



⑫

**DEMANDE DE BREVET EUROPEEN**

⑳ Numéro de dépôt : **91401179.6**

⑤① Int. Cl.<sup>5</sup> : **B03D 1/02**

㉑ Date de dépôt : **06.05.91**

③⑩ Priorité : **09.05.90 FR 9005777**

④③ Date de publication de la demande :  
**13.11.91 Bulletin 91/46**

⑧④ Etats contractants désignés :  
**AT BE CH DE DK ES FR GB GR IT LI LU NL SE**

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

⑦② Inventeur : **Beuvelet, Jean-Philippe  
9 rue Anatole France  
F-92370 Chaville (FR)  
Inventeur : **Cariou, Florence, née Volpi  
3 Allée des Petits Prés.  
F-78990 Elancourt (FR)  
Inventeur : **Predali, Jean-Jacques  
2 rue Blanquefort  
F-78990 Elancourt (FR)******

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

⑤④ **Procédé d'enrichissement de l'andalousite par flottation.**

⑤⑦ Dans ce procédé, on sépare l'andalousite d'avec une gangue d'un minerai la contenant et contenant également d'autres éléments silicatés, notamment des micas.

Selon l'invention, ce procédé comprend, essentiellement, les étapes suivantes :

a) broyage humide du minerai, de manière à transformer ce minerai en une pulpe de granulométrie donnée,

b) déschlammage de cette pulpe, de manière à n'en conserver qu'une pulpe utile déschlammée,

c) traitement de cette pulpe utile dans une cellule de flottation, ce traitement comprenant les sous-étapes de :

. brassage en présence d'un agent collecteur, puis

. flottation de la masse ainsi brassée, de manière à en séparer une écume, et enfin

. élimination des écumes produites par la flottation,

et

d) récupération, en fond de cellule, d'un concentré final d'andalousite.

La présente invention concerne un procédé d'enrichissement de l'andalousite, qui est une variété particulière de silicate anhydre d'aluminium.

Ce minerai se trouve à l'état naturel dans une gangue contenant également d'autres éléments silicatés, notamment des micas (qui sont des silico-aluminates de potassium, de fer ou de magnésium) et d'autres constituants, en particulier des constituants ferrifères.

Plus précisément, la présente invention concerne un procédé d'enrichissement de l'andalousite par flottation, technique — classique en tant que telle — consistant à séparer le minerai de sa gangue en le broyant finement et en brassant les particules obtenues, en présence d'un additif approprié, dans un flux liquide qui va provoquer une séparation entre les éléments hydrophobes, qui seront récupérés sous forme d'une écume, et les éléments hydrophiles, qui resteront au fond.

Le FR-A-2 625 115, au nom de la Demanderesse, décrit une application de cette technique de flottation à l'enrichissement de l'andalousite.

Le procédé décrit dans ce document antérieur impose cependant un conditionnement préalable de la pulpe, notamment en modifiant substantiellement son pH par addition d'un acide minéral fort puis en la mélangeant à un alcool sulfonate afin que, lors du barbotage dans la cellule de flottation, l'andalousite puisse être entraînée à la surface du bain et récupérée sous forme d'écumes.

Ce procédé antérieur est efficace — il permet notamment de concentrer l'andalousite à une teneur supérieure à 90 % —, mais nécessite un contrôle délicat des paramètres physico-chimiques permettant d'assurer convenablement la séparation de l'andalousite, recueillie en surface sous forme d'écumes, d'avec sa gangue qui devra rester au fond de la cellule.

L'un des buts de la présente invention est de proposer un procédé simplifié d'enrichissement de l'andalousite qui utilise la technique connue de flottation mais qui, en particulier, puisse être mis en oeuvre sans modification ni régulation du pH naturel de la pulpe obtenue après broyage.

Une autre caractéristique de la présente invention tient le fait que, comme on l'exposera par la suite, le minerai d'andalousite n'est plus recueilli en surface du bain de flottation, comme cela est enseigné par le FR-A-2 625 115, mais en fond de cellule, ce qui en facilite la collecte.

A cet effet, le procédé de la présente invention comprend, essentiellement, les étapes suivantes :

a) broyage humide du minerai, de manière à transformer ce minerai en une pulpe de granulométrie donnée,  
 b) déschlammage de cette pulpe, de manière à n'en conserver qu'une pulpe utile déschlammée,  
 c) traitement de cette pulpe utile dans une cellule de flottation, ce traitement comprenant les sous-étapes de :

- . brassage en présence d'un agent collecteur, puis
- . flottation de la masse ainsi brassée, de manière à en séparer une écume, et enfin
- . élimination des écumes produites par la flottation, et

d) récupération, en fond de cellule, d'un concentré final d'andalousite.

L'agent collecteur de la sous-étape de brassage de l'étape (c) n'est, de préférence, introduit qu'en cours de sous-étape, après brassage préalable de la pulpe pure.

Cet agent collecteur peut notamment comprendre un sel d'ammonium quaternaire.

Très avantageusement, l'étape (c) est répétée au moins une fois en retraitant le produit non flotté de l'étape précédente.

Dans ce dernier cas, la dernière itération de l'étape (c) est de préférence réalisée avec une concentration en agent collecteur et/ou une durée de flottation supérieure à celle de l'itération précédente ou des itérations précédentes, la première itération pouvant notamment être réalisée avec une durée de brassage supérieure à celle de l'itération suivante ou des itérations suivantes.

On va maintenant décrire plus en détail trois exemples de mise en oeuvre du procédé de l'invention.

#### Exemple n° 1

Dans ce premier exemple, on introduit le minerai d'andalousite (par exemple une quantité d' 1 kg pour cet essai) à enrichir dans un broyeur à boulets en acier, avec de l'eau en quantité nécessaire pour obtenir une concentration massique en solides de l'ordre de 50 % (typiquement, entre 40 et 70 %).

La charge de boulets est ajustée pour que, après 8 mn de broyage, on obtienne en sortie du broyeur une pulpe dont la granulométrie soit pour 80 % en poids inférieure à 270  $\mu\text{m}$ . On peut ainsi charger un broyeur en acier d'un volume de 10 litres par 56 boulets d'acier de masse totale 11,1 kg.

La pulpe est ensuite déschlammée par passage sur un tamis de maille 63  $\mu\text{m}$  (typiquement 20 - 70  $\mu\text{m}$ , mais avec une quantité aussi faible que possible de fines de moins de 20  $\mu\text{m}$  dans le refus du tamis).

Le passant du tamisage, essentiellement composé de schlamms stériles et riches en fer, est rejeté.

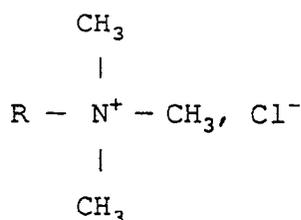
Le refus du tamisage, en revanche, constitue la pulpe utile déschlammée qui est mise par addition d'eau

à une concentration massique en solides de l'ordre de 36 à 37 %, puis introduite dans une cellule de flottation telle qu'une cellule *Minemet H 130* à turbine auto-aspirante tournant à 1900 tours/minute.

La cellule est alors mise en marche de manière à effectuer un brassage d'abord pendant 2 mn de la pulpe seule, puis pendant 5 mn de la pulpe additionnée d'un agent collecteur tel qu'un sel d'ammonium quaternaire dosé à 100 g par tonne de solide (les quantités d'agent collecteur introduites sont déterminées en fonction des concentrations en solides utilisées au cours des différentes étapes de flottation).

On peut notamment utiliser à cet effet le *Noramium MS 50* commercialisé par la société CECA, et dont la formule développée est de la forme :

10



15

R étant un radical alkyl dérivé du suif

D'autres agents de même nature (sels d'amines ou amines), collecteurs du quartz et du feldspath, peuvent également être employés avec succès.

On met en flottation pendant 30 s la masse ainsi brassée, ce qui permet de séparer et récupérer des écumes essentiellement composées de fines de micas blancs et noirs.

La pulpe résultante obtenue après élimination des écumes est à nouveau conditionnée dans la cellule de flottation par brassage pendant 2 mn avec le même collecteur que précédemment, dosé à 100 g/t.

La flottation qui suit, de 30 s également, permet d'éliminer le reste des micas.

Pour finir, on procède à un troisième traitement de la pulpe en la brassant pendant 2 mn avec une dose de 300 g/t de collecteur.

La dernière étape de flottation, d'une durée de 2,5 mn, qui suit ce brassage permet de récupérer la majeure partie de la gangue dans des écumes de bonne tenue.

On remarquera que la flottation se déroule à un pH naturel, compris entre 7 et 9, qui n'a pas besoin d'être modifié ni régulé (bien qu'il soit possible de le faire). On notera par ailleurs que le pH va dépendre du type de collecteur utilisé, les valeurs données ici correspondant au *Noramium* mentionné ci-dessus.

En fin de traitement, on peut récupérer en fond de cellule un concentré final d'andalousite titrant 82,8 %, pour un taux de récupération de 40,4 % par rapport au tout-venant.

Les températures de traitement peuvent être des températures ambiantes (15 à 20°C), qui sont les températures utilisées en général pour la flottation ; on préfère éviter de chauffer la pulpe, ce qui grèverait le coût du traitement.

Le tableau I ci-dessous montre l'évolution des teneurs et des taux de récupération respectifs de l'andalousite, de l'alumine et de l'oxyde ferrique aux différents stades du procédé, à savoir :

- en sortie du broyeur,
- dans les schlamms ayant traversé le tamis,
- au chargement de la cellule de flottation, avant tout conditionnement par celle-ci, et
- en fin de traitement, dans le concentré récupéré en fond de cellule.

45

50

55

Tableau I

	Poids (%)	Teneurs (%)			Récupérations (%)		
		and <sup>te</sup>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	and <sup>te</sup>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
Après broyage	100	66,9	46,2	0,93	100	100	100
Schlamms <63 µm	16,8	-	41,1	1,73	-	15	31,3
Alim. flottation	83,2	-	47,2	0,77	-	85	68,7
Concentré final	32,7	82,8	52,3	0,71	40,4	37	24,9

## Exemple n°2

Ce second exemple montre l'influence de la concentration en solides de la pulpe avant flottation, cette concentration étant ajustée par l'addition d'eau au refus du tamisage, avant chargement dans la cellule.

A cet effet, au lieu d'un pourcentage massique de solides de 36 à 37 %, comme dans le premier exemple, on choisit une valeur de 60 %, correspondant donc à une pulpe beaucoup plus épaisse lors du conditionnement par l'agent collecteur.

Les autres paramètres du traitement, notamment les temps de flottation, les dosages en agent collecteur et le matériel utilisé, sont les mêmes que dans l'exemple n°1.

Les résultats sont donnés par le tableau II ci-dessous, qui est homologue du tableau I de l'exemple n°1.

Tableau II

	Poids (%)	Teneurs (%)			Récupérations (%)		
		and <sup>te</sup>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	and <sup>te</sup>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
Après broyage	100	66,9	46,2	0,93	100	100	100
Schlamms <63 µm	16,8	-	41,1	1,73	-	15	31,3
Alim. flottation	83,2	-	47,2	0,77	-	85	68,7
Concentré final	61	74,6	49,8	0,66	68,1	65,8	43,3

On peut voir, à l'examen de la dernière ligne de ce tableau, que le taux de récupération de l'andalousite a pu être fortement accru, passant de 40,4 % à 68,1 %, au détriment néanmoins de la qualité du concentré d'andalousite, dont la teneur diminue (mais dans des proportions bien moindre : de 82,8 % à 74,6 %).

5 *Exemple n°3*

Ce troisième exemple montre l'influence du broyage sur la qualité du concentré final.

A cet effet, au lieu de charger un broyeur en acier par des boulets d'acier, on charge un broyeur en porcelaine par des boulets de porcelaine. On peut ainsi charger un broyeur en porcelaine d'un volume de 7 litres environ par 52 boulets de porcelaine de massa totale 2,9 kg.

L'eau de broyage est ajoutée au minerai en quantité nécessaire pour donner une concentration massique en solides de 70 %, et la charge de boulets est ajustée pour délivrer en sortie du broyeur, après 50 mn de broyage, une pulpe dont la granulométrie est pour 80 % en poids inférieure à 270 µm (donc avec les mêmes qualités granulométriques que dans les deux exemples précédents).

Le reste du processus est en tout point identique à celui de l'exemple n°2, y compris en ce qui concerne la concentration en solides de la pulpe avant chargement dans la cellule de flottation (pourcentage massique de solides de 60 %).

Les résultats sont donnés par le tableau III ci-dessous, qui est homologue du tableau II de l'exemple n°2.

20

Tableau III

	Poids (%)	Teneurs (%)			Récupérations (%)		
		and <sup>te</sup>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	and <sup>te</sup>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
Après broyage	100	66,9	46,2	0,93	100	100	100
Schlamms <63 µm	16,8	-	41,1	1,73	-	15	31,3
Alim. flottation	83,2	-	47,2	0,77	-	85	68,7
Concentré final	52,4	82,2	53,8	0,5	64,4	61	28,2

On peut voir, à l'examen de la dernière ligne de ce tableau, qu'un broyage par des boulets de porcelaine dans un broyeur en porcelaine améliore de façon notable la qualité du concentré d'andalousite (sa teneur passant de 74,6 % à 82,2 %), avec une légère perte néanmoins en ce qui concerne le taux de récupération (qui passe de 68,1 % à 64,4 %).

On voit ainsi que, dans les conditions de ce troisième exemple, on peut obtenir une qualité de concentré comparable à celle obtenue dans le cas de l'exemple n°1 (82,2 % contre 82,8 %), mais avec un taux de récupération très nettement supérieur (64,4 % contre 40,4 %).

Par ailleurs, le tableau IV ci-dessous indique les différentes teneurs et taux de récupération des oxydes de sodium et de potassium aux différents stades du procédé, à savoir :

- en sortie du broyeur,
- au chargement de la cellule de flottation, avant tout conditionnement par celle-ci, et
- en fin de traitement, dans le concentré récupéré en fond de cellule, pour chacun des trois exemples ci-dessus.

Tableau IV

	Poids (%)	Teneurs (%)		Récupérations (%)	
		Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O
Après broyage	100	0,6	0,4	100	100
Alim. flottation	83,2	0,6	0,38	83,2	79,0
Concentré (Ex.1)	32,7	0,44	0,17	24,0	13,9
Concentré (Ex.2)	61	0,5	0,18	50,9	27,5
Concentré (Ex.3)	52,4	0,52	0,14	45,4	18,3

### 30 Revendications

1. Un procédé d'enrichissement de l'andalousite par séparation de celle-ci d'avec une gangue d'un minerai la contenant et contenant également d'autres éléments silicatés, notamment des micas, procédé caractérisé en ce qu'il comprend, essentiellement, les étapes suivantes :
  - a) broyage humide du minerai, de manière à transformer ce minerai en une pulpe de granulométrie donnée,
  - b) déschlammage de cette pulpe, de manière à n'en conserver qu'une pulpe utile déschlammée,
  - c) traitement de cette pulpe utile dans une cellule de flottation, ce traitement comprenant les sous-étapes de :
    - . brassage en présence d'un agent collecteur, puis
    - . flottation de la masse ainsi brassée, de manière à en séparer une écume, et enfin
    - . élimination des écumes produites par la flottation, et
  - d) récupération, en fond de cellule, d'un concentré final d'andalousite
2. Le procédé de la revendication 1, dans lequel l'agent collecteur de la sous-étape de brassage de l'étape (c) n'est introduit qu'en cours de sous-étape, après brassage préalable de la pulpe pure.
3. Le procédé de la revendication 1, dans lequel l'agent collecteur comprend un sel d'ammonium quaternaire.
4. Le procédé de la revendication 1, dans lequel l'étape (c) est répétée au moins une fois en retraitant le produit non flotté de l'étape précédente.
5. Le procédé de la revendication 4, dans lequel la dernière itération de l'étape (c) est réalisée avec une concentration en agent collecteur plus élevée que pour l'itération précédente ou les itérations précédentes.
6. Le procédé de la revendication 4, dans lequel la dernière itération de l'étape (c) est réalisée avec une durée de flottation supérieure à celle de l'itération précédente ou des itérations précédentes.

7. Le procédé de la revendication 4, dans lequel la première itération de l'étape (c) est réalisée avec une durée de brassage supérieure à celle de l'itération suivante ou des itérations suivantes.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55



Office européen  
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numero de la demande

EP 91 40 1179

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.5)
A	A.F. TAGGART: "Handbook of Mineral Dressing", Section 2, 1945, John Wiley & Sons, New York, US; "Flotation" * Page 126, lignes 15-19 *	1	B 03 D 1/02
A	CHEMICAL ABSTRACTS, vol. 68, no. 4, 22 janvier 1968, page 1451, résumé no. 14972j, Columbus, Ohio, US; H.S. CHOI et al.: "Surface properties and floatability of kyanite and andalusite. I. Correlation between surface properties of aluminium silicate minerals and their crystal structures", & NIPPON KOGYO KAISHI 81, 614-20, CZ 1967(21), Abstr. no. 2296	1	
A	CHEMICAL ABSTRACTS, vol. 69, no. 19, 4 novembre 1968, page 7389, résumé no. 78830q, Columbus, Ohio, US; D. WATSON et al.: "Some factors affecting the limiting conditions in cationic flotation of silicates", & INST. MINING MET., TRANS./SECT. C 1968, 77 (June), C57-C60	1	
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. C 75(712), C75-C80(1966)	1	
A,D	FR-A-2 625 115 (DAMREC) * Revendication 1 *	1	
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 11-07-1991	Examinateur LAVAL J.C.A
<p>CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES</p> <p>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</p> <p>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  .....  &amp; : membre de la même famille, document correspondant</p>			

EPO FORM 1503 03.82 (P0402)