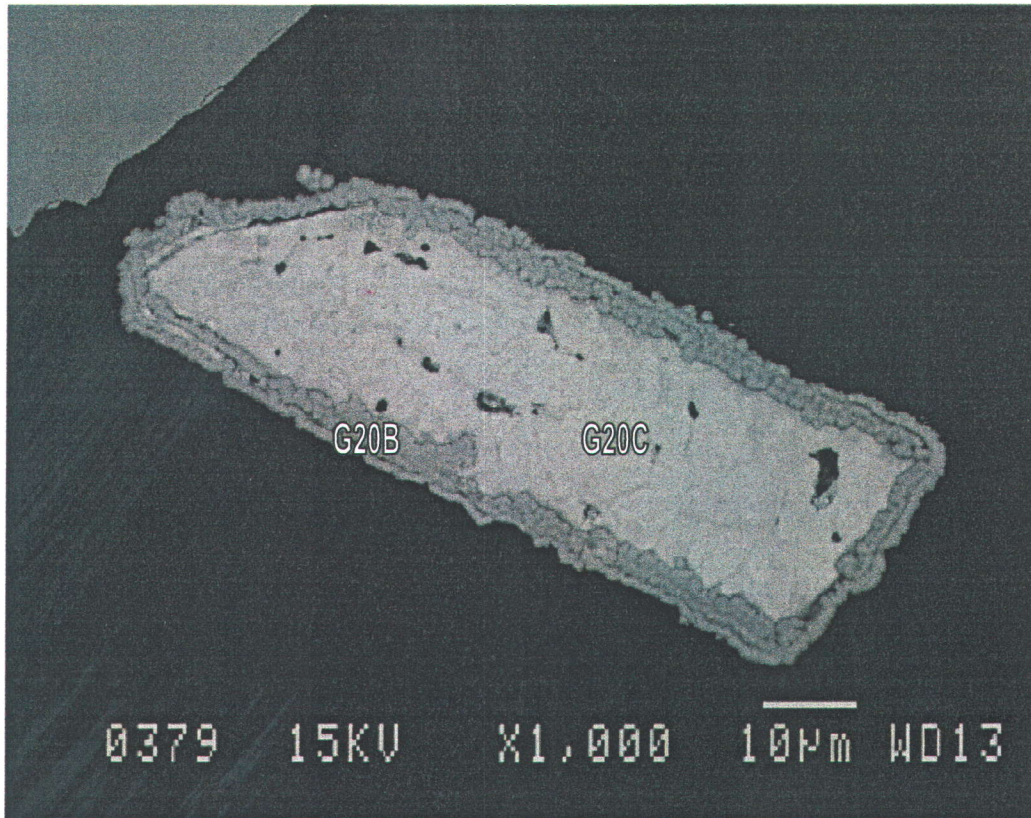
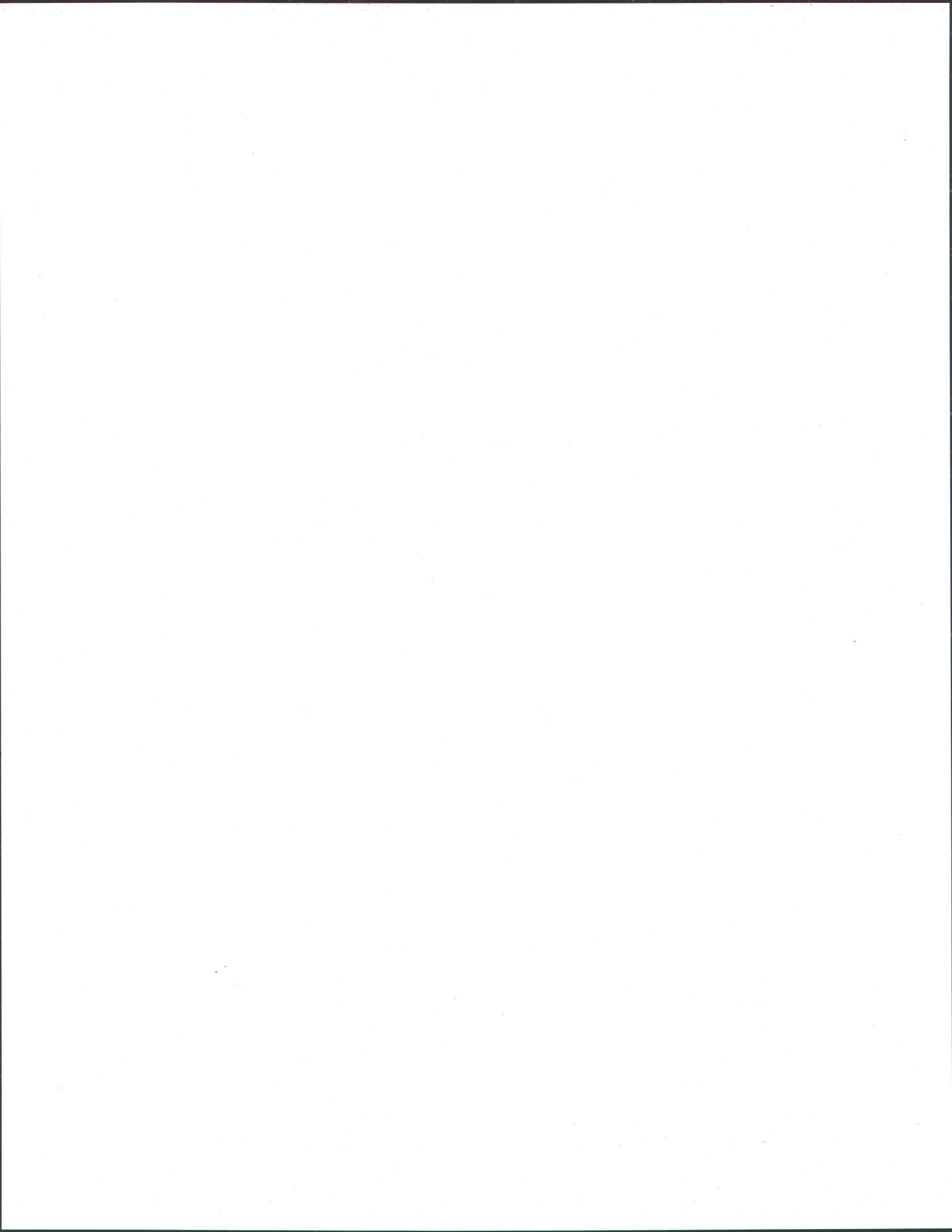


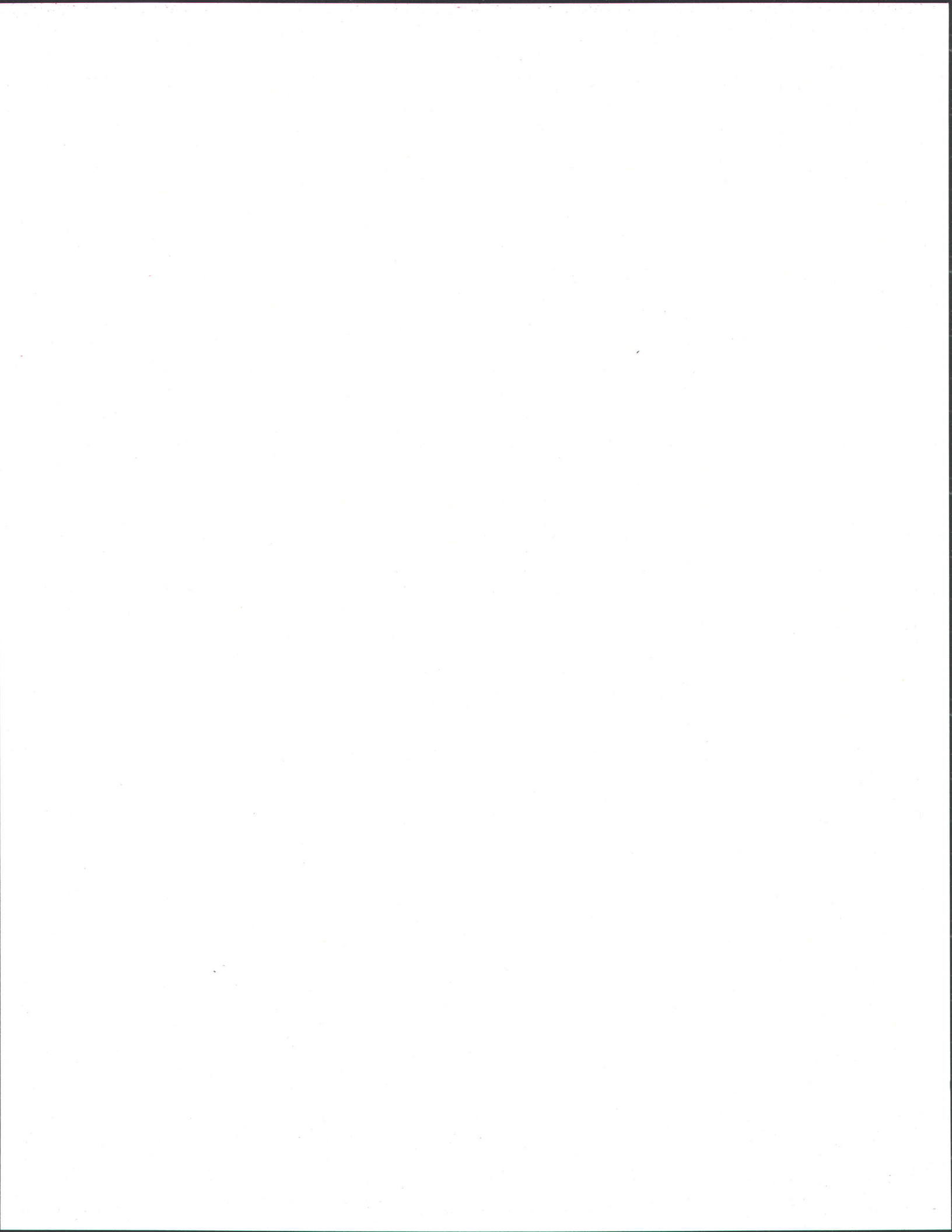
Fig. A4. Identification des phases minérales porteuses en cuivre, photo No. 4

Tableau A4. Liste des phases minérales de la figure A4

Item	Composition du minéral	Formule chimique	Nom du minéral
G20C	$\text{Cu}_{1.5}$	Cu	cuivre
G20B	$\text{Cu}_{3.94}\text{S}$	Cu_2S	chalcocite



Données quantitatives obtenues du microscope
électronique à balayage



SQ: SETUP DEFINITIONS

SQ: QUANTIFY

Figure 5.9 Identification des phases minérales, photo No. 1

GRAIN 1 G1C

Standardless Analysis

15.0 kV 30.0 Degrees

Refit _FEK' _FEK" _ZNK' _ZNK" _NIK' _NIK"

Refit _CUK' _ZNK _S K" _NIK

Chi-sqd = 4.57

Element	Rel. K-ratio	Net Counts
Cu-K	0.86814 +/- 0.03442	1967 +/- 78
Fe-K	0.00723 +/- 0.00406	32 +/- 18
Zn-K	0.00000 +/- 0.00000	0 +/- 0
S -K	0.12463 +/- 0.00356	2242 +/- 64
Ni-K	0.00000 +/- 0.00000	0 +/- 0

ZAF Correction 15.00 kV 30.00 deg

No.of Iterations = 4

Element	K-ratio	Z	A	F	ZAF	Atom%	Wt%	
Cu-K	0.819	1.028	1.002	1.000	1.030	73.47	84.38	
Fe-K	0.007	0.991	1.011	0.873	0.874	0.59	0.60	
Zn-K	0.000	1.023	1.000	1.000	1.024	0.00	0.00	
S -K	0.118	0.899	1.422	0.999	1.278	25.94	15.03	
Ni-K	0.000	0.975	1.003	1.000	0.978	0.00	0.00	
							Total=	100.00%

SQ: QUANTIFY

GRAIN 2 G1B

Standardless Analysis

15.0 kV 30.0 Degrees

Refit _FEK' _FEK" _NIK' _NIK"

Refit _ZNK' _S K' _S K" _NIK

Chi-sqd = 7.15

Element	Rel. K-ratio	Net Counts
Cu-K	0.95189 +/- 0.03029	3080 +/- 98
Fe-K	0.01212 +/- 0.00348	77 +/- 22
Zn-K	0.03204 +/- 0.02028	71 +/- 45
S -K	0.00395 +/- 0.00136	101 +/- 35
Ni-K	0.00000 +/- 0.00000	0 +/- 0

ZAF Correction 15.00 kV 30.00 deg

No.of Iterations = 3

Element	K-ratio	Z	A	F	ZAF	Atom%	Wt%	
Cu-K	0.951	1.001	1.001	1.000	1.002	94.75	95.27	
Fe-K	0.012	0.971	1.008	0.850	0.832	1.14	1.01	
Zn-K	0.032	1.000	0.999	1.000	1.000	3.09	3.20	
S -K	0.004	0.881	1.494	0.999	1.314	1.02	0.52	
Ni-K	0.000	0.954	1.002	0.990	0.946	0.00	0.00	
							Total=	100.00%

SG: QUANTIFY

GRAIN 4 G4

Standardless Analysis
15.0 kV 30.0 Degrees

Refit _FEK' _FEK" _ZNK' _ZNK" _NIK' _NIK"
Refit _CUK' _CUK" _ZNK _S K"
Chi-sqd = 5.81

Element	Rel. K-ratio	Net Counts
Cu-K	0.86088 +/- 0.02337	2210 +/- 60
Fe-K	0.00389 +/- 0.00378	20 +/- 19
Zn-K	0.00000 +/- 0.00000	0 +/- 0
S -K	0.12757 +/- 0.00334	2600 +/- 68
Ni-K	0.00765 +/- 0.00559	25 +/- 18

ZAF Correction 15.00 kV 30.00 deg
No.of Iterations = 3

Element	K-ratio	Z	A	F	ZAF	Atom%	Wt%
Cu-K	0.811	1.029	1.002	1.000	1.031	72.59	83.61
Fe-K	0.004	0.997	1.012	0.878	0.886	0.32	0.32
Zn-K	0.000	1.031	1.001	1.000	1.031	0.00	0.00
S -K	0.120	0.900	1.421	0.999	1.278	26.42	15.36
Ni-K	0.007	0.981	1.004	1.000	0.985	0.67	0.71
							Total= 100.00%

SG: QUANTIFY

GRAIN 5 G5C

Standardless Analysis
15.0 kV 30.0 Degrees

Refit _FEK' _FEK" _ZNK' _ZNK" _NIK' _NIK"
Refit _CUK' _CUK" _FEK _ZNK _S K" _NIK"
Chi-sqd = 6.83

Element	Rel. K-ratio	Net Counts
Cu-K	0.90617 +/- 0.02426	2316 +/- 62
Fe-K	0.00000 +/- 0.00000	0 +/- 0
Zn-K	0.00000 +/- 0.00000	0 +/- 0
S -K	0.09383 +/- 0.00296	1903 +/- 60
Ni-K	0.00000 +/- 0.00000	0 +/- 0

ZAF Correction 15.00 kV 30.00 deg
No.of Iterations = 3

Element	K-ratio	Z	A	F	ZAF	Atom%	Wt%
Cu-K	0.865	1.022	1.001	1.000	1.023	79.47	88.47
Fe-K	0.000	0.989	1.011	0.868	0.867	0.00	0.00
Zn-K	0.000	1.021	1.000	1.000	1.021	0.00	0.00
S -K	0.090	0.894	1.441	0.999	1.288	20.53	11.53
Ni-K	0.000	0.973	1.003	1.000	0.975	0.00	0.00
							Total= 100.00%

SQ: QUANTIFY

GRAIN 5 BORDURE G5B

Standardless Analysis

15.0 kV 30.0 Degrees

Refit _FEK' _FEK" _ZNK' _ZNK"

Refit _CUK" _ZNK _S K" _NIK'

Chi-sqd = 6.97

Element	Rel. K-ratio	Net Counts
Cu-K	0.96500 +/- 0.02337	2891 +/- 70
Fe-K	0.00751 +/- 0.00358	44 +/- 21
Zn-K	0.00000 +/- 0.00000	0 +/- 0
S -K	0.01382 +/- 0.00168	329 +/- 40
Ni-K	0.01366 +/- 0.01091	51 +/- 41

ZAF Correction 15.00 kV 30.00 deg

No.of Iterations = 3

Element	K-ratio	Z	A	F	ZAF	Atom%	Wt%	
Cu-K	0.958	1.004	1.001	1.000	1.005	94.43	96.28	
Fe-K	0.007	0.973	1.008	0.849	0.833	0.69	0.62	
Zn-K	0.000	1.003	1.000	1.000	1.003	0.00	0.00	
S -K	0.014	0.883	1.486	0.999	1.310	3.50	1.80	
Ni-K	0.014	0.957	1.002	1.000	0.959	1.38	1.30	
							Total=	100.00%

SQ: QUANTIFY

GRAIN 7 (BORDURE) G7B

Standardless Analysis

15.0 kV 30.0 Degrees

Chi-sqd = 5.32

Element	Rel. K-ratio	Net Counts
Cu-K	0.79257 +/- 0.02882	2365 +/- 86
Fe-K	0.01091 +/- 0.00720	64 +/- 42
Zn-K	0.03684 +/- 0.01906	75 +/- 39
S -K	0.14720 +/- 0.00486	3487 +/- 115
Ni-K	0.01248 +/- 0.00988	47 +/- 37

ZAF Correction 15.00 kV 30.00 deg

No.of Iterations = 3

Element	K-ratio	Z	A	F	ZAF	Atom%	Wt%	
Cu-K	0.741	1.034	1.002	1.000	1.036	65.47	76.83	
Fe-K	0.010	1.001	1.013	0.886	0.898	0.89	0.92	
Zn-K	0.034	1.034	1.001	1.000	1.035	2.96	3.57	
S -K	0.138	0.903	1.411	0.999	1.274	29.63	17.54	
Ni-K	0.012	0.986	1.004	0.990	0.980	1.06	1.14	
							Total=	100.00%

SO: QUANTIFY

GRAIN 7 COEUR G7C

Standardless Analysis

15.0 kV 30.0 Degrees

Refit _ZNK' _ZNK" _S K' _S K" _NIK' _NIK"

Refit _CUK" _FEK' _FEK" _ZNK _NIK

Chi-sqd = 7.39

Element	Rel. K-ratio	Net Counts
Cu-K	0.98502 +/- 0.02323	2926 +/- 69
Fe-K	0.01311 +/- 0.00396	76 +/- 23
Zn-K	0.00000 +/- 0.00000	0 +/- 0
S -K	0.00187 +/- 0.00140	44 +/- 33
Ni-K	0.00000 +/- 0.00000	0 +/- 0

ZAF Correction 15.00 kV 30.00 deg

No.of Iterations = 3

Element	K-ratio	Z	A	F	ZAF	Atom%	Wt%
Cu-K	0.985	1.001	1.001	1.000	1.002	98.28	98.67
Fe-K	0.013	0.970	1.008	0.848	0.830	1.23	1.09
Zn-K	0.000	1.000	0.999	1.000	0.999	0.00	0.00
S -K	0.002	0.880	1.493	0.999	1.313	0.49	0.25
Ni-K	0.000	0.954	1.002	1.000	0.956	0.00	0.00
							Total= 100.00%

SO: QUANTIFY

GRAIN 9 G9

Standardless Analysis

15.0 kV 30.0 Degrees

Refit _FEK' _FEK" _ZNK' _ZNK" _NIK' _NIK"

Refit _CUK' _ZNK _S K' _NIK

Refit _CUK"

Chi-sqd = 7.53

Element	Rel. K-ratio	Net Counts
Cu-K	0.97950 +/- 0.02301	2938 +/- 69
Fe-K	0.01523 +/- 0.00375	89 +/- 22
Zn-K	0.00000 +/- 0.00000	0 +/- 0
S -K	0.00527 +/- 0.00265	125 +/- 63
Ni-K	0.00000 +/- 0.00000	0 +/- 0

ZAF Correction 15.00 kV 30.00 deg

No.of Iterations = 1

Element	K-ratio	Z	A	F	ZAF	Atom%	Wt%
Cu-K	0.978	1.002	1.001	1.000	1.003	97.22	98.05
Fe-K	0.015	0.971	1.008	0.850	0.832	1.43	1.26
Zn-K	0.000	1.001	1.000	1.000	1.000	0.00	0.00
S -K	0.005	0.881	1.490	0.999	1.312	1.36	0.69
Ni-K	0.000	0.955	1.002	1.000	0.957	0.00	0.00
							Total= 100.00%

SQ: QUANTIFY

GRAIN 10 G10

Standardless Analysis
15.0 kV 30.0 Degrees

Refit _ZNK' _ZNK" _NIK' _NIK"
Refit _CUK" _FEK' _FEK" _ZNK _NIK
Chi-sqd = 6.36

Element	Rel. K-ratio	Net Counts
Cu-K	0.81171 +/- 0.02019	2693 +/- 67
Fe-K	0.00516 +/- 0.00324	34 +/- 21
Zn-K	0.00000 +/- 0.00000	0 +/- 0
S -K	0.18313 +/- 0.00494	4823 +/- 130
Ni-K	0.00000 +/- 0.00000	0 +/- 0

ZAF Correction 15.00 kV 30.00 deg
No.of Iterations = 3

Element	K-ratio	Z	A	F	ZAF	Atom%	Wt%	
Cu-K	0.750	1.040	1.003	1.000	1.043	64.62	78.21	
Fe-K	0.005	1.008	1.014	0.892	0.911	0.41	0.43	
Zn-K	0.000	1.043	1.001	1.000	1.044	0.00	0.00	
S -K	0.167	0.907	1.391	0.999	1.262	34.97	21.36	
Ni-K	0.000	0.992	1.005	1.000	0.997	0.00	0.00	
							Total=	100.00%

SQ: QUANTIFY

GRAIN 13 G13

Standardless Analysis
15.0 kV 30.0 Degrees

Refit _ZNK' _ZNK" _NIK' _NIK"
Refit _CUK" _FEK" _ZNK _S K" _NIK
Chi-sqd = 5.44

Element	Rel. K-ratio	Net Counts
Cu-K	0.76036 +/- 0.01996	2438 +/- 64
Fe-K	0.05938 +/- 0.00478	372 +/- 30
Zn-K	0.00000 +/- 0.00000	0 +/- 0
S -K	0.18026 +/- 0.00342	4588 +/- 87
Ni-K	0.00000 +/- 0.00000	0 +/- 0

ZAF Correction 15.00 kV 30.00 deg
No.of Iterations = 2

Element	K-ratio	Z	A	F	ZAF	Atom%	Wt%	
Cu-K	0.706	1.041	1.005	1.000	1.046	60.88	73.88	
Fe-K	0.055	1.006	1.013	0.902	0.920	4.75	5.07	
Zn-K	0.000	1.042	1.003	1.000	1.045	0.00	0.00	
S -K	0.167	0.908	1.385	0.999	1.257	34.37	21.05	
Ni-K	0.000	0.991	1.008	1.000	0.999	0.00	0.00	
							Total=	100.00%

SQ: QUANTIFY

GRAIN 14 G14

Standardless Analysis

15.0 kV 30.0 Degrees

Refit _ZNK' _ZNK" _NIK' _NIK"

Refit _CUK' _CUK" _S K" _NIK

Chi-sqd = 5.39

Element	Rel. K-ratio	Net Counts
Cu-K	0.75370 +/- 0.01964	2494 +/- 65
Fe-K	0.04766 +/- 0.00773	308 +/- 50
Zn-K	0.01145 +/- 0.00881	26 +/- 20
S -K	0.18720 +/- 0.00343	4917 +/- 90
Ni-K	0.00000 +/- 0.00000	0 +/- 0

ZAF Correction 15.00 kV 30.00 deg

No.of Iterations = 1

Element	K-ratio	Z	A	F	ZAF	Atom%	Wt%	
Cu-K	0.698	1.042	1.005	1.000	1.047	59.91	73.04	
Fe-K	0.044	1.007	1.013	0.901	0.919	3.79	4.06	
Zn-K	0.011	1.042	1.002	1.000	1.045	0.88	1.11	
S -K	0.173	0.909	1.385	0.999	1.258	35.42	21.79	
Ni-K	0.000	0.992	1.007	0.997	0.996	0.00	0.00	
							Total=	100.00%

SQ: QUANTIFY

GRAIN 15 COEUR G15C

Standardless Analysis

15.0 kV 30.0 Degrees

Refit _ZNK' _ZNK" _NIK' _NIK"

Refit _FEK" _ZNK _NIK

Chi-sqd = 7.44

Element	Rel. K-ratio	Net Counts
Cu-K	0.98288 +/- 0.03044	3068 +/- 95
Fe-K	0.01143 +/- 0.00360	70 +/- 22
Zn-K	0.00000 +/- 0.00000	0 +/- 0
S -K	0.00568 +/- 0.00258	141 +/- 64
Ni-K	0.00000 +/- 0.00000	0 +/- 0

ZAF Correction 15.00 kV 30.00 deg

No.of Iterations = 3

Element	K-ratio	Z	A	F	ZAF	Atom%	Wt%	
Cu-K	0.981	1.002	1.001	1.000	1.002	97.47	98.31	
Fe-K	0.011	0.971	1.008	0.849	0.831	1.07	0.95	
Zn-K	0.000	1.001	0.999	1.000	1.000	0.00	0.00	
S -K	0.006	0.881	1.491	0.999	1.312	1.46	0.74	
Ni-K	0.000	0.954	1.002	1.000	0.956	0.00	0.00	
							Total=	100.00%

SQ: QUANTIFY

GRAIN ¹⁶ COEUR G16C
Standardless Analysis
15.0 kV 30.0 Degrees

Refit _NIK' _NIK"
Refit _CUK" _FEK" _S K" _NIK
Chi-sqd = 4.48

Element	Rel. K-ratio	Net Counts
Cu-K	0.74808 +/- 0.02176	2029 +/- 59
Fe-K	0.01693 +/- 0.00452	90 +/- 24
Zn-K	0.04191 +/- 0.02151	78 +/- 40
S -K	0.19307 +/- 0.00386	4156 +/- 83
Ni-K	0.00000 +/- 0.00000	0 +/- 0

ZAF Correction 15.00 kV 30.00 deg
No.of Iterations = 3

Element	K-ratio	Z	A	F	ZAF	Atom%	Wt%
Cu-K	0.690	1.042	1.003	1.000	1.046	59.05	72.10
Fe-K	0.016	1.008	1.014	0.896	0.915	1.33	1.43
Zn-K	0.039	1.043	1.001	1.000	1.044	3.21	4.03
S -K	0.178	0.909	1.387	0.999	1.261	36.41	22.43
Ni-K	0.000	0.995	1.006	0.989	0.989	0.00	0.00
Total= 100.00%							

Figure A3 Identification des phases minérales, photo No. 3

SQ: QUANTIFY

GRAIN 17 BORDURE G17B
Standardless Analysis
15.0 kV 30.0 Degrees

Refit _FEK' _FEK" _ZNK' _ZNK" _NIK' _NIK"
Refit _CUK" _ZNK _NIK
Chi-sqd = 5.47

Element	Rel. K-ratio	Net Counts
Cu-K	0.93190 +/- 0.02504	2344 +/- 63
Fe-K	0.00991 +/- 0.00406	49 +/- 20
Zn-K	0.00000 +/- 0.00000	0 +/- 0
S -K	0.05820 +/- 0.00421	1162 +/- 84
Ni-K	0.00000 +/- 0.00000	0 +/- 0

ZAF Correction 15.00 kV 30.00 deg
No.of Iterations = 4

Element	K-ratio	Z	A	F	ZAF	Atom%	Wt%
Cu-K	0.905	1.014	1.001	1.000	1.015	85.60	91.85
Fe-K	0.010	0.981	1.010	0.862	0.854	0.87	0.82
Zn-K	0.000	1.013	1.000	1.000	1.013	0.00	0.00
S -K	0.056	0.889	1.459	0.999	1.297	13.53	7.33
Ni-K	0.000	0.965	1.003	1.000	0.968	0.00	0.00
Total= 100.00%							

SQ: QUANTIFY

GRAIN 19 G19

Standardless Analysis

15.0 kV 30.0 Degrees

Refit _FEK' _FEK" _ZNK' _ZNK" _NIK' _NIK"

Refit _CUK" _ZNK _S K" _NIK

Chi-sqd = 8.22

Element	Rel. K-ratio	Net Counts
Cu-K	0.98576 +/- 0.02237	3129 +/- 71
Fe-K	0.00768 +/- 0.00354	48 +/- 22
Zn-K	0.00000 +/- 0.00000	0 +/- 0
S -K	0.00656 +/- 0.00147	165 +/- 37
Ni-K	0.00000 +/- 0.00000	0 +/- 0

ZAF Correction 15.00 kV 30.00 deg

No.of Iterations = 1

Element	K-ratio	Z	A	F	ZAF	Atom%	Wt%
Cu-K	0.983	1.002	1.000	1.000	1.002	97.60	98.51
Fe-K	0.008	0.971	1.008	0.848	0.830	0.72	0.64
Zn-K	0.000	1.001	0.999	1.000	1.000	0.00	0.00
S -K	0.007	0.881	1.490	0.999	1.312	1.68	0.86
Ni-K	0.000	0.955	1.002	1.000	0.956	0.00	0.00
Total=							100.00%

SQ: QUANTIFY

GRAIN 20 COEUR G20C

Standardless Analysis

15.0 kV 30.0 Degrees

Refit _FEK' _FEK" _ZNK' _ZNK" _NIK' _NIK"

Refit _ZNK _NIK

Chi-sqd = 7.94

Element	Rel. K-ratio	Net Counts
Cu-K	0.98866 +/- 0.03053	3141 +/- 97
Fe-K	0.00730 +/- 0.00354	45 +/- 22
Zn-K	0.00000 +/- 0.00000	0 +/- 0
S -K	0.00403 +/- 0.00242	102 +/- 61
Ni-K	0.00000 +/- 0.00000	0 +/- 0

ZAF Correction 15.00 kV 30.00 deg

No.of Iterations = 1

Element	K-ratio	Z	A	F	ZAF	Atom%	Wt%
---------	---------	---	---	---	-----	-------	-----

SG: QUANTIFY

GRAIN 20 COEUR G20C
Standardless Analysis
15.0 kV 30.0 Degrees

Refit _FEK' _FEK" _ZNK' _ZNK" _NIK' _NIK"
Refit _ZNK _NIK
Chi-sqd = 7.94

Element	Rel. K-ratio	Net Counts
Cu-K	0.98866 +/- 0.03053	3141 +/- 97
Fe-K	0.00730 +/- 0.00354	45 +/- 22
Zn-K	0.00000 +/- 0.00000	0 +/- 0
S -K	0.00403 +/- 0.00242	102 +/- 61
Ni-K	0.00000 +/- 0.00000	0 +/- 0

ZAF Correction 15.00 kV 30.00 deg
No.of Iterations = 1

Element	K-ratio	Z	A	F	ZAF	Atom%	Wt%	
Cu-K	0.987	1.001	1.000	1.000	1.002	98.28	98.87	
Fe-K	0.007	0.971	1.008	0.847	0.828	0.68	0.60	
Zn-K	0.000	1.000	0.999	1.000	1.000	0.00	0.00	
S -K	0.004	0.880	1.492	0.999	1.313	1.04	0.53	
Ni-K	0.000	0.954	1.002	1.000	0.956	0.00	0.00	
							Total=	100.00%

Figure A4 Identification des phases minérales, photo No. 4 (Annexe A)

SG: QUANTIFY

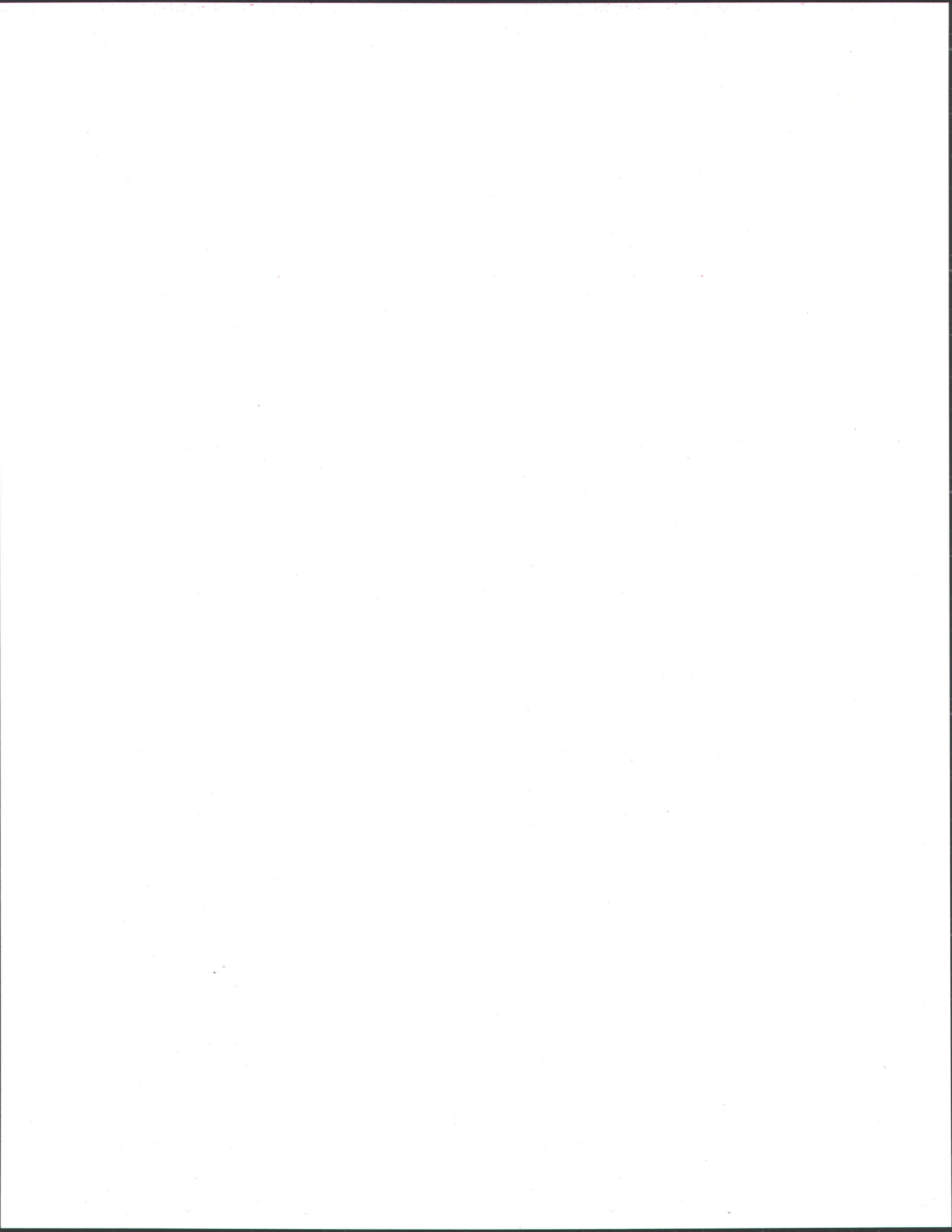
GRAIN 20 BORDURE G20B
Standardless Analysis
15.0 kV 30.0 Degrees

Refit _FEK' _FEK" _ZNK' _ZNK" _NIK' _NIK"
Refit _CUK' _ZNK _S K" _NIK
Chi-sqd = 6.46

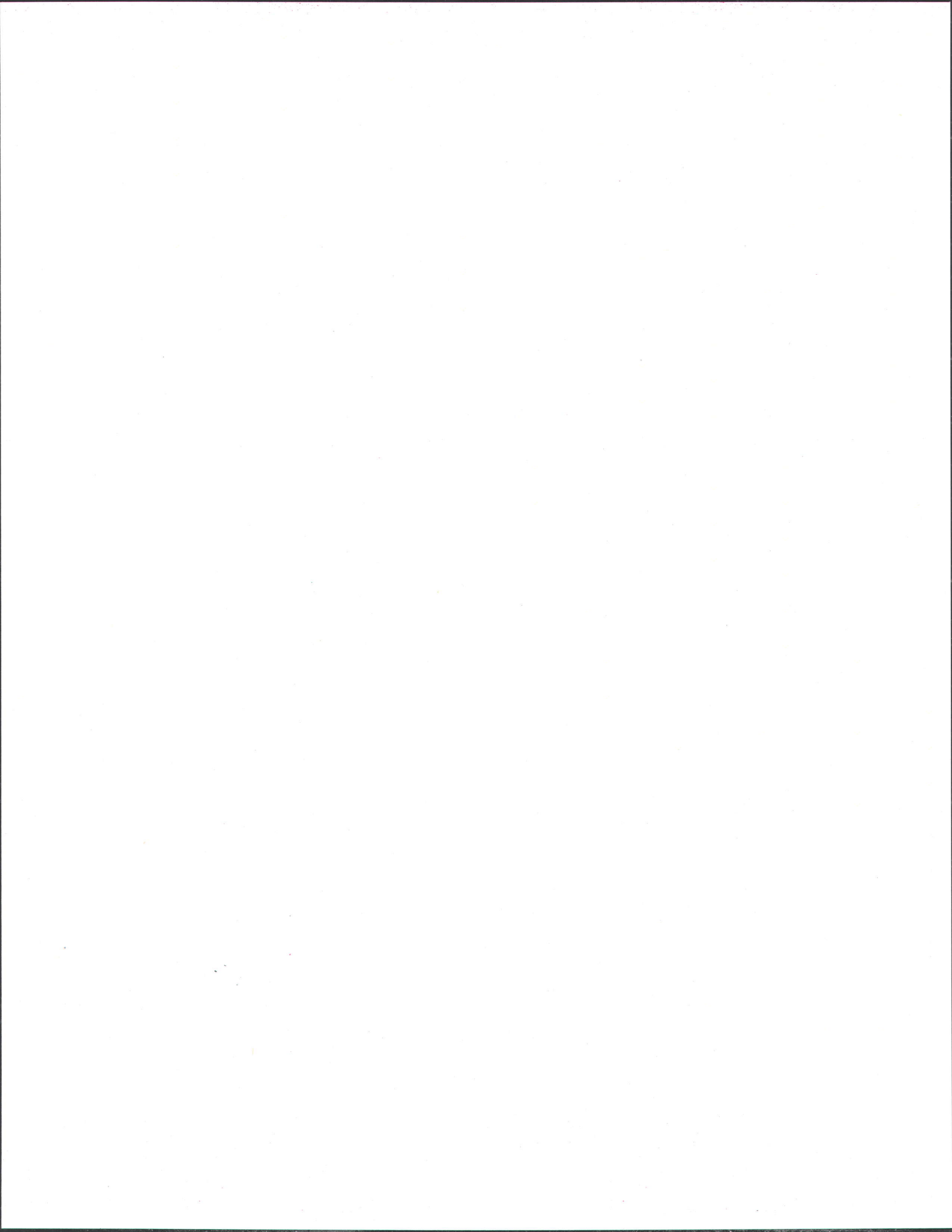
Element	Rel. K-ratio	Net Counts
Cu-K	0.89869 +/- 0.03090	2588 +/- 89
Fe-K	0.01033 +/- 0.00391	58 +/- 22
Zn-K	0.00000 +/- 0.00000	0 +/- 0
S -K	0.09098 +/- 0.00276	2080 +/- 63
Ni-K	0.00000 +/- 0.00000	0 +/- 0

ZAF Correction 15.00 kV 30.00 deg
No.of Iterations = 3

Element	K-ratio	Z	A	F	ZAF	Atom%	Wt%	
Cu-K	0.860	1.021	1.002	1.000	1.023	79.14	87.93	
Fe-K	0.010	0.989	1.011	0.872	0.871	0.88	0.86	
Zn-K	0.000	1.022	1.000	1.000	1.022	0.00	0.00	
S -K	0.087	0.894	1.440	0.999	1.287	19.98	11.20	
Ni-K	0.000	0.973	1.003	1.000	0.977	0.00	0.00	
							Total=	100.00%



ANNEXE B



$L_4(2^2)$

	1	2
1	1	1
2	1	2
3	2	1
4	2	2

 $L_4(2^2)$

	1	2	3
1	1	1	1
2	1	2	2
3	2	1	2
4	2	2	1

 $L_4(2^4)$

	1	2	3	4
1	1	1	1	1
2	1	1	1	2
3	1	2	2	1
4	1	2	2	2
5	2	1	2	1
6	2	1	2	2
7	2	2	1	1
8	2	2	1	2

 $L_4(2^5)$

	1	2	3	4	5
1	1	1	1	1	1
2	1	1	1	2	2
3	1	2	2	1	1
4	1	2	2	2	2
5	2	1	2	1	2
6	2	1	2	2	1
7	2	2	1	1	2
8	2	2	1	2	1

 $L_4(2^6)$

	1	2	3	4	5	6
1	1	1	1	1	1	1
2	1	1	1	2	2	2
3	1	2	2	1	1	2
4	1	2	2	2	2	1
5	2	1	2	1	2	1
6	2	1	2	2	1	2
7	2	2	1	1	2	2
8	2	2	1	2	1	1

 $L_4(3^2)$

	1	2
1	1	1
2	1	2
3	1	3
4	2	1
5	2	2
6	2	3
7	3	1
8	3	2
9	3	3

 $L_4(3^3)$

	1	2	3
1	1	1	1
2	1	2	2
3	1	3	3
4	2	1	2
5	2	2	3
6	2	3	1
7	3	1	3
8	3	2	1
9	3	3	2

 $L_4(3^4)$

	1	2	3	4
1	1	1	1	1
2	1	2	2	2
3	1	3	3	3
4	2	1	2	3
5	2	2	3	1
6	2	3	1	2
7	3	1	3	2
8	3	2	1	3
9	3	3	2	1

 $L_{16}(3^5)$

	1	2	3	4	5
1	1	1	1	1	1
2	1	2	2	2	2
3	1	3	3	3	3
4	1	2	2	2	1
5	2	1	2	3	1
6	2	2	1	2	3
7	2	3	2	1	2
8	2	2	3	2	1
9	3	1	3	2	2
10	3	2	2	3	1
11	3	3	1	2	1
12	3	2	2	1	3
13	1	1	2	2	3
14	1	2	3	1	1
15	1	3	2	2	1
16	1	2	1	3	2

 $L_{16}(4^4)$

	1	2	3	4	5
1	1	1	1	1	1
2	1	2	2	2	2
3	1	3	3	3	3
4	1	4	4	4	4
5	2	1	2	3	4
6	2	2	1	4	3
7	2	3	4	1	2
8	2	4	3	2	1
9	3	1	3	4	2
10	3	2	4	3	1
11	3	3	1	2	4
12	3	4	2	1	3
13	4	1	4	2	3
14	4	2	3	1	4
15	4	3	2	4	1
16	4	4	1	3	2

$L_{ref}(4^3)$

	1	2	3	4
1	1	1	1	1
2	4	4	2	2
3	2	2	3	3
4	3	3	4	4
5	3	2	1	2
6	2	3	2	1
7	4	1	3	4
8	1	4	4	3
9	4	3	1	3
10	1	2	2	4
11	3	4	3	1
12	2	1	4	2
13	2	4	1	4
14	3	1	2	3
15	1	3	3	2
16	4	2	4	1

$L_{ref}(4^3)$

	1	2	3
1	1	1	1
2	4	2	2
3	2	3	3
4	3	4	4
5	2	1	2
6	3	2	1
7	1	3	4
8	4	4	3
9	3	1	3
10	2	2	4
11	4	3	1
12	1	4	2
13	4	1	4
14	1	2	3
15	3	3	2
16	2	4	1

$L_{ref}(4^3)$

	1	2
1	1	1
2	2	2
3	3	3
4	4	4
5	1	2
6	2	1
7	3	4
8	4	3
9	1	3
10	2	4
11	3	1
12	4	2
13	1	4
14	2	3
15	3	2
16	4	1

$L_{ref}(5^3)$

	1	2
1	1	1
2	1	2
3	1	3
4	1	4
5	1	5
6	2	1
7	2	2
8	2	3
9	2	4
10	2	5
11	3	1
12	3	2
13	3	3
14	3	4
15	3	5
16	4	1
17	4	2
18	4	3
19	4	4
20	4	5
21	5	1
22	5	2
23	5	3
24	5	4
25	5	5

$L_{ref}(5^3)$

	1	2	3
1	1	1	1
2	1	2	2
3	1	3	3
4	1	4	4
5	1	5	5
6	2	1	2
7	2	2	3
8	2	3	4
9	2	4	5
10	2	5	1
11	3	1	3
12	3	2	4
13	3	3	5
14	3	4	1
15	3	5	2
16	4	1	4
17	4	2	5
18	4	3	1
19	4	4	2
20	4	5	3
21	5	1	5
22	5	2	1
23	5	3	2
24	5	4	3
25	5	5	4

$L_{ref}(5^3)$

	1	2	3	4
1	1	1	1	1
2	1	2	2	2
3	1	3	3	3
4	1	4	4	4
5	1	5	5	5
6	2	1	2	3
7	2	2	3	4
8	2	3	4	5
9	2	4	5	1
10	2	5	1	2
11	3	1	3	5
12	3	2	4	1
13	3	3	5	2
14	3	4	1	3
15	3	5	2	4
16	4	1	4	2
17	4	2	5	3
18	4	3	1	4
19	4	4	2	5
20	4	5	3	1
21	5	1	5	4
22	5	2	1	5
23	5	3	2	1
24	5	4	3	2
25	5	5	4	3

$L_{ref}(5^3)$

	1	2	3	4	5
1	1	1	1	1	1
2	1	2	2	2	2
3	1	3	3	3	3
4	1	4	4	4	4
5	1	5	5	5	5
6	2	1	2	3	4
7	2	2	3	4	5
8	2	3	4	5	1
9	2	4	5	1	2
10	2	5	1	2	3
11	3	1	3	5	2
12	3	2	4	1	3
13	3	3	5	2	4
14	3	4	1	3	5
15	3	5	2	4	1
16	4	1	4	2	5
17	4	2	5	3	1
18	4	3	1	4	2
19	4	4	2	5	3
20	4	5	3	1	4
21	5	1	5	4	3
22	5	2	1	5	4
23	5	3	2	1	5
24	5	4	3	2	1
25	5	5	4	3	2

ANNEXE C

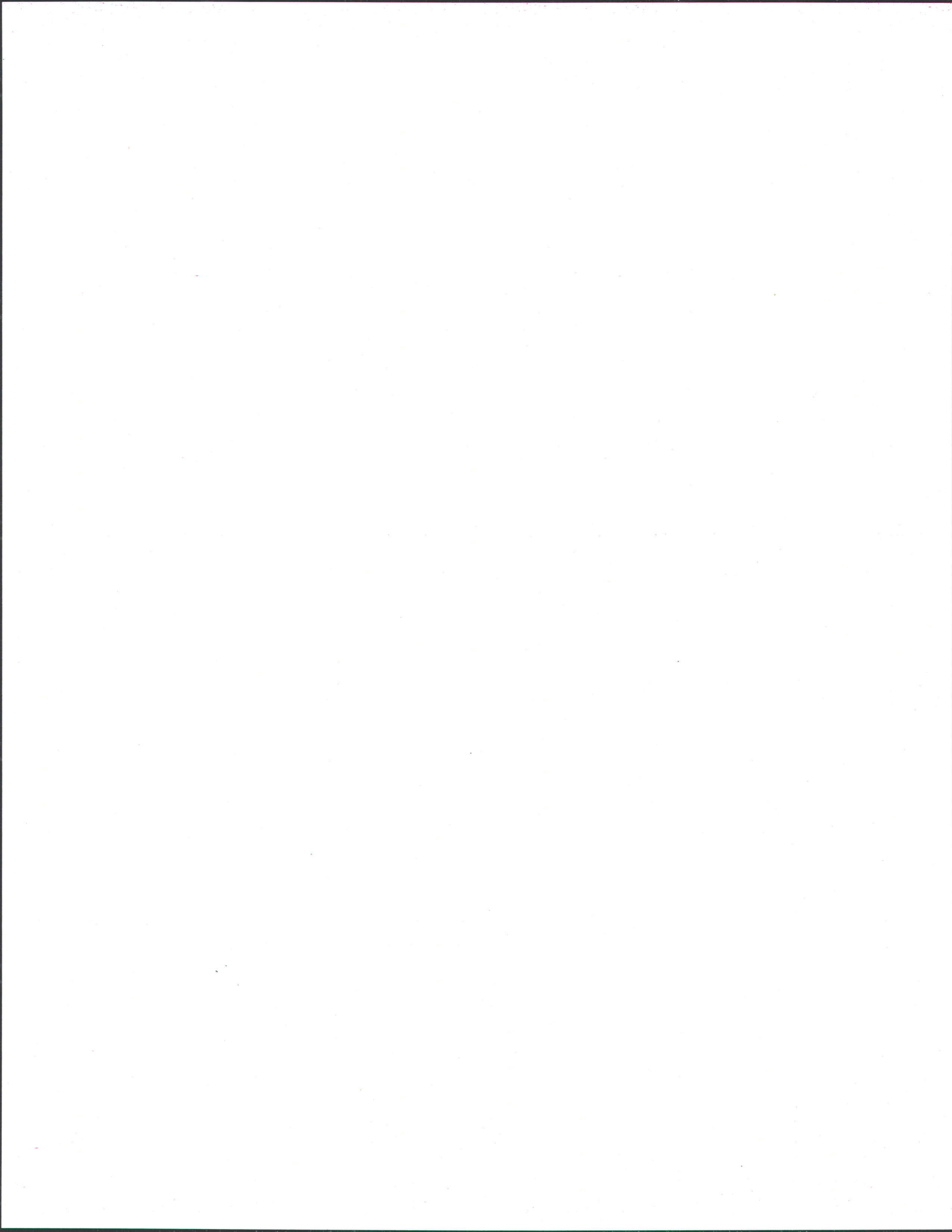


Tableau A5. Résultats expérimentaux obtenus dans la cellule d'agitation mécanique

Exp.	Poids du concentré	Poids de l'alimentation	Poids du rejet	% de solides de l'alimentation qui se sont rendu au concentré
	g	g	g	%
E-1	0,92	425,89	356,5	0,2
E-2	0,57	427,8	379,92	0,1
T-1	0,081	51,69	50,25	0,2
T-2	0,12	102,27	101,53	0,1
T-3	0,64	429,65	417,86	0,1
T-4	0,45	213,15	201,27	0,2
T-5	0,27	164,09	163,1	0,2
T-6	0,07	41,42	40,65	0,2
T-7	1,3	206,68	204,89	0,6
T-8	2,56	287	279,54	0,9
T-9	0,086	52,54	52,4	0,2
T-10	0,17	103,8	103,6	0,2
T-11	0,31	81,82	78,66	0,4
T-12	18,44	163,46	144,35	11,3
M-1	11,96	186,49	173	6,4
M-2	73,41	292,71	219,1	25,1
M-3	41,07	453,29	406	9,1
M-4	62,75	297,64	233,37	21,1
M-5	142,12	453,29	305,39	31,4
M-6	43,71	186,49	142,5	23,4
M-7	140,12	463,79	323,4	30,2
M-8	34,48	190,79	155,79	18,1
M-9	76,02	304,53	227,82	25,0
O-1	31,59	193	161,4	16,4
O-2	21,14	182	166,1	11,6
D-1	9,03	91,49	81,99	9,9
D-2	78	289,2	211	27,0
D-3	123	646	514,85	19,0
D-4	98,31	646	553,45	15,2
D-5	77,22	646	578,5	12,0
E-1	15,4	570	553,39	2,7
E-2	50,9	570	510,54	8,9
E-3	73	570	488,39	12,8
E-4	87,7	570	470,49	15,4
E-5	87,22	646,5	554,67	13,5
E-6	63,67	646,5	577,09	9,8
E-7	97,34	646,5	548,1	15,1
E-8	81,3	646,5	551,23	12,6
E-9	116	725	599,5	16,0
E-10	100,16	725	624,22	13,8
E-11	78,6	725	648,44	10,8
E-12	126,8	725	594,82	17,5
E-13	173	846	675,5	20,4

E-14	182	846	666	21,5
E-15	118,4	846	724,12	14,0
E-16	102,4	846	738,05	12,1
OP-1	185,3	646,5	457,75	28,7
OP-2	157,05	646,5	465,7	24,3
OP-3	134,25	646,5	475,82	20,8
OP-4	146,65	646,5	480,43	22,7
V-1	142,31	646,5	483,91	22,0
V-2	134,25	646,5	475,82	20,8
V-3	137,4	646,5	489,5	21,3
V-4	110	646,5	521,2	17,0
V-5	137,18	646,5	479,3	21,2
V-6	146,65	646,5	480,43	22,7

Tableau A6. Résultats expérimentaux obtenus dans la colonne de flottation agitée

Exp.	Poids du concentré g	Poids de l'alimentation g	Poids du rejet g	% de solides de l'alimentation qui se sont rendu au concentré %
CF-4	19,3	859,6	840,3	2,2
CF-5	12,1	603	591	2
CF-6	67,7	871	803	7,8
CF-7	105	1214	1109	8,7
CF-8	66,3	544,3	478	12,2
CF-9	102	890	788,5	11,5
CF-10	150	900,2	750,2	16,7
CF-11	315,0	1967,0	1652,0	16,02
CF-12	275,1	1501,6	1226,5	18,32
CF-13	468,1	2179,1	1711,0	21,48
CF-14	349,5	2432,5	2083,0	14,37
CF-15	436,1	2406,9	1970,8	18,12
CF-16	318,4	2626,4	2308,0	12,12
CF-17	662,5	3573,1	2910,6	18,54
CF-18	616,9	3059,2	2442,3	20,17
CF-19	444,9	2941,1	2496,2	15,13
CF-20	341	1721,8	1380,8	19,8
CF-21	582,2	2185,6	1603,4	26,6
CF-22	645	2225,3	1580,3	29,0
CF-23	614	2045,3	1431,3	30,0
CF-24	852,6	2320,4	1467,8	36,7

Un rapport du bilan de cuivre est indiqué en utilisant l'expression suivante :

$$BTCu = ((Mc*TCuC+ Mr*TCuR)/ (Ma*TCuA))*100$$

où :

BTCu = bilan de la teneur en cuivre (%)

Mc, Mr, Ma = masse du concentré, du rejet et de l'alimentation, respectivement en grammes

TCuC, TCuR, TCuA = concentration du cuivre dans le concentré, dans le rejet et dans l'alimentation, respectivement en ppm

Un rapport du bilan de masse est indiqué en utilisant l'expression suivante :

$$B.M. = (Mc + Mr/Ma)*100$$

où :

B.M. = bilan de masse (%)

Mc, Mr et Ma = masse du concentré, du rejet et de l'alimentation, respectivement en grammes

Les tableaux A7, A8 et A9 nous indiquent les résultats du bilan de masse et bilan de cuivre pour les matrices orthogonales $L_9(3^3)$, $L_{16}(4^5)$ et $L_9(3^4)$.

Tableau A7. Bilan de masse et bilan de cuivre pour la matrice orthogonale $L_9(3^3)$

Exp.	Bilan de	Bilan de
	masse	cuivre
	%	%
M-1	99,2	98,1
M-2	99,9	109,0
M-3	98,6	102,3
M-4	99,5	99,3
M-5	98,7	92,1
M-6	99,8	100,2
M-7	99,9	114,5
M-8	99,7	114,3
M-9	99,8	110,6

Tableau A8. Bilan de masse et bilan de cuivre pour la matrice orthogonale $L_{16}(4^5)$

Exp.	Bilan de	Bilan de
	masse	cuivre
	%	%
E-1	99,8	103,4
E-2	98,5	100,2
E-3	98,5	96,2
E-4	97,9	97,0
E-5	99,3	97,4
E-6	92,1	56,0
E-7	99,8	102,5
E-8	97,8	98,6
E-9	98,7	96,9
E-10	99,9	100,8
E-11	100,3	98,1
E-12	99,5	94,4
E-13	100,3	96,8
E-14	100,2	102,3
E-15	99,6	96,1
E-16	99,3	93,1

Tableau A9. Bilan de masse et bilan de cuivre pour la matrice orthogonale $L_9(3^4)$

Exp.	Bilan de	Bilan de
	masse*	cuivre
	%	%
CF-11	100,0	92,7
CF-12	100,0	97,8
CF-13	100,0	99,3
CF-14	100,0	87,0
CF-15	100,0	88,3
CF-16	100,0	96,0
CF-17	100,0	66,9
CF-18	100,0	65,3
CF-19	100,0	78,7

* Pour toutes les expériences effectuées avec la colonne de flottation, le poids de l'alimentation (P_A) a été obtenu comme l'addition du poids du concentré et du rejet.