

## TP 04 : LIGNES DIRECTRICES POUR L'EVALUATION (CHOIX) EN LABORATOIRE DES REACTIFS DE FLOTTATION

Les tests de flottation en laboratoire sont un processus coûteux et long. La nécessité de produire des résultats de qualité et, surtout, précises conclusions concises des ressources investies est vitale important. Par conséquent, pour produire des données significatives et utiles en laboratoire, une enquête systématique utilisant de bonnes techniques expérimentales et des procédures de test de laboratoire cohérentes doit être suivie.

Les informations présentées ici ne sont pas censées être exhaustives et ne doit être utilisé qu'à titre indicatif. Expérience et jeu d'intuition un rôle important dans l'évaluation d'un processus de flottation.

Les procédures suivantes sont abordées dans cette section:

### Échantillonnage:

Les échantillons doivent être représentatifs du type d'alimentation / de minerai prévu.

- Analyse microscopique : pour déterminer les associations minéralogiques et degré de libération.
- Préparation du minerai - sous-échantillonnage représentatif et manipulation du minerai pour l'évaluation de la flottation.
- Broyage : pour obtenir la libération souhaitée de minéraux de valeur.
- Conception du test : pour incorporer des objectifs clairs et mesurables. Approche statistique vs approche traditionnelle.
- Flottation : criblage des réactifs et autres variables pour une meilleure performance métallurgique.
- Manipulation des produits de flottation - sous-échantillonnage : pour fournir des échantillons pour les dosages.
- Dosage : pour générer des bilans de masse pour évaluer les performances de flottation.
- Analyse des données / interprétation des résultats : pour déterminer si les objectifs ont été remplis et fournissent des directives pour des tests supplémentaires.

### A. Échantillonnage :

Lorsque des échantillons de minerai sont prélevés directement de la mine ou d'un stock, il ne faut pas oublier qu'il n'y a pas deux corps minéralisés identiques, et que les variations à l'intérieur d'un gisement sont également courantes, proche une consultation entre les services de minage, d'extraction et de géologie est indispensable pour garantir que l'échantillon est aussi représentatif que possible. La reproductibilité des tests de flottation est primordiale pour l'évaluation des réactifs de flottation. En règle générale, l'échantillon doit être suffisamment

grand de sorte qu'une enquête entière puisse être effectuée sur un échantillon sans avoir à ré-échantillonner le dépôt. Dans le cas des usines en fonctionnement, des échantillons peuvent être prélevés sur la bande transporteuse alimentant le minerai grossier jusqu'à la section de broyage (par exemple, l'alimentation du broyeur à barres).

Les échantillons doivent être prélevés sur une période de temps suffisante pour que le minerai soit représentatif de l'alimentation actuelle de l'usine.

Lors du prélèvement d'échantillons de pulpe, il est conseillé de vérifier que l'usine fonctionne dans des conditions normales. Il est recommandé de prélever quotidiennement des échantillons de pâte fraîche, car le minerai broyé est soumis à des effets de vieillissement. Les objectifs du travail de test dicteront l'échantillonnage point et s'il faut désactiver les ajouts de réactifs avant l'échantillonnage.

### **b. Microscopie :**

L'examen microscopique des échantillons d'aliments, souvent négligé, est essentiel dans la conception du programme de test et la sélection des réactifs. Les échantillons d'aliments doivent être examinés par un microscopiste / minéralogiste qualifié, en utilisant les techniques appropriées, pour identifier le type et le mode d'occurrence des minéraux et leur degré de libération les uns par rapport aux autres.

### **C. Préparation du minerai :**

Minerai sec L'échantillon de minerai séché doit être transporté au laboratoire d'essai le plus rapidement possible et de préférence dans un état grossier ( $\geq 1-2$  cm) pour maintenir l'oxydation au minimum. L'échantillon est ensuite typiquement xx broyé à moins 1-2 mm puis divisé manuellement à l'aide d'un fusil ou d'un grand de sorte qu'une enquête entière pourrait être effectuée sur un échantillon sans avoir à ré-échantillonner le dépôt.

Dans le cas des usines en fonctionnement, des échantillons peuvent être prélevés sur la bande transporteuse alimentant le minerai grossier jusqu'à la section de broyage (par exemple, l'alimentation du broyeur à barres).

Les échantillons doivent être prélevés sur une période de temps suffisante pour que le minerai soit représentatif de l'alimentation actuelle de l'usine. Lors du prélèvement d'échantillons de pâte, il est conseillé de vérifier que l'usine fonctionne dans des conditions normales.

Il est recommandé de prélever quotidiennement des échantillons de pâte fraîche, car le minerai broyé est soumis à des effets de vieillissement. Les objectifs du travail de test dicteront l'échantillonnage point et s'il faut désactiver les ajouts de réactifs avant l'échantillonnage.

### D. Broyage :

Les tests de broyage en laboratoire sont effectués principalement pour établir la distribution granulométrique des solides, qui est dictée par les objectifs du travail de test.

Maillage de libération. Ceci est estimé en examinant diverses fractions de taille d'écran du minerai broyé (généralement les fractions les plus grossières) en utilisant la microscopie à lumière réfléchie.

Cela fournit des informations sur les modes d'occurrence et le degré de libération des minéraux souhaités, c'est-à-dire les associations de minéraux sulfurés-gangue. Lorsque l'installation ou l'expertise microscopique n'est pas disponible, la taille de libération optimale peut être estimée à partir d'une granulométrie par rapport à courbe de récupération de flottation. Relation granulométrie versus temps de broyage.

En traçant graphiquement le pourcentage de poids cumulé passant (ou conservé) sur une taille d'écran en fonction du temps de broyage du journal, une ligne relativement droite se traduira entre environ 15% et 85% cumulatif. poids pour cette taille d'écran. Il est alors simple de modifier les temps de broyage au cours du programme de test afin de changer la granulométrie d'alimentation de flottation.

L'expérience de Cytec favorise l'utilisation d'un broyeur à barres pour le broyage par lots en laboratoire afin de minimiser le surdimensionnement et l'amincissement des déchets.

La densité de pâte pour le broyage se situe généralement dans la plage de 60% à 70% de solides, selon la viscosité de la pâte du minerai et la gravité spécifique des solides secs.

La pulpe broyée doit être tamisée par voie humide sur un tamis de 200 mesh (74  $\mu\text{m}$ ) ou 325 mesh (44  $\mu\text{m}$ ) et le matériau surdimensionné et sous-dimensionné (slimes) filtré et séché séparément.

Le surdimensionné est ensuite tamisé à sec sur une série de tamis généralement de 500  $\mu\text{m}$  à 74  $\mu\text{m}$  ou 44  $\mu\text{m}$  (selon la taille d'origine utilisée pour le tamisage humide).

Tout matériau passant à travers le tamis le plus fin doit être ajouté à la sous-dimension de l'opération de tamisage humide.

Les poids des différentes fractions de tamisage sont ensuite utilisés pour déterminer la distribution granulométrique du minerai broyé. Les tamis en acier inoxydable sont recommandés pour la plupart des tamis de routine.

## E. Conception du test

Avant d'entreprendre un vaste programme de dépistage des réactifs, les objectifs d'un tel programme doivent être clairement définis. Les variables (c'est-à-dire le type de collecteur, le dosage du collecteur, le type de mousser, le pH, etc.) à étudier doivent être bien pensées ainsi que les niveaux de traitement à utiliser afin d'observer la réponse souhaitée et de déterminer l'importance relative de ces variables.

Une étude approfondie de toutes les variables impliquées dans un processus n'est pas pratique. Les variables sélectionnées pour l'étude dépendront de la réponse sous enquête ainsi que des commentaires au fur et à mesure que l'enquête progresse.

Les variables non étudiées doivent être aussi constantes que possible. Dans certains cas, l'approche traditionnelle consistant à modifier une variable à la fois est adéquate, mais dans la plupart des cas, une conception expérimentale basée sur des principes statistiques est recommandée. Cela permet au chercheur d'étudier simultanément les effets de plusieurs variables.

Des expériences soigneusement planifiées et conduites de cette manière fourniront plus d'informations que l'approche traditionnelle et avec un plus petit nombre de tests.

Il existe de nombreuses références aux plans expérimentaux statistiques dans la littérature. Les représentants de **Cytec** sur le terrain ont reçu une formation appropriée pour développer des modèles expérimentaux et peuvent aider le client à cet égard.

## F. Essais de flottation

Lors de la conception d'un programme de test de flottation, l'expérience joue un rôle important en minimisant le nombre de variables et la plage sur laquelle ces variables doivent être testées. La connaissance de la façon dont d'autres usines traitent des minerais similaires est un outil précieux pour le métallurgiste.

### 1. Broyage-granulométrie

La plage de broyage à évaluer sera largement influencée par l'examen microscopique de diverses fractions de criblage, mentionné précédemment. En raison des coûts d'exploitation associés au broyage, une pratique courante dans les usines consiste à broyer le plus grossièrement possible sans sacrifier la récupération brutale; le concentré plus rugueux nécessite ensuite un nouveau broyage pour une libération adéquate des minéraux avant une flottation plus propre.

L'évaluation du réaffûtage doit être effectuée en utilisant les informations présentées dans la **section D**. La sélection des combinaisons de collecteurs peut permettre l'utilisation d'une mouture plus précise sans perte de récupération brutale.

Dans le cas de minerais complexes où la récupération de deux ou plusieurs valeurs minérales dans des concentrés séparés est souhaitée, le broyage primaire grossier peut ne pas être pratique.

En raison du résultat un circuit de réaffûtage et de nettoyage complexes, avec des charges circulantes importantes et parfois instables, le contrôle des circuits à l'échelle de l'usine peut ne pas être gérable.

Dans de tels cas, il peut être préférable de broyer plus fin pour une libération adéquate des minéraux avant le plus rugueux étage, simplifiant ainsi la conception et le contrôle des circuits, nous recommandons de broyer le moulin avec de la silice quartzeuse (200-500 g) avant chaque test quotidien pour éliminer la rouille et réactifs résiduels.

## 2. Temps de conditionnement et points d'addition des réactifs

Le temps de conditionnement et les points d'addition des réactifs ont généralement une grande influence sur la métallurgie, en particulier dans les conditions de fonctionnement de l'usine.

Pour les usines actuellement en service, les temps d'addition et de conditionnement des réactifs doivent être respecté pour le test standard ou de contrôle, mais le changement du point d'addition des réactifs pourrait produire une meilleure métallurgie et devrait faire partie de tout programme de test. L'effet de l'addition de l'étage du collecteur et l'utilisation de différents collecteurs à différents points du circuit proposé devront également être évalués. Les collecteurs huileux sont généralement, mais pas toujours, ajoutés dans le circuit de broyage, et les collecteurs hydrosolubles peuvent généralement être ajoutés à la pulpe après broyage.

Les points d'addition des moussants, des activant et des déprimants peuvent varier considérablement, selon les associations minérales, la qualité de l'eau et les types de collecteurs évalués. Les points d'addition optimaux pour ces réactifs deviennent généralement plus apparents après avoir effectué certains tests et évalué les résultats métallurgiques.

## 3. pH-alcalinité :

La pratique habituelle est de flotter à pH naturel ou dans un circuit alcalin ajusté à la chaux ou au lait de chaux. Dans certains cas, l'utilisation de carbonate de sodium, d'hydroxyde de sodium ou d'ammoniac peut avoir un avantage.

Des circuits acides sont utilisés si les avantages métallurgiques l'emportent sur les coûts d'équipement et d'exploitation plus élevés.

Il est préférable de régler le pH dans le broyeur avec des ajustements mineurs dans la cellule de flottation. La quantité de modificateur de pH à ajouter est généralement basée sur des essais et des erreurs et, une fois établie, elle doit rester constante pour tous les tests, sauf s'il s'agit d'une variable à l'étude. La récupération en fonction du pH de certains minéraux est documentée dans la littérature. Les plages de fonctionnement typiques du pH pour divers types de minerai sont examinées sous des rubriques distinctes pour ces minerais.

#### 4. Qualité de l'eau :

La qualité de l'eau d'une plante à l'autre peut varier considérablement. Par exemple, en Papouasie-Nouvelle-Guinée, les pluies tropicales produisent de l'eau à faible teneur en sels dissous, TDS ~ 100-500 ppm, tandis que dans les régions arides de l'Australie, on utilise de l'eau avec une teneur en sels dissous > 300 000 TDS. La qualité de l'eau peut avoir un effet important sur la métallurgie.

Les sels solubles peuvent provoquer une activation ou une dépression indésirable de divers minéraux, affecter de manière significative la structure de la mousse et la consommation de la mousse, ainsi que la consommation d'autres réactifs. Les sels de magnésium, de fer et de cuivre sont particulièrement gênants. Il est donc préférable de mener des études de flottation en utilisant l'eau du circuit de flottation de l'usine pour simuler de plus près les conditions réelles de l'usine.

Dans les cas où cela n'est pas pratique, de l'eau de processus simulée peut également être préparée après avoir analysé l'eau de l'alimentation et ajouté la bonne quantité de minéraux ou de sels.

Des tests de dépistage de flottation en laboratoire de routine peuvent être effectués en utilisant de l'eau du robinet locale, mais les résultats doivent être confirmés sur place en utilisant de la pâte fraîche et de l'eau de procédé d'usine.

#### 5. Densité de pâte

La densité de la pâte, affectant la viscosité de la pâte, est un facteur important influençant les résultats de flottation. Les viscosités élevées de la pâte inhibent la dispersion dans l'air et la bonne formation de bulles, affectant ainsi négativement les récupérations. Différents mécanismes de flottation sont soumis à cet effet à des degrés divers. Il est courant dans les tests de laboratoire d'effectuer une flottation plus grossière sur des pâtes de 25% à 40% de solides. Une flottation plus propre est normalement effectuée à des densités de pulpe plus faibles par rapport à une flottation plus rugueuse. La densité de pâte plus faible a tendance à produire des grades de concentré plus élevés en favorisant un meilleur drainage de la mousse.

1. Des densités de pâte plus élevées sont généralement acceptables avec l'augmentation de la gravité spécifique des solides du minerai. Lorsque les résultats des expériences de flottation

influeront sur la conception de l'usine, la limite supérieure de densité de pâte qui n'affecte pas négativement la récupération plus brutale devrait être déterminée.

## 6. Potentiel pulpaire

Le potentiel de pâte peut jouer un rôle clé dans la flottation des sulfures. Pour une valeur de pH donnée, la plage potentielle de flottation optimale d'un minéral spécifique peut être déterminée. De telles plages de potentiel ont été publiées pour les systèmes xanthate et non xanthate.

Les potentiels de pâte peuvent être modifiés électro-chimiquement ou chimiquement, ce dernier étant plus pratique, en particulier pour les minéraux sulfurés.

Le sulfure de sodium ( $\text{Na}_2\text{S}$ ), l'hydrosulfure de sodium ( $\text{NaHS}$ ), le dioxyde de soufre ( $\text{SO}_2$ ), l'azote et l'air sont couramment utilisés à cette fin.

L'utilisation de l'addition d'ions sulfure nécessite un contrôle minutieux qui est essentiel au succès de la flottation ou dépression contrôlée potentielle.

Des mesures de potentiel peuvent être prises avec une électrode à ion sulfure (SIE) ou une électrode  $\text{Ag}_2\text{S}$  (vs.  $\text{Ag} / \text{AgCl}$ ) lors de l'utilisation d'ions sulfure pour ajuster le potentiel de la pulpe.

Une électrode Pt ou une électrode Au est recommandée pour les mesures de potentiel dans tous les autres systèmes.

## 7. Température de la pulpe

Typiquement, la température de flottation n'est pas étudiée dans les séparations de sulfure de métal de base mais ne doit jamais être maintenue aussi constante que possible. Cependant, l'effet de la température de la pâte sur la séparation des minéraux complexes ne doit pas être ignoré. Il est recommandé d'utiliser de l'eau de procédé à température ambiante stockée dans un grand réservoir. La température joue un rôle clé dans certaines séparations non sulfurées et non métalliques et est discutée sous des rubriques distinctes pour ces minéraux industriels.

## 8. Temps de flottation - cinétique de vitesse

Le temps de flottation pratique requis pour un minerai peut être déterminé en produisant des concentrés incrémentaux. Les concentrés séparés sont retirés à intervalles réguliers, jusqu'à ce que la mousse soit complètement stérile.

En utilisant les poids et les dosages pour chaque concentré incrémental, la distribution des métaux dans chacun peut être déterminée. Ces informations sont ensuite représentées graphiquement sous forme de récupération cumulée en fonction du temps de flottation cumulé et utilisées pour guider les tests de flottation ultérieurs.

Différents systèmes de capteurs montreront souvent des différences significatives dans les taux de flottation, ce qui sera apparent en comparant leurs courbes de récupération individuelles aux courbes de temps.

Il est également recommandé d'examiner au microscope les concentrés incrémentiels pour déterminer les taux de flottation relatifs des minéraux diversement associés et la nécessité d'un nouveau broyage.

La vitesse à laquelle la mousse minéralisée est enlevée et la position de la soupape d'air auront également une influence sur la cinétique de flottation. Par conséquent, il est conseillé de maintenir un motif de grattage cohérent à des intervalles de temps, disons toutes les 15 secondes.

Si une bouteille de gaz comprimé (air ou azote) doit être utilisée pour la flottation, un débitmètre peut être installé entre la source de gaz et l'entrée d'air de la machine de flottation.

L'arbre de la turbine et les parois de la cellule doivent également être périodiquement lavés avec de l'eau de process provenant d'un flacon de lavage pour renvoyer les minéraux adhérents à la pulpe et maintenir le niveau de la pâte. Aux fins de la conception du plan, il est d'usage de prévoir au moins le double du temps de flottation en laboratoire pour le fonctionnement réel de l'usine.

## 9. Collecteurs

L'établissement de la meilleure combinaison de collecteurs est généralement considéré comme l'un des aspects les plus importants d'une investigation métallurgique.

Bien qu'il existe de nombreux collecteurs individuels de minéraux sulfurés, les plus largement utilisés appartiennent aux familles chimiques générales telles que les monothiophosphates, les dithiophosphates, les thionocarbamates, les thiourées, les esters d'allyle et de xanthate, les formiates xanthogènes, les mercaptobenzothiazole et les xanthates. Au sein de chacune de ces familles chimiques, il existe de nombreuses variantes de groupes alkyle ou aryle qui, en particulier dans le cas des dithiophosphates, peuvent présenter des différences significatives dans les performances métallurgiques sur un minerai.

Le métallurgiste prudent doit donc tester au moins quelques variations au sein d'une classification chimique particulière avant de porter un jugement sur son efficacité. De même, l'appréciation des performances d'un collecteur ne doit pas être faite à la hâte sur la seule base de son utilisation.

Des combinaisons de différents types de capteurs, tels que les thionocarbamates et les dithiophosphates, peuvent démontrer une meilleure performance métallurgique (synergie) que l'un ou l'autre capteur utilisé seul.

## 10. Moussants

La sélection d'une buse appropriée pour le fonctionnement de l'usine, au moyen de tests en laboratoire, est plus difficile que pour les autres réactifs à utiliser dans l'usine. La capacité de la buse à améliorer la cinétique de flottation, la récupération et la sélectivité est particulièrement intéressante.

La mousse ou la combinaison de moussants idéale sélectionnée devrait produire de la mousse des conditions propices au transport des minéraux jusqu'à la phase de mousse et au débordement cellulaire ultérieur, tout en permettant également le drainage des particules de gangue entraînées.

Le type de cellule de flottation utilisé dans l'usine, le minerai la granulométrie, les minéraux présents et leurs associations, ainsi que la présence de boues auront tous une influence sur les conditions de moussage et le caractère mousseux.

Il est habituel de faire le choix final de la mousse en testant réellement l'usine. Pour lot de laboratoire tests de flottation, une profondeur de mousse de 1,5 à 3,0 cm est suffisante. Lorsque la sélectivité en flottation est essentielle, le premier choix de la mousse doit être un type d'alcool (c'est-à-dire les buses AEROFROTH 70, 76A, 88 ou OREPREP 501).

Lorsque des conditions de moussage plus fortes sont requises, l'utilisation d'une mousse en polypropylène glycol telle que les moussants AEROFROTH 65, OREPREP 507 et OREPREP 786 est recommandée.

De plus, les représentants techniques de Cytec fourniront une assistance dans la conception ou la recommandation de moussants formulés sur mesure pour fournir des conditions de moussage et des performances métallurgiques optimales. Pour plus d'informations sur la sélection et l'utilisation des moussants.

## 11. Déprimants

La présence de minéraux gangue flottant facilement tels que le talc, la chlorite, la séricite et la pyrophyllite peut nécessiter des déprimeurs tels que le déprimeur AERO 633, le CYQUEST 3223, le déprimeur AERO 8842, le déprimeur AERO 8860 et divers polysaccharides naturels.

Le silicate de sodium est parfois utilisé dans la flottation des minéraux sulfurés. La matière carbonée peut être déprimée avec le déprimeur AERO 633 ou le déprimeur Réactif S-7107.

### **Les effets du choix des réactifs sur conception et fonctionnement des circuits de flottation**

Lors du test d'un nouveau gisement, l'impact potentiel du choix des réactifs sur la sélection des équipements et les configurations des circuits n'est souvent pas pleinement apprécié.

Lors des tests de faisabilité préliminaires, il n'est pas rare pour évaluer seulement un ou deux collecteurs (généralement un xanthate et / ou un dithiophosphate), une buse choisie arbitrairement et un modificateur de pH tel que la chaux. Cela est particulièrement vrai dans le cas de des minerais comme un minerai de cuivre ou de cuivre-or contenant des sulfures de fer comme la pyrite.

L'hypothèse est que cela fournira des informations suffisantes pour la conception du schéma de fonctionnement et une analyse économique / métallurgique préliminaire. Le "réglage fin" des réactifs est laissé à un stade ultérieur de l'enquête, ou même après que l'usine a commencé à fonctionner.

Différents réactifs (y compris les collecteurs, les mousses, les modificateurs de pH et les dépresseurs) peuvent avoir un effet significatif sur la cinétique de flottation, la relation teneur-récupération, la quantité et le type de mousse, la masse des concentrés plus grossiers et piégeurs, et le rejet des éléments de pénalité, etc.

L'optimisation de ces variables à un stade précoce du processus de test peut avoir un effet significatif sur la conception du schéma, ainsi que sur les estimations des coûts en capital et d'exploitation.

Envisagez une situation où la combinaison de réactifs A donne la récupération de rugosités la plus élevée, mais avec un grade de concentré inférieur (et donc une plus grande masse de concentré de rugosités) que la combinaison de réactifs B. Si la combinaison B est ensuite éliminée de toute considération supplémentaire car elle donne une récupération plus rugueuse plus faible, les avantages potentiels suivants d'une meilleure sélectivité plus rugueuse peuvent être négligés:

- La plus grande sélectivité du réactif B et la traction de masse plus faible dans le circuit de balayage plus rugueux réduiront la capacité de réaffûtage et de nettoyage requise, ce qui peut réduire les coûts d'investissement et d'exploitation.
- La charge réduite dans le circuit de réaffûtage et de nettoyage pourrait bien entraîner une augmentation de la qualité finale du concentré et / ou de la récupération par rapport au réactif A.
- La réduction des charges de circulation dans le circuit de nettoyage signifie généralement que le circuit de nettoyage est plus facile à contrôler et à utiliser.

- L'utilisation d'un réactif ou d'une combinaison de réactifs plus sélectifs dans le circuit de nettoyage plus rugueux permet généralement le fonctionnement de ce circuit à un pH inférieur, réduisant ainsi la quantité de chaux ou autre dépresseur nécessaire.

- L'utilisation d'un collecteur sélectif peut produire un concentré suffisamment élevé dans les premiers stades du circuit plus rugueux, pour que ce produit puisse contourner l'étape de rebroyage et être envoyé directement à l'alimentation du premier ou du deuxième nettoyeur.

Cela réduit non seulement la charge sur le circuit de broyage, mais minimise également le risque de broyage excessif des minéraux de valeur déjà libérés. Un tel broyage excessif peut conduire à un "amincissement" et à une perte ultérieure de récupération globale.

