



Année Universitaire : 2011-2012

**Master Sciences et Techniques GMP
Génie des Matériaux et des Procédés**

**MEMOIRE DE FIN D'ETUDES
Pour l'Obtention du Diplôme de Master Sciences et Techniques**

Titre

**OPTIMISATION DES PARAMETRES DE LA FLOTTATION DES MINERAIS
SULFURES (CAS DE LA BLENDE)**

Présenté par:

DINGUEMBEYE YALNGAR

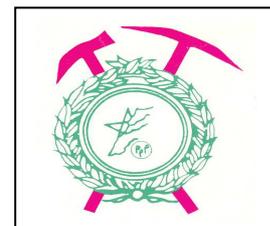
Encadré par:

**ABIDI ABDELMOUGHIT (IMM Marrakech)
CHAOUQI MOHAMMED (FST Fès)**

Soutenu Le 23 Juin 2012 devant le jury composé de:

- Pr. M. CHAOUQI**
- Pr. L. HAMEDI**
- Pr. N. IDRISSE KANDRI**
- Pr. A. OULMEKKI**

**Stage effectué au : Laboratoire de Minéralurgie et
Valorisation de minerais (Marrakech)**





2011/2012

Master Sciences et Techniques : Génie des Matériaux et des Procédés

Nom et prénom: DINGUEMEBEYE YALNGAR

Titre: OPTIMISATION DES PARAMETRES DE LA FLOTTATION DES MINERAIS SULFURES (CAS DE LA BLENDE).

Résumé

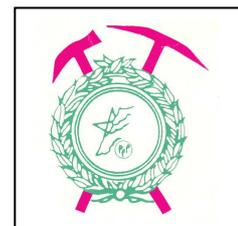
La flottation est un procédé de concentration très répandu qui implique d'importants coûts d'opération. La principale contribution à ces coûts est liée à la consommation des réactifs qui fait l'objet de constants efforts d'optimisation.

Ce projet évalue l'effet des paramètres sur la performance de la flottation de la blende. Il vise la recherche de condition optimale d'ébauchage (pH, collecteur, activant) qui consiste à ajouter des faibles quantités de réactifs lors de la flottation.

Des essais de la flottation réalisés au laboratoire avec des échantillons de minerais de blende montrent le pouvoir de la méthode.

Les résultats de quelques essais effectués au laboratoire permettent d'adopter une nouvelle stratégie d'optimisation pour permettre de diminuer la consommation en réactifs.

Mots clés: flottation, sulfures, blende, optimisation, minerais





REMERCIEMENTS

Ce rapport a été réalisé au Laboratoire de Minéralurgie et valorisation de minerais de l'Institut des Mines de Marrakech(I.M.M) grâce au soutien de tout le personnel de cette institution et en collaboration avec la Compagnie Minière de Guemassa(C.M.G).

Je tiens à remercier très chaleureusement mes encadrants :

Mr **ABDELMOUGHIT Abidi**, directeur des études de l'institut des mines de Marrakech, et Mr **MOHAMMED Chaouqi**, professeur à la faculté des sciences et techniques de Fès, pour leur conseil, leur disponibilité, leur patience et leur courage qu'ils ont démontrés tout au long de ce travail, qu'ils trouvent dans ce mémoire l'expression de toute ma gratitude.

Je remercie Mr **EL AMARI Khalid**, professeur à la faculté de sciences et techniques de Marrakech pour sa large contribution à la réalisation de ce travail, qu'il trouve dans ce mémoire toute ma satisfaction.

Je tiens à remercier Mr **Bacaoui** et Mr **Ayaacoubi** pour mon intégration au laboratoire de chimie appliquée, leur soutien à la réalisation des analyses, ainsi qu'à la rédaction de la partie expérimentale, qu'ils soient honorés dans ce travail.

Je remercie les membres du jury à savoir Messieurs **M. Chaouqi**, **N. Idrissi Kandri**, **L. Hamedi** et **A. Oulmekki** de leur présence et d'avoir accepté l'évaluation de ce travail.

Enfin, je remercie tous mes amis, collègues, et à toutes les personnes qui de prêt ou de loin ont contribué à l'aboutissement de ce travail.



DEDICACES

Je dédie ce travail à :

- Mes parents ;
- Mes oncles et tantes ;
- Ma grand- mère (Tadjim Anne) ;
- Tous mes frères et sœurs ;
- Tous ceux qui me sont chers ;
- En mémoire de mes grands parents (Daniel NGARO et Jean MBAITOUDDJI) et ma grand-mère.





SOMMAIRE

Lexique et abréviations	
Liste des tableaux et figures	
Introduction :.....	1
PARTIE I :ETUDES THEORIQUES	2
CHAPITRE I : GENERALITES SUR LA FLOTTATION DES MINERAIS	3
I-PRINCIPE DE LA FLOTTATION	3
II-REACTIFS DE LA FLOTTATION	4
II-1 Le collecteur.....	4
II-2 Les Moussants.....	6
II-3 Les activants.....	6
II-4 Les déprimants.....	6
III- LES TECHNIQUES DE LA FLOTTATION	7
III-1 La flottation au laboratoire.....	7
III-2 La flottation à l'échelle pilote.....	7
III-3 La flottation à l'échelle industrielle.....	8
IV- THERMODYNAMIQUE DE LA FLOTTATION	9
IV-1 Point de charge nulle PZC (Point of Zero Charge) et point isoélectrique (PIE).....	10
IV-2 Le potentiel zêta.....	10
V- LES FACTEURS INFLUENCANTS LE PROCESSUS DE LA FLOTTATION	11
V-1 Préparation de la pulpe.....	11
a) La maille de libération.....	11
b) La granulométrie adéquate.....	11
c) Le conditionnement de la pulpe.....	11
V-2 Effet de la granulométrie fine sur la flottabilité des particules.....	11
V-2-1 Probabilité de flottation.....	12
V-2-2 La probabilité de collision.....	12
V-2-3 La probabilité d'adhésion.....	12
V-2-4 Probabilité de détachement.....	13
V-3 Effet de l'hydrodynamisme du milieu de séparation.....	13



V-4 Effet d'entraînement	13
CHAPITRE II- LES PLANS D'EXPERIENCES.....	15
I-1 Définition.....	15
I-2 Objectif.....	15
I-3 Méthodologie de surface de réponse.....	15
I-3-1 Notion de courbe d'iso réponse.....	15
I-3-2 Les modèles mathématiques.....	16
I-3-3 Validation du modèle.....	16
I-4 Plan de Doelhart.....	17
PARTIE II ETUDE EXPERIMENTALE.....	18
SUBSTITUTION DE L'AMYLE XANTHATE PAR LE DI-ISOBUTYL DITHIOPHOSPHINATE(A3418)/OPTIMISATION DES PARAMETRES.....	19
I-POSITION DE LA PROBLEMATIQUE.....	19
Présentation du circuit de flottation de la CMG	19
a) Circuit de flottation du plomb.....	20
b) Circuit de flottation de la chalcopryrite	20
c) Circuit de flottation de la blende.....	21
II- Matériel et methodes :.....	21
II-1 Matériel	21
II-2 La méthodologie expérimentale :.....	21
II-3 La méthodologie de surface de réponse	22
II-4 Essais effectués :	22
II-5 Etude de plan de surface.....	25
II-6 Analyse de la variance :	27
II-7 Analyses et interprétations des resultats.....	27
II-8 Synthèse des résultats.....	37
II-9 Fonction de désirabilité	38
CONCLUSION GENERALE.....	44
Références bibliographiques :	45
ANNEXES	48



LEXIQUE ET ABREVIATIONS

MRE : Méthodologie de la Recherche Expérimentale

MIBC : Méthyle Iso Butyl Carbinol (moussant)

A3418 : Aérophine 3418 (collecteur)

PZC: Point Zero Charge (point de charge nulle)

PZNPC: Point of Zero Net Proton Charge

PIE: Point Iso Electrique

PC: Plan de Cisaillement

ZnS : la blende ou sphalérite

P_f : la Probabilité de Flottation.

P_c : la Probabilité de Collision bulle-particule.

P_a : la Probabilité d'Attachement bulle-particule.

P_s : la Probabilité de Stabilité de l'agrégat bulle-particule.

Pb : plomb

Cu : cuivre

Zn : zinc

Rm : rendement métal

Alim : alimentation

Reconst : reconstitué

CMG : compagnie minière de guemassa



LISTE DES TABLEAUX ET FIGURES

Figure1: Cellule de flottation sub aérée Denver Sala Sub-A.....	4
Figure2 : exemple de circuit de flottation pour un seul produit.....	8
Figure3 : angle de contact pour un système solide-liquide-gaz.....	9
Figure4 : flottation de la galène(PbS).....	20
Figure5 : flottation de la chalcopirite(CuFeS ₂).....	20
Figure6 : flottation de la blende(ZnS).....	21
Figure 7 : A3418=f(CuSO ₄) avec pH=11.....	27
Figure 8 : pH=f(A3418) avec CuSO ₄ fixe (325g/t).....	28
Figure 9 : pH=f(CuSO ₄) avec A3418 fixe (65g/t).....	29
Figure 10 : A3418=f(CuSO ₄) avec pH fixe (PH=11).....	30
Figure 11 : pH=f(A3418) avec CuSO ₄ fixe (325g/t).....	31
Figure 12 : pH=f(CuSO ₄) avec A3418 fixe (65g/t).....	32
Figure 13 : A3418 =f(CuSO ₄) avec pH fixe (pH=11).....	33
Figure 14 : pH=f(CuSO ₄) avec A3418 fixe (65g/t).....	34
Figure 15 : pH =f(A3418) avec CuSO ₄ fixe (325g/t) :.....	34
Figure 16 : A3418=f(CuSO ₄) avec pH fixe (pH=11):.....	35
Figure 17 : pH=f(CuSO ₄) avec A3418 fixe (65g/t):.....	36
Figure 18: pH=f(A3418) avec CuSO ₄ fixe (325g/t):.....	37
Figure 19 : fonction de désirabilité élémentaire de la réponse (Y ₁).....	39
Figure 20 : Fonction de désirabilité élémentaire de la réponse (Y ₃).....	40
Figure 21 : Fonction de désirabilité élémentaire de la réponse (Y ₄).....	40
Figure 22 : Variation de la désirabilité dans le plan : (CuSO ₄ , A3418), facteurs fixes : pH=11.9.....	41
Figure 23 : Variation de la désirabilité dans le plan : (CuSO ₄ , pH), facteurs fixes : A3418 = 40g/t.....	41
Figure 24 : Variation de la désirabilité dans le plan : (A3418, pH), facteurs fixes: CuSO ₄ = 200g/t.....	42
Tableau N°1 : principaux collecteurs des minéraux sulfurés.....	5
Tableau N°2 : Les moussants utilisés en flottation des minerais sulfurés.....	6



Tableau N°3 : Les différentes quantités de réactifs à ajouter pour le conditionnement de la pulpe.....	23
Tableau N°4 : le rendement métal et teneur de chaque élément.....	24
Tableau N°5 : variables.....	25
Tableau N°6: matrice d'expérience.....	26
Tableau N°7 : la variance des réponses.....	27



INTRODUCTION

La flottation demeure l'un des procédés de traitement les plus utilisés dans l'industrie minière durant ces dernières décennies à cause de son importance, sa simplicité et son faible coût énergétique.

Cependant ce procédé nécessite des quantités énormes d'eau, l'exploitation minière de façon générale affecte les réserves d'eau douce par l'utilisation d'eau destinée au traitement du minerai et par la pollution générée lors des décharges d'effluents.

Le but de ce travail est la recherche de condition optimale de flottation de la blende à l'échelle du laboratoire et de conclure par la suite sur les effets des différents paramètres sur la performance de la flottation.

Pour parvenir à cette fin, nous ferons recours à la Méthodologie de Recherche Expérimentale qui nous servira à mieux élaborer nos essais aux laboratoires et à traiter les résultats des analyses avec plus d'efficacité.

Par ailleurs, pour répondre à ces questions liées à la flottation, deux parties seront traitées dans ce rapport :

La première partie de ce mémoire sera réservée à l'étude théorique qui permet de cibler la problématique de la flottation, ainsi que l'identification des intervenants dans ce processus de séparation. Elle traite également de la performance de la flottation ainsi que des équipements de ce processus.

La Méthodologie de recherche expérimentale nous sera d'une grande utilité pour la résolution de ces questions et servira comme outil principal pour l'optimisation des choix d'essai et à leur enchainement au cours de l'expérimentation. Elle permettra de définir en n'importe quel point du domaine expérimental d'intérêt la valeur d'une ou plusieurs réponses expérimentales.

La deuxième partie sera consacrée aux essais au laboratoire sur la substitution de l'amyle xanthate par le di isobutyl dithiophosphate (3418A).



PARTIE I : ETUDES THEORIQUES

- **GENERALITES SUR LA FLOTTATION DES MINERAIS**
 - **PLANS D'EXPERIENCES**
-



CHAPITRE I : GENERALITES SUR LA FLOTTATION DES MINERAIS

I- PRINCIPE DE LA FLOTTATION

La croissance industrielle durant le XX^{ème} siècle a nécessité des quantités considérables des métaux et de ce fait, la mise en œuvre des procédés compatibles avec le traitement de masses rocheuses énormes [1].

La flottation est une technique de séparation et d'enrichissement des minerais basés sur leurs propriétés de surface dans une solution aqueuse et en présence d'air. Cette technique permet de différencier les minerais hydrophiles et hydrophobes.

Le principe de la flottation des minerais est le suivant : les particules solides sont mises en suspension par agitation dans l'eau après qu'un broyage humide, plus ou moins poussé ait libéré de la gangue de l'espèce minérale valorisable.

Ce mélange solide-eau (ou pulpe) est conditionné avec un réactif chimique appelé **collecteur**, dont le rôle est de rendre hydrophobe la surface du minerais à flotter. La pulpe ainsi conditionnée est introduite dans des réacteurs munis d'agitateurs aérés (cellule de flottation), d'injecteurs d'air (colonne de flottation) ou d'électrodes (électro filtration) générant des bulles d'air et les dispersants.

Les particules rendues hydrophobes se fixent à la surface des bulles qui constituent un vecteur de transport grâce à leur mouvement ascensionnel vers la surface libre de la pulpe. On obtient ainsi une mousse surnageante chargée en solides appelées **écumes**.

La taille des bulles et la durée de vie de la mousse sont modulées par l'addition d'un moussant.

On peut donc définir plusieurs opérations élémentaires lors du processus de flottation :

- Conditionnement des surfaces des solides par des modificateurs de l'adsorption du collecteur ;
- Adsorption du collecteur sur la surface d'un solide déterminé ;

- Contact entre les particules solides et les bulles d'air ;
- Transport de l'ensemble bulles-particules vers la surface de la pulpe ;
- Formation et récupération de l'écume.

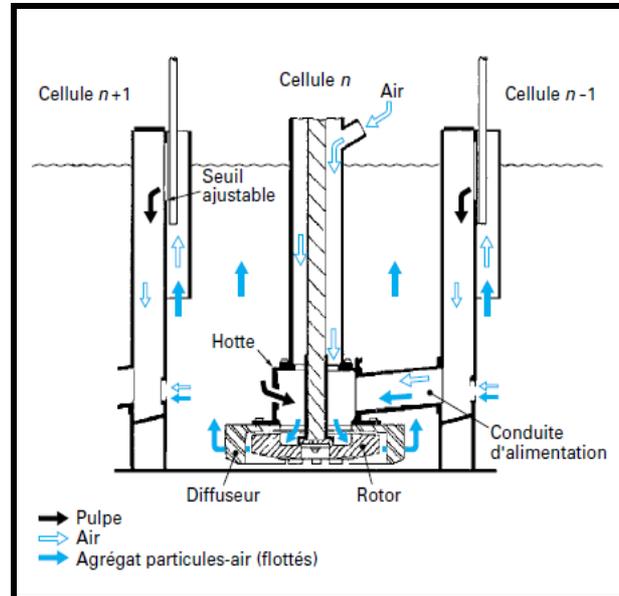


Figure 1: Cellule de flottation sub aérée Denver Sala Sub-A

II- REACTIFS DE LA FLOTTATION

Les réactifs de la flottation représentent une partie importante des coûts du processus de traitement, et sont utilisés à différentes étapes du procédé pour assurer la séparation. L'ajout de ces réactifs dépend de la nature et de la composition du minerai à traiter.

II- 1 Le collecteur

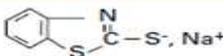
C'est un agent tensioactif (surfactant), constitué par au moins une chaîne hydrocarbonée et une tête polaire, qui peut comporter un ou plusieurs groupes salifiant facilement ionisables. Son rôle est de rendre hydrophobe la surface du minerai à flotter.

Les collecteurs généralement utilisés dans les processus de flottation sont des tensioactifs qui s'adsorbent à la surface des minerais utiles par formation des liaisons Vander Waals ou des liaisons électrostatiques [3].



Dans le cas de la flottation des sulfures, les collecteurs utilisés appartiennent à la famille des thiols dont les principaux sont présentés dans le tableau 1.

Tableau N°1 : principaux collecteurs des minéraux sulfurés

Collecteur	Formule	pH de mise en œuvre
Alkyldithiocarbonates (xanthates)	$\text{R}-\text{O}-\text{C} \begin{array}{l} \text{S} \\ \text{S}^-, \text{K}^+ \end{array}$	8-13
Dialkyldisulfures (dixanthogène)	$\text{R}-\text{O}-\text{C} \begin{array}{l} \text{S} \\ \text{S} \end{array} \text{S} \begin{array}{l} \text{S} \\ \text{S} \end{array} \text{C}-\text{O}-\text{R}$	1-11
Dialkyldithiophosphates	$\text{R}-\text{O}-\text{P} \begin{array}{l} \text{S} \\ \text{S}^-, \text{K}^+ \end{array}$	4-12
Dialkyldithiocarbamates	$\text{R} \begin{array}{l} \text{R} \\ \text{N} \end{array} -\text{C} \begin{array}{l} \text{S} \\ \text{S}^-, \text{K}^+ \end{array}$	5-12
Isopropylthionocarbamate	$(\text{CH}_3)_2 - \text{CH} - \text{O} - \text{C} \begin{array}{l} \text{S} \\ \text{N} \end{array} \begin{array}{l} \text{H} \\ \text{C}_2\text{H}_5 \end{array}$	4-9
Mercaptobenzothiazole		4-9

Adsorption du collecteur sur les sulfures : cas de la sphalérite

L'analyse bibliographique concernant la flottation de la sphalérite a mis en évidence les points suivants :

- La sphalérite n'est pas un minerai qui réagit comme n'importe quel minerai sulfuré.
- La sphalérite possède un fort risque de dissolution, le zinc est un élément très mobile (Précipitation sous forme d'hydroxyde à haut pH [10,5 – 11]). [4]
- La sphalérite est un minerai qui ne possède d'affinité avec aucun collecteur; il a besoin qu'on modifie sa surface pour flotter.



-
- La surface de la sphalérite est couverte d'hydroxyde de zinc entre pH 6,5 et 8,5[5].
 - La granulométrie d'un minerai, en particulier la sphalérite influence la flottation; les fines inférieures à 20 microns sont plus difficilement flottables [6].
 - Les ions Cu^{2+} , Fe^{2+} et Ca^{2+} activent la flottation de la pyrite seule. Tous ces ions accélèrent la formation du dixanthogène. De plus, l'ion Cu^{2+} favorise la chimisorption du xanthate par formation de xanthate de cuivre [7].



II-2 Les Moussants

Ce sont des tensioactifs qui s'adsorbent à l'interface liquide-air pour diminuer la tension superficielle et participer à la stabilité des bulles d'air. Ils appartiennent aux familles des **alcools** et des **polyéthers**.

Tableau N°2 : Les moussants utilisés en flottation des minerais sulfurés.

Moussant	Ajout typique (g/t)
MIBC	2,5-250
L'huile de pin	5-150
Acide crésylique	5-180

II-3 Les activants

Les activants sont des réactifs qui facilitent la fixation du collecteur sur la surface des particules solides, on peut distinguer comme activant des sulfures, les agents conditionneurs (chaux, carbonates de soude, silicate de soude) et les cations métalliques en solution.

Les principaux activants de la sphalérite sont les ions Cu^{2+} , Pb^{2+} et Ag^+ . Toutefois, certaines tendances apparaissent concernant l'activation de la sphalérite par le cuivre II.

L'activation par le sulfate de cuivre (CuSO_4) aboutit à une substitution entre Cu^{2+} , qui se retrouve dans la structure de la sphalérite (ZnS) et l'ion Zn^{2+} qui se remet en solution [8].

La réaction de surface pourrait s'apparenter à celle d'un échange ionique.



Cet échange se fait sur une épaisseur de 5nm en surface de ZnS et aboutirait à un équilibre $\text{Zn}^{2+}/\text{Cu}^{2+}$. Cette activation permet d'atteindre une récupération de 80% de la sphalérite quel que soit le pH. Cependant, autour de $\text{pH}=8.5$, une trop forte concentration en ion cuivre (Cu^{2+}) déprimerait la sphalérite par adsorption de $\text{Cu}(\text{OH})_2$ en surface [9].

II-4 Les déprimants

Les déprimants sont des réactifs qu'on peut ajouter à la pulpe pour déprimer de façon sélective une espèce minérale afin de l'empêcher de flotter. Les déprimants sélectifs des sulfures



sont des sels organiques. On peut donner quelques principes généraux sur la dépression des sulfures car les possibilités sont nombreuses et dépendent de cas particulier.

- Une oxydation poussée et sélective de certains sulfures dont la surface est transformée en un composé oxydé, est un moyen de les déprimer. [2]
- Les composés de surfaces métal-thiol peuvent être détruits à pH très acide.
- Il est possible, dans le cas de la pyrite, de bloquer la réaction de formation du composé métal-thiol, ce qui revient à déprimer la pyrite. [2]

III- LES TECHNIQUES DE LA FLOTTATION

III-1 La flottation au laboratoire

La flottation à l'aide d'une cellule de laboratoire (cellule Denver) est un procédé discontinu. On doit dans un premier temps broyer le minerai en présence d'eau et ensuite transférer le mélange dans la cellule. Les réactifs sont ajoutés et le mélange pulpe-réactif est conditionné pour une période de temps prédéfinie. L'injection d'air permet d'amorcer la flottation. Ensuite vient la phase de flottation qui permet de récupérer à la fin le concentré.

Généralement ses études menées au laboratoire permettent la détermination des paramètres de marche et le choix des réactifs. Ce qui permet de fixer les ordres de grandeur des concentrations de réactifs. Parmi les paramètres étudiés à l'échelle du laboratoire on cite : le temps de broyage, le pH, la viscosité, les conditions d'ébauchage, etc.

III-2 La flottation à l'échelle pilote

Les résultats des essais de flottation obtenus au laboratoire seront confirmés par les essais pilotes et permettront de déterminer les paramètres de stabilisation et d'optimisation du procédé. Parmi ces paramètres qui gênent la stabilisation du procédé de flottation on peut citer :

- ✓ Les caractéristiques du minerai (teneur, granulométrie, composition minéralogique, propriétés de surfaces, solubilité des espèces, etc.) ou de la qualité d'eau ;
- ✓ Des causes imprévues telles que les pannes ou les difficultés opératoires ;
- ✓ Une analyse poussée de l'influence de chaque paramètre ainsi que les conséquences de toutes fluctuations ;

Pour remédier à ces problèmes, il faut :

- ✓ Une stratégie de commande à partir d'un modèle introduit dans l'ordinateur, fournissant les connaissances nécessaires au pilotage et dictant ses réflexes lors des perturbations ;
- ✓ Un moyen de mesure adéquat qui prélève l'information, et qui constitue un des signaux d'entrée du régulateur ;
- ✓ Un système détecteur d'erreur comparant le signal d'entrée à un signal affiché appelé point de consigne, représentant la valeur désirée du signal de sortie.

III-3 La flottation à l'échelle industrielle

A l'échelle industrielle, la pulpe est alimentée en continu dans des bancs de cellules. Les concentrés sont extraits en continu par débordement de l'écume des cellules et les rejets sont acheminés par gravité aux étapes subséquentes du traitement. Un circuit de flottation industriel est composé de plusieurs regroupements de cellules de flottation en série appelés bancs de cellules. Un banc comporte en général 4 à 8 cellules.

Les étapes d'ébauchage et d'épuisage maximisent la récupération du minéral de valeur. Les concentrés d'ébauchage et d'épuisage récupérés sont acheminés vers l'étape de relavage qui produit le concentré final dont la teneur est acceptable pour la fonderie.

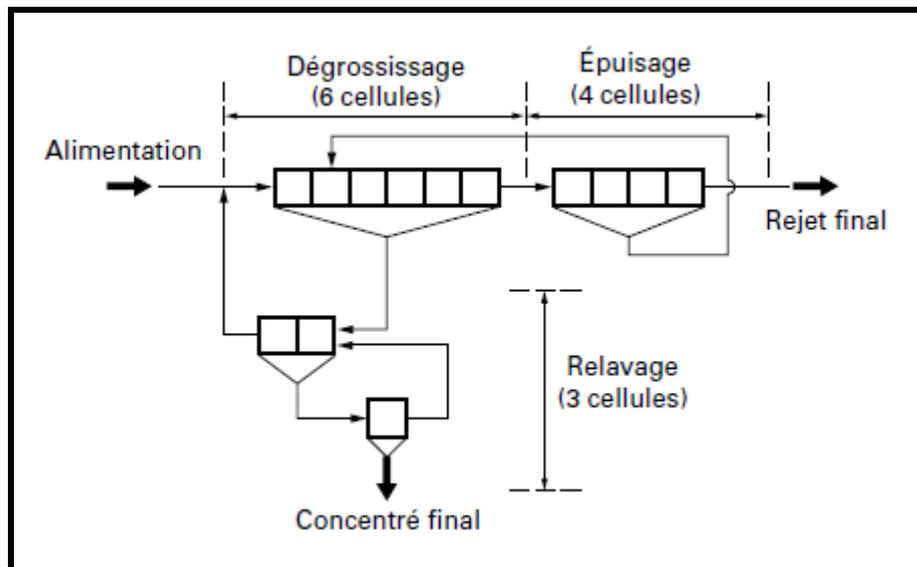


Figure2 : exemple de circuit de flottation pour un seul produit

IV- THERMODYNAMIQUE DE LA FLOTTATION

L'angle de contact est défini comme étant l'angle que fait la surface du solide avec l'interface liquide-gaz au point de contact triple. L'angle est toujours mesuré du côté du liquide. [2].

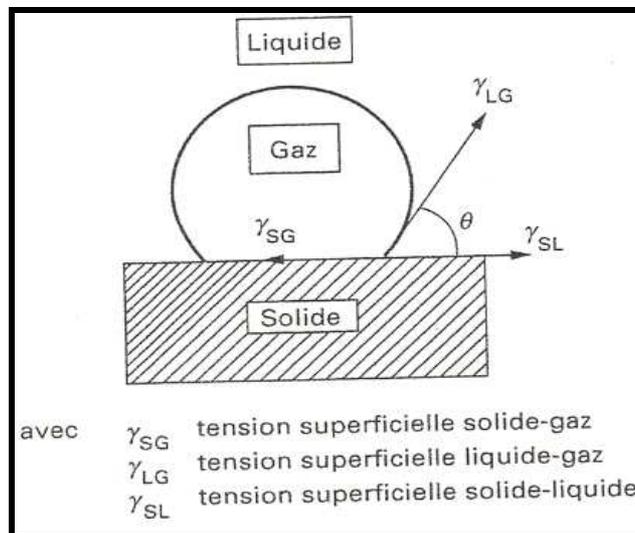


Figure3 : angle de contact pour un système solide-liquide-gaz

Le contact bulle-particule est le facteur clé contrôlant le procédé de flottation par écume. L'équation de Young décrit le système solide-liquide-air à partir des tensions superficielles et de l'angle de contact entre la bulle et le solide. [1] Elle s'écrit :

$$\gamma_{SG} = \gamma_{SL} + \gamma_{LG} \cdot \cos \theta \quad (1)$$

Avec les indices **S**, **L** et **G** pour les solides, liquides et gaz.

L'équation de **Dupré** :

$$\Delta G = \gamma_{SG} - (\gamma_{SL} + \gamma_{LG}) \quad (2)$$



Par combinaison des deux équations on a :

$$\Delta G = \gamma_{LG} (\cos \theta - 1)$$

Toutefois, l'équation de **Young** ne s'applique qu'à un système idéal en équilibre, où tous les effets **gravitaires** et d'**hystérésis** sont absents et l'équation de **Dupré** implique qu'il n'y ait pas d'effets secondaires consommateurs d'énergie tels que la déformation de la bulle. La condition du contact entre bulle et particule est donnée par la relation :

$$\Delta G = \gamma_{SG} - (\gamma_{SL} + \gamma_{LG}) \leq 0$$

Cette équation suppose qu'il n'y a pas de couche liquide entre bulle et particule.

IV-1 Point de charge nulle PZC (Point of Zero Charge) et point isoélectrique (PIE)

Pour beaucoup d'auteurs [10], le **point de charge nulle** (PZC) correspond au pH pour lequel la charge moyenne de surface est nulle. Autrement dit, le PZC correspond au pH où le bilan des protons, H⁺, sorbés et désorbés est nul sans que la charge de surface soit nécessairement nulle.

Ce point peut également être appelé le PZNPC (Point of Zero Net Proton Charge). Le PZNPC, généralement déterminé par titrage acido-basique, peut ne pas correspondre à une charge nulle, soit à cause d'une charge initiale, soit à cause de sorptions spécifiques d'espèces autres que H⁺.

IV-2 Le potentiel zêta

Lorsqu'une particule et un liquide sont en mouvement relatif, seule une partie du liquide contenant les contre-ions est entraînée avec la particule. Les parties mobiles et immobile du liquide sont séparées par un plan appelé le plan de cisaillement (PC).

Le plan de cisaillement découpe l'interface en deux zones. L'accumulation des contre-ions pour compenser la charge de la surface fait que l'électroneutralité n'est pas respectée dans chacune des zones. Lors du déplacement des particules, ceci donne naissance à une différence de potentiel entre le plan de cisaillement et la solution, appelée **potentiel zêta z**.



La position du plan de cisaillement est fonction des propriétés physico-chimiques du milieu.

V- LES FACTEURS INFLUENCANTS LE PROCESSUS DE LA FLOTTATION

V-1 Préparation de la pulpe

L'entrée d'un circuit de flottation est constituée d'une pulpe minérale qui a subi des opérations de préparation mécanique (concassage et broyage) et de conditionnement.

a) La maille de libération

En minéralurgie, la préparation mécanique se fait jusqu'à la maille de libération. Elle est définie comme étant la taille au dessous de laquelle une particule de minerai est parfaitement libérée, c'est-à-dire, constituée uniquement de l'espèce minérale à valoriser.

b) La granulométrie adéquate

Elle consiste à travailler avec des particules solides de dimension appropriée. En effet, pour que des bulles de diamètre compris généralement entre 0,1 et 1 mm puissent entraîner les solides, il faut que ceux-ci soient suffisamment fins, généralement de dimension inférieure à 300 μm .

Cependant, les très fines particules de dimension inférieure à 10-15 μm , ont des difficultés à flotter à cause de leur faible énergie cinétique, insuffisante pour se placer à la surface des bulles, ou de leur court-circuitage par entraînement direct dans les rejets.

c) Le conditionnement de la pulpe

Un bon conditionnement de la pulpe est assuré avec les réactifs (déprimant, activant, collecteur, moussant...) dans des réacteurs agités mécaniquement, appelés conditionneurs. Les



théories classiques du génie des procédés sur les mélangeurs s'appliquent bien pour caractériser cette opération.

V-2 Effet de la granulométrie fine sur la flottabilité des particules

Les difficultés associées aux traitements des fines particules sont :

- Faible probabilité de collision et d'adhésion.
- Contamination de surface des particules (le phénomène d'adagulation).
- Consommation des réactifs.
- Perte de sélectivité.

V-2-1 Probabilité de flottation

Indépendamment de la taille des particules, la probabilité de flottation d'une particule est donnée par l'équation : [11].

$$P_f = p_c * p_a * p_s$$

Avec

P_f : la probabilité de flottation.

P_c : la probabilité de collision bulle-particule.

P_a : la probabilité d'attachement bulle-particule.

P_s : la probabilité de stabilité de l'agrégat bulle-particule.

Pour récupérer une particule dans le concentré, il faut satisfaire trois conditions :

- La particule doit entrer en collision avec une bulle d'air.
- Formation d'un agrégat.
- Le brisement de l'agrégat.

V-2-2 La probabilité de collision

Les fines particules possèdent une probabilité de collision inférieure à celle des particules de taille plus importante.

V-2-3 La probabilité d'adhésion



Lorsqu'une particule hydrophobe entre en contact avec une bulle d'air, la rupture du mince film séparant la bulle et la particule nécessite un certain temps qui s'appelle le temps d'induction. Il est fonction des différentes caractéristiques de la particule [12].

Pour qu'il ait adhésion, le temps d'induction doit être inférieur au temps permettant à la particule de glisser hors de la bulle, plus la bulle est grosse, plus le temps d'induction est grand [13].

La probabilité d'adhésion est moindre pour les grosses particules.

V-2-4 Probabilité de détachement

Elle est fonction de :

- ✓ La quantité de collecteur
- ✓ La dimension des bulles d'air
- ✓ Du degré de turbulence

Lorsque l'agrégat bulle-particule est formé avec une bulle de faible dimension, les grosses particules sont plus facilement détachées [14].

La probabilité de détachement augmente avec la taille des particules.

Pour les fines particules, cette probabilité est indépendante de la taille des bulles auxquelles elles sont attachées.

La sélectivité des fines particules

Les particules fines peuvent être flottées en raison d'une adsorption non sélective de réactifs à leur surface. Elles peuvent également être entraînées mécaniquement dans le concentré [15].

V-3 Effet de l'hydrodynamisme du milieu de séparation

L'hydrophobie de la particule a une influence sur l'adhésion d'une particule à une bulle de gaz, plus la particule sera hydrophobe, plus la force d'adhésion à la bulle sera forte.

En effet, la forte agitation du milieu dans lequel se fait la remontée du système bulle-particule peut entraîner le détachement de la particule [16].



L'agitation de la cellule de flottation doit être optimisée, afin d'éviter le détachement des particules, mais de permettre malgré tout la collision entre la bulle et la particule.

V-4 Effet d'entraînement

L'entraînement est considéré comme le principal mécanisme pour la récupération des particules de la gangue dans le concentré de flottation.

Des études menées par [17] ont montré que l'entraînement est significativement lié à la récupération de l'eau et dépend en outre de l'admission de divers paramètres tels que le taux d'aération, de l'épaisseur de la mousse, de la pulpe, de la concentration, de la distribution granulométrique et de la viscosité de la pulpe.

Par ailleurs l'entraînement augmente avec l'augmentation du taux d'aération. On peut distinguer entre autre l'entraînement mécanique et l'entraînement hydraulique.

- L'entraînement mécanique est non sélectif, celui-ci peut devenir tel qu'un concentré de qualité acceptable ne puisse pas être produit. Pour réduire l'entraînement mécanique, il faut ajouter de l'eau de lavage, pour être efficace.
- l'entraînement hydraulique est un facteur contribuant au passage du solide dans le concentré. En général, on admet [18] que l'entraînement hydraulique augmente quand la taille des particules diminue [19].





CHAPITRE II : LES PLANS D'EXPERIENCES

I-1 Définition

La méthodologie des plans d'expériences correspond à une série d'essais définis à partir d'une stratégie optimale permettant la prédiction d'une réponse avec le minimum d'erreurs et un minimum d'essais sur la base d'un modèle postulé.

Selon la norme ISO 3534-3 : les plans d'expériences constituent essentiellement une planification d'expériences afin d'obtenir des conclusions solides et adéquates de manière efficace et économique.

I-2 Objectif

L'objectif principal de cette méthode peut être résumé par la devise : « obtenir un maximum d'information en un minimum d'expériences ».

Une autre vision du problème est la recherche de variations simultanées pour toutes les variables contrôlées afin, une nouvelle fois, d'extraire un maximum d'information en un minimum d'essais. Une telle problématique est primordiale dans le milieu industriel où minimiser le nombre d'expériences à réaliser est synonyme de gain de temps et de productivité.

I-3 Méthodologie de surface de réponse

Dans tout problème d'optimisation il intervient, deux catégories de variables :

- ✓ Les variables opératoires (X) appelées facteurs. Ces facteurs doivent être de nature quantitative (pH, température,..) et il doit être possible de les faire varier à volonté (facteurs contrôlés) dans les limites permises par l'expérimentateur.
- ✓ La réponse (Y) dite aussi fonction de réponse.

Ce doit être aussi une variable quantitative, c'est elle qui sera dite optimisée. La dénomination « fonction de réponse » indique que Y doit dépendre des valeurs X prises par les variables opératoires.

I-3-1 Notion de courbe d'iso réponse

Les courbes d'iso réponse sont les projections sur le plan (OX_1X_2) de la surface de réponse représentant la variation de Y en fonction de X_1 et X_2 dans l'espace à trois



dimensions. Notons que cette notion de surface de réponse se généralise pour un nombre de facteur supérieur à 2.

Le principe de toutes les méthodes d'optimisation consiste à explorer cette surface de façon à localiser un éventuel extremum dans un domaine expérimental donné.

I-3-2 Les modèles mathématiques

Les modèles utilisés appartiennent tous au modèle linéaire, ce qui signifie que les coefficients a_i et a_{ij} de l'équation interviennent au premier degré. Ce modèle peut être du 1^{er} ou 2^{ème} degré en X.

I-3-3 Validation du modèle

- **La variance**

La variance d'un ensemble de valeurs est égale à la somme des carrés des écarts par rapport à la valeur moyenne, divisée par le nombre de valeurs si la moyenne est connue, mais divisée par le nombre de valeurs moins une si la moyenne est estimée à partir de l'ensemble des valeurs. Le diviseur est appelé : nombre de degrés de liberté.

Soient :

Y : Vecteur colonne des réponses expérimentales y_i

b^* : Vecteur colonne des estimations des coefficients du modèle

X : matrice du modèle

La variance S^2 n'est généralement pas connue mais nous pouvons en calculer une estimation

$$\boxed{SCE = (Y - X b^*)' (Y - X b^*)}$$

$$\boxed{SCT = Y' Y}$$

$$\boxed{SCT = SCE + SCR}$$

SCE : Somme des Carrés des Écarts

SCT: Somme des Carrés Totaux

SCR : Somme des Carrés due à la Régression



Posons: $MSCE = SCE/(N-p)$

$$MSCR = SCR/p$$

MSCE est une estimation non biaisée de la variance S^2

Espérances mathématiques: $E [MSCE] = S^2$

$E [MSCR] = (b' X' X b/p) + S^2$

Hypothèse nulle : H_0 ; $b = 0$

Si l'hypothèse est vraie, nous avons deux estimations indépendantes de la variance : S^2

$E [MSCE] = S^2$ avec $(N-p)$ degrés de liberté,

$E [MSCR] = S^2$ avec p degrés de liberté,

Tests d'hypothèse :

1) Signification du modèle

H_0 : hypothèse nulle

H_0 pas de lien significatif entre X et Y

Alors la $V_{reg} = V_{rés}$

H_0 accepter $\rightarrow P > \alpha$

Sinon $P < \alpha \rightarrow V_{reg} > V_{rés}$

R : coefficient de corrélation

R^2 tend vers 1 ceci signifie que la qualité descriptive du modèle est satisfaisante en plus le R^2 nous prouve que le modèle est bien ajusté.

2) La validité du modèle

La représentation graphique des résidus montre que la distribution des résidus par rapport aux valeurs prédites suit une loi normale.

I-4 Plan de Doehlert

La caractéristique principale des plans de Doehlert est d'avoir une répartition uniforme des points expérimentaux dans l'espace expérimental. Tous les points sont à la même distance du centre du domaine expérimental et sont situés sur le cercle trigonométrique. Ils forment un hexagone régulier. La matrice d'expériences se construit en prenant les coordonnées de chaque point expérimental.



PARTIE II
ETUDE EXPERIMENTALE



SUBSTITUTION DE L'AMYLE XANTHATE PAR LE DI-ISOBUTYL DITHIOPHOSPHINATE(A3418) /OPTIMISATION DES PARAMETRES

I- POSITION DE LA PROBLEMATIQUE

Au niveau de la laverie de la mine de Guemassa, la flottation de la sphalérite par le di-isobutyl dithiophosphinate est plus sélective que celle par l'amyle xanthate comme collecteur. Ceci est dû d'une part à la chaîne hydrocarbonée des collecteurs et d'autre part les xanthates de zinc sont relativement solubles dans l'eau comparés aux xanthates des autres métaux lourds [20].

Mais compte tenu que la pulpe alimentant le circuit zinc, de la laverie de Guemassa, est issu de rejet cuivre et contient au préalable de l'amyle xanthate qui a servi comme collecteur à la flottation de Pb-Cu, nous étudierons son effet sur la récupération de la sphalérite et l'eau de recyclage.

Dans cette partie, nous traiterons uniquement la substitution de l'amyle xanthate par le di-isobutyle dithiophosphinate (aérophine 3418A) qui est utilisé comme collecteur de la sphalérite.

- **Présentation du circuit de flottation de la CMG**

La séparation du minerai au sein de la CMG se fait dans trois circuits suivant une flottation différentielle qui commence par la flottation du plomb, suivi du cuivre et enfin celle du zinc. Cet ordre est expliqué du fait que la galène flotte à une maille plus grande que la chalcopryrite et la blende et qu'elle est insensible à l'effet du cyanure.

a) Circuit de flottation du plomb

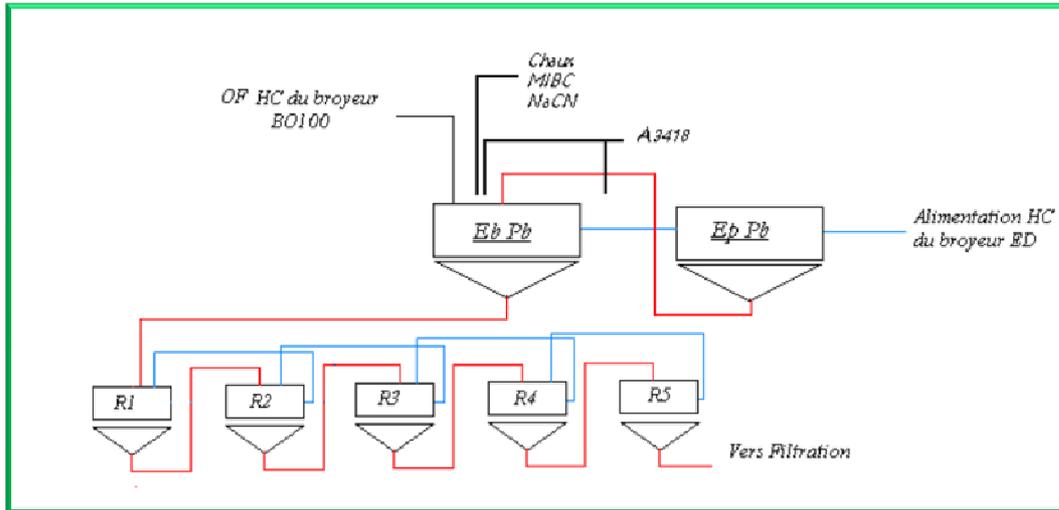


Figure4 : flottation de la galène

b) Circuit de flottation de la chalcoppyrite

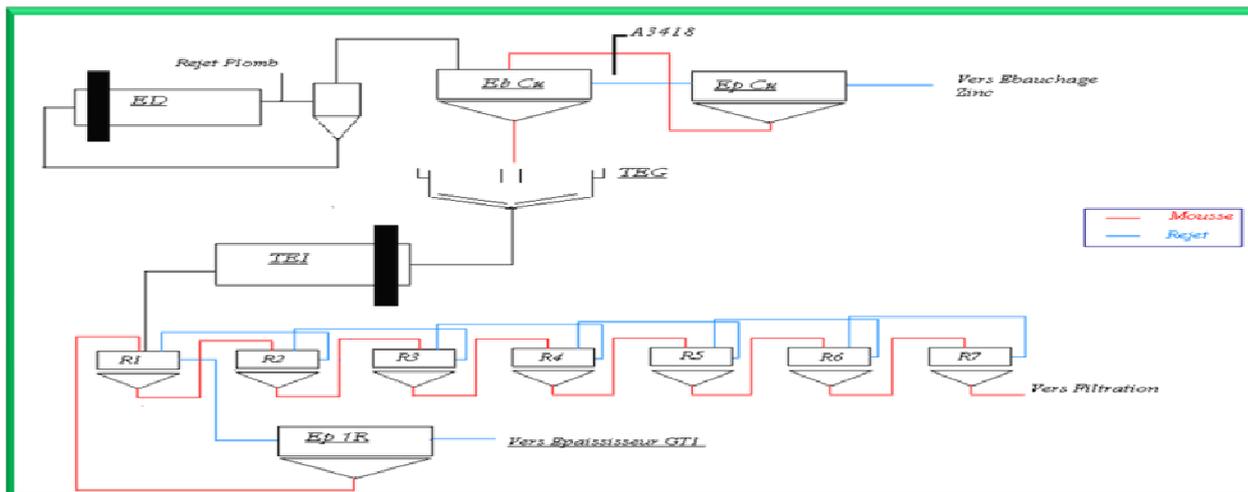




Figure5 : flottation de la chalcopirite(CuFeS_2)

c) Circuit de flottation de la blende

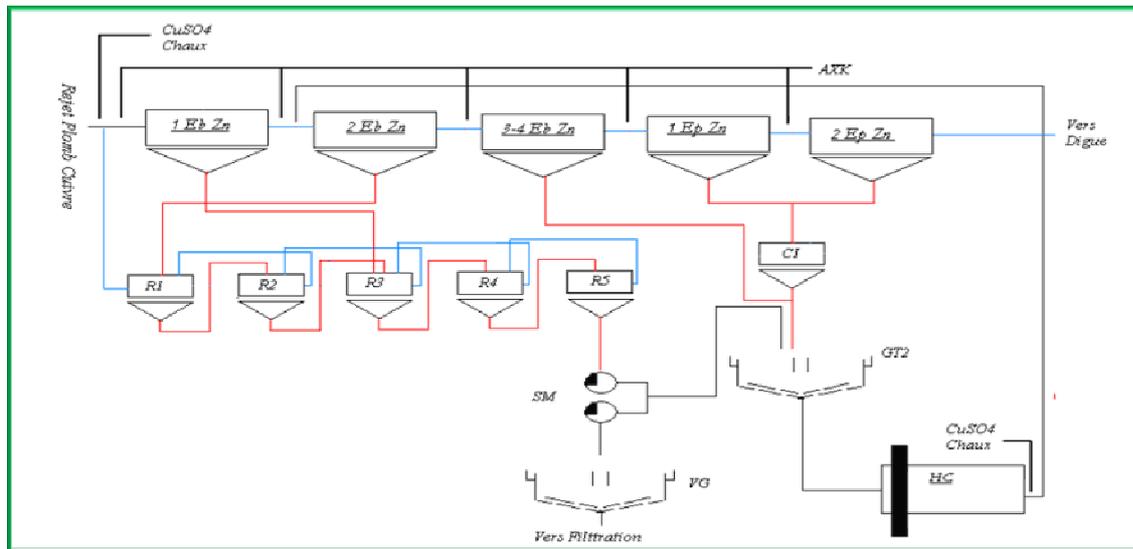


Figure6 : flottation de la blende

II- MATERIEL ET METHODES

II-1 Matériel

Les expériences se font dans des cellules de laboratoire de volume 1500 ml (1.5l) contenant de la pulpe. Les essais se déroulent à température ambiante (25°C) et la cellule est maintenue sous agitation pendant toute la durée d'essai (10 minutes environ).

La préparation des réactifs pour le conditionnement se fait avec le matériel usuel du laboratoire (erlen, bécher, pipette, pissette....) et l'ordre d'ajout et la quantité de réactifs dépend de chaque essai.

II-2 La méthodologie expérimentale

Afin de réaliser les essais de flottation dans les meilleures conditions, nous avons choisi d'utiliser la méthodologie de la recherche expérimentale (MRE).



Cette méthodologie consiste à minimiser le nombre d'expériences sans sacrifier la qualité des résultats.

Elle permet une étude complète de l'influence de tous les paramètres sur un processus donné et de leur optimisation, en recherchant un modèle mathématique simple donnant une bonne représentation du phénomène étudié. [21]

II-3 La méthodologie de surface de réponse

Dans ce travail, nous recherchons une méthode d'optimisation robuste, permettant d'aborder l'optimisation globale, basée sur une évaluation de la fonction coût en un nombre limité de points disposés selon un plan d'expérience.

II-4 Essais effectués

II-4-1 Protocole

Ces essais se déroulent au laboratoire de minéralurgie et valorisation des minerais selon le protocole suivant :

- Echantillon prélevé à l'entrée du circuit zinc ;
- Bien agiter l'échantillon pour le rendre homogène ;
- Le poids pulpe est déterminé par calcul et puis pesé ;
- Une cellule de flottation de laboratoire (DENVER) d'un volume de 1,5L ;
- Mettre la pulpe dans la cellule de flottation ;
- Mettre en marche la cellule ;
- Ajout des différents réactifs pour le conditionnement de la pulpe ;
- Temps de conditionnement de la pulpe : 4min pour chaque essai ;
- Temps de flottation 10min pour chaque essai et pour un intervalle de [0- 30] secondes.

II-4-2 Ordre d'ajout des réactifs

- ✓ CuSO_4 pour l'activation de la blende ;
- ✓ Réglage du pH à une valeur donnée par l'ajout du NaOH ;
- ✓ Ajout du collecteur de la sphalérite : aérophine (A3418)
- ✓ 1 à 2 gouttes de moussant, le MIBC (le méthyle iso butyl carbinol).



Le tableau suivant nous renseigne sur la quantité (masse) et le volume nécessaire des réactifs à prélever pour réaliser chaque essai. Le mode de calcul est présenté dans (Annexe 1)

Essais N° d'expériences	CuSO4 (g/t)			A3418 (g/t)			PH	MIBC		
	masse en (g)	Volume en (ml)			masse en (g)	Volume en (ml)				
		5%	10%	1%		5%			10%	1%
1	0,3176	6,35	3,176	31,76	0,0635	1,27	0,635	6,35	11	
2	0,7146	14,3	7,15	71,5	0,0635	1,27	0,635	6,35	11	
3	0,3176	6,35	3,176	31,76	0,143	2,86	1,43	14,3	11	
4	0,7146	14,3	7,15	71,5	0,143	2,86	1,43	14,3	11	
5	0,3176	6,35	3,176	31,76	0,103	2,06	1,03	10,3	10	
6	0,7146	14,3	7,15	71,5	0,103	2,06	1,03	10,3	10	
7	0,3176	6,35	3,176	31,76	0,103	2,06	1,03	10,3	12	
8	0,7146	14,3	7,15	71,5	0,103	2,06	1,03	10,3	12	
9	0,516	10,32	5,16	51,6	0,0635	1,27	0,635	6,35	10	
10	0,516	10,32	5,16	51,6	0,143	2,86	1,43	14,3	10	
11	0,516	10,32	5,16	51,6	0,0635	1,27	0,635	6,35	12	
12	0,516	10,32	5,16	51,6	0,143	2,86	1,43	14,3	12	
13	0,516	10,32	5,16	51,6	0,103	2,06	1,03	10,3	11	
14	0,516	10,32	5,16	51,6	0,103	2,06	1,03	10,3	11	
15	0,516	10,32	5,16	51,6	0,103	2,06	1,03	10,3	11	
16	0,516	10,32	5,16	51,6	0,103	2,06	1,03	10,3	11	
17	0,516	10,32	5,16	51,6	0,103	2,06	1,03	10,3	11	

1 à 2 gouttes

Tableau N°3 : Les différentes quantités de réactifs à ajouter pour le conditionnement de la pulpe.



II-4-3 Résultats des essais

Après flottation, le concentré et le rejet sont récupérés puis séchés dans une étuve à une température de 105°C et les produits séchés seront échantillonnés et envoyés pour analysés.

N° d'essai		poids en g	rdmt poids(%)	teneur en Pb(%)	teneur en Cu(%)	teneur en Zn(%)	teneur en fer(%)	Rm Zn(%)	Rm Fer(%)	teneur Alim(Zn) (%)	teneur Alim(Fe) (%)
1,00	concentré	173,60	12,51	0,81	0,65	15,14	28,09	54,59	11,80	3,47	29,77
	Rejet	1214,60	87,49			1,80	30,01	45,41	88,20		
	alimentation reconst	1388,20	100,00					100,00	100,00		
2,00	concentré	258,00	18,06	0,53	0,33	8,50	27,56	46,79	16,52	3,28	30,12
	Rejet	1170,70	81,94			2,13	30,69	53,21	83,48		
	alimentation reconst	1428,70	100,00					100,00	100,00		
3,00	concentré	167,80	11,56	0,54	0,33	7,58	25,59	27,28	9,82	3,21	30,13
	Rejet	1284,30	88,44			2,64	30,72	72,72	90,18		
	alimentation reconst	1452,10	100,00					100,00	100,00		
4,00	concentré	227,90	15,72	0,48	0,29	6,67	27,04	31,94	13,98	3,28	30,39
	Rejet	1222,10	84,28			2,65	31,02	68,06	86,02		
	alimentation reconst	1450,00	100,00					100,00	100,00		
5,00	concentré	178,40	12,12	0,53	0,28	6,47	26,62	24,43	11,04	3,21	29,21
	Rejet	1293,70	87,88			2,76	29,57	75,57	88,96		
	alimentation reconst	1472,10	100,00					100,00	100,00		
6,00	concentré	30,80	2,53	0,92	0,60	16,39	16,47	12,26	1,18	3,39	35,44
	Rejet	1185,00	97,47			3,05	35,93	87,74	98,82		
	alimentation reconst	1215,80	100,00					100,00	100,00		
7,00	concentré	189,20	17,68	0,45	0,23	4,95	28,11	27,17	16,50	3,22	30,13
	Rejet	880,70	82,32			2,85	30,57	72,83	83,50		
	alimentation reconst	1069,90	100,00					100,00	100,00		
8,00	concentré	106,50	6,56	0,49	0,25	6,44	26,95	12,35	5,90	3,42	29,98
	Rejet	1516,70	93,44			3,21	30,19	87,65	94,10		
	alimentation reconst	1623,20	100,00					100,00	100,00		
9,00	concentré	329,20	20,68	0,49	0,25	4,84	28,38	30,47	19,27	3,29	30,46
	Rejet	1262,70	79,32			2,88	31,00	69,53	80,73		
	alimentation reconst	1591,90	100,00					100,00	100,00		
10,00	concentré	236,30	14,77	0,51	0,24	4,94	26,22	22,25	13,51	3,28	28,67
	Rejet	1364,00	85,23			2,99	29,09	77,75	86,49		
	alimentation reconst	1600,30	100,00					100,00	100,00		
11,00	concentré	349,00	16,84	0,51	0,29	6,93	26,35	33,63	14,87	3,47	29,85
N° d'essai	Rejet	1723,40	83,16			2,77	30,56	66,37	85,13		



	alimentation reconst	2072,40	100,00					100,00	100,00		
12,00	concentré	169,70	10,80	0,51	0,26	6,47	25,99	21,38	9,72	3,27	28,88
	Rejet	1401,60	89,20			2,88	29,23	78,62	90,28		
	alimentation reconst	1571,30	100,00					100,00	100,00		
13,00	concentré	153,20	9,75	0,50	0,26	7,22	26,07	21,55	8,60	3,27	29,55
	Rejet	1418,00	90,25			2,84	29,93	78,45	91,40		
	alimentation reconst	1571,20	100,00					100,00	100,00		
14,00	concentré	165,70	10,85	0,48	0,23	4,94	27,14	16,69	9,85	3,21	29,89
	Rejet	1361,80	89,15			3,00	30,23	83,31	90,15		
	alimentation reconst	1527,50	100,00					100,00	100,00		
15,00	concentré	142,30	8,99	0,49	0,27	6,12	26,09	17,06	7,83	3,23	29,98
	Rejet	1440,00	91,01			2,94	30,36	82,94	92,17		
	alimentation reconst	1582,30	100,00					100,00	100,00		
16,00	concentré	199,00	12,53	0,47	0,25	5,16	26,86	19,71	10,88	3,28	30,93
	Rejet	1389,30	87,47			3,01	31,51	80,29	89,12		
	alimentation reconst	1588,30	100,00					100,00	100,00		
17,00	concentré	245,20	15,31	0,44	0,21	3,98	28,49	19,44	14,85	3,13	29,37
	Rejet	1356,80	84,69			2,98	29,53	80,56	85,15		
	alimentation reconst	1602,00	100,00					100,00	100,00		

Tableau N°4 le rendement métal et teneur de chaque élément

II-5 Etude de plan de surface

Le traitement statistique des données par le logiciel NEMRODW nous conduit à :

a. Domaine d'expérience :

Variables	Centre U_i°	Pas ΔU_i	Domaine de variation
U1 :CuSO ₄ g/t	325 g/t	125 g /t	200-450
U2 :A3418 g/t	65g/t	25g/t	40-90
U3 : pH	11	1	10-12

Tableau N°5 : variables

b. Le modèle mathématique :

$$Y = b_0 + b_1 * X_1 + b_2 * X_2 + b_3 * X_3 + b_{11} * (X_1 * X_1) + b_{22} * (X_2 * X_2) + b_{33} * (X_3 * X_3) + b_{12} * (X_1 * X_2) + b_{13} * (X_1 * X_3) + b_{23} * (X_2 * X_3).$$

c. La matrice d'expérience :



X_1, X_2, X_3 sont appelés respectivement des facteurs.

Avec X_1 : la consommation en CuSO_4 ,

X_2 : la consommation en A3418,

X_3 : le pH.

Y_1, Y_2, Y_3 : les réponses telles que

Y_1 : la récupération en Zinc

Y_2 : la récupération en fer

Y_3 : teneur en Zinc

Y_4 : teneur en fer

N° Exp	X1	X2	X3	Y1	Y2	Y3	Y4
1	-1.0000	-1.0000	0.0000	54.59	11.80	15.14	28.09
2	1.0000	-1.0000	0.0000	46.79	16.52	8.50	27.56
3	-1.0000	1.0000	0.0000	27.28	9.81	7.58	25.59
4	1.0000	1.0000	0.0000	31.94	13.98	6.67	27.04
5	-1.0000	0.0000	-1.0000	24.42	11.04	6.47	26.62
6	1.0000	0.0000	-1.0000	12.25	1.17	16.39	16.47
7	-1.0000	0.0000	1.0000	27.17	16.49	4.95	28.11
8	1.0000	0.0000	1.0000	12.34	5.89	6.44	26.95
9	0.0000	-1.0000	-1.0000	30.46	19.26	4.84	28.38
10	0.0000	1.0000	-1.0000	22.25	13.50	4.94	26.22
11	0.0000	-1.0000	1.0000	33.62	14.86	6.93	26.35
12	0.0000	1.0000	1.0000	21.38	9.71	6.47	25.99
13	0.0000	0.0000	0.0000	21.54	8.60	7.22	26.07
14	0.0000	0.0000	0.0000	16.69	9.84	4.94	27.14
15	0.0000	0.0000	0.0000	17.06	7.82	6.12	26.09
16	0.0000	0.0000	0.0000	19.71	10.88	5.16	26.86
17	0.0000	0.0000	0.0000	19.44	14.84	3.98	28.49

Tableau N°6: matrice d'expérience

d. plan d'expérimentation :

D'après les résultats des analyses on constate que la meilleure récupération obtenue en Zinc est de 54,59% et sa teneur maximale est de 16,39%, il en est de même pour le fer ou la récupération minimale obtenue est de 1,17% avec une teneur de 16,47%. (Voir annexe).



II-6 Analyse de la variance

Réponses	F (facteur de Fisher)	R ² (coefficient de corrélation)
Y1	9.6872	0.946
Y2	7.7976	0.933
Y3	6.0187	0.915
Y4	50.8144	0.989

Tableau N°7 la variance des réponses

D'après les valeurs du ratio F et de R² (tableau ci-dessus) nous en déduisons que très probablement les variations des réponses expérimentales étudiées ne peuvent être considérées comme aléatoires et qu'elles sont bien représentées par le modèle.

Le modèle polynômial de degré deux est validé pour chaque réponse, nous pouvons donc calculer en tout point du domaine expérimental la réponse étudiée. [22]

II-7 Analyses et interprétations des résultats

➤ analyse de la variance : réponse Y₁

Y₁: récupération en Zinc

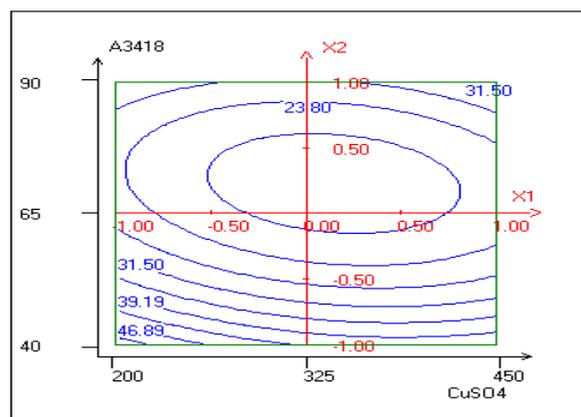


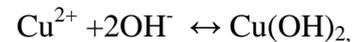
Figure 7 : A3418=f(CuSO₄) avec pH=11



D'après la courbe d'iso réponse $A3418=f(\text{CuSO}_4)$ on remarque que la récupération maximale en zinc peut atteindre 46,89% dans la région CuSO_4 (-1) et A3418 (-1).

Pour un pH basique, les résultats obtenus sont meilleurs avec une consommation moindre en réactifs ($\text{CuSO}_4=200\text{g/t}$, $A3418=40\text{g/t}$) et une récupération en zinc de 46,89% qui est préférable.

En outre l'augmentation des quantités de réactifs(CuSO_4) entraîne la formation d'hydroxyde de cuivre en grande quantité à la surface minérale de la sphalérite, ce qui empêche l'échange entre Zn^{2+} et Cu^{2+} retardant ainsi la fixation du collecteur. Ce phénomène se traduit par les équations suivantes :



En comparant les produits de solubilité $\text{Cu}(\text{OH})_2$ et $\text{Zn}(\text{OH})_2$ on remarque que le K_s de $\text{Zn}(\text{OH})_2$ est supérieur à celui de $\text{Cu}(\text{OH})_2$ ce qui explique que ce dernier se dissout difficilement en solution ce qui consommerait d'avantage de réactifs et donner des faibles récupérations en zinc.

La sphalérite possède un fort risque de dissolution, le zinc est un élément très mobile (Précipitation sous forme d'hydroxyde à haut pH [10,5 – 11], [4]).

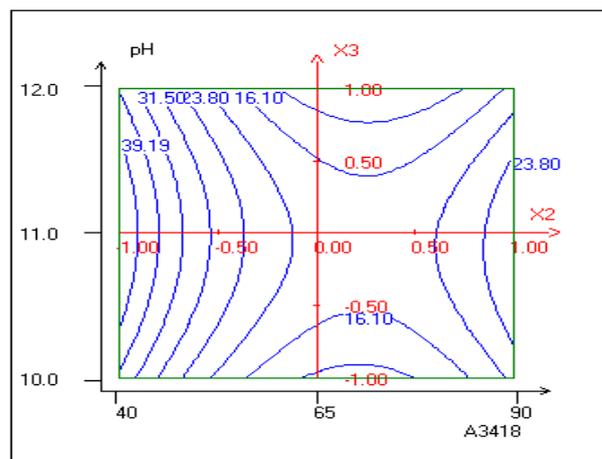


Figure 8 : $\text{pH}=\text{f}(\text{A3418})$ avec CuSO_4 fixe (325g/t)

On constate que la valeur maximale obtenue de la récupération en zinc est de 39,19 % qui dépend beaucoup plus de la consommation d'A3418.

Du fait que les réactions minéral-collecteur sont entravées par la surconsommation du collecteur lors de la flottation, celle-ci entraîne une diminution progressive de la récupération de zinc, cela peut être expliqué par :

Une forte consommation du collecteur fait que ce dernier va se fixer à la surface de particule minérale grâce à sa tête polaire telles que les chaînes carbonées se dirigent vers l'extérieur et s'attirent entre elles ce qui provoque une coalescence des particules d'où une diminution de la surface de contact (minéral-collecteur), de même le collecteur se fixe sur la bulle d'air par ses chaînes carbonées provoquant ainsi une hydrophilisation des bulles ce qui empêche l'ascension de l'agrégat bulle-particule à la surface minérale, alors une diminution de la récupération en zinc.

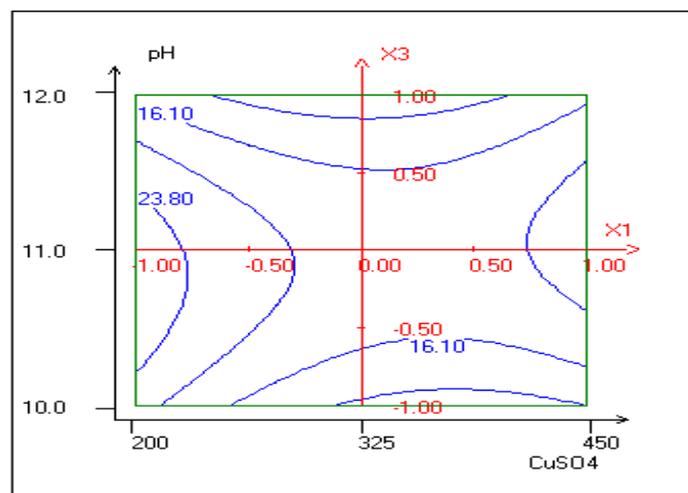


Figure 9 : $\text{pH}=\text{f}(\text{CuSO}_4)$ avec A3418 fixe (65g/t)



La récupération maximale en zinc est de 23,80 % correspondant à une consommation qui avoisine 200g/t en CuSO_4 et pour un domaine de pH [10,5-11,5].



D'après les analyses, on remarque que la récupération maximale de Zinc est de 23,80%, plus on augmente la quantité de CuSO_4 , moins est la récupération donc une forte consommation (concentration) en ion Cu^{2+} déprimerait la sphalérite par adsorption de $\text{Cu}(\text{OH})_2$ sous forme de couche hydrophile en surface [9].

Pour ce fait, les effets de la pyrite sur la flottation de la sphalérite augmentent avec le pH [7].

➤ analyse de la variance : réponse Y_2

Y_2 : la récupération en fer

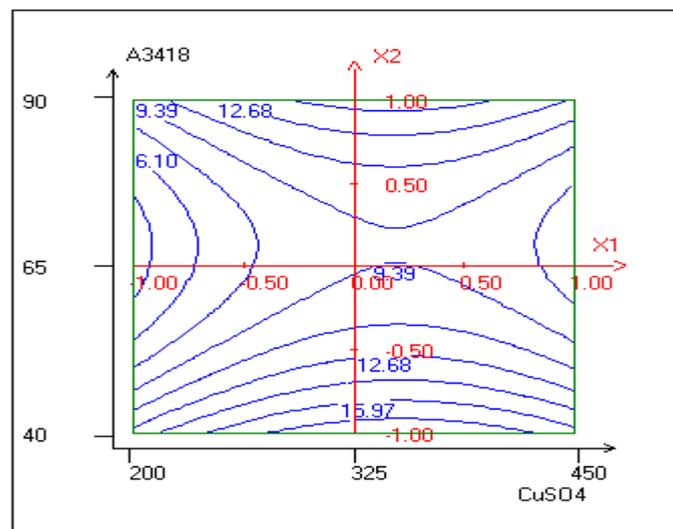


Figure 10 : $A3418=f(\text{CuSO}_4)$ avec pH fixe (PH=11)

Cette courbe d'isoréponse donne une récupération en fer de 6,10% pour une quantité de CuSO_4 environ 200g/t et une consommation moyenne en A3418.



Pour une récupération faible en fer (6,10%) il y a gain de sélectivité par rapport au Zinc avec des consommations en réactifs moyennes pour A3418 et faible pour CuSO_4 . Donc il est conseillé de travailler dans cette zone.

Par ailleurs, une augmentation de la quantité de CuSO_4 défavoriserait la teneur en Zinc du concentré car on observe d'après ce graphe que pour des valeurs importantes en CuSO_4 et faibles en A3418, la récupération en sulfure de fer est élevée.

Le sulfate de cuivre a un effet négatif sur la récupération de zinc à faible concentration en aérophyne.

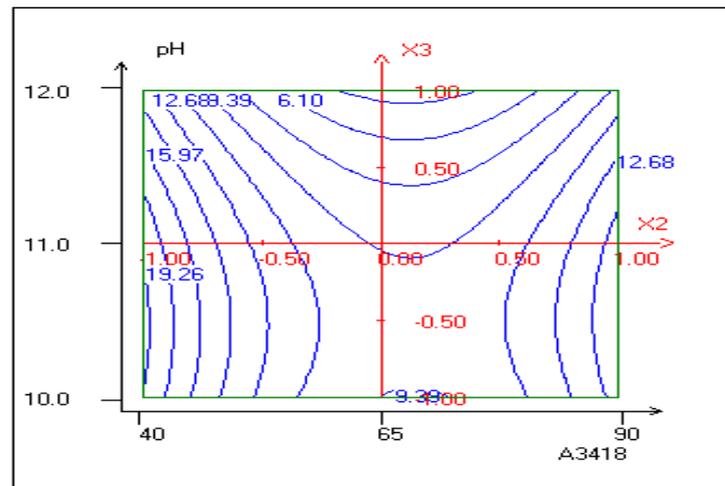


Figure 11 : $\text{pH} = f(\text{A3418})$ avec CuSO_4 fixe (325g/t)

La récupération minimale en fer est de 6,10% pour un pH de 12 et une consommation moyenne en A3418.

La récupération minimale en fer est de 6,10% pour un pH de 12 et une consommation moyenne en A3418 tout en fixant le CuSO_4 (325g/t). mais dans les régions de faible consommation



en A3418 la récupération en fer est maximale cela peut être attribué à l'effet négatif de CuSO_4 à faible concentration en collecteur sur la récupération de zinc.

Donc il est conseillé de travailler dans les régions de consommation moyenne en A3418 et en CuSO_4 à pH élevé pour obtenir une récupération meilleure en zinc

Pour des quantités moyennes en réactifs (A3418) à pH élevé on constate une faible récupération en pyrite ce qui favoriserait une meilleure récupération en zinc.

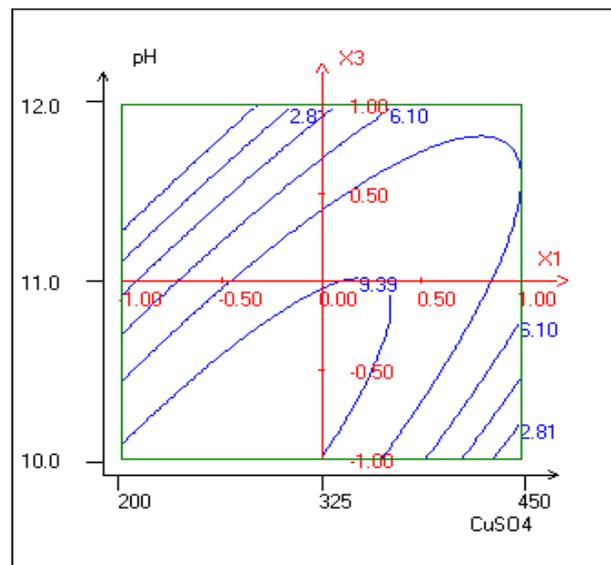


Figure 12 : $\text{pH} = f(\text{CuSO}_4)$ avec A3418 fixe (65g/t)

La récupération minimale en fer est de 2,8 % pour un pH de 12 et une consommation en CuSO_4 de 325 g/t.

Pour des consommations moyennes en A3418 (65g/t), la récupération minimale en Fer (2,8%) est obtenue à pH basique (~12) avec des consommations légèrement faibles en CuSO_4 mais au fur et à mesure qu'on augmente la quantité de CuSO_4 la récupération en fer augmente car ce dernier active les sulfures de fer lorsqu'il se trouve à forte concentration.

➤ Analyse de la variance : réponse Y_3

Y_3 : la teneur en Zinc

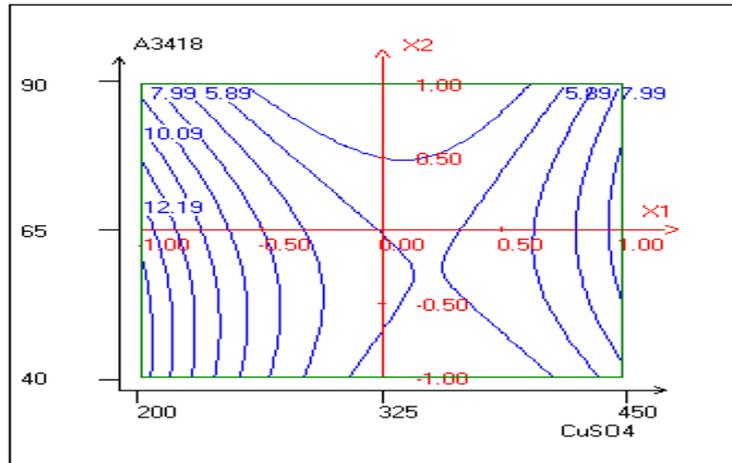


Figure 13 : $A_{3418} = f(\text{CuSO}_4)$ avec pH fixe (pH=11)

La courbe d'isoréponse suivante donne une teneur maximale en zinc de 12,19%, cela pour une consommation en CuSO_4 légèrement supérieure à 200g/t, et celle en A3418 est de 80g/t.

Pour des faibles quantités en CuSO_4 et moyennes en A3418 nous obtenons une meilleure sélectivité. Cette dernière sera encore bonne pour des quantités de réactifs inférieures à la précédente.

La consommation moyenne en A3418 avec des faibles consommations en CuSO_4 à pH=11 donne une teneur maximale en Zinc de 12,19%, mais autant qu'on augmente en même temps la consommation en A3418 et en CuSO_4 on a une diminution de la teneur en zinc car l'augmentation simultanée de la concentration de ces réactifs favorise l'entraînement et permet la formation d'une écume (mousse) plus stable ce qui donne une mauvaise sélectivité en zinc donc une teneur minimale.

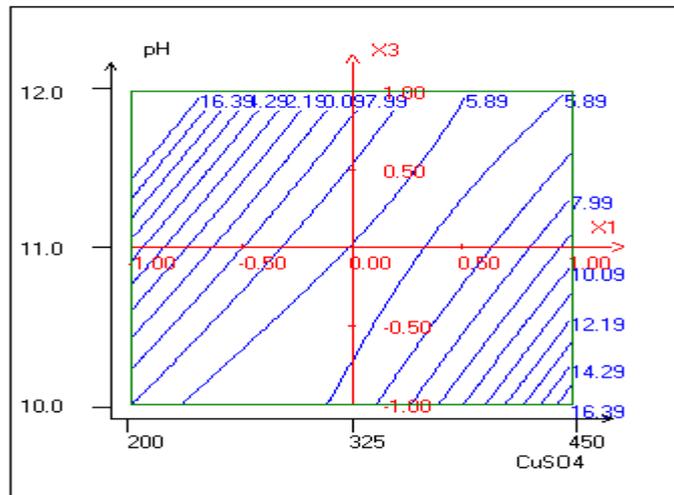


Figure 14 : $\text{pH} = f(\text{CuSO}_4)$ avec A3418 fixe (65g/t)

La teneur maximale en zinc est de 16,39% pour une consommation de CuSO_4 de 200 g/t avec un $\text{pH} \sim 12$.

Pour une consommation moyenne en A3418 (65g/t) et à pH élevé, la teneur en zinc est maximale (16,39%) pour des consommations faible en CuSO_4 , mais l'augmentation de la quantité de ce dernier fait diminuer la teneur en zinc car à $\text{pH} \geq 11$ et à faible concentration en CuSO_4 il y a dépression de la pyrite alors qu'à des fortes concentrations, on aura une activation des sulfure de fer ce qui entraîne une diminution de la teneur en zinc.

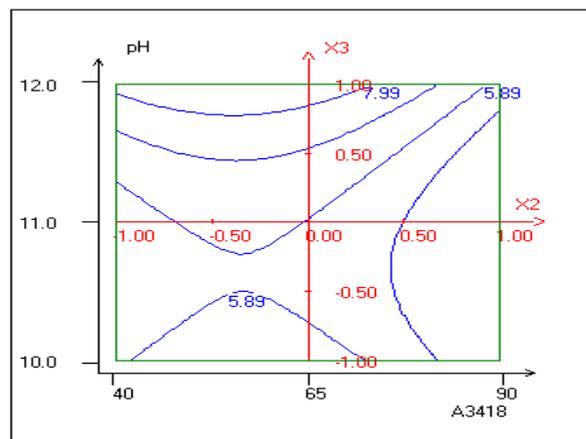


Figure 15 : $\text{pH} = f(\text{A3418})$ avec CuSO_4 fixe (325g/t) :

La teneur maximale en zinc est de 7,99 % pour une consommation moyenne d'A3418 et un pH presque 12.

La teneur maximale obtenue pour ZnS est de 7,99% pour une consommation en A3418 moyenne et plus on ajoute du A3418 plus on se déplace dans des zones de faible teneur, alors une quantité raisonnable en A3418 produirait une meilleure sélectivité. Donc dans ce cas la sélectivité de ZnS dépend d'A3418.

➤ **analyse de la variance : Y_4**

Y_4 : la teneur en fer

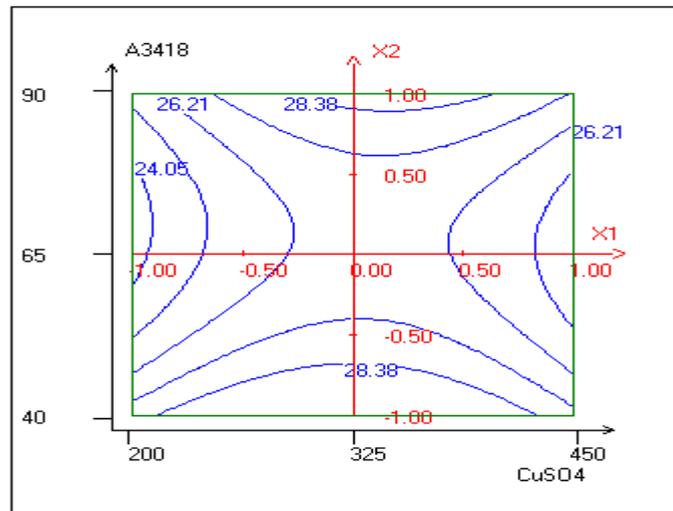


Figure 16 : $A3418=f(CuSO_4)$ avec pH fixe (pH=11):

La teneur minimale en fer est de 24,05% pour des consommations en $CuSO_4$ de 200g/t et celle en A3418 tend vers 90g/t.

Pour des faibles consommations en $CuSO_4$ et moyenne en A3418 à pH=11 on constate une faible teneur en Fer (pyrrhotite) donc une bonne sélectivité en Zinc (blende).

Cette teneur croît pour des quantités de réactifs importantes ce qui favorise l'entraînement des constituants de gangue (en particulier la pyrrhotite) vers le concentré et alors une teneur élevée en fer.

Donc il est souhaitable de travailler dans la zone de consommation faible.

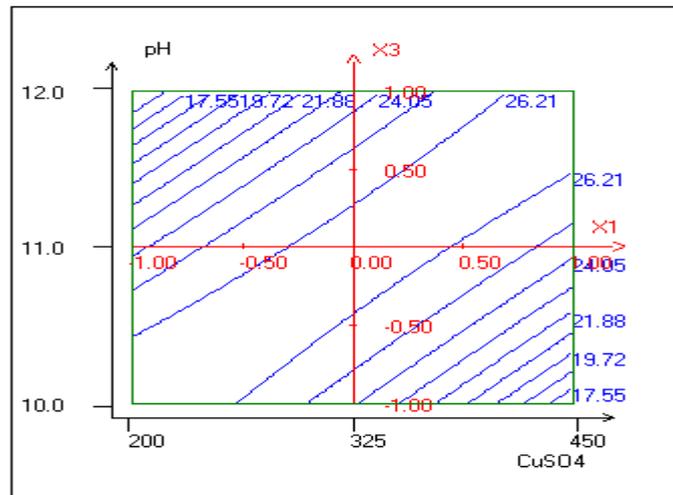


Figure 17 : $\text{pH} = f(\text{CuSO}_4)$ avec A3418 fixe (65g/t):

La teneur minimale en fer est de 17,55% pour un pH 12 et une consommation en CuSO_4 200 g/t.

Pour obtenir une meilleure sélectivité en zinc, il est recommandé de travailler à une consommation faible en CuSO_4 . Car une surconsommation de CuSO_4 activerait la pyrite et augmenterait la teneur en Fer au concentré au détriment de la ZnS .

A pH basique >11 , et une faible consommation en CuSO_4 on a une teneur minimale en Fer (17,55%) ce qui signifie qu'à ce niveau il y a dépression de la pyrite par des quantités faibles en CuSO_4 , mais une surconsommation de ce dernier au même pH fait augmenter la teneur en fer ce qui explique l'activation des sulfures de fer par le CuSO_4 dans cette gamme de concentration d'où une mauvaise sélectivité en zinc.

Il est recommandé de travailler à une consommation faible en CuSO_4 et à PH élevé pour avoir une meilleure teneur en zinc.

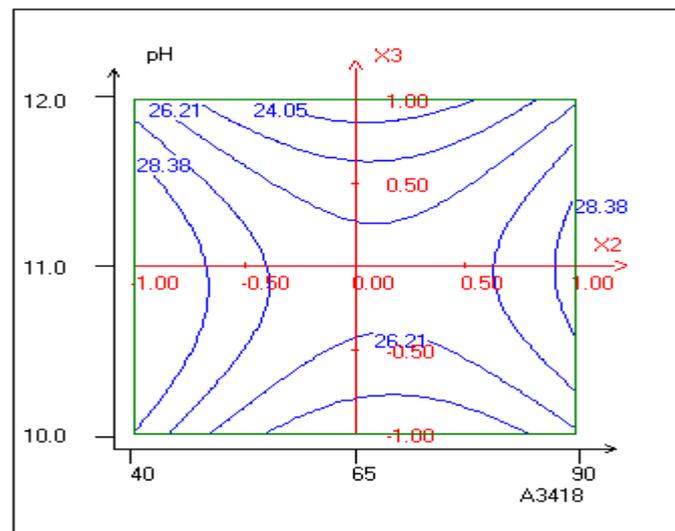


Figure 18: $\text{pH}=\text{f}(\text{A3418})$ avec CuSO_4 fixe (325g/t):

La teneur minimale en fer est de 24,05 % pour une consommation moyenne en A3418 et un pH de 12.

La teneur minimale en fer est obtenue pour des quantités moyennes en collecteur (A3418) à pH élevé tout en fixant CuSO_4 (325 g/t).

Une surconsommation du collecteur (A 3418) favoriserait une augmentation de teneur en minerais de gangue dans le concentré, donc une mauvaise sélectivité. Il est favorable de travailler avec des quantités moyennes en A3418.

II-8 Synthèse des résultats

Une surconsommation d'aerophine entraînerait la récupération de minerai de gangue (pyrrhotite) dans le concentré, donc une mauvaise sélectivité ;

Une quantité importante de sulfate de cuivre à pH élevé active la pyrite, ce qui conduirait à une mauvaise teneur en zinc.



La solution est d'opérer dans une zone qui correspondrait à nos objectifs et dans ce cas la zone de compromis pour une meilleure récupération en sphalérite est de travailler à pH=11 mais avec des faibles quantités en aérophine et sulfate de cuivre.

Une forte consommation en CuSO_4 a une influence positive sur la récupération en Fer et surtout pour des consommations faibles en A3418.

Nous pouvons dire qu'il est conseillé de travailler avec des faibles quantités en CuSO_4 et moyenne en A3418 à pH élevé pour avoir une récupération meilleure en Zinc.

Les surconsommations en réactifs (CuSO_4 et A3418) ont une influence négative sur la teneur en zinc donc on est obligé de travailler dans des zones de concentrations raisonnables en réactifs pour qu'on puisse améliorer la teneur en Zn.

L'utilisation des fortes consommations en CuSO_4 et A3418 à des pH élevé fait augmenter la teneur en Fer dans le concentré ce qui est indésirable, donc il est souhaitable de travailler avec des quantités moyennes en réactifs pour avoir une meilleure teneur en Zinc.

II-9 Fonction de désirabilité

Le but de cette partie est de chercher à maximiser la récupération (Y_1) et la teneur (Y_3) en zinc de telle sorte à minimiser la teneur en Fer (Y_4).

A cet effet on fera appel à la fonction de désirabilité qui nous servira pour la détermination de la zone de compromis acceptable entre ces réponses.

Une fois la fonction d_i est définie pour chacune des m réponses d'intérêt, une fonction globale (D), représentant la fonction d'utilité globale.

$$D = \sqrt[m]{\prod_{i=1}^m d_i}$$

d_i : les désirabilités individuelles pour chaque réponse ;

$d = 0$, pour une réponse complètement indésirable ;

$d = 1$, si la réponse est à la valeur cible.

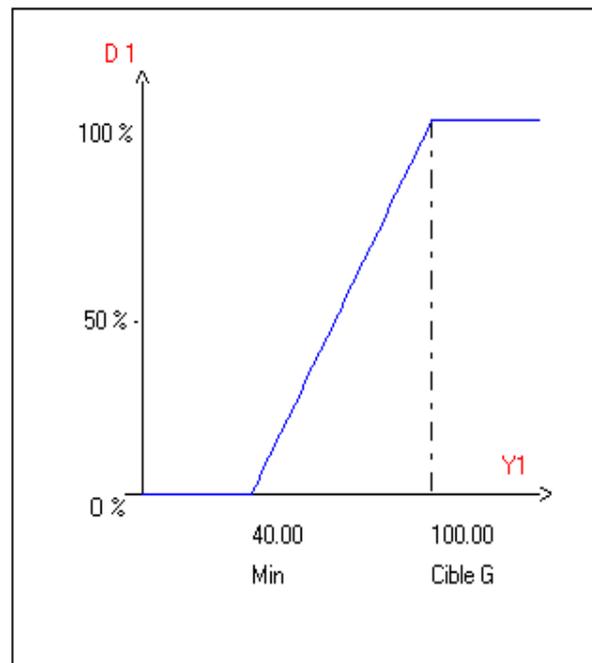
Notre objectif est de trouver les conditions favorables des réactifs et de pH qui maximisent la récupération et la teneur en Zinc et assurent que la teneur en Fer soit minimale.



Réponse Y_1 : récupération en zinc

Figure 19 Fonction de désirabilité élémentaire de la réponse (Y_1)

Cette figure de fonction de désirabilité montre qu'on désire une valeur maximale de récupération en Zinc de 100% tout en fixant une valeur minimale à 40%.

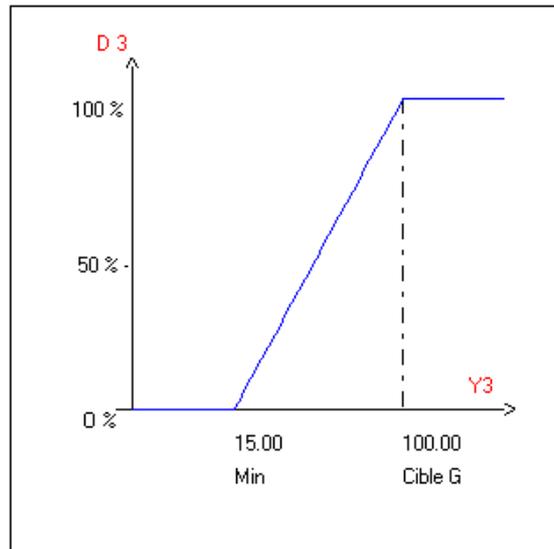




Réponse Y_3 : teneur en Zn

Figure 20 Fonction de désirabilité élémentaire de la réponse (Y_3)

De même, on cherche à maximiser la teneur en Zinc (100%) avec une limite minimale de 15%.



Réponse Y_4 : teneur en Fe

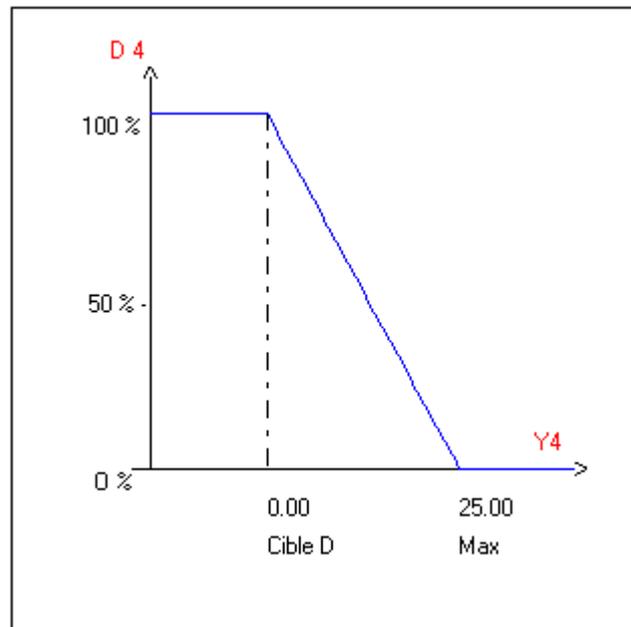


Figure 21 Fonction de désirabilité élémentaire de la réponse (Y_4)

Dans ce cas l'objectif est de minimiser la teneur en zinc avec un maximum de 25%.

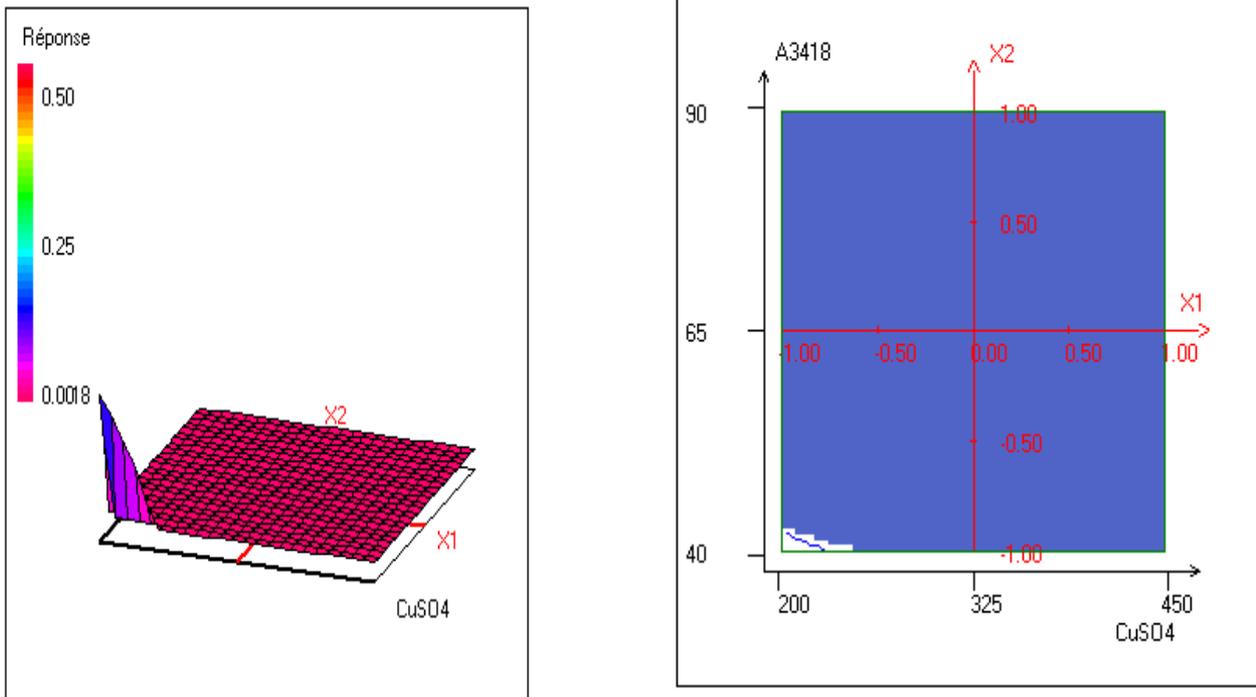


Figure 22 Variation de la désirabilité dans le plan : (CuSO_4 , A3418), facteurs fixes : $\text{pH}=11.9$.

D'après cette figure $A3418=f(\text{CuSO}_4)$ on constate que la zone de compromis se trouve dans la région où il y a une faible consommation des réactifs ($A3418$ et CuSO_4).

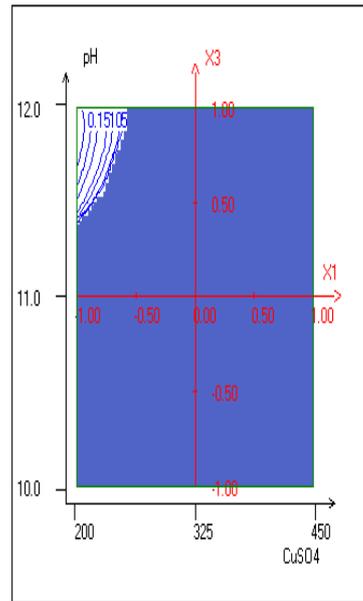
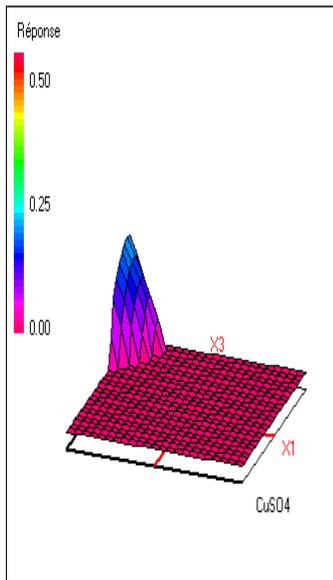


Figure 23 Variation de la désirabilité dans le plan : (CuSO_4 , pH), facteurs fixes : $\text{A3418} = 40\text{g/t}$.

La figure $\text{pH} = f(\text{CuSO}_4)$ indique que la zone cherchée se situe dans la région de faible consommation de CuSO_4 et pH élevé.

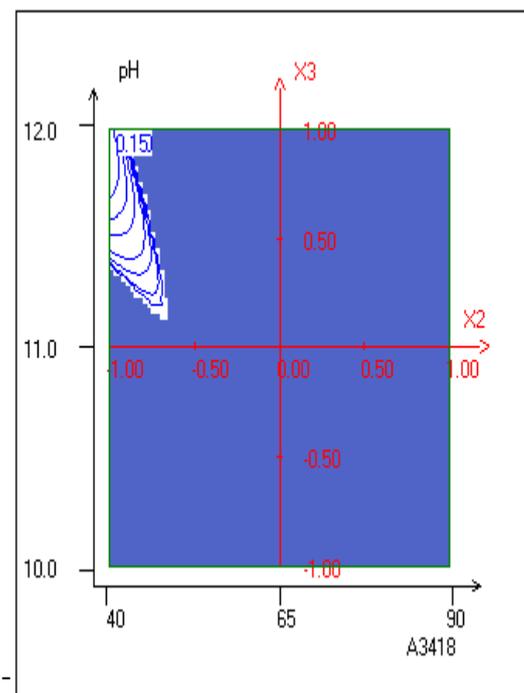
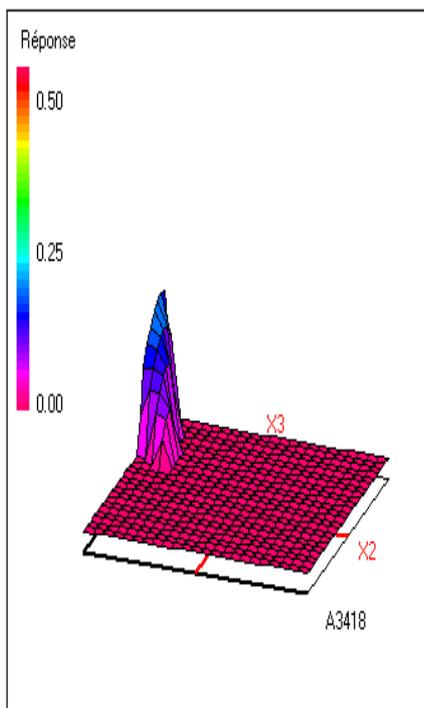




Figure 24 : Variation de la désirabilité dans le plan : (A3418, pH), facteurs fixes: $\text{CuSO}_4 = 200\text{g/t}$.

Enfin la figure $\text{pH} = f(\text{A3418})$ montre que la zone de compromis correspond à une région de faible consommation en A3418 et de pH élevé.

Coordonnées du maximum

Variabes	Valeurs	Facteurs	Valeurs
X1	-0.999207	CuSO_4	200
X2	-0.999803	A3418	40
X3	0.941228	pH	11.9



Caractéristiques du maximum

Réponse	Nom de la réponse	Valeur	di %
Y1	Y1	44.11	6.84
Y2	Y2	2.79	100.00
Y3	Y3	22.41	8.72
Y4	Y4	19.34	22.63
	DESIRABILITE		19.17

Après le traitement des données et le calcul par le logiciel NEMRODW, une condition optimale pour des consommations de 200g/t en CuSO_4 , 40g/t en A3418 et un pH qui tend vers 12 ont été prédit en utilisant la fonction d'utilité (désirabilité).

Ces conditions optimales ont été obtenues avec un degré globale de satisfaction pour les quatre (4) réponses égale à 19,17%. D'après les figures ci-dessus on a noté la région autour des conditions optimales ce qui signifie que les valeurs des quatre (4) réponses près de ce point sont stables.

Donc la zone de compromis acceptable que nous cherchons se situe dans le domaine délimité par ces conditions optimales.



CONCLUSION

Ce projet de master visait à évaluer la substitution des collecteurs et son effet sur la performance de la flottation, et de la stratégie de distribution des réactifs.

Cette stratégie devait permettre d'augmenter la récupération en minerais utile (dans notre cas la blende) et à même d'accroître sa teneur sans pour autant modifier le comportement du rejet lors de la décharge.

La baisse de consommation en réactifs était le but primordial, car en pratique on constate une addition massive des réactifs à coûts élevés.

L'utilisation de l'aerophine comme collecteur de la blende s'est révélée très intéressante dans la flottation de celle-ci. Mais du fait que l'ébauchage du circuit zinc contient de l'amyle xanthate qui a servi préalablement comme collecteur à la flottation de plomb-cuivre, l'effet cumulé de ces deux(2) collecteurs a des conséquences sur la récupération de la blende qui normalement devrait être positive.

Les résultats des expérimentations se sont révélés convainquants et les techniques évaluées peuvent être considérées comme prometteuses. Il apparaît évident que toute réussite observée en laboratoire serait même diminuée à l'échelle industrielle pour diverses raisons telles que la variabilité du minerai, la complexité des circuits, les instabilités opératoires diverses.

La diminution de consommation de réactifs anticipée par l'utilisation de la stratégie de distribution des réactifs a cependant été vraiment constatée.

Ce projet nous a permis de postuler et valider un modèle ou une hypothèse et permettant de tirer des avantages de l'action combinée des réactifs.

Les travaux réalisés ont montré que la complémentarité qui existe entre ces trois paramètres (collecteur, activant, pH) permettrait le mieux à l'optimisation du procédé. Toutefois la simulation pourrait alors s'avérer très utile pour évaluer différents scénarios et aider dans le choix des expériences à réaliser.

La flottation est un procédé complexe qui offre aux minéralurgistes des nombreuses opportunités d'amélioration à faible coût.



REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1]. **BLAZY P. et JDID. E.-A.** Flottation : aspects pratiques. Techniques de l'ingénieur Traité Génie des procédés, [J 3 360], 09-2000.
- [2]. **BLAZY P. et JDID. E.-A.** Flottation : mécanismes et réactifs. Techniques de l'ingénieur, Traité Génie des procédés, [J 3 360], 09-2000.
- [3]. **LEJA** 1982, A.M. Marabini, M. Ciriachi, P. Plescia, M. Barbaro, Chelating reagents for flotation, Minerals Engineering, vol 20, 2007, pp1014–1025.
- [4]. **OATES.J.A.H.**, *Lime and Limestone Chemistry and Technology*. Production and Uses. Wiley-VCH, 323. 324 ,1998. in Raphaël MERMILLOD-BLONDIN, 2002.
- [5]. **FINKELSTEIN.N.P. 1997**; the activation of sulphide minerals for flotation: a review Int.J.Miner.Process.52,81-120. in Raphaël MERMILLOD-BLONDIN, 2002.
- [6]. **TRAHAR**, 1981, A rational interpretation of the role of particle size in flotation. International Journal of Mineral Processing. Vol. 8. pp.289-327.in Raphaël MERMILLOD-BLONDIN, 2002.
- [7]. **ZHANG**, Xu, Bozhurt et Finch, 1997; Dichman, 2000,in Raphaël MERMILLOD-BLONDIN, 2002.
- [8]. **PATTRICK**, RAD, England, KER et Charnock, JM; 1999, copper activation of sphalerite and its reaction with xanthate in relation to flotation:an X-ray absorption spectroscopy(reflected extended X-ray absorption fine structure) investigation.int.J.Minerals processing,55:247-265.in Raphaël MERMILLOD-BLONDIN,2005
- [9]. **CLARKE**, P., Fornasiero, D.; Ralston, J et Smart R.St.C. , A study of the removal of oxidation products from sulfide mineral surfaces. Minerals Engineering,8(11) :1347-1357,1995.in Raphaël MERMILLOD-BLONDIN,2005.



[10]. **PARKS G.A.**, “The isoelectric points of solid oxides, solid hydroxides, and aqueous hydroxo complexes systems”, *Chem. Rev.*, 1965, 65, pp. 177-198. **MORRISON S.R.**, “The Solid Liquid Interface”, *Electrochemistry at semiconductor and oxidised metal electrodes*, Plenum Press, New York, pp. 49, 1980. in Carine **MANSOUR**, octobre 2007, spéciation des espèces soufrées dans les générateurs de vapeur des centrales nucléaires à réacteur à eau sous pression, Université pierre et marie curie p .193.

[11] **DANY PELLETIER**. Etude de la problématique de flottation des fines particules. Mémoire de maîtrise es science, Faculté des études supérieures de l' Université Laval, Canada, p.153, 1999.

[12]. **TRAHAR, W.J.**, Warren L.J., 1976. The flottability of veryfine particles - a review. *International Journal of Mineral Processing*. No. 3.pp. 103- 131.

[13]. **JOWETT, A., 1980**. Chapter 37 Formation and disruption of particle-bubble aggregates in flotation. *Fine particles processing*. Ed. P. Somasundaran. American Institute of Mining, Metallurgical and Petroleum Engineers.pp.721-751.

[14]. **HOLTHAM, P.N.**, Cheng, T-W.,. Study of probability of detachment of particles from bubbles in flotation. *Trans. Instn Min. Met.*. Sept. Dec. Pps147-153), 1991.

[15]. **TILS, H.M-G.C**, Tels, M.,1992. A study into fine particle flotation separation Characteristics with application to centrifugal force field flotation cells. *International Journal of Mineral Processing*. No. 36. pp.201-217.

[16]. **SCHULZE, H.J** (1985): An analysis from the point of view of colloid science including process engineering considerations. *Developments in Minerals processing*. physico-chemical elementary processes in flotation, 4:348p. **NGUYEN, A.V**; Evans, G.M. et Schulze. H.J (2001).prediction of Vander walls interaction in bubble-particle attachment in flotation. *International Journal of Mineral Processing*,61:155-169.in Raphaël **MERMILLOD-BLONDIN**, 2005.



[17] **WARREN L J.** Determination of the contributions of true flotation and entrainment in batch flotation tests [J]. *Int J Miner Process*, 1985, 14: 33-44. **KIRJAVAINEN V M.** Application of a probability model for the entrainment of hydrophilic in froth flotation [J]. *Int J Miner Process*, 1989, 27: 63-74. **KIRJAVAINEN V M.** Review and analysis of factors controlling the mechanical flotation of gangue minerals [J]. *Int J Miner Process*, 1996, 46: 21-34. et **CILEK E C, UMUCU Y.** A statistic model fro gangue entrainment into froths in flotation of sulphide ores [J]. *Minerals Engineering*, 2001, 14(9): 1055-1066., **YANG Xiao-sheng, LDRICH Chris,** Effects of impeller speed and aeration rate on flotation Performance of sulphide ore, *Trans. Non ferrous Met. SOC. China*, vol 16, (2006), pp185-190.

[18] **TRAHAR,** 1981, A rational interpretation of the role of particle size in flotation. *International Journal of Mineral Processing*. Vol. 8. pp.289-327 Savassi, 1997.

[19]. **MELANIE PROULX,** 2000 ; amélioration du rendement des particules grossières par la stratégie d'addition des réactifs dans un banc de flottation, Mémoire présenté à la Faculté des études supérieures de l'université Laval pour l'obtention du grade de maître ès sciences (M.Sc.), Département de Mines et Métallurgie Faculté des sciences et genie Univesité LAVAL, canada, p.171.

[20]. **Wills,** 2001

[21]. **MATHIEU** et **PHAN-TAN-LUU,** 1983, **GOUPY,** 1996, **PEISSIK,** 1995.

[22]. Plans d'expériences : application à l'entreprise **J.J DROESBEKE ; J.FINE, G.SAPORTA,** édit. **TECHNIP,** Paris 1997.



ANNEXES



ANNEXE 1

1-Rappels des formules minéralurgiques :

Dilution: $\Delta=L/S$

Concentration: $C=S/(L+S) = 1/(1+\Delta) = P_s/P_s+P_L$

Volume utile : $V= t_{sé} \cdot P/V_{utile}$

Cs : concentration solide : $C_s=ds/dp \cdot (1-dp)/(1-ds)$

$P = S+L$ Tels que L : l'eau S : solide Tséj : le temps de séjour R : le refus A : alimentation P : pulpe V utile : le volume utile

Données du problème :

Les différentes masses volumiques :

➤ $\epsilon_s=3,2 \text{ kg/m}^3$

➤ $\epsilon_L=1 \text{ kg/m}^3$

* vitesse de la courroie : $V=1200\text{tr/min}$

➤ $\epsilon_p=1,54 \text{ kg/m}^3$

Volume pulpe : $V_p=V_L+V_s$

$V_p=1,5$ litres V_s : volume du solide ; V_L =le volume de l'eau ; ϵ : la masse volumique P_p : le poids de la pulpe AN: $C_s= 3,2 / 1,54 \cdot (1-1,54) / (1-3,2)=0,51$ ou $C_s= 3,2 / 1,54 \cdot (1-1,54) / (1-3,2)=0,51$; $C=1/1.5=0.67$

Donc $C_s = 0.67 \%$ et $\epsilon = m/V$ ce qui donne $m = \epsilon \cdot V$

AN : $P_p= \epsilon_p \cdot V_p = 1,54 \cdot 1500$ Donc $P_p=2310 \text{ g}$

$P_p = P_L + P_s$ alors $P_s = P_p - P_L$

Calculons le poids de l'eau :

On sait que $P_p=2310\text{g}$ et $\epsilon_s=3,2 \text{ g/cm}^3$

Donc : $V_L= P_p / \epsilon_s = 2310 / 3,20 = 721,9 \text{ cm}^3$

$V_L=721,9 \text{ cm}^3$ Donc $\epsilon_L=P_L/V_L$, $P_L = \epsilon_L \cdot V_L = 1 \cdot 721,9$ D'ou : $P_L=721,9 \text{ g}$

AN : $P_s = P_p - P_L = 2310 - 721,9$ Donc $P_s=1588 \text{ g}$

De même pour $C_s=0,67 \rightarrow P_s=P_p \cdot C_s=2310 \cdot 0.67 \rightarrow P_s=1547,7\text{g}$

2-La préparation des réactifs :

- Essai N° 1 :



***CuSO₄**: 200g/t: 0,200 Kg → 1000 Kg

X (g) → 1,588 Kg

$$X (g) = 0,200 * 1,588 / 1000 \rightarrow \boxed{X (g) = 0, 3176 g}$$

à 5%: 5g → 100 cc

0, 3176 g → X_{cc}

$$X_{cc} = 0,3176 * 100 / 5 \rightarrow \boxed{X_{cc} = 6,35 cc}$$

à 10 % : 10g → 100 cc

0, 3176 g → X_{cc}

$$X_{cc} = 0, 3176 * 100 / 10 \rightarrow \boxed{X_{cc} = 3,176 cc}$$

***A3418**: 40 g/t_ 0, 04 Kg → 1000 Kg

X (g) → 1,588 Kg

$$X (g) = 0, 04 * 1,588 / 1000 \rightarrow \boxed{X (g) = 0, 0635 g}$$

à 5%: 5g → 100 cc

0, 0635 g → X_{cc}

$$X_{cc} = 0,0635 * 100 / 5 \rightarrow \boxed{X_{cc} = 1,27 cc}$$

à 10 % : 10g → 100 cc

0,0635 → X_{cc}

$$X_{cc} = 0,0635 * 100 / 10 \rightarrow \boxed{X_{cc} = 0,635 cc}$$

à 1% : 1g → 100 cc

0,0635 g → X_{cc}

$$X_{cc} = 0,0635 * 100 / 1 \rightarrow \boxed{X_{cc} = 6,35 cc}$$

Pour la préparation nous pesons 15,87 g de CuSO₄ solide qu'on introduit dans une fiole de 250 ml et compléter avec de l'eau jusqu'au trait de jauge.

Donc pour le premier essai : les volumes nécessaires des réactifs à ajouter sont :

***CuSO₄**: X_{cc} = 3,17 ml à 10% ou 6,35 ml à 5%.

***A₃₄₁₈**: X_{cc} = 1,27 ml à 5% ; 0,635 ml à 10% ou 6,35 ml à 1%.

* PH = 11

***MIBC** : 1 à 2 gouttes.

Il en est de même pour les autres essais, les conditions opératoires et les modes de calculs seront effectués de la même façon que l'essai précédent.



ANNEXE 2

La première matrice avec les consommations réelles

Calculons les consommations réelles des différents réactifs de flottation pour la première matrice (ou le premier plan d'expérimentation) après flottation et séchage des concentrés et rejets.

Données : $P_s=1588$ g

Tableau N°2 : Reconstruction d'un nouveau plan d'expérimentation avec les consommations réelles des réactifs.

N° d'expériences	Rang	CuSO4 (g/t)	A3418 (g/t)	pH	Y1	Y2	Y3	Y4
1	3	174,84	34,97	11				
2	7	404,86	35,99	11				
3	5	182,88	82,3	11				
4	13	410,89	82,18	11				
5	14	185,4	60,25	10				
6	17	344,53	49,76	10				
7	6	134,75	43,79	12				
8	16	459,97	66,44	12				
9	1	325,8	40,098	10				
10	2	327,52	90,69	10				
11	9	424,14	52,2	12				
12	4	321,58	89,05	12				
13	8	321,56	64,31	11				
14	11	312,62	62,52	11				
15	15	323,83	64,76	11				
16	10	325,06	65,01	11				
17	12	327,86	65,57	11				



Plan d'expérimentation :

N°	Rand	CuSO4	A3418	pH	Y1	Y2	Y3	Y4
Exp		g/t	g/t					
1		200	40	11.0	54.59	11.80	15.14	28.09
2		450	40	11.0	46.79	16.52	8.50	27.56
3		200	90	11.0	27.28	9.81	7.58	25.59
4		450	90	11.0	31.94	13.98	6.67	27.04
5		200	65	10.0	24.42	11.04	6.47	26.62
6		450	65	10.0	12.25	1.17	16.39	16.47
7		200	65	12.0	27.17	16.49	4.95	28.11
8		450	65	12.0	12.34	5.89	6.44	26.95
9		325	40	10.0	30.46	19.26	4.84	28.38
10		325	90	10.0	22.25	13.50	4.94	26.22
11		325	40	12.0	33.62	14.86	6.93	26.35
12		325	90	12.0	21.38	9.71	6.47	25.99
13		325	65	11.0	21.54	8.60	7.22	26.07
14		325	65	11.0	16.69	9.84	4.94	27.14
15		325	65	11.0	17.06	7.82	6.12	26.09
16		325	65	11.0	19.71	10.88	5.16	26.86
17		325	65	11.0	19.44	14.84	3.98	28.49

D'après les résultats des analyses on constate que la meilleure récupération obtenue en Zinc est de 54,59% et sa teneur maximale est de 16,39%, il en est de même pour le fer ou la récupération minimale obtenue est de 1,17% avec une teneur de 16,47%.

Tableau des coefficients :

Pour la réponse Y1 :

Nom	Coefficient	F.Inflation	Ecart-Type	t.exp.	Signif. %
b0	18.750		2.331	8.04	0.0797 ***
b1	-2.242	1.30	2.019	-1.11	31.8
b2	-7.826	1.00	1.648	-4.75	0.570 **
b3	-0.884	1.30	2.019	-0.44	68.0
b11	5.233	1.17	2.606	2.01	10.0
b22	16.167	1.17	2.606	6.20	0.207 **



b33	-7.989	1.17	2.606	-3.07	2.80 *
b12	3.115	1.00	2.331	1.34	23.8
b13	2.386	1.47	3.297	0.72	50.6
b23	-1.007	1.00	2.331	-0.43	68.4

Pour la réponse Y2 :

Nom	Coefficient	F.Inflation	Ecart-Type	t.exp.	Signif. %
b0	9.285		0.952	9.76	0.0412 ***
b1	1.535	1.30	0.824	1.86	12.0
b2	-1.930	1.00	0.673	-2.87	3.50 *
b3	-2.735	1.30	0.824	-3.32	2.13 *
b11	-3.954	1.17	1.064	-3.72	1.42 *
b22	7.696	1.17	1.064	7.23	0.117 **
b33	-2.649	1.17	1.064	-2.49	5.5
b12	-0.137	1.00	0.952	-0.14	88.6
b13	5.783	1.47	1.346	4.30	0.832 **
b23	0.153	1.00	0.952	0.16	87.3

Pour la réponse Y3 :

Nom	Coefficient	F.Inflation	Ecart-Type	t.exp.	Signif. %
b0	5.860		0.848	6.91	0.138 **
b1	-1.646	1.30	0.734	-2.24	7.4
b2	-1.219	1.00	0.600	-2.03	9.6
b3	1.147	1.30	0.734	1.56	17.8
b11	5.318	1.17	0.948	5.61	0.302 **
b22	-1.706	1.17	0.948	-1.80	13.0
b33	1.641	1.17	0.948	1.73	14.3
b12	1.433	1.00	0.848	1.69	15.0
b13	-6.364	1.47	1.199	-5.31	0.374 **
b23	-0.140	1.00	0.848	-0.17	86.9

Pour la réponse Y4 :

Nom	Coefficient	F.Inflation	Ecart-Type	t.exp.	Signif. %
b0	26.540		0.242	109.87	< 0.01 ***



b1	0.355	1.30	0.209	1.70	14.9
b2	-0.693	1.00	0.171	-4.05	1.03 *
b3	-0.440	1.30	0.209	-2.10	8.8
b11	-2.488	1.17	0.270	-9.21	0.0499 ***
b22	3.018	1.17	0.270	11.17	0.0267 ***
b33	-2.822	1.17	0.270	-10.45	0.0329 ***
b12	0.495	1.00	0.242	2.05	9.4
b13	5.555	1.47	0.342	16.26	< 0.01 ***
b23	0.450	1.00	0.242	1.86	12.0

Tableau des variances :

Pour la réponse Y1 :

Source de variation	de Somme des carrés	des Degrés de liberté	de Carré moyen	Rapport	Signif
Régression	1.8950E+0003	9	2.10563E+0002	9.6872	1.29 *
Résidus	1.0868E+0002	5	2.17361E+0001		
Total	2.0037E+0003	14			

Pour la réponse Y2 :

Source de variation	de Somme des carrés	des Degrés de liberté	de Carré moyen	Rapport	Signif
Régression	254.2983	9	28.2554	7.7976	1.97 *
Résidus	18.1180	5	3.6236		
Total	272.4164	14			

Pour la réponse Y3 :

Source de variation	de Somme des carrés	des Degrés de liberté	de Carré moyen	Rapport	Signif
Régression	155.8118	9	17.3124	6.0187	3.28 *
Résidus	14.3823	5	2.8765		
Total	170.1941	14			



Pour la réponse Y4 :

Source de variation	Somme des carrés	Degrés de liberté	Carré moyen	Rapport	Signif
Régression	106.7453	9	11.8606	50.8144	0.0643 ***
Résidus	1.1670	5	0.2334		
Total	107.9124	14			