

⑫

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

⑳ Numéro de dépôt: **88403286.3**

⑤① Int. Cl.4: **B 03 D 1/02**

㉑ Date de dépôt: **22.12.88**

③⑩ Priorité: **24.12.87 FR 8718135**

④③ Date de publication de la demande:
05.07.89 Bulletin 89/27

⑥④ Etats contractants désignés:
AT BE CH DE ES FR GB GR IT LI LU NL SE

⑦① Demandeur: **DENAIN-ANZIN MINERAUX REFRACTAIRE CERAMIQUE S.A.**
Route de Saint-Loup de Naud Sainte-Colombe
F-77650 Longueville (FR)

⑦② Inventeur: **Cariou, Florence**
3, allée des Petits Prés
F-78990 Elancourt (FR)

Predali, Jean-Jacques
2, rue Blanquefort
F-78990 Elancourt (FR)

Raveneau, Philippe
4, Impasse du Coudraie
F-78990 Elancourt (FR)

⑦④ Mandataire: **Martin, Jean-Jacques et al**
Cabinet REGIMBEAU 26, Avenue Kléber
F-75116 Paris (FR)

⑥④ **Procédé d'enrichissement de l'andalousite.**

⑥⑦ L'invention concerne un procédé d'enrichissement de l'andalousite présente dans un composé en contenant, par séparation d'avec d'autres silicates par flottation pour obtenir un concentré dont la teneur en andalousite est supérieure à 90 %. Elle est caractérisée par le fait que le procédé comporte au moins les étapes suivantes :

a) broyage éventuel et mise en pulpe dudit composé contenant de l'andalousite

b) pré-conditionnement dudit composé contenant de l'andalousite en maintenant le pH de la phase aqueuse de la pulpe à valeur inférieure à 3,50, le taux de solide dans la pulpe étant supérieur à 30 % (un chiffre significatif) ;

c) conditionnement pendant au moins dix minutes après addition d'un alcoyl sulfonate ;

d) dilution éventuelle de ladite pulpe pour l'amener à un taux de solide compris entre 15 et 30 %

e) flottation par barbotage de bullets d'air calibrées de manière connue en soi, la flottation proprement dite durant au plus dix minutes.

Application à la production de matières premières réfractaires.

Description

PROCEDE D'ENRICHISSEMENT DE L'ANDALOUSITE

La présente invention, qui a été réalisée dans les laboratoires et les installations pilotes mobiles de la Société MINEMET RECHERCHE, a pour objet un procédé d'enrichissement d'un minéral industriel, l'andalousite, qui est une forme particulière de silicate d'aluminium.

Ce minéral est souvent associé à d'autres silicates et parfois même à certains présentant la même formule.

La séparation des silicates entre eux est une opération particulièrement délicate car elle mettrait souvent en jeu des mécanismes de flottation similaires. La flottation de tels minéraux nécessite souvent de longues études et un savoir-faire important car il est fréquent que des composés de même formule flottent très différemment. On peut citer comme exemples le quartz et la calcédoine. Cette difficulté se retrouve aussi pour d'autres minéraux non-silicatés : on peut citer la pyrite et la marcassite qui, bien qu'ayant une formule identique, en raison de leur réseau cristallin différent, voient, dans des conditions identiques, leur sélectivité vis-à-vis d'autres sulfures métalliques inversée lors des flottations.

Le spécialiste en flottation connaît d'ores et déjà les réactifs permettant de réaliser une flottation de composés silicatés. Ces réactifs sont en général les alcoylsulfonates, les amines primaires, secondaires, tertiaires ou les sels d'amines quaternaires. On peut également utiliser certains acides carboxyliques, notamment ceux connus sous le nom d'acides gras.

Cependant, dans le cas de l'andalousite, compte tenu des marges peu élevées de ce minéral industriel, un grand nombre de techniques ne peuvent être appliquées en raison de leur coût. En outre, ce silicate d'aluminium est généralement extrêmement difficile à séparer de sa gangue elle-même silicatée. Parmi les minéraux constitutifs de cette gangue, on peut citer notamment le quartz, le feldspath plagioclase, la muscovite et la biotite. De plus, pour obtenir une qualité commerciale, il faut que la teneur en fer soit extrêmement faible.

Un minéral voisin de l'andalousite, la kyanite (appelée parfois disthène), mais qui possède des propriétés distinctes de l'andalousite, a déjà fait l'objet d'études en vue d'un enrichissement par flottation. Toutefois, les auteurs de cette dernière étude sont parvenus à des conclusions différentes de celles de la recherche objet de la présente demande et d'autre part n'avaient conclu à la possibilité d'enrichissement que dans des conditions particulièrement onéreuses et peu sélectives vis-à-vis des silicates présents lorsqu'elles sont appliquées à la flottation de l'andalousite.

A titre de référence d'études sur les kyanites, on peut citer l'article de V.A. HAW "Kyanite in Canada" in The Canadian Mining and Metallurgical, Jan. 1954, pages 27-34, dans lequel l'auteur indique que les meilleurs résultats sont obtenus dans la zone de pH 4,0-4,5 à une température de 30°C. On retrouve des conditions pratiquement similaires dans l'article de J.S. BROWNING paru dans les Transactions of AIME en septembre 1969 (vol. 244, pages 283-287) sous le titre "Flotation of Southeastern Kyanite Ore" : pH de 3,7 à l'ébauchage et 3,9 au relavage et température de 27°C lors du conditionnement.

C'est pourquoi un des buts de la présente invention est de fournir un procédé d'enrichissement de l'andalousite par séparation de cette dernière d'avec sa gangue et notamment d'avec les autres silicates naturels tels que quartz, feldspath plagioclase, muscovite, biotite.

Un autre but de la présente invention est de fournir un procédé du type précédent dont les coûts opératoires soient aussi faibles que possible.

Un autre but de la présente invention est de fournir un procédé qui évite d'avoir à travailler à une température supérieure à l'ambiante et qui donc permette une utilisation du procédé dans des conditions climatiques variables et notamment que son économie ne soit pas touchée par le rythme été-hiver.

Ces buts, ainsi que d'autres qui apparaîtront par la suite, sont atteints au moyen d'un procédé d'enrichissement de l'andalousite présente dans un composé en contenant, par séparation d'avec d'autres silicates par flottation pour obtenir un concentré dont la teneur en andalousite est supérieure à 90 %, caractérisé par le fait qu'il comporte au moins les étapes suivantes :

a) broyage éventuel et mise en pulpe dudit composé contenant de l'andalousite

b) pré-conditionnement dudit composé contenant de l'andalousite en maintenant le pH de la phase aqueuse de la pulpe à une valeur inférieure à 3,50, le taux de solide dans la pulpe étant supérieur à 30 % (un chiffre significatif) ;

c) conditionnement pendant au moins dix minutes après addition d'un alcoyl sulfonate ;

d) dilution éventuelle de ladite pulpe pour l'amener à un taux de solide compris entre 0,1 et 0,3 ;

e) flottation par barbotage de bulles d'air calibrées de manière connue en soi, la flottation proprement dite durant au plus dix minutes.

Lorsque, pour diverses raisons telles qu'une gangue basique ou addition de réactifs basiques, le pH s'élève au-dessus du maximum indiqué, il est préférable de réguler le pH dans les étapes c), d) et e) à une valeur inférieure à 4.

Les deux opérations de broyage et de mise en pulpe de l'étape a) peuvent être réalisées simultanément en cas de broyage humide.

Il est préférable que le broyage de l'étape a) soit menée de manière que ledit composé présente un d_{80} au plus égal 0,5 millimètre (chiffre arrondi selon l'usage mathématique).

Rappelons que d_x , où x est compris entre 1 et 100, est la plus petite maille laissant passer x % en poids du

produit. Ainsi, le d_{80} est la plus petite maille laissant passer 80 % du produit.

Pour obtenir un bon rendement de la flottation, il est souhaitable ledit d_{80} soit au plus égal à 400 micromètres (un chiffre significatif) et supérieur à la limite inférieure de la flottation, qui est de l'ordre de 10 micromètres (un chiffre significatif).

Pour obtenir une bonne sélectivité vis-à-vis des autres silicates et de la gangue en général, le pH joue un rôle très important ; il est avantageusement maintenu à une valeur inférieure à 3 pendant l'étape b) ainsi que dans les étapes c), d) et e). 5

Dans le domaine de la sélectivité, un autre paramètre joue un rôle non négligeable : le taux de solide, qui, lors des étapes b) et c), est de préférence porté et maintenue à une valeur au moins égale à 50 %.

En général, la première flottation réalisée est insuffisante pour porter la teneur de l'andalousite à une valeur sensiblement supérieure à 90 %. En outre, cette teneur de 90 % est une limite relativement basse qui est insuffisante pour certaines qualités commerciales et il est préférable que la teneur en andalousite soit supérieure à 95 %, voire 98 %. Cela peut être pallié en réalisant à la suite de l'étape e) l'étape suivante : f) relavage du concentré obtenu à l'étape e). 10

Cette étape de relavage est "per se" relativement classique dans les processus d'enrichissement par flottation. Dans ce cas précis, elle nécessite l'addition de nouvelles quantités de réactifs de flottation, ici les acides alcoyl-sulfoniques et les sels alcalins ou d'ammonium. Ce relavage du concentré peut être réalisé en plusieurs sous-étapes et en plusieurs cellules de flottation disposées en cascade. 15

En outre, de manière extrêmement surprenante, il a été démontré, dans le cadre de la présente étude que le relavage n'était efficace que si l'étape de flottation proprement dite e), appelée par les hommes de métier "flottation d'ébauchage" était menée suffisamment rapidement, souvent au détriment du rendement poids. 20

Un bon guide pour les hommes de métier pour obtenir une bonne relavabilité du concentré d'ébauchage est d'arrêter cette flottation d'ébauchage lorsque seulement 80 à 95 % de l'andalousite est montée sous forme d'écume.

En général, une durée d'environ dix minutes (un chiffre significatif), comme indiqué précédemment, permet d'obtenir de bons résultats. 25

Les quantités d'alcoylsulfonate utilisées lors de l'étape c), et le cas échéant dans l'étape f), sont comprises entre 300 à 1 500 grammes par tonne de minerai traité.

Les alcoylsulfonates utilisés peuvent être à chaîne linéaire ou ramifiée et ont de préférence de 8 à 16 atomes de carbone. Ils comportent au plus deux ramifications (soit trois branches). On peut utiliser notamment ceux vendus sous les noms commerciaux de BAYMIN CO 300 et CO 301 de chez BAYER, SYNACTO 247 de chez PARAMINS, les Aero-Promoters de la série 800 de chez CYANAMID, le réactif 7723 de chez GERLAND et le R 231 de chez FLOAT ORE Ltd. 30

Avantageusement, le pH de la pulpe, qui peut avoir changé lors de l'addition d'alcoylsulfonate, est ramené à une valeur au plus égale à 3 par addition d'un acide minéral fort, notamment au moyen d'un acide choisi dans le groupe des acides halohydriques forts (HCl), HBr, HI, sulfurique, nitrique et phosphoriques. 35

Un des avantages de la présente invention est que, contrairement aux procédés connus pour des minéraux voisins, il n'est pas besoin de réguler la température. La température préférée est donc la température ambiante quelles que soient les conditions climatiques. Il est parfaitement possible de faire fonctionner le procédé dans l'intervalle de température 10-30°C. 40

Une des contraintes importantes pour la commercialisation des andalousites est leur teneur en fer qui doit être aussi faible que possible et de préférence ne pas excéder 1,5 % exprimé en Fe_2O_3 .

Dans le cas où il y a du fer sous forme de composés sulfurés ferrifères, on réalise entre les étapes a) et b) une flottation, ou une éventuelle séparation magnétique dans le cas de la pyrrhotite, de ces derniers par des techniques connues en soi. Il est bien entendu que, pour que cette flottation soit efficace, il convient que l'étape a) de broyage est menée de manière à libérer au moins 60 % desdits composés sulfurés ferrifères, de préférence 80 à 95 %. Un bon compromis est souvent 90 %. 45

Au cours de l'étude qui a conduit à la présente invention, il a été montré de manière surprenante que pour réaliser une bonne élimination de composés sulfurés ferrifères, tels que la pyrite, la marcassite, la chalcoppyrite, la pyrrhotine, il est préférable que la durée de la flottation proprement dite desdits composés sulfurés ferrifères soit égale à une valeur supérieure à la valeur usuelle de la flottation des sulfures telle que l'homme de métier peut la déterminer. A titre indicatif, on choisit entre 1,5 et 3 fois ladite durée usuelle pour ce genre de composés, toutes choses étant égales par ailleurs. 50

Il a été remarqué de manière surprenante qu'en agissant ainsi en utilisant les collecteurs classiques des sulfures, de préférence les xanthates, on flottait non seulement les composés sulfurés ferrifères mais aussi les composés phylliteux ferrifères. 55

Pour obtenir une bonne sélectivité, la présence de fines particules est gênante et ces dernières doivent être éliminées en réalisant un déschlammage avant l'étape b).

Le déschlammage est avantageusement réalisé par l'élimination d'au moins 75 %, de préférence d'au moins 90 %, des particules solides inférieures à 50 micromètres, (un chiffre significatif). 60

Toutefois, suivant la technique de classification utilisée, de préférence une technique de classification par équivalence, il est préférable que le déschlammage soit mené de la manière la plus efficace possible, à la limite de la possibilité de ses moyens, ce qui implique pour ces deux techniques une élimination d'au moins 95 % des particules solides inférieures à 50 micromètres.

Un des aspects surprenants et avantageux du procédé selon la présente invention est qu'il a pu être 65

montré que l'adsorption du sulfonate sur l'andalousite est réversible et qu'il est donc possible d'obtenir de l'andalousite sans sulfonate par rinçage en milieu basique (supérieur ou égal à 9) du concentré de flottation.

A titre indicatif, un tel rinçage peut être réalisé par la séquence d'opérations suivantes :

1. Conditionnement (repulpage) avec avec de la soude (NaOH) (1 kg/t de concentré) pendant 5 mn
2. Essorage sur tamis ;
3. Conditionnement (repulpage) à l'eau pendant 5 mn ;
4. Essorage sur tamis (les opérations 3 et 4 peuvent être renouvelées une ou plusieurs fois suivant le degré d'élimination du sulfonate désiré ;

Des essais de flottation standard sur le gâteau repulpé à pH naturel (environ 9) et à 20 % de taux de pulpe environ n'entraîne pas d'andalousite dans la surverse démontrant ainsi l'absence d'adsorption résiduelle significative des alcoyl sulfonates sur l'andalousite. Il est à noter que cette technique de flottation permet d'abaisser la teneur de sulfonate dans les eaux mères et qu'une telle technique peut être utilisée pour éliminer une partie des alcoyl sulfonates.

On peut recycler le filtrat issu de l'étape 2 vers l'étape c) du procédé, surtout si le taux de solide dans l'opération 1 est supérieur à 1/2, de préférence à 3/4 (chiffres arrondis).

Par ailleurs, pour éviter les risques d'ensablement des installations industrielles de flottation, il est souhaitable d'ajouter des moussants, par exemple ceux du type polyglycol tels que celui vendu sous la marque commerciale Aerofroth 65 d'American Cyanamid (cf. exemple 5).

Les exemples non limitatifs suivants permettent à l'homme de métier de mieux appréhender les différents paramètres du procédé selon l'invention.

Exemple 1 : Description du procédé d'enrichissement au stade pilote

On se reportera à la figure 1 constituant le rhéogramme du procédé testé.

Dans un broyeur à boulets (A), on introduit le minerai à traiter (1) et de l'eau (2) en quantité nécessaire pour être à une concentration massique en solides de 30 %. La charge de boulets, étagée de 10 à 40 millimètres, est calculée de façon à délivrer à la sortie du broyeur une pulpe (3) dont la granulométrie soit pour 80 % en poids inférieure à 240 micromètres. La pulpe (3) est alors introduite dans un réacteur à doubles pales (B), mise à une concentration en solides de 20 à 25 % par une addition d'eau (4) et conditionnée 3 minutes en présence d'acide sulfurique en quantité suffisante pour maintenir une valeur de pH de 5 et d'une dose de 100 grammes par tonne de minerai de collecteur de sulfures de la famille des xanthates. La pulpe (5) est ensuite acheminée vers les cellules de flottation destinées à collecter les sulfures porteurs de fer. Cette étape de flottation, d'une durée de 10 minutes, est réalisée dans plusieurs bancs de cellules MINEMET H 300 à 2 ou 3 turbines (C) fonctionnant en série. Chaque turbine délivre 3,3 m³/h d'air. Le nombre de turbines est avantageusement porté à une valeur au moins égale à 5. L'introduction de 20 grammes par tonne de tensio-actif (Méthyl-isobutyl carbinol) au début de la flottation permet de récupérer sous forme d'écumes les sulfures porteurs de fer ainsi que quelques minéraux phylliteux ferifères (6). Dans cet exemple le produit flotté représente 2 à 3 % du poids de l'alimentation. Le rejet de cette étape est pompé vers un classificateur à vis à double pas (ou un cyclone) (D) dans lequel s'effectue par équivalence la coupure entre les particules les plus fines (inférieures à 40 micromètres) qui constituent le rejet dilué (8) et les particules de dimension supérieure à 40 micromètres (9) qui constituent l'alimentation de la flottation andalousite. Cette opération permet également l'épaississement de la pulpe (9) à une valeur de concentration massique en solides de 70 %.

La pulpe (9) qui contient 91,5 % du poids de minerai est alors introduite dans deux conditionneurs à doubles pales (E) fonctionnant en série.

Pendant le premier conditionnement, d'une durée de 6 minutes, on effectue un appoint d'eau (10) de façon à obtenir une concentration en solides de 50 % et une addition d'acide sulfurique en quantité suffisante pour maintenir une valeur de pH égale si possible à 2,8 et dans tous les cas inférieure à 3. La seconde étape est destinée à conditionner pendant une dizaine de minutes le sulfonate introduit à raison de 570 grammes par tonne de minerai tout-venant. La pulpe (11) sortant de ce second conditionnement est pompée vers les cellules de flottation (F) qui sont constituées d'un banc de deux cellules MINEMET du type H 450 suivi de deux bancs de trois cellules MINEMET du type H 300. Le rejet de relavage (16) alimente également les cellules (F), ce qui conduit à une concentration en solides voisine de 30 %. Cette flottation a une durée de 9 minutes. L'ensemble des turbines délivre 40 m³ d'air à l'heure. Au cours de la flottation d'ébauchage il est nécessaire de maintenir le pH à une valeur inférieure à 3 et d'introduire une dose de 570 grammes par tonne de sulfonate. Les produits non collectés (12), qui représentent 26,5 % du poids de départ, constituent le rejet de la flottation andalousite. L'andalousite est quant à elle collectée sous la forme d'une écume (13) qui alimente l'étage de relavage (G). Cette dernière étape, d'une durée de 9 minutes, est réalisée à une concentration massique de 20 %, ce qui implique une addition d'eau (14). Le pH est également maintenu à une valeur au plus égale à 3 par addition d'acide sulfurique et l'on ajoute 200 grammes par tonne de minerai tout-venant de sulfonate en tête des deux bancs de cellules MINEMET H 300 triples.

Le produit collecté (15) constitue le concentré final d'andalousite, tandis que les solides qui n'ont pas flotté (16) retournent en tête de la flottation d'ébauchage (F).

Dans ces conditions opératoires, et pour un minerai d'alimentation (1) titrant 45,4 % d'alumine et 1,15 % de fer exprimé en Fe₂O₃, on obtient un produit épuré qui titre 59,2 % d'alumine et moins de 0,6 % de Fe₂O₃ tout en récupérant plus de 88 % de l'andalousite contenue (voir tableau ci-dessous).

Produit	Poids %	Teneurs %			Récupérations %		
		Andal.	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	Andal	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃
Alimentation	100	65,5	45,4	1,15	100	100	100
Rejet flottation pyrite	97,5	66,8	46,5	0,65	99,5	99,9	55,5
Schlamms	6,0	28,4	22,7	1,80	2,6	3,0	9,4
Alimentation flottation andalousite	91,5	69,4	48,1	0,58	96,9	96,9	46,1
Concentré d'andalou- site	65,0	89,2	59,2	0,59	88,5	84,8	33,3

Cet exemple illustre également l'influence positive du déschlammage sur la teneur en fer du produit puisque cette opération permet de faire baisser de 10 % la teneur en fer du produit. Ceci résulte de l'utilisation du classificateur à vis (ou un cyclone) (D) qui permet l'élimination par élutriation de minéraux phylliteux ferrifères.

Exemple 2 : Influence de la concentration en solides de la pulpe lors du conditionnement précédant la flottation andalousite

L'influence de la concentration en solides de la pulpe lors du conditionnement qui précède la flottation andalousite sur le résultat de cette flottation est nettement mise en évidence par la comparaison de deux essais pilote effectués l'un avec un pourcentage massique de solides de 25 %, l'autre de 50 %.

Le schéma de ces deux essais s'apparente d'assez près à celui de l'exemple précédent. On se référera donc au rhéogramme de la figure 1 pour les étapes comprises entre A et E et au rhéogramme de la figure 2 pour les étapes suivantes (F, G et H).

Dans cet exemple, les étapes A, B, C et D sont identiques à celles décrites dans l'exemple 1. Par contre, il existe des différences dans les opérations suivantes. L'addition d'eau (10) est évidemment variable pour les deux essais décrits ici : les concentrations en solides de la pulpe lors du conditionnement sont de 25 % ou 50 %. Mis à part cette variation, l'étape E est identique à celle de l'exemple précédent. Avant l'étape de flottation d'ébauchage de l'andalousite (F), on ajoute de l'eau (12) de façon à obtenir une concentration en solides massique de 25 % dans les deux cas. Le déroulement de l'étape F est calqué sur celle de l'exemple 1. Le produit flotté (13) est à nouveau collecté au cours de l'étape de relavage (G) après addition d'eau (15) permettant d'obtenir une concentration voisine de 20 %. On introduit au cours de cette étape de l'acide sulfurique pour maintenir le pH à une valeur de 3. Le temps de flottation et le matériel utilisé sont ceux de l'exemple 1 pour cette même étape. Le rejet de cette flottation (17) n'est pas recyclé tandis que le concentré (16) subit un second relavage (H) après une nouvelle addition d'eau (18) pour maintenir une concentration en solides de 20 %. On utilise également de l'acide sulfurique en quantité suffisante pour maintenir le pH à 3 et 250 grammes par tonne de minerai d'alimentation de sulfonate. Le circuit est identique à celui du premier relavage et permet de collecter le concentré final d'andalousite (19) et d'éliminer un rejet du second relavage (20).

Les tableaux 2.1 et 2.2 permettent de comparer les bilans obtenus pour les deux concentrations du conditionnement (les calculs sont effectués par rapport au produit (11)). On constate que le mode de conditionnement influe peu sur le flottation d'ébauchage andalousite. Par contre, le conditionnement dilué se traduit par une inefficacité des relavages (peu de gain de teneur pour une perte importante de rendement andalousite).

EP 0 323 323 A1

Tableau 2.1

	Teneurs %		Récupérations %	
	Andalousite	Al ₂ O ₃	Andalousite	Al ₂ O ₃
Alimentation andal.	72,2	48,0	100,0	100,0
Concent. d'ébauchage	75,4	49,5	94,4	97,4
Concentré de relavage 1	79,4	51,5	69,7	74,9
Concentré de relavage 2	81,1	52,2	64,4	70,1
Bilan partiel de la flottation pilote de l'andalousite dans le cas d'un conditionnement concentré (25 % de solides)				

20

Tableau 2.2

	Teneurs %		Récupérations %	
	Andalousite	Al ₂ O ₃	Andalousite	Al ₂ O ₃
Alimentation andal.	67,7	47,4	100,0	100,0
Concent. d'ébauchage	75,6	51,7	99,0	96,7
Concentré de relavage 1	86,2	58,8	82,9	80,7
Concentré de relavage 2	87,4	59,6	78,0	75,9
Bilan partiel de la flottation pilote de l'andalousite dans le cas d'un conditionnement dilué (50% de solides)				

35

Exemple 3 : Influence du pH sur le résultat de la flottation de l'andalousite

40

On se reportera à la figure 3 constituant le rhéogramme du procédé testé.

Dans un broyeur à boulets de porcelaine A chargé de 50 boulets, on broie 1 kg de minerai (1) en présence d'eau (2) à 70 % poids de matières solides pendant 50 minutes. La pulpe obtenue (3) dont le d₈₀ est de 250 micromètres est tamisée en présence d'eau (4) sur un tamis (B) à maille 63 micromètres. Le refus de tamisage (5) est introduit dans une cellule de flottation (C) de marque MINEMET de 2,5 litres de capacité en présence d'eau (6), ce qui porte la concentration à 40 % poids de solides. Le passant de tamisage (6) est considéré comme rejet.

45

Dans la cellule (C) on réalise un conditionnement de la pulpe en présence d'acide sulfurique en quantité suffisante pour obtenir une valeur de pH de 5. On introduit également 60 grammes par tonne d'andalousite de collecteur de sulfure (Amyl-xanthate de potassium : AXK). Après deux minutes, on introduit de l'air pour réaliser la flottation après avoir mis 8 grammes par tonne d'un tensio-actif (Méthyl-isobutyl carbinol : MIBC). Au cours de la flottation des sulfures, d'une durée de 10 minutes, on introduit en plusieurs doses 40 g/t d'AXK et 15 g/t de MIBC. Le concentré obtenu (7) est constitué d'une pulpe de sulfures.

50

Le rejet de cette flottation (8) est de nouveau tamisé (D) à 63 micromètres en présence d'eau (9). Le passant de tamisage est un rejet (10). Le refus de tamisage (11) est introduit dans une cellule de flottation (E) précédemment décrite en (C) ainsi que de l'eau (12), ce qui porte la concentration à 60 % de solides. On réalise alors un conditionnement de 10 minutes en présence d'acide sulfurique en quantité suffisante pour obtenir une valeur de pH comprise entre 2 et 5 suivant les essais et d'un collecteur de type alkyl-sulfonate à raison de 350 grammes par tonne. On introduit ensuite de l'air pendant 7 minutes de façon à assurer la collection de l'andalousite et son débordement sous forme de pulpe (13). Au cours de la flottation le pH est maintenu à la valeur souhaitée par un système de mesure/régulation par pompe asservie.

55

On introduit également deux autres doses égales de sulfonate représentant au total 700 grammes par tonne de minerai. Après la flottation, on vide la cellule du reste de la pulpe (14) contenant le produit n'ayant pas flotté.

60

Les caractéristiques du concentré d'andalousite, obtenu après 7 minutes de flottation, sont données dans le tableau suivant pour quatre valeurs de pH différentes. Dans ce tableau le rendement poids est égal au rapport du poids de solide dans le concentré (3) sur le poids de solide initial (1) exprimé en pourcentage. Les

65

teneurs andalousite sont celles du concentré. Les rendements andalousite sont les rapports du poids d'andalousite du concentré sur celui contenu dans l'alimentation de la flottation andalousite (11).

pH	Rendement poids %	Teneur andalousite %	Rendement andalousite %
2	66,6	90,1	97,7
3	68,6	85,2	99,5
4	85,3	69,4	99,7
5	82,8	69,8	98,9

5

10

On constate la nette diminution de sélectivité lorsque l'on augmente le pH de la flottation andalousite. En particulier, pour la valeur de pH couramment utilisée pour la kyanite, la sélectivité est insuffisante.

15

Exemple 4 : Influence d'ébauchage d'andalousite sur l'efficacité du premier relavage

Le rhéogramme du procédé est identique à celui de l'exemple 3 pour ce qui concerne les opérations A, B, C et D. Le principe de l'étape E de flottation d'ébauchage de l'andalousite est également invariant. Les seules différences concernant l'ébauchage sont la dose de collecteur égale ici à 1 200 grammes par tonne de minerai en quatre additions, le temps de flottation (3,5 minutes pour un essai, 6 minutes pour l'autre) et la dose d'acide sulfurique introduite en quantité suffisante pendant toute la flottation pour maintenir une valeur de pH de 3. On notera également que le minerai (1) est différent de celui de l'exemple 3.

20

A la suite de cette flottation, le concentré (13) est introduit dans une cellule de flottation (F) ainsi que de l'eau (15), ce qui porte la concentration en solides à 30 %. On réalise alors un conditionnement en présence d'acide sulfurique destiné à maintenir une valeur de pH égale à 3. On introduit alors de l'air pendant 5 minutes pour collecter l'andalousite par débordement (16). Au cours de cette flottation sont ajoutés, en deux doses, 100 grammes par tonne de minerai tout-venant du collecteur du type alkyl sulfonate ainsi que de l'acide sulfurique en quantité suffisante pour maintenir le pH à la valeur de 3. A la fin de cette opération, on recueille dans le fond de la cellule le produit n'ayant pas été collecté (17).

25

30

Les résultats des deux essais portant sur l'influence du temps de flottation d'ébauchage sur l'efficacité du relavage sont donnés dans le tableau suivant.

	Concentré d'ébauchage			Concentré relavé		
	% poids	% Al ₂ O ₃	Rdt* Al ₂ O ₃	% poids	% Al ₂ O ₃	Rdt* Al ₂ O ₃
Ebauchage 3,5 mn	62,9	58,2	90,3	60,9	59,3	90,2
Ebauchage 6 mn	75,2	53,4	98,4	70,4	53,6	92,4

35

40

* Rdt = rendement

On constate qu'avec un ébauchage court le relavage permet un gain de teneur sans perte de rendement. A l'inverse, lorsque l'ébauchage dure 6 minutes, le relavage ne permet quasiment pas de gain de teneur malgré une perte importante de rendement.

45

Exemple montrant qu'au cours de la flottation industrielle, on a tout intérêt à ajouter au début de la flottation d'ébauchage de l'andalousite 1/20 à 1/10 kg/t (chiffres arrondis) d'un moussant de type polyglycol (par exemple Aerofroth 65 d'American Cyanamid) pour éviter les phénomènes d'ensablement.

50

De même la flottation d'ébauchage pour des concentrations en solide de la pulpe inférieures à 25 voire à 20 % joue également un rôle dans la lutte contre les phénomènes d'ensablement.

Exemple 5 : Comparaison des résultats de la flottation d'ébauchage industrielle avec et sans ajout de moussant.

55

La flottation d'ébauchage a été réalisée comme dans l'exemple 1, avec toutefois une concentration en matière solide d'environ 20 % et dans des cellules de taille nettement supérieure à celle du pilote puisqu'elles avaient une capacité d'environ 4 m³, chaque cellule étant équipée de quatre turbines.

Les premiers résultats ont montré un phénomène d'ensablement qu'il était possible de pallier à l'aide de systèmes connus en soi de désensablage automatique et d'un recyclage en amont quelque peu compliqué. Ce phénomène d'ensablement, lié à un problème de changement d'échelle, a été résolu en ajoutant un agent moussant du type polyglycol (Aerofroth 65 d'American Cyanamid).

60

Les résultats sont résumés dans le tableau ci-après :

65

Concentré d'ébauchage industriel				
	Masse %	Teneur Al ₂ O ₃ %	Récupération Al ₂ O ₃ %	
5	Flottation d'ébauchage classique	59,4	58,3	71
10	Flottation d'ébauchage avec 80 g/t de moussant	73,2	58,4	85

20

Revendications

- 25 1. Procédé d'enrichissement de l'andalousite présente dans un composé en contenant par séparation d'avec d'autres silicates par flottation pour obtenir un concentré dont la teneur en andalousite est supérieure à 90 %, caractérisé par le fait qu'il comporte au moins les étapes suivantes :
- a) broyage éventuel et mise en pulpe dudit composé contenant de l'andalousite
 - b) pré-conditionnement dudit composé contenant de l'andalousite en maintenant le pH de la phase aqueuse de la pulpe à une valeur inférieure à 3,50, le taux de solide dans la pulpe étant
 - 30 supérieur à 30 % (un chiffre significatif) ;
 - c) conditionnement pendant au moins dix minutes après addition d'un alcoyl sulfonate ;
 - d) dilution éventuelle de ladite pulpe pour l'amener à un taux de solide compris entre 15 et 30 %.
 - e) flottation par barbotage de bulles d'air calibrées de manière connue en soi, la flottation proprement dite durant au plus dix minutes.
- 35 2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé par le fait que l'étape a) de broyage est menée de manière que ledit composé présente un d₈₀ au plus égal à 0,5 millimètre.
3. Procédé selon les revendications 1 et 2 prises séparément, caractérisé par le fait que le pH est régulé pendant les étapes c), d) et e) à la même valeur numérique que pendant l'étape b).
4. Procédé selon les revendications 1 à 3, prises séparément, caractérisé par le fait que pendant l'étape
- 40 b) le pH est maintenu à une valeur inférieure à 3.
5. Procédé selon les revendications 1 à 4, prises séparément, caractérisé par le fait que le taux de solide lors des étapes b) et c) est maintenu à une valeur au moins égale à 50 %.
6. Procédé selon les revendications 1 à 5, prises séparément, caractérisé par le fait qu'il comporte à la suite de l'étape e) l'étape suivante : f) relavage du concentré obtenu à l'étape e).
- 45 7. Procédé selon les revendications 1 à 6, prises séparément, caractérisé par le fait que la quantité d'alcoyl sulfonate utilisée lors de l'étape c) est comprise entre 300 à 1 500 grammes par tonne d'andalousite contenue dans ledit composé.
8. Procédé selon les revendications 1 à 7, prises séparément, caractérisé par le fait que durant l'étape
- 50 c) le pH est maintenu à une valeur inférieure à 3.
9. Procédé selon les revendications 1 à 8, prises séparément, caractérisé par le fait que l'on utilise pour fixer le pH un acide minéral fort choisi dans le groupe des acides sulfurique, nitrique et phosphorique.
10. Procédé selon les revendications 1 à 9, prises séparément, caractérisé par le fait que la température est la température ambiante.
- 55 11. Procédé selon les revendications 1 à 10, prises séparément, caractérisé par le fait que l'on réalise entre les étapes a) et b) une flottation des composés sulfurés ferrifères par des techniques connues en soi et par le fait que l'étape a) de broyage est menée de manière à libérer au moins 60 % desdits composés sulfurés ferrifères.
12. Procédé selon la revendication 11, caractérisé par le fait que la durée de la flottation proprement dite des composés sulfurés ferrifères est égale à 1,1 à 1,5 fois la durée usuelle pour ce genre de composés.
- 60 13. Procédé selon les revendications 1 à 12, prises séparément, caractérisé par le fait que l'on réalise un déschlammage avant l'étape b).
14. Procédé selon la revendication 13, caractérisé par le fait que le déschlammage est réalisé par l'élimination d'au moins 90 % des particules solides inférieures à 50 micromètres.
- 65 15. Procédé selon la revendication 14, caractérisé par le fait que le déschlammage est réalisé par l'élimination d'au moins 95 % des particules solides inférieures à 50 micromètres.

EP 0 323 323 A1

16. Procédé selon les revendications 13 et 14 prises séparément, caractérisé par le fait que le déschlammage est réalisé au moyen de tamis ou d'hydrocyclones.

17. Procédé selon les revendications 1 à 16 prises séparément, caractérisé par le fait qu'il comporte en outre l'étape g) lavage du concentré d'andalousite au moyen d'une solution aqueuse basique.

18. Procédé selon les revendications 1 à 17 prises séparément, caractérisé par le fait que l'on ajoute dans l'une des étapes c) ou d) un agent moussant à une concentration comprise entre 1/20 et 1/10 de kg/t d'andalousite.

5

10

15

20

25

30

35

40

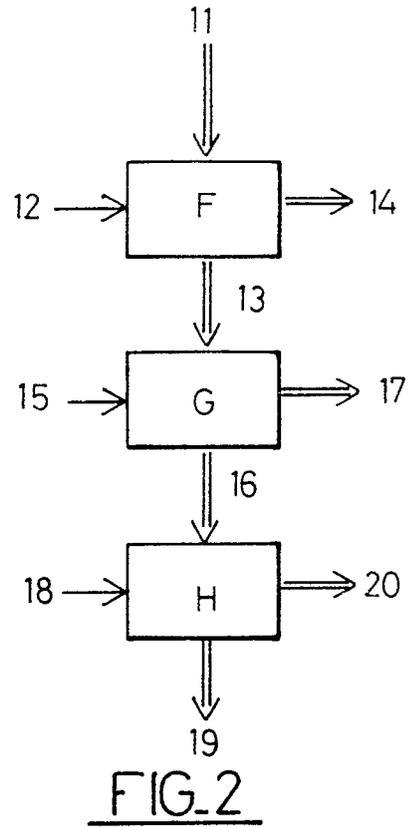
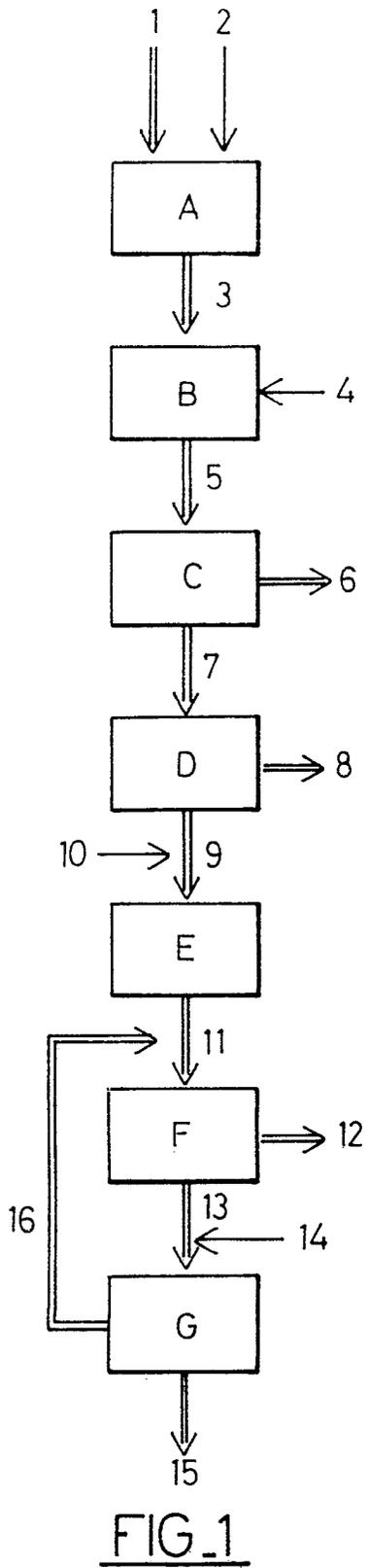
45

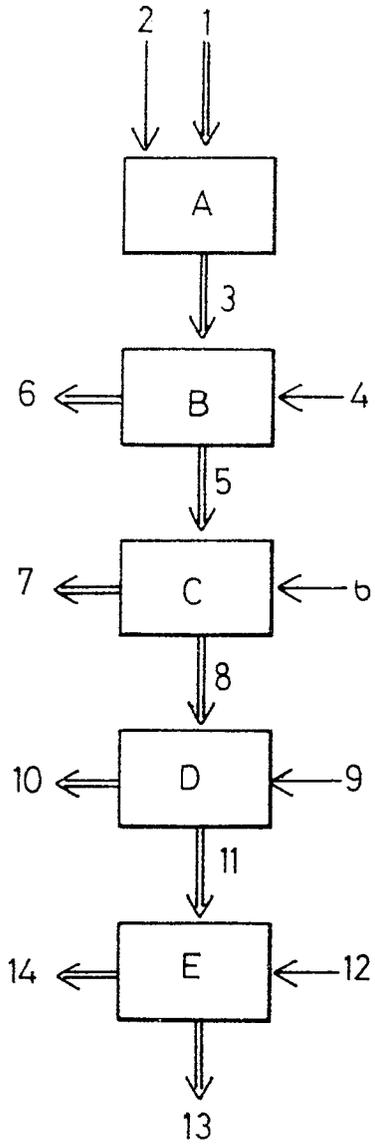
50

55

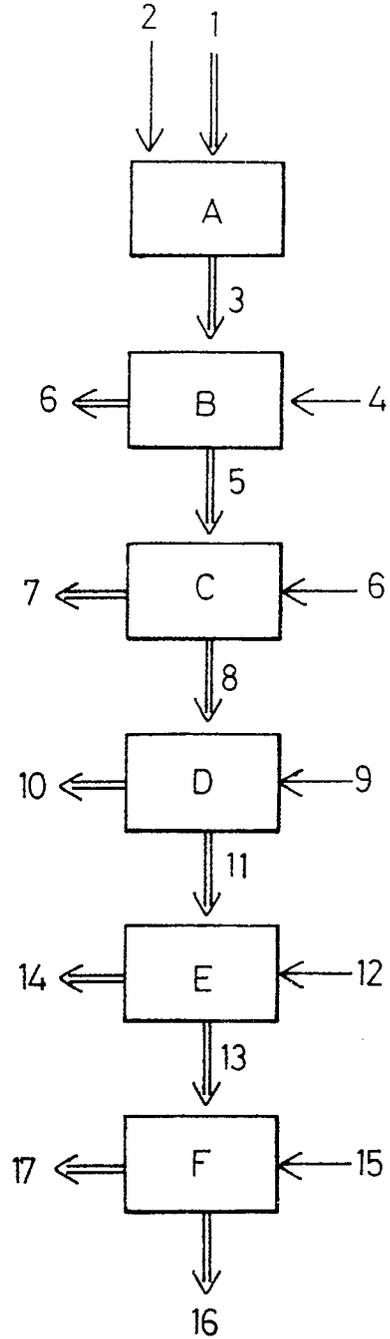
60

65





FIG_3



FIG_4



DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl.4)
A	CHEMICAL ABSTRACTS, vol. 66, no. 5, 30 janvier 1967, page 1990, résumé no. 20617x, Columbus, Ohio, US; A.S. JOY et al.: "Flotation of silicates. I. Proposals for classification according to their flotation response", & INST. MINING MET., TRANS. SECT. C75(712), C75-C80(1966) ---	1	B 03 D 1/02
A,D	TRANSACTIONS OF MINING ENGINEERS, AIME, vol. 244, septembre 1969, pages 283-287, New York, US; J.S. BROWNING: "Flotation of southeastern kyanite ore" * Page 284, colonne de gauche, ligne 21 - page 286, colonne de gauche, ligne 2; figure 1 * ---	1	
A	US-A-3 117 924 (R.E. BAARSON et al.) ---		
A,D	THE CANADIAN MINING AND METALLURGICAL BULLETIN, vol. XLVII, nos 501-512, 1954, pages 27-35, The Canadian Institute of Mining and Metallurgy, Montreal, Quebec, CA; V.A. HAW: "Kyanite in Canada" -----		
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.4)
			B 03 D
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 15-03-1989	Examineur LAVAL J.C.A
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant	