



TOGETHER
for a sustainable future

OCCASION

This publication has been made available to the public on the occasion of the 50th anniversary of the United Nations Industrial Development Organisation.



TOGETHER
for a sustainable future

DISCLAIMER

This document has been produced without formal United Nations editing. The designations employed and the presentation of the material in this document do not imply the expression of any opinion whatsoever on the part of the Secretariat of the United Nations Industrial Development Organization (UNIDO) concerning the legal status of any country, territory, city or area or of its authorities, or concerning the delimitation of its frontiers or boundaries, or its economic system or degree of development. Designations such as “developed”, “industrialized” and “developing” are intended for statistical convenience and do not necessarily express a judgment about the stage reached by a particular country or area in the development process. Mention of firm names or commercial products does not constitute an endorsement by UNIDO.

FAIR USE POLICY

Any part of this publication may be quoted and referenced for educational and research purposes without additional permission from UNIDO. However, those who make use of quoting and referencing this publication are requested to follow the Fair Use Policy of giving due credit to UNIDO.

CONTACT

Please contact publications@unido.org for further information concerning UNIDO publications.

For more information about UNIDO, please visit us at www.unido.org



Distr. LIMITEE

ID/WG.453/11
6 novembre 1985

FRANCAIS

Organisation des Nations Unies pour le développement industriel

Table Ronde sur le Développement de
l'Industrie des Phosphates et des Engrais
Phosphatés dans les Pays en Développement

Gafsa, Tunisie, 18 - 22 novembre 1985

NOUVEAU PROCÉDE DE VALORISATION PAR FLOTTATION DE MINÉRAIS
DE PHOSPHATE A EXOGANGUE SILICEUSE ET/OU CARBONATÉE*

Document établi par

Compagnie des Phosphates de Gafsa

* Les opinions exprimées dans le présent document sont celles de l'auteur et ne reflètent pas nécessairement celles du Secrétariat de l'ONUDI. Ce document n'a pas fait l'objet d'une mise au point rédactionnelle.

RESUME

Les travaux de recherches effectués dans le Centre de Recherches de la Compagnie des Phosphates de Gafsa, nous ont conduit à un procédé de flottation de nos phosphates pauvres à exogangue carbonatée en utilisant des esters comme collecteurs.

Ce procédé économique et simple est aussi adapté pour la valorisation des minerais à exogangue siliceuse par flottation inverse de la silice en introduisant comme activant au cours de cette flottation l'ester.

Les essais concluants et les résultats encourageants, nous ont permis de mettre au point un procédé de valorisation valable par flottation des minerais de phosphate à exogangue siliceuse et/ou carbonatée.

Les réactifs utilisés ne sont pas sensibles à la dureté de l'eau, et de très bons résultats sont obtenus en manipulant dans l'eau de mer à plus de 700°TH à partir d'un phosphate à exogangue silico - carbonatée de teneur 14.50% en P_2O_5 ; le concentré atteint 32% P_2O_5 avec une récupération supérieure à 70%.

Notre communication traitera des exemples de valorisation de minerais de phosphate d'exogangue différente: siliceuse, silico - carbonatée ou essentiellement carbonatée. Elle mettra en évidence, les avantages de ce procédé et notamment son aspect économique.

INTRODUCTION

Les méthodes de valorisation mises en service dans notre COMPAGNIE consistent en une classification granulométrique humide (lavage) ou sèche (ventilation). Ces méthodes sont limitées et ne peuvent donner les résultats satisfaisants, que pour les minerais de phosphate ayant une teneur supérieure à 25 % P_2O_5 en général.

Pour des teneurs inférieures, le minerai de phosphate est considéré comme pauvre, et ne peut être valorisable. D'autre part, ces méthodes physiques n'ont aucune action sélective sur l'élimination des impuretés gênantes lors de la transformation du phosphate telles que (calcite, dolomite).

Les réserves importantes des phosphates pauvres, la perte relativement grande de P_2O_5 dans les rejets des installations et l'épuisement de plus en plus des gisements riches, nous ont amené à rechercher la méthode la plus efficace qui permet de résoudre les problèmes de valorisation des phosphates considérés pauvres.

Parmi les méthodes d'enrichissement connues industriellement ou à l'échelle de laboratoire (flottation, traitement thermique, triage électrostatique) pour les minerais de phosphate; la flottation qui revient plus cher que les méthodes classiques (lavage ou ventilation), est de loin le procédé le plus économique pour valoriser les minerais des phosphates où les deux derniers procédés classiques s'avèrent inefficaces.

A nos jours, nous ne connaissons aucune installation industrielle de flottation traitant des phosphates sédimentaires à exsanguie carbonatée. Par contre, à l'échelle de laboratoire, quelques procédés (I) ont été préconisés pour l'enrichissement de ces phosphates.

(I) Numéro du dépôt de quelques méthodes d'invention

N°	30 26063	- FRANCE
N°	79 30968	- FRANCE
N°	80	- FRANCE
N°	2 248 873	- FRANCE
N°	4 144 960	- AMERIQUE

Si les méthodes de flottation constituent un progrès par rapport aux méthodes mettant en oeuvre la calcination (technique complexe et coûteuse), elles n'ont pas pu résoudre tous les problèmes pour réaliser une valorisation satisfaisante des minerais de phosphate à exsanguie carbonatée et siliceuse.

ETUDE DE LA FLOTTATION

=====

La présente communication a pour but de décrire un nouveau procédé de traitement par flottation des minerais de phosphate à exogangue carbonatée ou silico-carbonatée. Ce procédé qui a fait l'objet d'un dépôt de Brevet (2), répond mieux comme on va le démontrer aux nécessités de la pratique.

Une variété d'échantillons de minerais phosphatés de différents gisements tunisiens ont été traités selon le mode de réalisation du procédé. Les diverses origines des échantillons, ainsi que leurs différentes compositions chimiques et minéralogiques n'ont pas montré une différence de comportement vis à vis des collecteurs utilisés dans notre procédé, mis à part des conditions opératoires qui diffèrent d'un minerai à l'autre.

Les résultats aux quels nous avons abouti sont concluants, et le procédé s'adapte parfaitement à la séparation des différents constituants du minerai phosphaté aussi bien carbonatés que silico-carbonatés.

Une étude du procédé, qui consistait au départ à enrichir les phosphates essentiellement carbonatés par flottation des carbonates en présence d'esters phosphoriques et dont on a obtenu de bons résultats, a été développée pour son adaptation à la valorisation des minerais de phosphates à exogangue silico-carbonatée.

L'introduction d'un réactif cationique avec le collecteur du départ nous a conduit à la séparation en même temps des matériaux siliceux et carbonatés, en procédant de la même manière.

- (2) N° 32 11 561 Date de dépôt en France 1er Juillet 1982
N° 14 944 Date de dépôt en Tunisie 24 Aout 1982
N° 14 949 Date de dépôt en Tunisie 4 Septembre 1982

Ce même procédé a été testé en fin sur des minerais de phosphates à exogangue essentiellement siliceuse et les résultats encourageants enregistrés nous ont prouvé son adaptation parfaite à ce type de minerais.

Une étude de mise au point de ce procédé a été alors faite sur quelques échantillons de minerais de phosphate de différentes variétés. Les exemples suivants résumeront les principaux résultats obtenus dans notre Centre de Recherches:

PHOSPHATE A GANGUE ESSENTIELLEMENT CARBONATÉE

=====

EXEMPLE 1

On traite la fraction fine (- 0.315 + 0.09 mm) d'un minerai de phosphate à gangue essentiellement carbonatée. Cette fraction, composée de 57% d'éléments phosphatés et 50% de carbonates sous forme de calcite et de dolomite, est conditionnée en pulpe dense par une quantité d'ester phos-

phorique de 150 g/tonne de minerai solide à l'alimentation.

Après la première flottation on reprend le résidu, sans modification du PH et de la concentration en solide, par des ajouts successifs de 50 g/tonne du dit ester et on effectue après chaque ajout le conditionnement et la flottation. Le bilan des séparations est résumé dans le tableau suivant:

TABLEAU I

	% POIDS	% P ₂ O ₅	RECUPERATION P ₂ O ₅
FLOTTANT F ₁ (Stérile)	36.31	2.34	6.08
FLOTTANT F ₂ (Stérile)	5.91	2.59	1.08
FLOTTANT F ₃ (Stérile)	8.74	2.78	1.74
FLOTTANT F ₄ (Stérile)	4.85	5.33	2.20
Concentré	44.27	28.05	88.90
ALIMENTATION	100.00	13.97	100.00

EXEMPLE 2

Le même minerai que celui traité dans l'exemple précédent coupé à (-0.5 + 0.09 mm) est soumis aux mêmes conditions opératoires de conditionnements et de flottation décrites précédemment. Les résultats obtenus pour cette tranche granulométrique sont résumés dans le tableau suivant:

TABLEAU II

	% POIDS	% P ₂ O ₅	RECUPERATION P ₂ O ₅
FLOTTANT F ₁ (Stérile)	31.10	2.62	4.13
FLOTTANT F ₂ (Stérile)	4.56	7.62	1.75
FLOTTANT F ₃ (Stérile)	1.34	12.38	0.83
FLOTTANT F ₄ (Stérile)	0.80	13.08	0.55
Concentré	62.20	29.38	92.75
ALIMENTATION	100.00	19.70	100.00

EXEMPLE 3

On traite la fraction fine (- 0.100 + 0.04 mm) d'un autre minerai de phosphate à gangue essentiellement carbonatée, titrant 22% P₂O₅. Cette fraction est conditionnée en pulpe dense en présence de 200 g/tonne d'esters phosphoriques.

La flottation des carbonates, conduit aux résultats suivants:

TABLEAU III	% PIECS	% P ₂ O ₅	RECUPERATION P ₂ O ₅
FLOTTANT F ₁ (Stérile)	40.00	11.06	20.13
Concentré	60.00	29.26	79.87
ALIMENTATION	100.00	21.98	100.00

EXEMPLE 4

Le même minerai que celui traité dans l'exemple 3 est soumis aux mêmes conditions opératoires de conditionnement et de flottation que précédemment avec une consommation plus faible de collecteur; mais le résidu est repris sans modification du PH et de la concentration en solide, par un seul ajout de 40 g/tonne de collecteur

Le bilan des séparations est le suivant:

TABLEAU IV

	% POIDS	% P ₂ O ₅	RECUPERATION P ₂ O ₅
FLOTTANT F ₁ (Stérile)	26.46	5.85	6.97
FLOTTANT F ₂ (Stérile)	15.12	18.19	12.39
Concentré	58.42	30.64	80.64
ALIMENTATION	100.00	22.19	100.00

PHOSPHATE A EXOGANGUE SILICO-CARBONATEE

EXEMPLE 5

Un échantillon d'un autre minéral silico-carbonaté titrant 26% P_2O_5 de granulométrie comprise entre (-0.2 et 0.04 mm), est conditionné en pulpe dense par une quantité de 100 g/tonne d'esters phosphoriques. Le minéral ainsi conditionné est soumis à une flottation des carbonates.

Le plongeant obtenu est conditionné cette fois ci par une quantité de 250 g/tonne de collecteur cationique; le PH ainsi que la concentration en solides de la pulpe n'ayant subi aucune modification. Le concentré est récupéré au fond de la cellule.

Le bilan des séparations est représenté dans le tableau suivant:

TABLEAU V

	% POIDS	% P_2O_5	RECUPERATION P_2O_5
FLOTTANT F_1 (Stérile)	17.44	6.84	4.57
FLOTTANT F_2 (Sterile)	8.82	10.46	3.53
Concentré	73.74	32.54	92.00
ALIMENTATION	100.00	26.11	100.00

EXEMPLE 6

La fraction fine (- 0.2 + 0.04 mm) d'un quatrième minéral silico-carbonaté est traitée par le mélange amines et esters phosphoriques.

La pulpe est conditionnée en pulpe dense par 150 g/tonne d'amines et 200 g/tonne d'esters phosphoriques et soumise à une flottation de dégrossissage donnant un flottant F_1 constitué de silicates et de carbonates.

Le résidu est repris tel qu'il est en pulpe diluée par 100 g/tonne d'amines et 75 g/t d'esters; on récupère un deuxième flottant F_2 enrichi en silicates et carbonates.

Le résidu, ne contenant que des silicates et du phosphate est conditionné une dernière fois en pulpe diluée par un ajout de 100 g/tonne d'amines. La flottation conduit à un flottant stérile riche en silicates et à un plongeant formant le concentré.

Les bilans sont résumés dans le tableau suivant:

TABLEAU VI	% POIDS	% P ₂ O ₅	RECUPERATION P ₂ O ₅
FLOTTANT F ₁ Stérile	39.74	3.65	9.40
FLOTTANT F ₂ Stérile	10.15	3.21	2.11
FLOTTANT F ₃ Stérile	9.17	7.39	4.39
Concentré	40.94	31.70	94.10
ALIMENTATION	100.00	15.43	100.00

EXEMPLE 7

Un autre type de minéral silico-carbonaté de granulométrie (-0.315 + 0.04 mm) titre 26% P₂O₅, 43.64% CaO et 7.69% insolubles est traité de la même façon que précédemment par le couple (amine + ester).

Les résultats obtenus sont résumés dans le tableau suivant:

	% Poids	% P ₂ O ₅	Recupera- tion P ₂ O ₅	insoluble	CaO/P ₂ O ₅
Flottant F ₁ (Stérile)	10.71	6.35	2.64		
Flottant F ₂ (Stérile)	7.60	11.32	3.34		
Flottant F ₃ (Stérile)	2.76	21.67	2.32		
Concentré	78.93	29.92	91.70	4.45	1.63
Alimentation	100.00	25.75	100.00		

PHOSPHATE SILICEUX

EXEMPLE 3

Dans cet exemple, on traite la fraction (-0.5 + 0.09 mm) d'un minéral de phosphate à gangue principalement silicatée. Cette fraction constituée de 16% en P₂O₅ et de 60% en insolubles (majorité quartz), est conditionnée en pulpe à 50% en solide par un mélange de réactifs constitué d'une acétate d'amine et d'un ester phosphorique. Les quantités utilisées sont de 200 g/tonne d'amines et de 100 g/tonne d'esters. Le bilan de l'opération qui dure 2 minutes à pH naturel et dans une eau dure de 210° TH (français), est indiqué dans le tableau suivant:

TABLEAU VIII

	% Poids	% P ₂ O ₅	Recuperation P ₂ O ₅
Flottant (Stérile)	45.83	2.00	5.77
Concentré	54.17	27.64	94.23
Alimentation	100.00	15.98	100.00

EXEMPLE 9

A titre de comparaison nous vous soumettons ci-après les résultats de la flottation des matériaux du même échantillon que ci-dessus en présence d'acétate d'amine uniquement.

La consommation du collecteur étant de 830 g/tonne et la durée de l'opération (conditionnement et flottation) étant de 3 minutes.

TABLEAU IX.

	% Poids	% P ₂ O ₅	Recuperation P ₂ O ₅
Flottant (Stérile)	48.19	2.67	8.15
Concentré	51.81	28.00	91.85
Alimentation	100.00	15.79	100.00

EXEMPLE 10

Un échantillon, d'un autre minerai titrant 24,3% P₂O₅ dont la gangue contient à côté des matériaux siliceux, une faible proportion de carbonates, est soumis à une flottation cationique en présence de kérosène. La séparation conduit au bilan suivant:

TABLEAU X.

	% Poids	% P ₂ O ₅	Recuperation P ₂ O ₅	CaO/P ₂ O ₅
Flottant (Stérile)	13.47	5.09	2.83	
Concentré	86.53	27.25	97.17	1.74
Alimentation	100.00	24.27	100.00	

EXEMPLE 11

Le même échantillon que celui traité précédemment est soumis à la même flottation cationique, mais en présence de 80 g/t d'esters phosphoriques. Cette opération donne les résultats ci-dessous:

TABIEAU XI.

	:% Poids:	% P ₂ O ₅	:Récupération:	CaO/P ₂ O ₅
Flottant (Stérile)	:23.65	: 8.5	: 8.29	:
Concentré	:76.35	:29.19	: 91.71	: 1.62
Alimentation	:100.00	:24.3	: 100.00	:

CONCLUSIONS

Il résulte des résultats enregistrés dans plusieurs exemples, dont quelques uns uniquement vous sont soumis lors de cette intervention, que l'on valorise d'une manière remarquable les minerais de phosphates d'exoganges diversifiées.

Parmi les avantages de ce procédé, qui est d'une conception et d'une application très simples, son adaptation parfaite pour différents minerais de phosphate, qu'il s'agisse de minerais carbonatés, silico-carbonatés ou silicatés et quelle que soit la proportion de la gangue éventuellement présente dans le minerai, ce procédé met en oeuvre des quantités de collecteurs particulièrement avantageuses.

Ce procédé présente un intérêt certain dans le cas de minerais carbonatés ou silico-carbonatés et même appliqué à un phosphate siliceux, permet d'éviter plusieurs étapes de traitement (flottation anionique, désorption par H₂SO₄ et lavage à l'eau). Pour illustrer ce que nous venons de dire nous vous décrirons les deux exemples suivants.

EXEMPLE 12

Un échantillon d'un minerai silicaté titrant 18 à 19% P₂O₅ de granulométrie comprise entre 0.5 et 0.09 mm est traité selon le procédé classique par l'utilisation de collecteurs anioniques à raison de 250 g/tonne en présence d'hydrocarbure en milieu ammoniacal. La séparation conduit à un flottant (préconcentré) qui est soumis à une deuxième flottation pour l'élimination des matériaux siliceux entraînés, après avoir traité le préconcentré par l'acide sulfurique suivi de 3 lavages à l'eau. La quantité utilisée de l'amine dans le kérosène est de 100 g/tonne de minerai solide à l'alimentation. Le bilan de l'ensemble des opérations est résumé dans le tableau suivant:

TABEAU XI.

	% Poids	% P ₂ O ₅	Recuperation
Pongeant (Stérile)	30.18	4.04	6.40
Flottant (Stérile)	9.47	6.67	3.31
Concentré	60.35	28.53	90.29
Alimentation	100.00	19.07	100.00

EXEMPLE 13

Le même échantillon que celui traité dans l'exemple ci-dessus est traité selon le mode avantageux de réalisation du procédé par un mélange de 400 g/tonne de collecteur cationique et de 60 g/tonne d'esters phosphoriques.

La flottation durant 2 minutes nous conduit aux résultats suivants:

TABEAU XII

	% Poids	% P ₂ O ₅	Récupération P ₂ O ₅
Flottant (Stérile)	39.32	3.84	8.20
Concentré	60.68	27.84	91.80
Alimentation	100.00	18.40	100.00

Pour terminer, d'autres conditions avantageuses du procédé méritent d'être signalées:

- Les réactifs utilisés (amine ou ester) ne sont pas sensibles à la dureté de l'eau; tous nos essais ont été faits avec une eau dure de 210° TH, et l'utilisation de l'eau de mer de 700° TH nous a conduit au même résultat.

- Le procédé ne nécessite pratiquement aucun réglage du pH du milieu, sauf pour des cas particuliers d'eau acide où les conditions opératoires selon ce procédé ne sont pas avantageuses.

- Le fait de combiner conditionnement et flottation qu'il s'agit de dégrossissage ou d'épuisage et quelle que soit la gangue du minerai (carbonatée, silicatée ou silico-carbonatée) réduit le circuit, simplifie le "flow-Sheet", augmente la capacité de traitement et par conséquent conduit à des investissements moins lourds et une exploitation plus économique.

