

MINISTÈRE DE L'INDUSTRIE, DU COMMERCE ET DE L'ARTISANAT

BUREAU DE RECHERCHES GÉOLOGIQUES ET MINIÈRES

SERVICE GÉOLOGIQUE NATIONAL

B.P. 6009 - 45018 Orléans Cédex - Tél.: (38) 63.80.01

DG 26. SEP. 1977

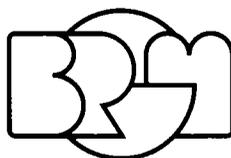
CONCEPTION D'UN CENTRE DE MINÉRALURGIE

**Exemple du Département de Minéralurgie du
Bureau de Recherches Géologiques et Minières
(France)**

*Communication présentée au 1er séminaire brésilien de technologie minérale -
Poços de Caldas - M.G. Brésil du 27 juin au 1er juillet 1977*

par

G. BARBERY



Département minéralurgie

B.P. 6009 - 45018 Orléans Cédex - Tél.: (38) 63.80.01

77 SGN 398 MIN

Septembre 1977

RESUME

La communication présente l'ensemble des concepts qui permettent de définir et concevoir un centre de recherches et développement en minéralurgie.

L'importance des contraintes extérieures (minéral, contexte économique, écologie du site, conditions de vente des produits) est explicitée.

Les thèmes de recherches et développement qui sont abordés par un centre de minéralurgie sont classés suivant trois repères : phénomènes, procédés et cibles, ce qui permet de choisir les moyens à mettre en oeuvre pour réaliser les objectifs retenus. On présente les moyens du département "Minéralurgie" du BRGM, ainsi qu'un exemple d'application (traitement des grès armoricains à titane et zirconium) à un sujet important.

° °

T A B L E D E S M A T I E R E S

	<u>Pages</u>
1. LA MINERALURGIE : Définition et objet.....	1
1.1. Les contraintes extérieures.....	1
1.1.1. Le minerai.....	1
1.1.2. Le contexte économique.....	2
1.1.3. Ecologie du site.....	2
1.1.4. Conditions de vente des produits.....	2
1.2. Méthodologie de la minéralurgie.....	3
2. CONCEPTION D'UN CENTRE DE MINERALURGIE.....	6
2.1. Classification des thèmes de recherche et développement.....	6
2.2. Moyens à mettre en oeuvre.....	6
2.2.1. Etude de cibles.....	6
2.2.2. Etudes des phénomènes et des processus.....	15
3. LE DEPARTEMENT MINERALURGIE DU B. R. G. M.....	16
3.1. Programme de recherches scientifiques et techniques	16
3.2. Conception de procédés de traitement.....	17
3.3. Moyens du département Minéralurgie du B. R. G. M...	19
3.3.1. Effectifs.....	19
3.3.2. Installations.....	19

.../...

T A B L E D E S M A T I E R E S (Suite)

	<u>Pages</u>
<u>Figure_1</u> : Classification des principales difficultés rencontrées dans la conception et le développement d'un procédé de traitement minéralurgique.....	4
<u>Figure_2</u> : Opérations unitaires de la minéralurgie.....	5
<u>Figure_3</u> : Travaux nécessaires à la conception d'un schéma de traitement.....	8
<u>Figure_4</u> : Travaux nécessaires à la conception d'une usine de traitement.....	9
<u>Figure_5</u> : Microsonde pour analyse ponctuelle multiéléments.....	13
<u>Figure_6</u> : Analyseur d'images utilisé pour la quantification des données minéralogiques.....	14
<u>Figure_7</u> : Laboratoire de chimie des surfaces.....	24
<u>Figure_8</u> : Laboratoire de comminution.....	24
<u>Figure_9</u> : Vue du laboratoire de broyage.....	25
<u>Figure_10</u> : Laboratoire de flottation.....	25
<u>Figure_11</u> : Laboratoire de séparation magnétique.....	26
<u>Figure_12</u> : Laboratoire de pyrométallurgie.....	26
<u>Figure_13</u> : Halle de réception et de stockage d'échantillons.....	27
<u>Figure_14</u> : Section de concassage de l'usine pilote de traitement de minerais.....	27
<u>Figure_15</u> : Section de broyage conventionnel.....	28
<u>Figure_16</u> : Vue d'ensemble des installations pilotes de séparations minéralurgiques.....	28
<u>Figure_17</u> : Séparateur gravimétrique.....	29
<u>Figure_18</u> : Secteur de flottation.....	29

A N N E X E I

	<u>Pages</u>
1. INTRODUCTION.....	A-1
2. ETUDE D'ECHANTILLONS PROVENANT DE DIVERS SECTEURS D'AFFLEU- REMENT DES GRES ORDOVICIENS.....	A-2
2.1. Caractères lithologiques.....	A-3
2.2. Etude détaillée des minéralisations titanifères.....	A-4
2.3. Aptitude à l'enrichissement - Distinction de minerais types.....	A-7
3. ETUDE PARTICULIERE DES MINERAIS DE LA GLACERIE ET DE BAILLEUL.....	A-8
3.1. Etude géologique.....	A-8
3.1.1. Etudes lithographiques.....	A-8
3.1.2. Données sédimentologiques sur les horizons miné- ralisés.....	A-8
3.1.3. Résultats des études.....	A-9
3.2. Etude texturale.....	A-10
3.3. Etude du traitement.....	A-12
3.3.1. Minerai de Bailleul.....	A-12
3.3.2. Minerai de La Glacerie.....	A-14

A N N E X E T (Suite)

	<u>Pages</u>
<u>Figure_A1</u> : Situation des indices de gisements de grès à Zr-Ti du Massif Armoricaïn.....	A-15
<u>Figure_A2</u> : Relation entre SiO ₂ et TiO ₂ dans les grains de leucoxène - Analyse ponctuelle à la microsonde...	A-16
<u>Figure_A3</u> : Relation entre Fe ₂ O ₃ et TiO ₂ dans les grains de leucoxène.....	A-17
<u>Figure_A4</u> : Relation entre Al ₂ O ₃ et SiO ₂ dans les grains de leucoxène.....	A-18
<u>Figure_A5</u> : "Leucoxène" La Fromière.....	A-19
<u>Figure_A6</u> : Méthode d'analyse de l'aptitude au traitement....	A-20
<u>Figure_A7</u> : Relation entre les pertes en titane dans les schlamms et leur rendement pondéral.....	A-21
<u>Figure_A8</u> : Inclusions de silice dans les particules de rutilé.....	A-22
o ooo o	
<u>Tableau_A1</u> : Poids et % des fractions granulométriques et des minéraux lourds correspondants (d > 3,33).....	A-23
<u>Tableau_A2</u> : Examen optique des fractions lourdes (d > 3,33). (Estimation quantitative en % volumétriques)....	A-24
<u>Tableau_A3</u> : Analyse par diffractométrie de rayons X de la fraction lourde (d > 3,33) < 20 microns.....	A-24
<u>Tableau_A4</u> : Rutilé - Zircon de Bretagne - Caractéristiques d'aptitude au traitement.....	A-25
<u>Tableau_A5</u> : Bilan récapitulatif.....	A-26

La conception d'un centre de minéralurgie, qu'il ait un caractère national ou régional, ou qu'il corresponde à un laboratoire central pour une compagnie minière importante, soulève un certain nombre de questions sur les objectifs précis de la minéralurgie et la nécessité de la recherche en minéralurgie, et il nous a ainsi paru judicieux de présenter les problèmes d'ordre général qui se posent pour toute étude en minéralurgie, afin de justifier la mise en oeuvre des moyens et des compétences indispensables à la solution de ces problèmes. Un exposé de cet ordre n'aurait pas d'intérêt sans exemple pratique, aussi nous sommes-nous permis de l'illustrer par une présentation des moyens du département Minéralurgie du Bureau de Recherches Géologiques et Minières (France), ainsi que d'un exemple d'application de leur mise en application sur un problème précis.

1. LA MINERALURGIE : Définition et objet.

La minéralurgie peut être considérée comme l'ensemble de procédés et de techniques de préparation, de séparation et d'épuration des espèces minérales ou des éléments chimiques de valeur, à partir d'une matière brute, en vue d'obtenir un concentré utilisable industriellement.

En fait, la minéralurgie s'étend non seulement au secteur traditionnel minier, mais encore à tous les domaines où peut se présenter, sous forme naturelle, artificielle ou résiduelle, le minéral ou l'élément chimique, dans le sol, les eaux ou l'air, en tant que produit de valeur à extraire ou à récupérer, ou facteur de nuisance à éliminer.

L'objet de la minéralurgie est de traiter les minerais afin d'en extraire, dans des conditions économiques données et sur un site dont il conviendra de préserver l'environnement, des produits de consommation primaire utiles que l'on puisse vendre avec bénéfice. Dans cette brève définition, apparaissent déjà les contraintes extérieures, rigides, imposées au minéralurgiste : le minerai, le contexte économique, l'écologie du site, les conditions de vente qui sont des données sur lesquelles il n'a pas de possibilité d'action directe.

1.1. Les contraintes extérieures :

1.1.1. Le minerai :

En dehors de quelques rares exceptions, la majorité de minéraux utiles sont présents dans la nature sous forme de mélanges dilués et hétérogènes, et, sous cette forme, n'ont, en général, que peu d'intérêt pour les utilisateurs industriels qui demandent des produits minéraux (pour alimenter leur aciérie, fonderie, industrie chimique, céramique, etc...) hautement concentrés dont les propriétés chimiques et physiques soient définies - en général suivant des normes - et constantes. Le minéralurgiste doit donc s'efforcer de séparer les minéraux désirables de leur gangue stérile et produire ainsi des concentrés.

En ce qui concerne le minerai, le principe de base des méthodes de la minéralurgie est l'exploitation de différences entre les propriétés des minéraux. Il sera donc indispensable de connaître, pour un minerai donné :

1°) la composition minéralogique du minerai, présentée sous forme d'une analyse modale (proportion volumétrique ou pondérale de minéraux présents dans le minerai),

2°) la variabilité de la composition minéralogique dans le gisement,

3°) la composition chimique des divers minéraux présents dans le minerai,

4°) les associations des divers minéraux entre eux (texture), et la variabilité de la texture dans le gisement.

Il doit donc être clair d'après cette liste que pour le minéralurgiste au moins, la teneur chimique élémentaire d'un minerai n'a pas de signification pratique en l'absence de précision sur la composition minéralogique du minerai.

1.1.2. Le contexte économique :

Il n'est pas nécessaire de rappeler ici les paramètres économiques classiques, qui ont d'ailleurs une influence sur l'industrie minérale dans son ensemble : cours des matières premières, disponibilités des capitaux, prix de la main d'oeuvre, prix du transport, etc... Ces paramètres économiques jouent un rôle, bien entendu, sur la minéralurgie en fixant les conditions des prix de revient maximaux du traitement pour un minerai donné.

1.1.3. Ecologie du site :

Sur ce sujet, on peut dire brièvement que l'un des problèmes majeurs des déchets de l'industrie minière se situe dans la mise en décharge des rejets fins, qui sont les résidus des usines de traitement.

Ils sont constitués de solides minéraux finement divisés (pour fixer les idées, inférieurs à 100 μm), généralement en suspension dans l'eau. Cette eau contient également certains réactifs qui ont été utilisés au cours du traitement (agents de contrôle du pH, réactifs de flottation, agents de floculation ou de dispersion, etc...) dans des quantités habituellement faibles. Dans certains cas, l'effet de ces ions sur l'environnement n'est que très mal connu.

Les solides minéraux possèdent une réactivité variable dans l'eau. Certains minéraux qui étaient insolubles dans les conditions naturelles du gisement, deviennent solubles dans un nouvel environnement (en particulier, les sulfures qui s'oxydent lorsqu'ils sont finement divisés et en présence d'eau, d'air et de bactéries).

Tous ces problèmes doivent être étudiés, évalués et résolus avant de pouvoir lancer une exploitation minière, et le minéralurgiste doit apporter sa contribution à ces travaux.

1.1.4. Conditions de vente des produits :

Dans le cadre d'un projet minier, il est important de réaliser que la minéralurgie est l'interface entre la mine et l'industrie utilisatrice, par l'intermédiaire des concentrés qui doivent être vendus. La qualité de ces produits conditionne très souvent l'économie d'un projet minier, soit par son influence directe sur le prix d'achat par les consommateurs, soit par des difficultés d'écoulement (voire des impossibilités de trouver un marché). Les conditions de vente représentent des cas très spécifiques suivant les types de produits minéraux que l'on cherche à commercialiser mais on doit distinguer quatre critères importants :

1°) teneur chimique ou minérale en élément ou minéral majeur. Son niveau doit souvent être supérieur à une limite fixée par l'utilisateur, et qui peut varier, non seulement en fonction de raisons technologiques mais également d'habitudes du marché, de la disponibilité de concentrés riches, etc...,

2°) teneur chimique en élément pénalisant (par exemple, phosphore dans un concentré de fer, arsenic dans un concentré de cuivre, etc...) dont le niveau doit être inférieur à une limite fixée par l'utilisateur, et variable également,

3°) teneur chimique en élément valorisant (par exemple, or et argent dans un concentré de cuivre, cuivre dans un concentré de plomb, etc...) et payé seulement au-dessus d'un niveau fixé par l'utilisateur,

4°) caractéristiques physiques du concentré : dans certains cas dimensions des particules (fibre d'amiante, minerai de fer, de chrome), teneur en eau, mode de présentation (boulettes, agglomérés, etc...).

Il ne s'agit donc pas seulement pour le minéralurgiste d'obtenir un concentré, mais encore d'assurer que pour tous les types (ou présentations) de minerais rencontrés dans un gisement, les concentrés produits répondront aux normes du marché, tant sur les teneurs en éléments majeurs, mineurs ou valorisants, qu'en ce qui concerne les caractéristiques physiques du concentré.

1.2. Méthodologie de la minéralurgie :

Quels sont les moyens, procédés ou techniques de la minéralurgie qui permettent de résoudre un problème particulier, compte tenu des contraintes que l'on vient d'exposer ? Il faut revenir à ce que nous avons déjà vu. La seule possibilité pour le minéralurgiste est d'exploiter les différences entre les propriétés des minéraux contenus dans le minerai.

Cette possibilité est malheureusement limitée pratiquement par les difficultés suivantes :

1°) la texture des roches constituant le minerai conditionne la manière dont les minéraux vont se séparer au cours des opérations de fragmentation (concassage, broyage). La libération des minéraux les uns des autres est une condition sine qua non de la mise en application des différences entre les propriétés des minéraux,

2°) les propriétés des minéraux ne sont pas constantes, non seulement d'un gisement à un autre, mais également à l'intérieur d'un même gisement,

3°) les méthodes de séparation qui sont utilisées en pratique industrielle ont leurs limitations :

a) chaque méthode possède un domaine de dimensions (pour les particules de minerai soumises au traitement).

b) il existe une limite de discrimination dans la différence entre les propriétés des minéraux, pour chaque appareil, que l'on peut définir comme la sensibilité de la méthode.

On trouvera en figure 1, un tableau résumant les principales difficultés qui apparaissent aux divers stades de la conception d'un procédé minéralurgique.

Par ailleurs, lorsque l'on essaye de faire un bilan des propriétés de minéraux qui sont effectivement utilisées pour réaliser des séparations minéralurgiques (figure 2), il est clair que le nombre de ces propriétés est très faible, et n'a d'ailleurs pas changé depuis 80 ans (depuis la découverte de la flottation).

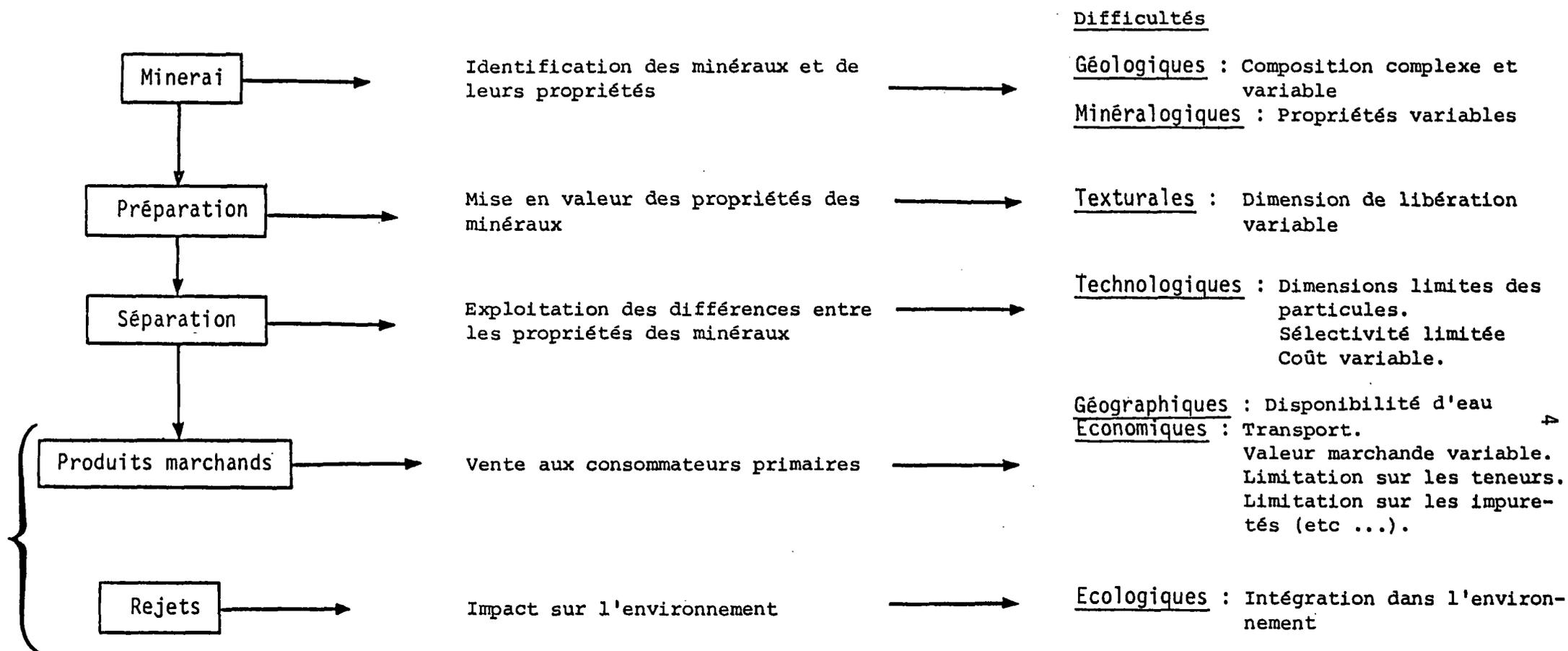


Figure 1

Classifications des principales difficultés rencontrées dans la conception et le développement d'un procédé de traitement minéralurgique.

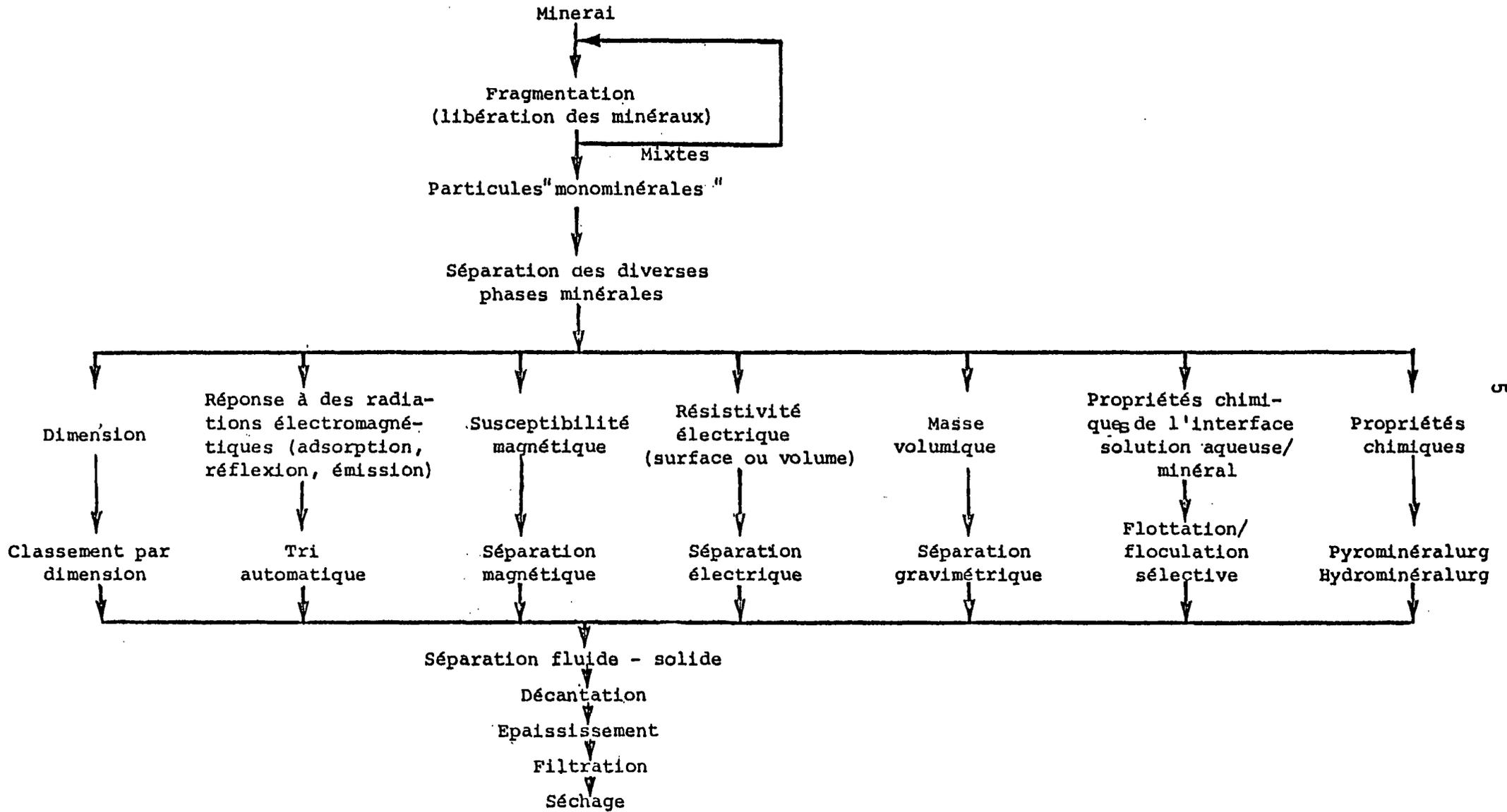


Figure 2

Opérations unitaires de la minéralurgie.

2. CONCEPTION D'UN CENTRE DE MINERALURGIE :

2.1. Classification des thèmes de recherche et développement :

A ce stade de l'exposé, il est important de réaliser qu'un centre de minéralurgie doit être conçu pour répondre aux questions qui ont été posées ci-dessus.

En fait, pour mieux comprendre les besoins en techniques de recherches, équipements de laboratoire, compétences des ingénieurs en recherche et développement, il est plus utile de classer les thèmes des activités d'un centre de minéralurgie en distinguant les thèmes suivants :

- phénomènes,
- procédés,
- cibles.

Dans la plupart des centres de minéralurgie, on se limite aux deux derniers thèmes; procédés et cibles. Il est cependant utile d'évaluer l'ensemble des sujets sur lesquels il est nécessaire de réaliser des travaux de recherche.

L'étude des phénomènes représente un stade fondamental d'acquisition de données sur les propriétés des minéraux. On a déjà signalé que les propriétés utilisées en pratique sont très limitées en nombre. Ceci ne veut pas dire que ces propriétés soient parfaitement connues. En particulier les phénomènes qui se produisent à l'interface entre un minéral et une solution aqueuse ne sont que très imparfaitement connus, en dépit de l'application massive qui en est faite dans la flottation des minerais.

Les travaux qui doivent être réalisés sur les procédés ne peuvent être conduits efficacement que si l'on possède une bonne connaissance des phénomènes. Ils consistent soit à concevoir des procédés nouveaux afin de mieux valoriser certains minerais déjà exploités ou de permettre le développement de nouveaux types de gisement, soit à améliorer les procédés classiques afin de parfaire l'économie de leur application.

Les travaux sur des cibles particulières correspondent manifestement à la partie la plus importante du plan de charge d'un centre de minéralurgie. Ils consistent soit à des études d'application de procédés classiques sur des minerais particuliers, soit au développement de procédés nouveaux sur des gisements potentiels particuliers pour lesquels les blocages techniques et économiques se situent au niveau du traitement.

La compréhension de cette répartition des sujets d'étude en minéralurgie suivant ces trois thèmes est importante, car elle conditionne la sélection et l'organisation des divers moyens qu'il est nécessaire de mettre en oeuvre.

2.2. Moyens à mettre en oeuvre :

2.2.1. Etude de cibles :

Les travaux menés par un centre de minéralurgie doivent s'intégrer à tous les stades du développement d'un projet minier, depuis l'examen d'indices, jusqu'à la construction et la mise en route de l'usine de traitement.

Au niveau de la prospection minière, le minéralurgiste - aidé de minéralogistes et de géologues - peut et doit orienter les recherches en évaluant les difficultés de traitement présentées par des échantillons types extraits du gisement potentiel, afin de guider l'exploration vers des zones où la séparation des minéraux présents sera industriellement rentable (en fonction de la texture du minerai, de la présence de minéraux qui donneraient des impuretés gênantes dans les concentrés éventuellement produits, etc...). Sa fonction est donc à ce stade de conseiller les géologues afin de diriger les recherches vers les types de minéralisation les plus sûrement valorisables.

Lorsqu'un site est retenu pour une évaluation plus précise, les travaux de minéralurgie consistent alors en des essais d'aptitude au traitement sur des échantillons qui sont en général des moitiés ou des quarts de carottes de sondage. La sélection des métrages de carottes utiles pour constituer un échantillon est de première importance et ne peut être faite qu'en accord avec un géologue et un ingénieur des mines, afin de déterminer le nombre d'échantillons à retenir (pour représenter les divers types de minéralisation) et les dilutions qui seront éventuellement imposées par la méthode d'exploitation minière. La quantité de matériau disponible pour réaliser les essais est alors généralement de l'ordre de quelques dizaines de kilogrammes, et les essais se font nécessairement au niveau du laboratoire, en discontinu. On trouvera en figure 3 un diagramme représentant les diverses opérations qui sont effectuées à ce stade de développement. Le type d'information qui est alors obtenu permet de réaliser une première évaluation technique et économique des problèmes présentés par le traitement du minerai, en particulier en ce qui concerne la composition minéralogique et chimique des concentrés susceptibles d'être produits et le niveau approximatif des prix de revient de la valorisation.

L'étape suivante des travaux de minéralurgie concerne, comme l'indique la figure 4, la vérification - au moyen d'essais cycliques, qui permettent de simuler un procédé d'opération continu par des opérations en discontinu, puis au moyen d'essais en usine pilote - du procédé de traitement qui avait été retenu, ainsi que ses modifications éventuelles. La quantité d'échantillon nécessaire à ces essais est importante, puisqu'on peut difficilement réaliser des essais en usine pilote à un débit unitaire inférieur à 100 kg/h ce qui implique obligatoirement un ou des échantillons représentatifs de quelques dizaines ou centaines de tonnes. Ces échantillons ne peuvent être extraits que dans le cadre de campagnes minières et les travaux de minéralurgie s'intègrent ainsi dans le cadre d'importants travaux d'étude de gisement. La sélection des échantillons est là encore de première importance et ne peut être effectuée que par une collaboration entre chef de projet - géologue minier - ingénieur des mines et minéralurgiste.

Le passage au niveau de l'échelle pilote est une décision qui est habituellement prise pour les raisons suivantes :

- 1°) Evaluation d'un procédé nouveau, ou d'un type de minéralisation qui n'est pas exploité industriellement,
- 2°) Obtention des données d'ingéniérie pour l'usine de traitement, en ce qui concerne, par exemple, les temps de résidence dans les diverses machines, les débits en produits mixtes, etc...,
- 3°) Obtention de résultats en continu sur des échantillons importants et variés pour rassurer et convaincre les responsables financiers,

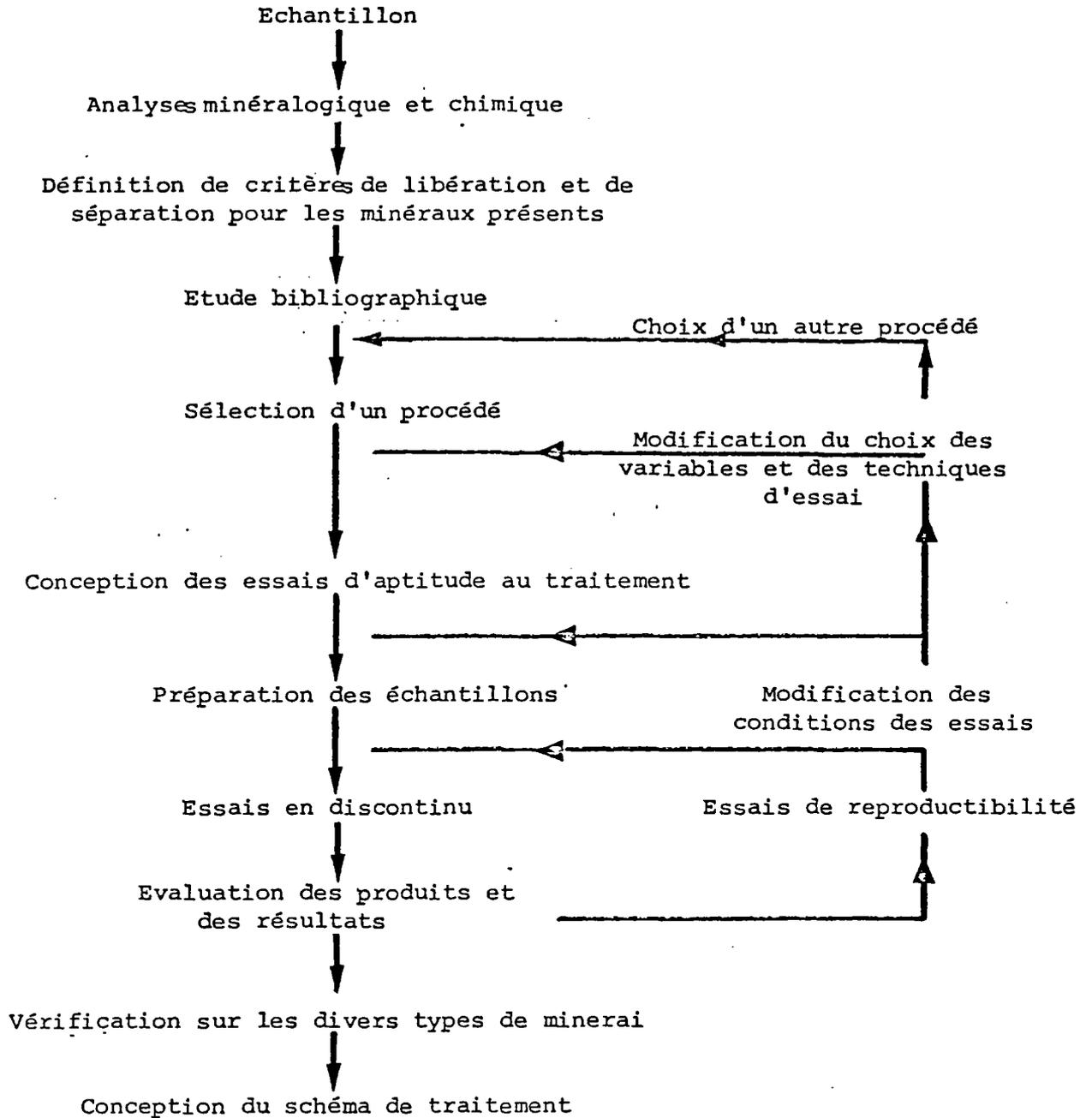


Figure 3

Travaux nécessaires à la conception d'un schéma de traitement

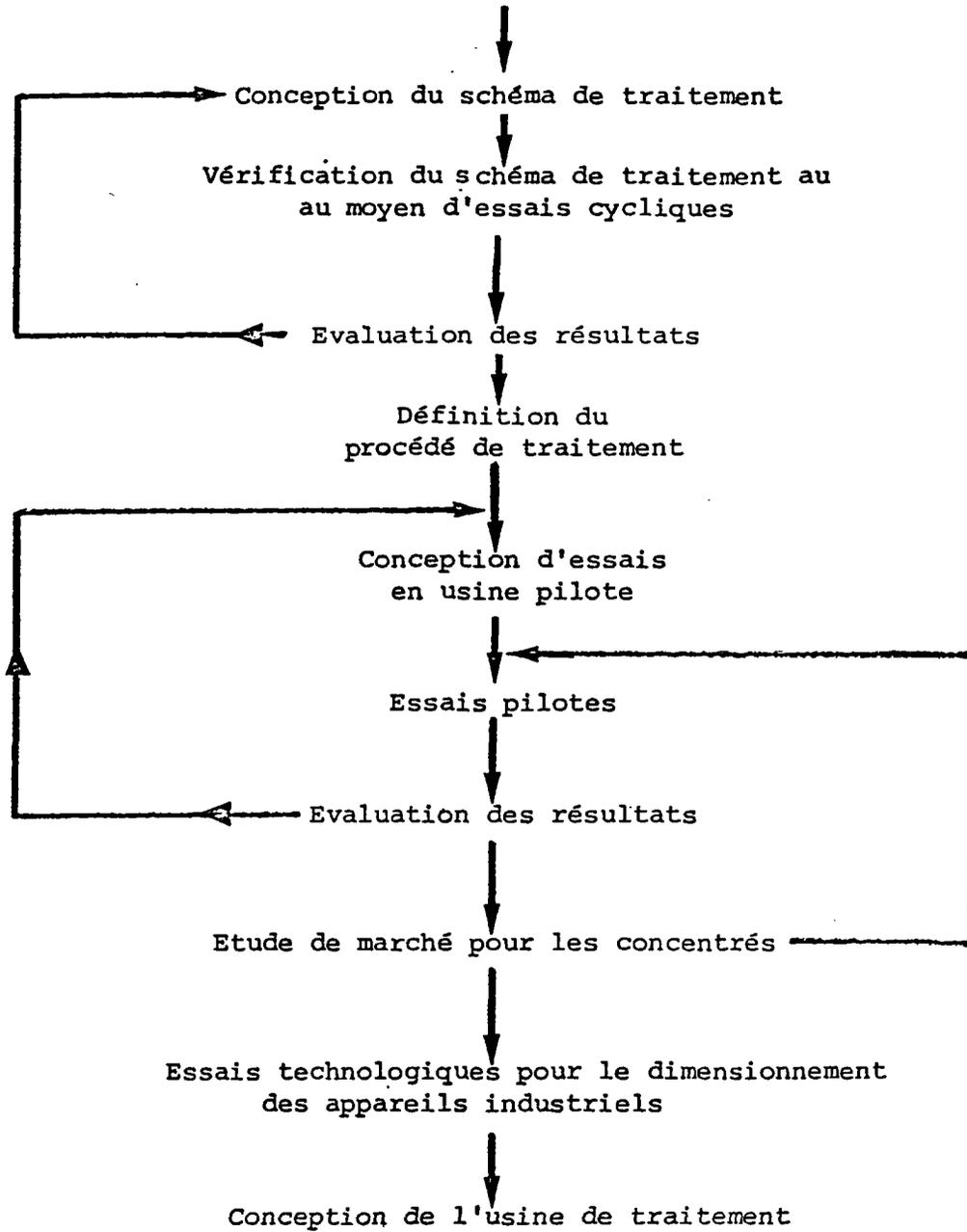


Figure 4

Travaux nécessaires à la conception d'une usine de traitement.

4°) Production d'échantillons importants de concentrés marchands pour évaluation par les utilisateurs primaires. Ceci est particulièrement valable pour les substances utiles pour lesquelles des échantillons de concentré de plusieurs tonnes sont parfois nécessaires pour obtenir de la part des industries concernées (céramique, chimie, verrerie, etc...) une évaluation du prix d'achat,

5°) Obtention de données économiques précises,

6°) Formation du personnel.

Le type d'opération en usine pilote peut aller d'une machine fonctionnant isolée chez un fabricant de matériel, à l'usine complète, version réduite d'une usine projetée, installée sur le site du gisement, en passant par un assemblage souple de machines de faible capacité, pouvant être disposé suivant tout schéma de traitement, et généralement situé dans un laboratoire central.

Les travaux de cette phase s'intègrent dans un rapport de faisabilité dont la suite logique, en cas de réponse positive, sera la décision d'exploitation, et, en ce qui concerne la minéralurgie, l'étude d'ingénierie de l'usine de traitement et de ses annexes.

Un minéralurgiste, et si possible le minéralurgiste qui a été responsable des essais en usine pilote, doit participer - en s'intégrant dans le groupe d'ingénieurs qui réalisent l'ingénierie puis la construction de l'usine - à toutes les prises de décisions qui mettent en jeu la conception et le fonctionnement de l'usine de traitement. On peut considérer alors que les travaux de développement du projet minier s'achèvent et commence une autre aventure, celle de l'exploitation du gisement ; le rôle, majeur, du minéralurgiste dans la gestion des ressources que constitue le gisement, nous paraît en dehors du cadre des travaux que doit mener un centre de minéralurgie.

Les moyens à mettre en oeuvre dans ce cadre concernent plusieurs domaines :

- les moyens propres à la minéralurgie,

- les moyens nécessaires aux techniques associées : pour le contrôle des essais afin de pouvoir apprécier de manière quantitative la composition minéralogique et chimique des divers flux de matières, pour le bon fonctionnement mécanique des installations pilotes ou la fabrication de prototypes, pour le traitement automatique des données, etc...

Les moyens propres à la minéralurgie sont de deux types : moyens en personnel qualifié et moyens en matériel. Il est habituel de ne se concentrer dans ce genre d'exposé que sur la description du matériel, que possède ou devrait posséder tout centre de minéralurgie important. En fait, il nous paraît très nécessaire d'insister en premier lieu sur la qualification des personnes, ingénieurs et techniciens, qui sont chargés des études de recherche et développement en minéralurgie. La formation des spécialistes en minéralurgie est un problème spécifique à chaque pays ; certains possèdent des enseignements particuliers pour les ingénieurs et les techniciens, d'autres préfèrent assurer une excellente formation scientifique de base et alors peut se poser un problème de formation complémentaire. On doit également signaler que les minéralurgistes de recherche et de développement de procédés n'ont pas nécessairement le même profil d'intérêt

scientifique et technique que les minéralurgistes travaillant dans des usines de traitement, et que le passage de l'un à l'autre ne garantit pas une réussite liée à l'expérience acquise. Il nous semble indispensable de constituer des équipes relativement stables et équilibrées d'ingénieurs et de techniciens accumulant une solide mémoire collective en travaillant ensemble sur des problèmes variés. Les difficultés majeures de ce schéma sont liées aux premières années de la création d'un centre, mais peuvent être résolues par la mise à disposition d'ingénieurs déjà formés, provenant d'autres centres de minéralurgie, qui doivent apporter aussi bien leur expérience que leur enthousiasme et leur motivation.

Les moyens en équipement d'un centre de minéralurgie concernent à la fois, le niveau du laboratoire et le niveau de l'usine pilote.

L'équipement de laboratoire est en général conventionnel et bien connu, et n'appelle pas ici de commentaires particuliers. Il consiste en une série d'appareils de petite dimension permettant de réaliser sur des échantillons dont la masse peut aller d'une centaine de grammes à quelques kilogrammes, les diverses opérations unitaires représentées sur la figure 2. Parmi ces appareils spécialisés qu'il est normal de posséder dans un laboratoire de minéralurgie, on peut citer :

- concasseur à mâchoires,
- concasseur à cylindres,
- broyeur à barres,
- broyeur à boulets,
- cellules de flottation,
- séparatrice magnétique à sec et en voie humide, à haute et basse intensité,
- séparatrice électrostatique,
- autoclaves,
- fours (lit fluidisé, vertical, tournant...).

L'étude à ce niveau des séparations gravimétriques ou granulométriques se fait par contrôle de la distribution du minerai en fonction du critère de séparation (densité ou dimension) au moyen de méthodes analytiques appropriées (liqueurs denses et tamis, par exemple).

La sélection des équipements nécessaires au niveau de l'usine pilote pose un problème bien plus complexe et implique la prise d'une décision sur la fonction même et la justification de l'usine pilote. Les opérations unitaires décrites en figure 2 doivent si possible être toutes représentées, par des appareils ayant une dimension telle que les résultats obtenus soient extrapolables en toute confiance à l'échelle industrielle. Les opérations du pilote doivent être continues pour le processus mettant en oeuvre des boucles de recyclage de produits. Il est bien entendu que l'on peut prévoir des points de discontinuité, correspondant en général à des points de stockage intermédiaire et de reprise pour une usine de traitement : par exemple, entre le concassage et le broyage, entre le broyage et les procédés de séparation, etc... La compatibilité des capacités des appareils impose généralement des contraintes particulières qui rendent difficile la modélisation en usine pilote de certains circuits, d'une manière continue. La capacité des opérations de séparation (flottation, gravité, etc...) est en général comprise entre 50 et 300 kg/h, ce qui impose des approvisionnements importants en minerai pour faire fonctionner les circuits en régime stabilisé.

Comme on trouvera plus loin une description d'une usine pilote, il n'est pas nécessaire d'insister plus longuement sur ce thème.

Il est par contre indispensable d'insister sur les moyens associés qu'il est nécessaire d'avoir à sa disposition.

Le point 1.1.1. a déjà montré l'importance fondamentale que doit jouer la minéralogie dans la planification et le contrôle des travaux de recherche et développement en minéralurgie. En fait, on pourrait aller jusqu'à dire que la minéralurgie n'est que de la minéralogie appliquée ! Tout centre de minéralurgie doit donc avoir à sa disposition un laboratoire capable de réaliser des travaux en minéralogie quantitative. Les moyens que doit posséder ce laboratoire, doivent lui permettre de réaliser rapidement et de manière absolument quantitative les études minéralogiques qui sont déjà décrites au point 1.1.1.

Le développement récent des techniques instrumentales en minéralogie a permis d'atteindre un niveau de perfection assez remarquable dans le type de la qualité des informations que l'on peut actuellement obtenir. On doit en particulier signaler que :

- l'analyse ponctuelle (sur un volume de quelques microns cubés) est possible grâce à la microsonde électronique (voir figure 5).

- l'analyse texturale de sections polies ou de lames minces est obtenue rapidement et automatiquement au moyen d'analyseurs d'image (voir figure 6).

- l'évaluation de la texture des minéraux fins est accessible grâce au microscope électronique à balayage.

La combinaison de ces trois appareils, utilisés par des minéralogistes compétents permet de répondre à la plus grande partie des problèmes qui se posent aux minéralurgistes pour l'évaluation des produits, en combinaison avec les méthodes déjà plus classiques que sont l'identification au microscope optique, l'analyse thermique, l'analyse par spectrométrie infrarouge et l'analyse par diffraction des rayons X.

L'analyse chimique des produits peut permettre, après identification minéralogique, de suivre le comportement du minéral de valeur, dans le cas où il est le seul minéral porteur de l'élément à valoriser, au moyen de la simple connaissance de la composition élémentaire des matériaux. Dans les cas favorables, qui sont heureusement les plus fréquents, l'analyse chimique élémentaire permettra donc de répondre à la plupart des questions que l'on peut se poser sur le comportement de minéraux au cours des traitements. Là encore, un centre de minéralurgie doit avoir à sa disposition un laboratoire d'analyse chimique possédant les moyens nécessaires pour réaliser rapidement et en toute sécurité toutes analyses que l'on est susceptible de rencontrer au cours des opérations de traitement de minerai.

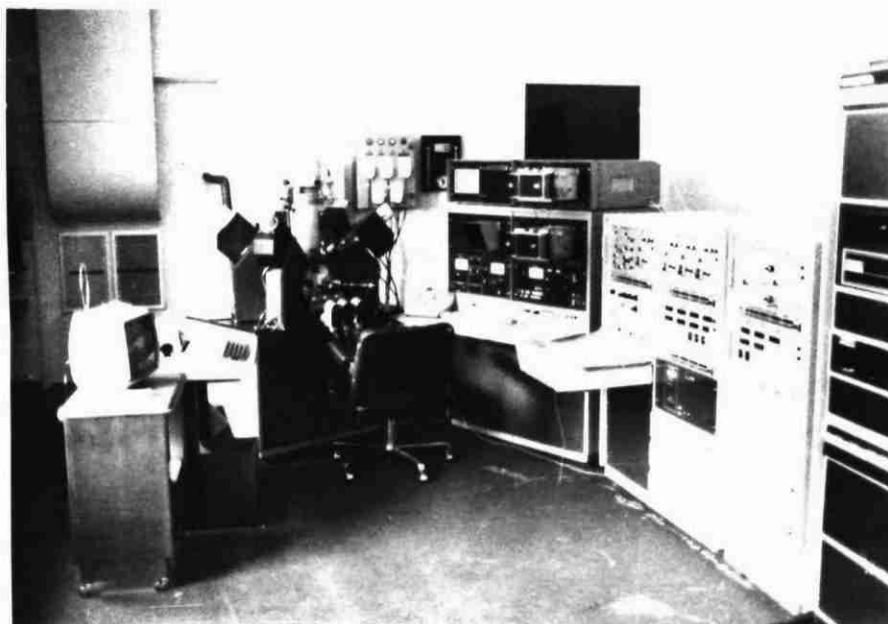


Figure 5 : Microsonde pour analyse ponctuelle multiéléments.

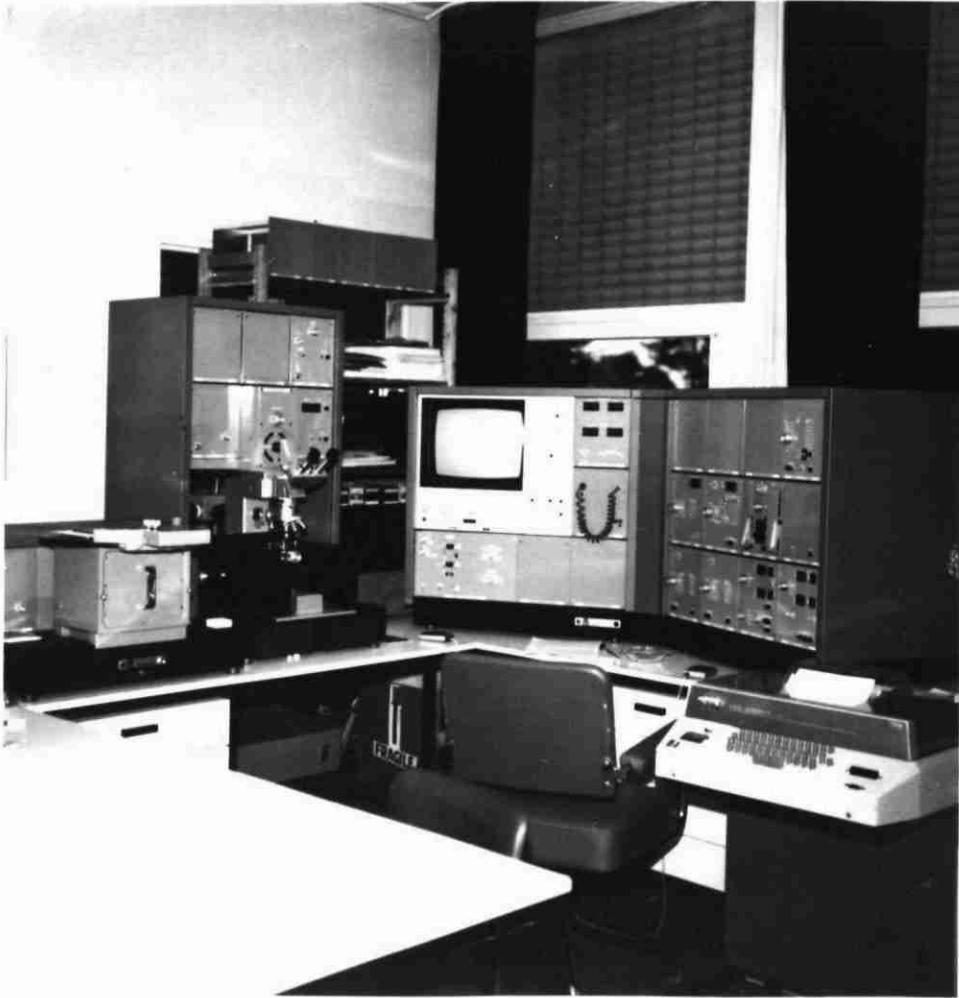


Figure 6 : Analyseur d'images utilisé pour la quantification des données minéralogiques.

2.2.2. Etudes des phénomènes et des processus :

Les travaux de recherche sur les phénomènes et les processus en minéralurgie (voir 2.1.) peuvent être regroupés, en fonction de leurs objectifs, sous deux catégories :

- la connaissance des contraintes,
- l'amélioration des procédés (y compris le développement de nouveaux procédés de traitement).

En ce qui concerne la connaissance des contraintes, les travaux de recherche à caractère technique doivent principalement se porter sur la connaissance des matériaux que sont les minerais. Les énormes progrès apportés au cours des dernières années par les techniques instrumentales en minéralogie quantitative - en particulier l'analyse ponctuelle par microsonde et l'analyse modale automatisée au moyen des analyseurs d'images - permettent d'obtenir à l'heure actuelle des données quantitatives précises dans des domaines qui étaient laissés pour compte autrefois, en raison des impossibilités qu'il y avait à réaliser effectivement les mesures. D'autre part, les études d'impact sur l'environnement concernent surtout l'application des techniques de mécanique des sols et de construction de barrages en terre, à l'élaboration et au contrôle de digues à stériles, l'utilisation du recyclage intégral des eaux et le traitement des effluents résiduels. Par ailleurs, un dialogue a commencé à s'établir avec les utilisateurs sur les conditions de vente des produits. En particulier, dans le domaine très important des substances utiles (calcaire, dolomie, gypse, talc, argiles et kaolins, barytine, fluorine, etc...), la collaboration technique entre minéralurgistes et utilisateurs industriels afin de définir avec précision la validité des contraintes sur les teneurs minimales, le niveau d'impuretés, etc... doit conduire à des concepts nouveaux sur les qualités des concentrés nécessaires à l'industrie, pour réaliser une gestion optimale de ressources limitées.

Les travaux de recherche les plus importants sont, cependant, dirigés vers l'amélioration des procédés minéralurgiques. Dans tous les domaines : préparation mécanique, (fragmentation, classement par dimension) procédés de séparation (physiques ou chimiques), séparation solide-liquide, les travaux sont conduits suivant deux grandes lignes :

- compréhension, amélioration et optimisation des techniques disponibles à l'heure actuelle,
- développement des procédés nouveaux.

Le thème général de tous ces travaux peut cependant être résumé : il s'agit d'abaisser la limite inférieure (pour la dimension des particules) technique et économique, d'application des procédés, dans le but de traiter les minerais pauvres et finement disséminés qui constitueront les minerais du futur. Il faut malgré tout remarquer que la minéralurgie représente un ensemble de techniques qui évoluent lentement, comme c'est le cas pour la plupart des domaines de l'industrie primaire. Les progrès en sont relativement lents, ce qui tient tant à la complexité et la variabilité des matériaux de base qu'à un certain conservatisme technique de l'industrie minérale.

Il est difficile d'entrer plus en détail dans les thèmes de recherches, tant sur les phénomènes que sur les procédés, qui doivent être intégrés dans un centre de minéralurgie. L'ensemble de ces thèmes doit en effet être un reflet des besoins et de la vocation de l'organisme qui gère le centre et doit sauver une image exacte de ses préoccupations pour le futur en ce qui concerne l'approvisionnement en matières premières minérales.

Les moyens à mettre en oeuvre sont différents de ce qui a été vu en 2.2.1., puisqu'il ne s'agit pas ici de procédés classiques pour lesquels, aussi bien la qualification du personnel que le type de moyens en matériel, peuvent être définis clairement. Il est cependant difficile de les préciser davantage qualitativement ou quantitativement car ils dépendent très fortement des programmes à réaliser.

3. LE DEPARTEMENT MINERALURGIE DU B. R. G. M. :

Le Département Minéralurgie du Bureau de Recherches Géologiques et Minières a été créé en 1961.

A l'heure actuelle, après une période de croissance de plus de quinze ans, le département s'efforce de répondre aux objectifs suivants :

- recherche scientifique et technique sur l'amélioration des procédés de traitement (voir 2.2.2.),
- conception de procédés de traitement sur des cibles particulières (voir 2.2.1.).

3.1. Programme de recherches scientifiques et techniques :

Le programme de recherches scientifiques et techniques de minéralurgie s'inspire des grandes lignes de recherches définies par le plan quinquennal en cours en France, et s'inscrit dans les recommandations fondamentales sur la politique minière. Il est actualisé chaque année pour répondre aux limites budgétaires qui lui sont fixées et à l'évolution de la recherche minéralurgique. C'est ainsi que le programme actuel du 7ème plan (1976 à 1980) a été essentiellement orienté sur les grands axes suivants :

- approvisionnement en matières minérales,
- économie d'énergie,
- recyclage des rejets.

Cette orientation a donné lieu à la sélection de sujets de recherche pour lesquels ont été définis l'objectif, le programme des travaux et les moyens budgétaires mis à leur disposition. Ces sujets peuvent se regrouper autour de cinq thèmes :

Fracturation

Les sujets de recherche relevant de ce thème répondent à deux préoccupations majeures :

- l'étude méthodologique de la minéralogie quantitative, en vue de définir les conditions optimales de fragmentation d'un minerai pour la libération de ses constituants minéraux ;
- l'économie d'énergie au cours de la fracturation par l'application de techniques nouvelles en vue d'accroître le rendement énergétique et le contrôle de la réduction granulométrique.

Recyclage

Le B.R.G.M. poursuit ses travaux et études sur la récupération des ordures ménagères en vue d'en séparer les constituants, de les recycler ou de les réutiliser. La réalisation d'une unité pilote de 800 kg/h pour le traitement des résidus urbains incinérés a permis la mise au point d'un procédé de séparation des principaux composants métalliques et la récupération des matériaux silicatés utilisables en céramique ou dans les travaux publics. L'étude de ce problème se poursuit par l'implantation d'une nouvelle unité-pilote de traitement des ordures ménagères brutes, ainsi que par d'autres travaux de recherche sur les économies de matières premières et sur le traitement de boues résiduaires et de rejets industriels. Une autre communication du B.R.G.M. est d'ailleurs présentée sur ce thème .

Technologie des fines particules

Portant sur des minéralisations inférieures à une dizaine de microns, et réfractaires à la concentration par traitements physiques classiques, les travaux inscrits au programme mettent en jeu la chimie ou la physico-chimie des surfaces des minéraux et l'application ou la mise au point de techniques telles que :

- la floculation et l'agglomération sélectives,
- la flottation par réactifs chélatants,
- la séparation solide/liquide,
- la flottation par deux liquides,
- la haute intensité en séparation électromagnétique de pulpes aqueuses.

Sous ce thème, est également étudié le traitement des substances utiles pour la fabrication de matériaux céramiques et de réfractaires.

Métallurgie extractive

La très fine minéralisation ou la nature complexe de certaines espèces minérales les rendant inaptés à la séparation immédiate par voie physique conduit le minéralurgiste à faire appel aux techniques chimiques et à orienter ses recherches vers des procédés nouveaux comportant une étape de transformation thermique, tels que la sulfuration par voie sèche de minerais silicatés de nickel ou de minerais oxydés de Cu, d'Ag, ou d'autres métaux thiophiles, ou la chloruration à haute température de sulfures d'antimoine, ou encore le grillage sulfatant de minerais polymétalliques de zinc et de cuivre.

Le traitement hydrométallurgique de tels minerais est également étudié, soit dans des conditions de lixiviation normales, par attaque chimique ou biochimique.

3.2. Conception de procédés de traitement :

Une partie importante de l'activité du département Minéralurgie du B.R.G.M. est mise à la disposition d'organismes extérieurs, privés ou publics, français ou étrangers, en vue d'apporter la contribution de ses moyens et de son expérience dans l'étude de problèmes particuliers. Ces problèmes peuvent concerner une gamme aussi étendue que possible d'interventions : enquêtes bibliographi-

ques, expertises techniques, missions sur place, études de perfectionnement d'installations existantes, diagnostics d'aptitude à un traitement simple ou mises au point de rhéogrammes très élaborés, essais d'orientation, études complètes jusqu'au projet de faisabilité, etc...

Les études minéralurgiques peuvent se limiter au niveau de tests de laboratoires, ou se prolonger à l'échelle semi-continue ou continue en atelier pilote. Elles peuvent, le cas échéant, déborder du cadre du département Minéralurgie et se poursuivre, avant la réalisation industrielle, au département des Etudes minières pour l'évaluation économique des projets.

Toute étude particulière fait l'objet d'un contrat programmé et chiffré. Après que le problème ait été posé dans ses grandes lignes par le demandeur, le département Minéralurgie propose une étude aussi détaillée que possible, comportant souvent diverses alternatives suivant les résultats supposés de la recherche. D'une façon très générale, une étude minéralurgique classique d'orientation peut comporter l'ensemble ou une partie des phases prévisionnelles suivantes, certaines d'entre elles s'imposant ou s'éliminant automatiquement en fonction des résultats acquis :

Etude analytique :

- analyse chimique générale,
- analyse des métaux majeurs,
- analyse des éléments en traces,
- analyse minéralogique générale, au microscope pétrographique, sur sections polies, au microscope par transmission, sur lames minces, au microscope électronique à balayage,
- analyses ponctuelles à la microsonde électronique,
- analyse texturale quantitative à l'analyseur d'images, en vue de déterminer la distribution granulométrique en place des différents minéraux, la fréquence des diverses associations minérales et le degré de libération et de mixité des principales phases minérales.

Etude de préparation mécanique :

- broyage : tests de broyabilité, dimension optimale de libération, répartition granulométrique en fonction des conditions et des types de broyage,
- débourbage et classification : étude des procédés à mettre en oeuvre : sédimentation, hydrocyclonage, tamisage, etc...

Etude de préconcentration :

- essais de séparation en vue d'un tri automatique (couleur, fluorescence naturelle ou provoquée, conductivité,...),
- densimétrie en vue d'une préconcentration gravimétrique : milieux denses, jigs, tables à secousses, sluices, ...),
- séparations préliminaires électro-magnétiques ou autres.

Etude physique de concentration :

- concentrations gravimétriques, par séparations densimétriques sur différentes tranches granulométriques,
- flottation globale ou différentielle,
- autres méthodes physiques : séparation magnétique ou électrostatique, à sec ou en milieu humide, floculation sélective, etc...

Lorsque les traitements différentiels physiques sont inapplicables du fait des finesses extrêmes ou des propriétés physiques ou physico-chimiques trop voisines des associations minérales présentes, l'étude minéralurgique s'oriente vers les procédés pyro ou hydrométallurgiques, dont les programmes proposés dépendent essentiellement de la nature des minéraux à oxyder, sulfater, chlorurer puis à extraire éventuellement par lixiviation aqueuse, alcaline, acide ou par solvant organique, électrolyse, séparation solide/liquide, etc...

Etude en continu :

Le schéma de base précédemment expérimenté et mis au point au laboratoire mérite d'être ensuite vérifié en continu et à plus grande échelle, à partir de lots de minerais importants et plus représentatifs. Le programme de l'étude ainsi proposée se termine généralement par l'établissement du schéma détaillé du traitement, du bilan métallurgique des opérations (rendements poids, teneurs des produits, récupération des éléments de valeur), de la qualité commerciale des concentrés, ainsi que des caractéristiques techniques et économiques des différentes étapes du circuit, permettant de chiffrer les investissements et les coûts de fonctionnement.

Chacune des phases du programme général proposé est évaluée séparément en délai de réalisation et en prix de revient, de sorte que le demandeur dispose de toute liberté pour fixer l'ampleur des travaux et leur coût, qui seront ensuite arrêtés d'un commun accord. Il est bien entendu que de tels travaux, dont la description, les résultats et l'interprétation font l'objet d'un rapport détaillé, restent strictement confidentiels.

3.3. Moyens du département Minéralurgie du B.R.G.M. :

3.3.1. Effectifs :

Le département emploie actuellement, en 1977, un effectif total de 45 personnes comprenant :

- 14 ingénieurs,
- 16 techniciens minéralurgistes,
- 10 aides techniques,
- 5 agents administratifs.

A cet effectif intégré, s'ajoutent une dizaine d'ingénieurs stagiaires (français ou étrangers), d'étudiants (préparant des thèses d'état ou des thèses de docteur-ingénieur) et de collaborateurs extérieurs (au titre de conseillers coordinateurs).

3.3.2. Installations :

L'ensemble des installations propres au département Minéralurgie comprend actuellement :

- un bâtiment de trois niveaux pour 1 000 m² de bureaux et laboratoires,
- une halle de 2 200 m² pour traitements de minerais en gros laboratoire ou en continu à une échelle semi-industrielle,
- une halle de 600 m² pour traitement des ordures ménagères brutes.

Le bâtiment de laboratoires abrite, au rez-de-chaussée, les laboratoires de traitement des fines particules dotés des moyens d'investigation, de préparation et de traitement suivants : compteurs de particules, centrifugeuses à disques, microcyclones, cellules de traitement par floculation sélective, flottation par deux liquides, cellules pour blanchiment chimique de kaolins, viscosimètre à cylindres co-axiaux pour suspensions concentrées, réflectomètre pour mesures de blancheur, extrudeuse à chambre de désaération, four à programmeur pour essais en céramique, etc...

Le second niveau est consacré aux études de traitement physique des minerais, et les laboratoires sont pourvus des équipements classiques que requièrent :

- la préparation mécanique (broyeurs à boulets, à barres, ou à jarres),
- la classification granulométrique (microcyclones, tamis tridimensionnels),
- la concentration (séparation par liquides denses, séparation magnétique basse et haute intensité, gravimétrie par jig ou par tables, séparation électrostatique, flottation, ...).

Une place particulière est, en outre, réservée aux études générales sur la :

- fracturation, avec un laboratoire où sont élaborés les travaux actuels sur la détermination du degré de libération minérale, le comportement de minerais à l'intérieur d'un broyeur à boulets quasi industriel, l'application d'un modèle mathématique de broyage. Dans ce laboratoire se développent également les études sur de nouveaux modes de broyage (par centrifugation et impact, choc électrohydraulique...).

Le troisième niveau groupe les installations de traitement par voie chimique, avec trois laboratoires principaux :

- pyrométallurgie (mélangeur de poudres, assiette granulatrice pour fabrication de boulettes de diverses compositions et de divers diamètres, fours verticaux pour lits fixes ou fluidisés, fours horizontaux avec programmation, fours tournants étanches aux gaz avec contrôles et enregistrements graphiques des conditions opératoires et connections avec une batterie d'analyseurs en continu de gaz (CO, CO₂, H₂) ;

- hydrométallurgie : lixiviation à pression atmosphérique en pulpe agitée (réacteurs classiques, digesteurs à jarres, cellules d'électro-oxydation) ou en pulpe fluidisée (colonnes pachucas à co-courant ou à contre-courant) avec contrôles et régulations, lixiviation à pression et températures contrôlées et régulées en divers milieux gazeux, extraction des ions libres dans des pulpes brutes par adsorption (charbon actif, ...) ou échanges d'ions, traitement des solutions (extraction par solvants, résines, électrolyse, ...) ;

- biominéralurgie : en réacteurs ou en colonnes, à un ou plusieurs éléments, avec analyse automatique en continu.

La halle de traitement de minerais comprend une aire de réception des échantillons, une aile pour les traitements classiques de minerais métalliques et une aile pour le traitement des matières kaoliniques et pour la réalisation de petites unités pilotes intégrales.

L'aire de réception est destinée à l'homogénéisation, au séchage éventuel à l'échantillonnage et au stockage des lots de minerais. Elle est équipée de grandes étuves multi-étagées et ventilées, d'échantillonneuses diverses pour produits secs ou liquides, et d'un grand nombre de conteneurs de 1 m³ dont la base est munie d'une trappe à ouverture réglable. Ces conteneurs, dans lesquels sont stockées des fractions aliquotes, homogènes et représentatives des lots reçus, serviront ensuite d'alimentateurs aux différents postes de traitements minéralurgiques ultérieurs, en fonction des débits requis et à l'abri de toute pollution extérieure. Les moyens de manutention et de stockage permettent de traiter couramment des lots de minerai de 50 tonnes.

Les installations réparties sur les deux ailes de la halle couvrent un éventail aussi large que possible des équipements minéralurgiques, disposés en unités opérationnelles capables d'être utilisées seules ou diversement associées, selon le schéma du procédé à étudier. Elles ont pour objet la mise au point des rhéogrammes fixés par les études de laboratoire, pour quelque type que ce soit, de minerai métallique ou non métallique. On peut y distinguer :

- les installations de préparation mécanique : concasseurs à mâchoires, broyeurs à sec (à marteaux, à cylindres, à chocs, giratoires), broyeurs humides (à boulets, à barres, à galets), agitateurs délitateurs pour minerais argileux.

- les installations de classement de séparation solide/liquide : cribles statiques ou vibrants, grilles et tamis (grilles courbes et panneaux supertamiseurs B.R.G.M.), cyclones (à sec ou en humide), classificateurs à air, hydroclassificateurs à vis (en connection avec un circuit fermé de broyage humide), centrifugeuses continues (à bol tournant à axe horizontal ou à axe vertical), débourbeurs (trommels, débourbeurs à chaînes B.R.G.M.), épaisseurs. Tous ces appareils peuvent être reliés à des appareils échantillonneurs à commande manuelle ou électronique.

- les installations de filtration, séchage, conditionnement : filtres à vide, à bande continue, filtres presses à plateaux, filtres sous pression, étuves, séchoir continu à bandes.

- les installations de séparations minérales :

- . gravimétrie à sec (tables pneumatiques, classificateurs à air) et en humide (jigs, tables à secousses, tables vibrantes, sluices, spirales),

- . flottation (série de 30 cellules de 2,5 à 80 litres permettant les opérations continues de dégrossissage, épuisage et relavage, avec diverses combinaisons de recyclage, et contrôle manuel ou automatique des principaux paramètres opératoires,

- . séparation électro-magnétique à basse ou haute intensité, à sec ou en humide, et séparation électrostatique,

- . hydrométallurgie : (réacteurs, colonnes pachucas, agitateurs, séparateurs solide/liquide, épaisseurs, etc...).

L'ensemble de ces installations permet de développer, jusqu'au stade de l'ingénierie, toute étude de traitement. La diversité des équipements et leurs possibilités d'adaptation les rendent utilisables pour l'étude de minerais et de substances minérales très variés.

La deuxième halle, couvrant une aire de 600 m² est présentement utilisée pour l'étude particulière et la mise au point du traitement des ordures ménagères brutes, en vue de la séparation de leurs constituants. Ces travaux mettent en oeuvre une installation pilote en continu, d'un débit de 1 à 2 tonnes/heure.

Les figures 13 à 18 montrent quelques aspects de ces usines pilotes.

Le département a également accès aux moyens propres d'autres services au B. R. G. M. :

- le département Documentation qui, en plus de son activité d'édition et de diffusion des publications du B.R.G.M. met à la disposition de la Minéralurgie son importante bibliothèque, son service de traductions et sa bibliographie générale des sciences de la Terre. Cette documentation entièrement automatisée comporte un thème d'"Economie minière", d'un grand intérêt pour le minéralurgiste. Le département Documentation gère en outre, par un classement régulier, constamment mis à jour, le fichier particulier et à usage interne du Centre de documentation minéralurgique, indispensable à la mise au courant permanente des ingénieurs et chercheurs du B.R.G.M., ainsi qu'aux enquêtes bibliographiques préalables à toute étude minéralurgique. Cette documentation est issue du dépouillement systématique de plus de cent revues périodiques internationales et de nombreuses autres sources non périodiques (congrès et colloques, nouveaux ouvrages scientifiques ou techniques, etc...). Elle est constituée de plusieurs milliers de fiches résumés à plusieurs entrées (numéros séquentiels chronologiques, noms d'auteurs, élément chimique ou substance minérale, sujet technique, selon une classification alphanumérique, situation géographique).

- le département Minéralogie, Géochimie, Analyses, qui groupe avec un effectif de près d'une centaine d'agents, un ensemble d'équipements les plus modernes destinés à la mise en oeuvre, à l'adaptation et au perfectionnement des analyses les plus fines de minéralogie, chimie, géochimie, et géologie isotopique. Ce département fournit à la Minéralurgie, dès le début des études, puis tout au long des opérations ultérieures de traitement, les indispensables renseignements analytiques - qualitatifs, quantitatifs, structuraux - relatifs aux espèces minérales des minerais. Ces données sont obtenues à partir des dernières techniques mises au point au cours de travaux méthodologiques permanents et au moyen d'appareils scientifiques d'investigation de plus en plus élaborés : quantomètre, spectromètre d'absorption atomique, micro-analyseur à sonde électronique, microscope électronique à balayage, analyseur d'images, etc...

- la division de Technologie qui, non seulement apporte son support technique dans le domaine de la construction, des réparations et de la gestion du matériel du Bureau, mais encore étudie les possibilités et les conditions de réalisation, par ses soins, des appareillages spéciaux et des prototypes issus des travaux de recherche et de mise au point du département Minéralurgie.

- le département des Etudes minières, dont la vocation essentielle est d'apprécier la valeur économique d'une découverte ou d'une exploitation minière, grâce à une analyse approfondie des éléments techniques issus des études minéralurgiques et étroitement associés aux autres facteurs essentiels devant entrer en jeu dans l'élaboration du rapport de factibilité.

La minéralurgie au B.R.G.M. apparaît ainsi non seulement à travers son potentiel propre en chercheurs et techniciens, en installations et équipements, mais également appuyée aussi largement que possible, à l'intérieur du vaste centre géoscientifique du B.R.G.M., par un réseau varié et complet, moderne et expérimenté, de spécialistes connexes à la minéralurgie et indispensables à l'exercice de sa vocation au service de la science et de l'industrie.

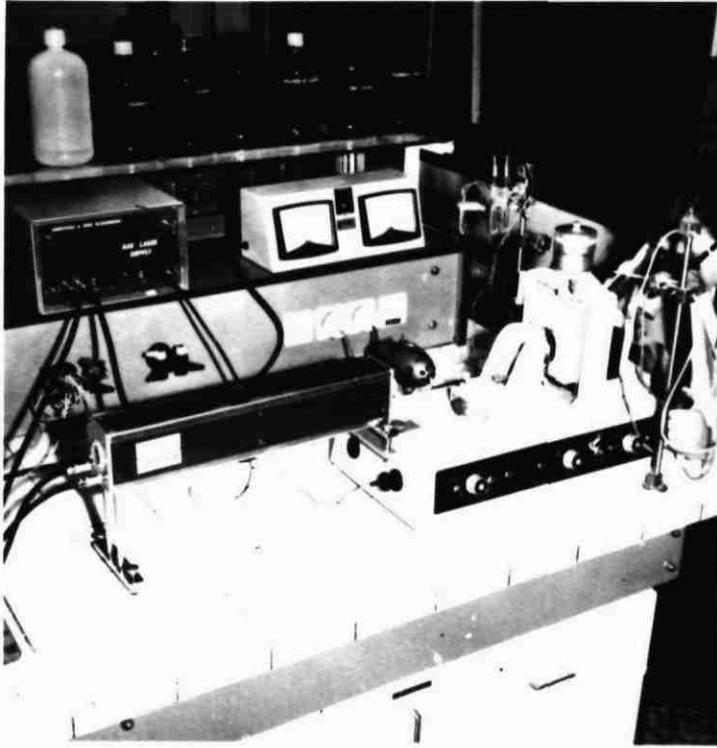


Figure 7 : Laboratoire de chimie des surfaces.



Figure 8 : Laboratoire de comminution.

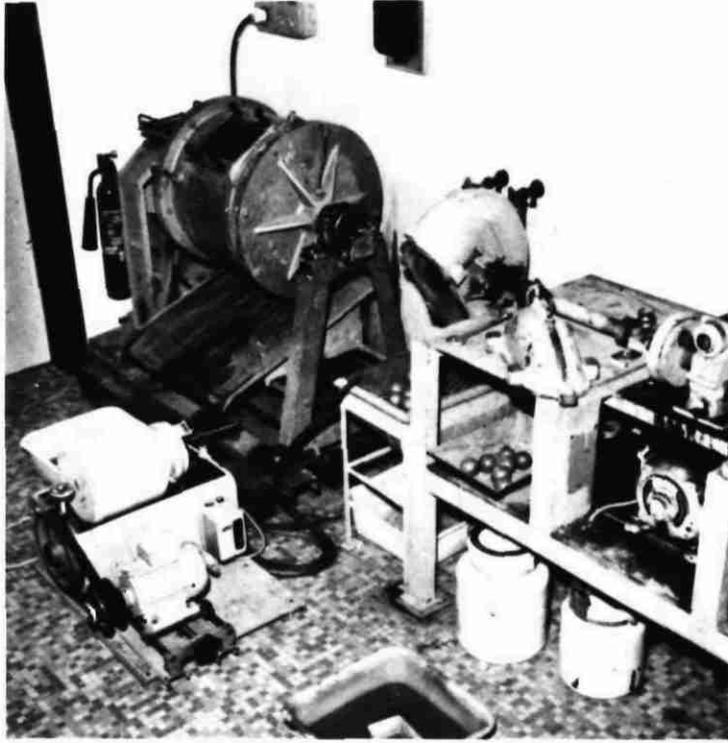


Figure 9 : Vue du laboratoire de broyage.

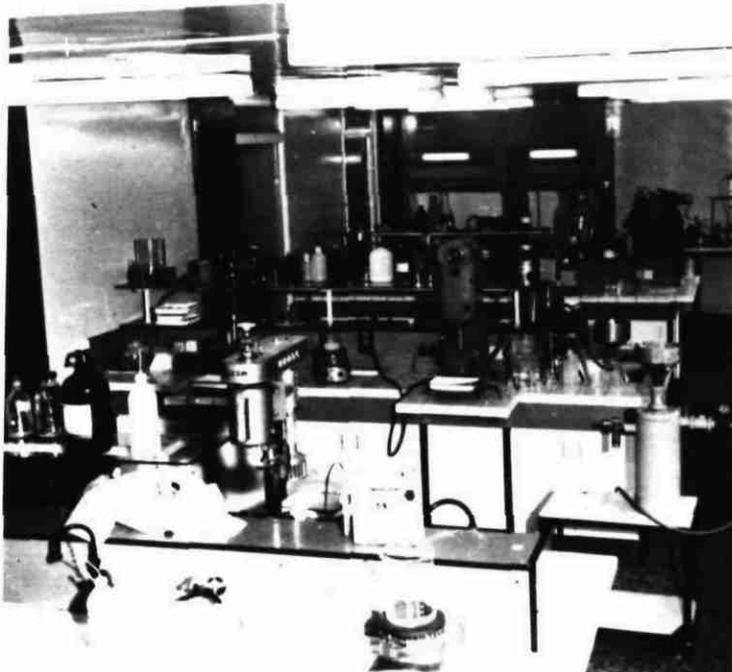


Figure 10 : Laboratoire de flottation.



Figure 11 : Laboratoire de séparation magnétique.



Figure 12 : Laboratoire de pyrométallurgie.



Figure 13 : Halle de réception et de stockage d'échantillons.

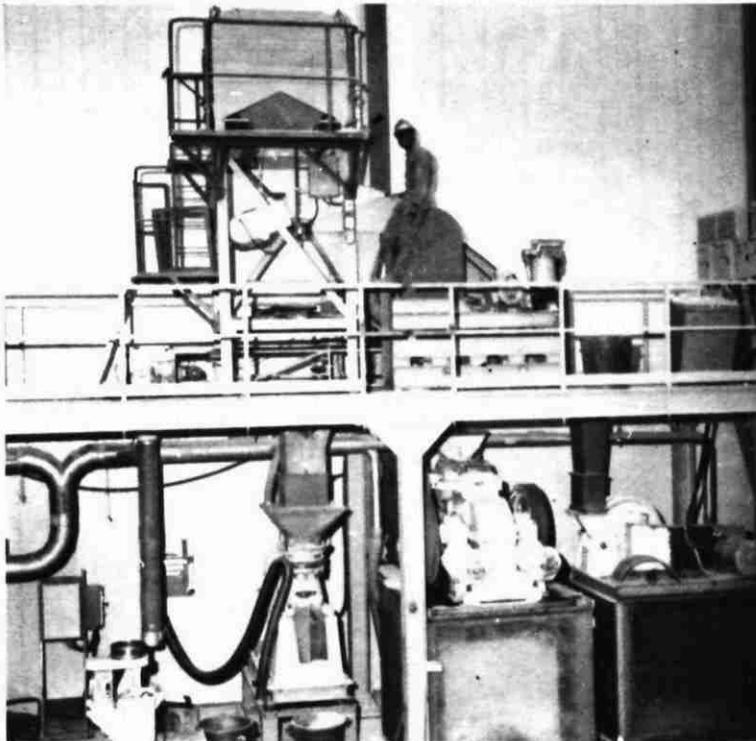


Figure 14 : Section de concassage de l'usine pilote de traitement de minerais.

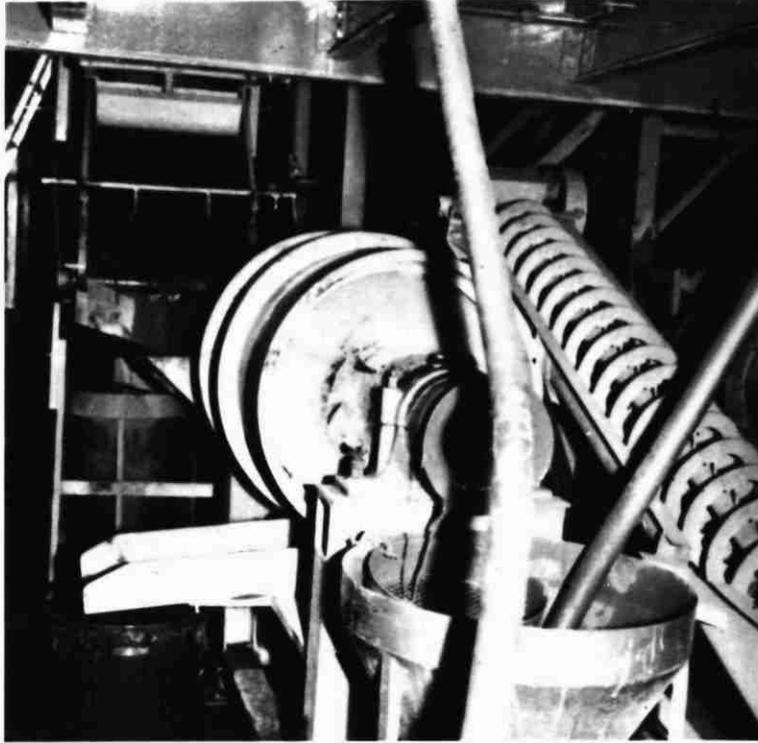


Figure 15 : Section de broyage conventionnel.



Figure 16 : Vue d'ensemble des installations pilotes de séparations minéralurgiques.

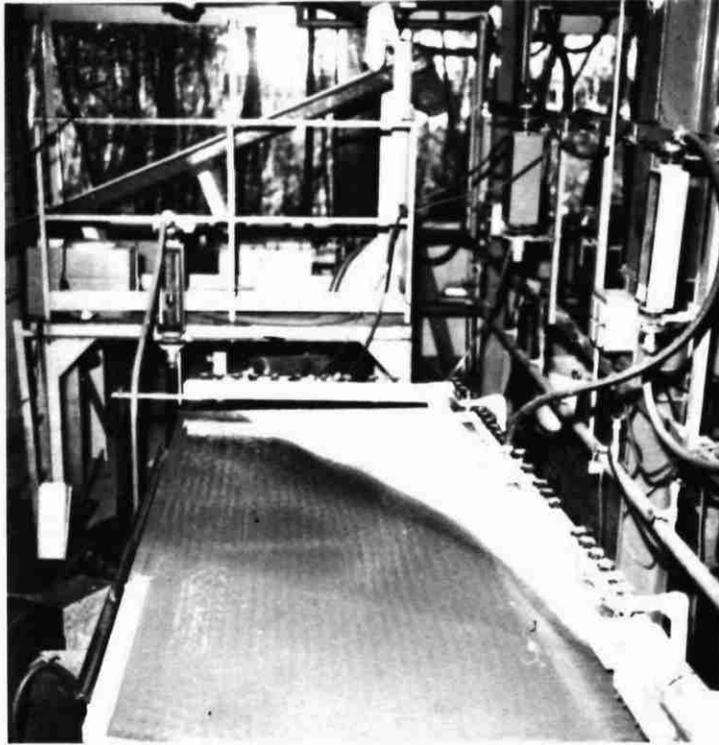


Figure 17 : Séparateur gravimétrique.

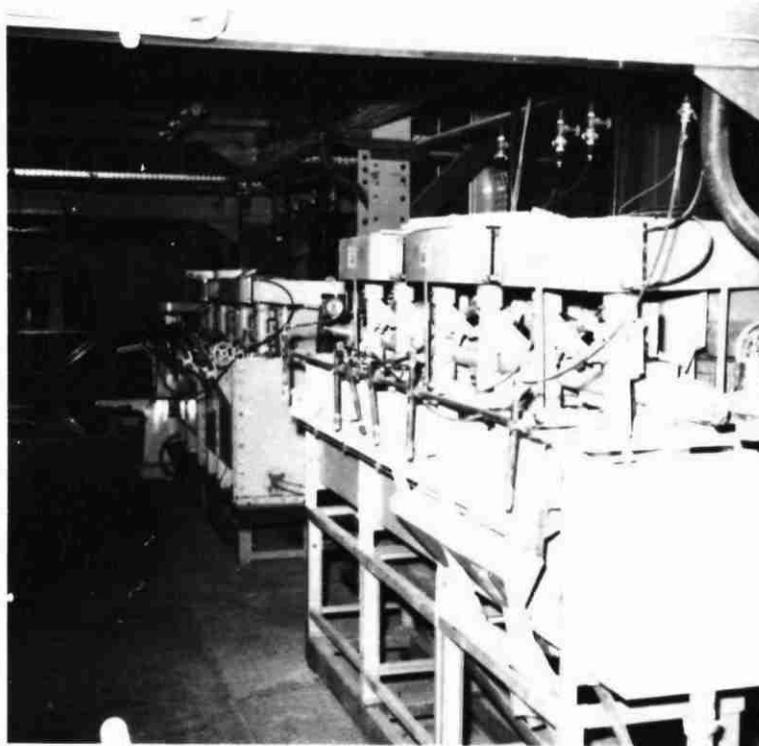


Figure 18 : Secteur de flottation.

A N N E X E

ANNEXE 1

Exemple d'application des moyens du Bureau de Recherches Géologiques et Minières :

le traitement des grès armoricains à titane et zirconium.*

1. INTRODUCTION :

La présence de minéraux porteurs de titane et de zirconium dans les grès de l'Ordovicien en Vendée-Bretagne-Normandie a été découverte à la fin des années cinquante grâce à la radioactivité provoquée par le zircon et la monazite qui sont contenus dans ces roches. Une prospection régionale, par scintillométrie, menée au début des années soixante, a montré que l'ensemble du Massif Armoricaïn pouvait être considéré comme une zone favorable en ce qui concerne la présence de ces grès minéralisés. La figure A1 montre la situation des indices de gisements de grès à titane et zirconium du Massif Armoricaïn.

Ces grès correspondent à des dépôts sédimentaires détritiques de l'Ordovicien et contiennent des quantités importantes de titane, de zirconium et de terres rares. Avant de poursuivre l'inventaire détaillé de ces formations dont les réserves apparaissent comme très importantes, il convenait de résoudre le problème de la valorisation des minéraux utiles contenus. Dans ce cadre de référence : couverture régionale de la localisation des indices de minéraux, il est apparu qu'une approche intégrée mettant en oeuvre minéralurgie - minéralogie - géologie, pourrait apporter une méthode cohérente de développement.

* Condensé d'une communication présentée aux Journées 1977 de la section Minéralurgie de la Société de l'Industrie Minérale.

2. ETUDE D'ECHANTILLONS PROVENANT DE DIVERS SECTEURS D'AFFLEUREMENT DES GRES

ORDOVICIENS :

Le but de cette étude était de permettre d'obtenir les données suivantes :

- classification minéralogique et pétrographique des principaux types de gisements reconnus,
- étude minéralogique détaillée des minéraux porteurs de titane,
- évaluation de l'aptitude au traitement minéralurgique.

Les données obtenues se rapportent à l'étude de 14 échantillons provenant de localités suivantes, qui sont repérées sur la figure A1 :

- La Glacerie
- Bailleul
- Telgruc
- Rougé
- Acqueville
- La Serpandaie
- La Fromière
- Morgat
- Ste Brigitte
- Ste Suzanne
- Kerlaz
- Camp romain
- Teurteville
- St Léonard

2.1. Caractères lithologiques.

Texture, cristallinité des quartz ; trois types principaux sont distingués :

a) grès ; grains pratiquement indemmes de toute recristallisation, jointifs, uniquement en contact par des points,

b) grès quartzite ; la recristallisation syntaxiale de SiO_2 sur les quartz conduit à rendre les grains coalescents (texture en mosaïque),

c) quartzite ; une recristallisation plus poussée conduit à l'imbrication des cristaux.

Constituants majeurs associés :

a) micas détritiques.

Lorsque ceux-ci sont alignés en fines strates sédimentaires (tendance psammitique), le clivage de la roche s'en trouve facilité. Ils n'ont jamais été observés en grande abondance (0 à 4 %),

b) feldspaths.

Seuls quelques échantillons ont révélé la présence de feldspaths, plagioclases peu altérés et potassiques altérés ; généralement les concentrations en minéraux lourds sont plus faibles dans ces roches au degré d'évolution moindre,

c) minéraux lourds.

Les minéraux opaques sont parfois très abondants et constituent 50 % du stock lourd, généralement altérés ; ils libèrent des oxydes en grande quantité (fer surtout). Le grain moyen varie entre 40 et 100 μm .

Ciment matrice.:

La cohésion granulaire de ces roches est assurée essentiellement par deux facteurs : la texture des cristaux de quartz et la répartition et la nature des remplissages intersticiels (ciment matrice).

Le ciment est le plus souvent phylliteux (argiles-micas) ; il s'y ajoute toutefois une grande quantité de produits d'altération (ferrugineux pour l'essentiel).

La répartition du ciment prend principalement trois allures : pelliculaire continue autour des grains dans les textures peu cristallisées, discontinue dans les quartzites ; il peut localement constituer des amas isolés (\varnothing 100 à 300 μm) ou au contraire des microfilonnets très peu épais mais d'allongement pouvant atteindre plusieurs centaines de microns.

Diaclases :

Elles sont dans l'ensemble assez rares et généralement cicatrissées par des dépôts cristallins quartzeux, argileux ou ferrugineux.

2.2. Etude détaillée des minéralisations titanifères.

Les minéralisations titanifères :

Les corrélations établies entre les faciès observés à la loupe binoculaire, en frottis et en lames minces polies, ont donné les résultats suivants :

Rutile :

On note au moins quatre types de rutile différents :

Rutile en forme de grains de riz bruns à noirs :

Parfois cannelés de taille voisine de celle des zircons (essentiellement entre 20 et 63 microns) à surface lisse, d'origine détritique,

Rutile orangé :

De taille comparable à celle du type précédent; à surface corrodée. Il s'agit peut-être du rutile précédent en cours d'altération. Il semble que le stade d'altération suivant conduise en une transformation partielle en leucoxène.

Ce leucoxène donne uniquement des clichés Debye Scherrer aux rayons X de rutile.

Ces deux types de rutile sont les plus fréquents.

Rutile rouge en baguettes

ou en agrégats souvent étroitement associés à l'anatase ou au leucoxène (rutile authigène ?),

Mélange de rutile et d'hématite :

en fines aiguilles dérivant peut-être d'anciennes ilménites.

Anatase :

Ce minéral se présente souvent sous forme d'agrégats de tablettes ou d'octaèdres jaune-brunâtre ; de petites dimensions ($< 0,020$ mm) qui participent au matériel du leucoxène A.

Il apparaît aussi, sous l'aspect de cristaux automorphes plus largement cristallisés.

S'il paraît s'agir généralement d'un minéral authigène (néoformation à partir de leucoxène dérivant du rutile ou d'autres phases telles que l'ilménite), on ne peut cependant exclure l'hypothèse de la présence de grains d'anatase d'origine détritique, donc de deux populations distinctes. L'anatase de petite taille néoformée serait pour sa part un constituant du leucoxène A décrit ci-dessous.

Leucoxène :

L'observation macroscopique et microscopique montre qu'il existe deux termes principaux du matériel d'altération.

Les deux termes définis par l'observation optique sont les suivants :

- leucoxène A : leucoxène recristallisé en anatase partiellement ou totalement.

L'aspect, à la loupe binoculaire, est microcristallin, plus ou moins cireux, gris-jaunâtre à bleuâtre ; on distingue mal les formes cristallines.

- leucoxène R : leucoxène constitué essentiellement de rutile résiduel et d'autres phases.

À la loupe binoculaire, l'aspect est pulvérulent, beige clair, sans forme visible.

L'étude à la microsonde électronique a été axée sur les variations de la composition chimique du leucoxène et sur la nature des impuretés qui se trouvent dans ce "minéraloïde".

Le but de l'étude était de démontrer dans quelle mesure la composition du leucoxène peut influencer la pureté des produits de traitement et limiter éventuellement leur teneur en titane.

Trois gisements ont été choisis, représentatifs du lot étudié, surtout en ce qui concerne le rapport leucoxène/rutile et le degré de recristallisation du leucoxène.

Les analyses quantitatives à la microsonde électronique ont mis en évidence, outre le titane et le fer, la présence systématique d'aluminium et de silicium dans les grains de leucoxène. Ces quatre éléments ont été dosés simultanément, en utilisant TiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 et SiO_2 comme témoins. Les analyses ont été effectuées sur les lames minces d'une part et sur les sections polies des concentrés de rutile et de leucoxène d'autre part.

Les résultats obtenus sont les suivants :

- la teneur en titane des leucoxènes provenant des trois gisements étudiés n'excède pratiquement jamais 90 % TiO_2 . Comme le montre la figure A2, il existe une corrélation négative entre la teneur en TiO_2 et celle en SiO_2 , mais les points de projection des analyses se répartissent statistiquement entre les deux limites A et B qui sont elles-mêmes des droites de corrélation préférentielle. On remarque que la droite A corrèle la quasi-totalité des grains analysés de La Glacerie.

Les causes de cette répartition particulière sont visibles sur la figure A3. En effet, le diagramme $TiO_2-Fe_2O_3$ permet de voir que l'ensemble corrélé suivant la droite A est caractérisé par une teneur en fer très élevée, tandis que celui de B a statistiquement une teneur en fer inférieure à 2 % Fe_2O_3 .

- il convient de souligner que l'ensemble B, malgré les faibles teneurs en fer, présente des teneurs en TiO_2 très variables, allant de 40 à 90 %. On a étudié ces variations sur une centaine de grains de leucoxène du gisement de La Fromière. La plus grande partie des grains ont des teneurs entre 70 et 80 % TiO_2 .

Ces variations considérables en TiO_2 sont dues à la présence d'une phase silicatée dans le leucoxène. Les dosages simultanés de Si et Al démontrent une nette corrélation entre ces deux éléments (Figure A4). Il est donc presque certain que la phase silicatée est un aluminosilicate. La pente de la droite de corrélation donne un rapport du nombre d'atomes Si/Al = 1,3. Ceci permet de penser qu'il pourrait s'agir d'un minéral du groupe kaolinite-dickite-nacrite, mais à structure désordonnée, car les rayons X n'ont donné aucune raie de diffraction correspondant à cette phase.

- l'étude du leucoxène de La Fromière, au microscope électronique à balayage, révèle des fantômes de la structure d'exolutions (fort probablement les exolutions d'ilménite dans le rutile, figure A5,A) ainsi qu'une structure feuilletée de l'intérieur des grains de leucoxène (Figure A5,B et C).

Répartition des minéraux titanifères :

Compte tenu des résultats précédents, un essai d'analyse minéralogique semi-quantitative a été effectué sur les fractions lourdes ($d > 3,33$), obtenues à partir de fractions granulométriques inférieures à 100 microns.

Les poids et pourcentages de ces fractions sont données dans le tableau A1.

Du point de vue minéralogique, une analyse semi-quantitative approximative a été effectuée. Les résultats sont présentés dans les tableaux A2 et A3.

Cette analyse a été faite par optique (estimation volumétrique à la loupe binoculaire essentiellement) pour les deux fractions 63 - 40 μm et 40 - 20 μm .

L'examen de ces tableaux permet d'effectuer une classification plus précise en fonction des quatre constituants suivants : zircon + monazite, rutile, leucoxène A + anatase, leucoxène R.

. groupe 1 riche en anatase + leucoxène A

. groupe 2 pauvre en anatase et en leucoxène A et en leucoxène R mais riche en rutile.

2.3. Aptitude à l'enrichissement - Distinction de minerais types :

La texture de ces grès armoricains pose deux problèmes majeurs de valorisation, qui sont :

- . la libération des minéraux utiles très fins, et ensuite
- . la séparation de ces minéraux dont la difficulté est liée à leur finesse.

Une série d'essais a été réalisée sur les quatorze échantillons et a consisté à leur faire subir le processus donné en figure A6. Une série de tableaux caractéristiques de chaque échantillon a ainsi été établie. Un exemple en est donné au tableau A4.

Parmi les nombreuses corrélations qui ont été tentées ou établies, celle donnée en figure A7 permet de comprendre l'interaction entre la minéralogie et le comportement au cours du broyage.

Il a donc été possible de grouper les échantillons étudiés en deux types principaux de minerais qui se distinguent l'un de l'autre par l'importance relative des différents minéraux titanifères présents dans chacun d'eux et par leur comportement au traitement.

Le minerai "type rutile" contient essentiellement du rutile soit en grains détritiques, soit en amas de "leucoxène rutile" ; après broyage de ce minerai, la fraction fine (- 20 microns) ne s'enrichit pas en TiO_2 et les résultats des séparations densimétriques laissent espérer une certaine réussite des méthodes gravimétriques.

Le minerai "type anatase" est constitué principalement d'anatase soit en agrégats de "leucoxène anatase, soit de grains généralement fins d'anatase libre. Contrairement au type précédent, la fraction fine de ce minerai s'enrichit en TiO_2 après broyage et les résultats des séparations densimétriques laissent prévoir un échec des méthodes gravimétriques.

Cette distinction en deux types de minerai n'est, bien sûr, pas absolue et parmi les 14 échantillons étudiés, la plupart sont des intermédiaires.

Les minerais de Bailleul (Orne) et de La Glacerie (Manche) ont été retenus pour représenter les minerais type anatase et type rutile respectivement.

3. ETUDE PARTICULIERE DES MINERAIS DE LA GLACERIE ET DE BAILLEUL :

3.1. Etude géologique :

Le Massif Armoricaïn est connu comme une région où les affleurements sont généralement peu développés. Le choix des terrains d'étude était donc conditionné par l'existence conjuguée de contextes géomorphologiques permettant des levés de coupes, de zones d'observations d'horizons minéralisés et, si possible, de sondages ou travaux miniers.

L'examen des cartes d'inventaire a amené à sélectionner le Nord Cotentin et la région de Bailleul. Du même coup, on pourrait étudier des types de minerai réputés comme des termes extrêmes se situant dans des horizons chronostratigraphiquement différents.

L'approche retenue supposait l'étude des grès à trois échelles différentes :

1°) au niveau des constituants de la roche et de sa texture : ceci a été abordé au moyen d'études de lames minces,

2°) au niveau des bancs minéralisés : disposition et épaisseur des lits élémentaires, structures sédimentaires (paramètres étudiés principalement lors des levés de coupes),

3°) au niveau des ensembles de bancs minéralisés : les teneurs ont été estimées à partir des valeurs semi-quantitatives obtenues sur lames minces.

3.1.1. Etudes lithographiques :

. Paramètres sélectionnés.

On n'a pris en compte que ceux susceptibles d'être rencontrés dans la majorité des lames et présentant un lien plus ou moins direct avec le phénomène de la minéralisation. Les paramètres suivants ont été retenus :

- . structures sédimentaires, observables sur les lames minces,
- . texture des grès (mode d'agencement des grains de quartz),
- . le pourcentage de ciment et la nature de celui-ci,
- . la taille des grains de quartz et des minéraux lourds,
- . les pourcentages respectifs des divers minéraux lourds retenus,
- . le degré d'altération du rutile,
- . l'importance des néoformations (développement de leucoxène et d'anatase),
- . la présence des minéraux accessoires (micas, feldspaths).

3.1.2. Données sédimentologiques sur les horizons minéralisés :

L'étude géologique régionale a permis de confirmer l'existence au sein de la série ordovicienne, de trois groupes principaux d'horizons où se sont produites des concentrations importantes en zircon et oxydes de titane.

3.1.3. Résultats des études :

En résumé à l'étude sédimentologique des horizons minéralisés, il est apparu des différences sensibles entre les types étudiés.

Par ailleurs, l'étude géologique a mis en évidence qu'ils se situaient à des niveaux différents dans la succession lithostratigraphique ordovicienne.

Lithostratigraphie.	Type Bailleul	Type Nord Cotentin
	Grès armoricain partie moyenne	Grès des Moitiers- d'Allonne
Lithologie		
quartz Ø moyen	100 à 400 µ	100 à 250 µ
texture	imbriquée-tectonisée	imbriquée-tectonisée
oxydes de fer	trace à 9 %	1 à 15 %
argile-phyllite	1 à 5 %	1 à 20 %
micas	traces	traces
feldspaths	traces à 2 %	rare
Proportion relative en		
zircon	10 à 25 %	15 à 45 %
rutile	10 à 25 %	30 à 60 %
anatase	50 à 80 %	20 à 45 %
Epaisseurs-teneurs	2 niveaux sup. 2,75 m à 5,6 m 14 % à 9,22 % inf. 3,2 à 3,5 m 12 % à 4-5 %	2 à 3 niveaux groupés sur 6 à 10 m d'épaisseur variant entre 2 et 5 m à te- neur minimale 10 % et maximale 22 %

TABLEAU SYNTHETIQUE

Le tableau fait apparaître les caractéristiques principales des deux types de minerai :

- le type Bailleul est représenté par un quartzite dont les grains de quartz fortement imbriqués peuvent atteindre 400 microns de diamètre. Le ciment contient de faibles proportions en phyllites et oxydes de fer. La minéralisation est caractérisée par la très nette dominante de l'anatase (minéral authigène développé en cristaux de taille très irrégulière),

- le type Nord Cotentin caractérisé par un quartzite en moyenne plus fin (250 microns), à forte cohésion peut contenir au niveau de son ciment des proportions importantes de phyllites et oxydes de fer. La minéralisation est à dominante de rutile (minéral d'origine détritique de diamètre moyen 50-60 microns) le zircon y est également bien développé.

3.2. Etude texturale :

L'analyse texturologique des grès à zircon et rutile a été réalisée à l'aide d'un analyseur quantitatif d'images qui permet de travailler en microscopie à réflexion sur sections polies. L'image optique ainsi obtenue est reprise par une caméra de télévision, puis visualisée sur un écran de contrôle. En chaque point de cette image, un spot d'analyse délivre un signal électrique proportionnel au flux lumineux perçu. La comparaison de ce signal à des seuils de référence ajustables permet la séparation du champ d'analyse en différentes zones de pouvoirs réflecteurs. Ces différentes zones correspondent aux minéraux présents sur la section polie qui peuvent être ainsi isolés, sélectionnés et quantifiés.

Fonctions analytiques :

L'analyse proprement dite se traduit par la détermination du nombre de points-images détectés appartenant respectivement à une ou plusieurs phases que l'on désire caractériser. Les fonctions d'analyse permettent d'obtenir, par rapport à un masque de référence variable, la surface occupée par la phase, le périmètre des particules, leur dénombrement, leurs projections et autres paramètres texturaux.

Caractérisation "in situ" des minerais de Bailleul et de La Glacerie :

On a développé la reconnaissance texturale en place des prélèvements de La Glacerie et Bailleul en caractérisant spécifiquement trois phases minérales : le rutile ou anatase, le leucoxène et le zircon.

Le rutile et l'anatase ont été comptabilisés ensemble du fait de leur même pouvoir réflecteur.

L'étude a porté sur 12 sections polies de granulats concassés pour chaque gisement. Pour chaque échantillon analysé, il est fourni un graphe de distribution granulométrique. Sur l'ensemble de ce lot, on a déterminé la distribution granulométrique moyenne où les valeurs sont exprimées en pourcentage volumétrique.

L'analyseur d'images quantifie des phases minérales et exprime les résultats en pourcentage volumétrique. Pour traduire les résultats en pourcentage pondéral, il suffit de tenir compte de la masse spécifique du minéral et de la masse spécifique apparente du minerai. Si l'on veut exprimer les résultats en fonction du métal, il faut prendre en compte la composition chimique du minéral. Ces calculs ne posent pas de difficultés, si ce n'est pour le leucoxène qui est un minéral mal défini par sa composition en TiO_2 . C'est pourquoi, on a considéré les résultats d'analyse à la microsonde électronique des grains de leucoxène qui révèlent une composition moyenne de l'ordre de 70 % en TiO_2 qui est sensiblement voisine pour Bailleul comme pour la Glacerie.

	RUTILE		LEUCOXENE		ZIRCON	
	La Glacerie	Bailleul	La Glacerie	Bailleul	La Glacerie	Bailleul
Pourcentage volumétrique	8,96	6,0	4,46	4,6	5,64	5,4
Pourcentage pondéral	12,3	8,2	4,6	4,8	9,1	8,7
Teneur en TiO ₂	12,3	8,2	3,2	3,4	-	-

Teneur pondérale (Tableau A5) :

Les résultats sont exprimés en pourcentage pondéral d'oxyde de titane, qu'il est possible d'extraire du rutile et du leucoxène, et de zircon en fonction du diamètre des grains en place.

Zircon : La Glacerie présente une courbe gaussienne. Bailleul a une courbe de tendance bimodale dont les pics se situent à 60 μm et vers les fines. Cette descendance vers les fines est probablement due à un certain degré de fracturation de la roche dans son ensemble.

Rutile : Comme pour le zircon, La Glacerie révèle une courbe gaussienne centrée vers 30-35 μm . Bailleul a une courbe granulométrique plutôt de type poissonnien avec un maximum à 10-15 μm .

Leucoxène : Le gisement de La Glacerie a une courbe granulométrique de leucoxène qui montre les grains de très faible dimensions (87 % sont inférieurs à 20 μm). Par contre, le leucoxène de Bailleul se présente sous une forme granulométrique très régulière de Gauss, centrée sur une dimension moyenne de 45 μm .

Taux d'inclusions dans le rutile :

Les mesures du taux d'inclusions dans le rutile sont indicatives sur l'estimation des inclusions siliceuses, mais ne permettent pas, en raison de leur taille et du nombre de grains mesurés de révéler une différence considérable entre les deux prélèvements. Ces mesures signalent le fait important de la présence d'une quantité non négligeable de quartz dans les grains sains de rutile dont il faudra tenir compte dans la valorisation de ces minerais (voir figure A8):

	<u>La Glacerie</u>	<u>Bailleul</u>
Mesure des inclusions dans le rutile.....	150 grains	250 grains
Pourcentage moyen d'inclusions.....	3,9 % (+ ou - 1 %)	2,5 % (+ ou - 1 %)
Moyenne des pourcentages par grain.....	3,0 % (+ ou - 1 %)	1,9 % (+ ou - 1 %)

3.3. Etude du traitement :

3.3.1. Minerai de Bailleul :

. Etude du broyage :

La première difficulté à résoudre a été la libération des minéraux utiles et plus particulièrement celle des minéraux titanifères en évitant autant que possible leur surbroyage. Pour cela, différents appareils de broyage primaire (broyeur à cylindres, broyeur giratoire, broyeur aérofall) et de broyage secondaire (broyeur à boulets, broyeur à barres, broyeur vibrant, broyeur à choc sous vide, broyeur à détente de vapeur) ont été expérimentés. Les résultats obtenus sont très voisins quel que soit le mode de broyage et donc il n'a pas été possible d'éviter, sur ce type de minerai, la production de fines (-20 microns) légèrement enrichies en TiO_2 et correspondant à une partie importante en titane total contenu.

Ainsi, un broyage à 100 % inférieur à 100 microns (d₉₀ voisin de 80 microns) permet d'obtenir les trois classes de produits suivantes :

- . une fraction grossière (+ 80 microns) appauvrie à la fois en TiO_2 et en zircon, la libération des minéraux utiles étant pratiquement nulle pour les oxydes de titane et complète pour le zircon ;

- . une fraction moyenne (10-80 microns) particulièrement enrichie en zircon, la libération étant proche de 100 % pour le zircon et seulement de 70 - 80 % pour les minéraux titanifères ;

- . une fraction fine (- 10 microns) enrichie en TiO_2 et en minéraux argileux, appauvrie au contraire en zircon ; tous les minéraux étant probablement libérés.

. Etude de la concentration gravimétrique :

Des essais de concentration gravimétrique ont été réalisés sur les fractions supérieures à 10 microns. Les résultats obtenus sur spirale et sur sluice Lamflo montrent que seul le zircon et le rutile détritique appartenant à la fraction moyenne peuvent être concentrés sur table à secousses, l'épuisage nécessite toutefois plusieurs passages. En conclusion, les procédés gravimétriques permettent de récupérer essentiellement le zircon avec un rendement satisfaisant ainsi qu'une partie des oxydes de titane et un peu de monazite.

. Etude de la flottation :

Les études entreprises sur les possibilités d'enrichissement de ce minerai par flottation ont permis d'orienter les recherches dans quatre directions principales :

- . flottation sélective du zircon après conditionnement à chaud,
- . flottation sélective des oxydes de titane après dépression du zircon,
- . flottation globale TiO_2 + zircon en pulpe acide avec un collecteur cationique,

- . flottation inverse (c'est-à-dire du quartz) en pulpe basique avec un collecteur cationique.

Après étude de ces différentes méthodes, il apparaît que la flottation sélective des minéraux titanifères permet d'aboutir aux résultats les plus intéressants. L'obtention de concentrés à 80 % en TiO_2 est résolue à l'échelle du laboratoire sur la fraction moyenne avec une récupération satisfaisante par rapport à l'alimentation de la flottation. Ce chiffre dépendra en grande partie du recyclage des mixtes de relavage.

. Etude de la fraction ultra-fine par l'agglomération et la floculation sélectives :

La flottation, l'agglomération puis la floculation sélectives, successivement expérimentées sur les schlamms du minerai de rutile-zircon de Bailleul (100 % < 20 μm , 70 % < 2 μm , 26,5 % < 0,5 μm) ont donné des résultats décevants :

. l'agglomération par du gas-oil et des collecteurs anioniques (acides gras, sulfates et sulfonates) en présence de silicate de sodium et d'un chélatant du fer, à pH : 9, n'aboutit qu'à un enrichissement très faible en TiO_2 dans la phase agglomérée ;

. La floculation sélective par des polyacrylamides non ioniques conduit à une phase dispersée faiblement enrichie en TiO_2 avec une très basse récupération ;

. l'étude minéralogique paraît indiquer la présence d'agrégats de particules de natures différentes, non dissociés par les moyens de dispersion usuels (il s'agit alors d'agrégats primaires). D'autre part, l'existence d'un recouvrement des particules par des minéraux ferrugineux de dimensions colloïdales, n'est pas exclue ainsi que l'activation uniforme des surfaces des minéraux (très divisés) en présence, par des ions Fe^{3+} . L'une ou l'ensemble de ces hypothèses pourrait expliquer la mauvaise sélectivité présentée par tous les moyens physiques de séparation mis en oeuvre sur ces schlamms.

. Etude des possibilités d'épuration des concentrés primaires :

Le traitement des concentrés gravimétriques a été étudié en vue de la séparation zircon/rutile/monazite. Les meilleurs résultats ont été obtenus par séparation magnétique à haute intensité à sec pour la concentration de la monazite et électrostatique pour la séparation zircon/rutile.

. Expérimentation globale en discontinu du traitement retenu :

Compte tenu de l'ensemble des résultats précédents, un schéma de traitement global du minerai de Bailleul a été élaboré, comprenant essentiellement : broyage, deschlammage, concentration gravimétrique du zircon grossier, recyclage au broyeur de la fraction ainsi traitée, concentration gravimétrique du zircon et du rutile à partir de la fraction intermédiaire, traitement électromagnétique et électrostatique des concentrés gravimétriques et flottation de l'anatase restant dans cette même fraction.

En tenant compte des résultats partiels de chaque phase de séparation et dans l'hypothèse où le recyclage des différents mixtes s'opère normalement (ce point très important ne pourra être résolu que par des essais en continu), on peut établir un bilan global moyen. Ainsi, on peut raisonnablement espérer obtenir industriellement :

- . un concentré de zircon à 90 % de pureté avec une récupération satisfaisante,
- . un concentré rutile + anatase à 75 % de pureté avec une récupération moyenne.

3.3.2. Minerai de La Glacerie :

- . Etude du broyage :

Les essais de broyage réalisés sur ce lot confirment les résultats obtenus auparavant. En effet, après broyage à - 100 microns, la fraction fine n'est pas enrichie. Un deschlammage à 10 microns permet d'obtenir sur le même produit broyé une fraction fine appauvrie en titane.

- . Concentration gravimétrique :

Les premiers essais de traitement gravimétrique effectués sur table à secousses, à partir de la fraction grossière d'une part et de la fraction moyenne d'autre part, ont montré d'abord qu'il était ainsi possible de récupérer le zircon avec un rendement légèrement inférieur à celui obtenu sur le minerai de Bailleul malgré une teneur de départ plus élevée. Par ailleurs, la concentration des minéraux titanifères a été beaucoup moins satisfaisante que ne permet de l'espérer l'étude d'orientation.

- . Etude de la flottation :

La flottation sélective des oxydes de titane, telle qu'elle avait été mise au point sur le minerai de Bailleul a été expérimentée sur les rejets de gravimétrie provenant du traitement du minerai de La Glacerie. Il s'est avéré plus difficile sur ce minerai, d'obtenir des concentrés à teneur élevée en TiO_2 . Toutefois, en modifiant un peu la méthode de flottation pour tenir compte de la teneur en fer plus élevée dans le minerai de La Glacerie, on peut aboutir à des concentrés à 70 % en TiO_2 avec un rendement de flottation comparable à celui obtenu sur le minerai de Bailleul.

- . Etude de l'épuration des concentrés primaires :

Cette étude a conduit à des résultats très voisins de ceux du minerai de Bailleul.

- . Expérimentation globale en discontinu du traitement retenu :

Comme sur le minerai de Bailleul et pour conclure cette étude comparative des deux types de minerai, un essai global de traitement a été effectué sur une tonne de minerai de La Glacerie selon un schéma identique à celui expérimenté de la même manière sur le minerai de Bailleul. En tenant compte des résultats partiels de chaque phase et dans l'hypothèse où le recyclage des mixtes s'opère normalement, un bilan global de traitement du minerai de La Glacerie a été établi et donne des résultats très voisins de ceux obtenus sur le minerai de Bailleul. On doit noter, cependant, que la récupération en zircon est plus faible ainsi que la teneur des concentrés de titane (rutile ou anatase).

SITUATION

des INDICES de GISEMENTS
de GRES à Zr-Ti
du MASSIF ARMORICAIN

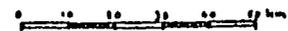
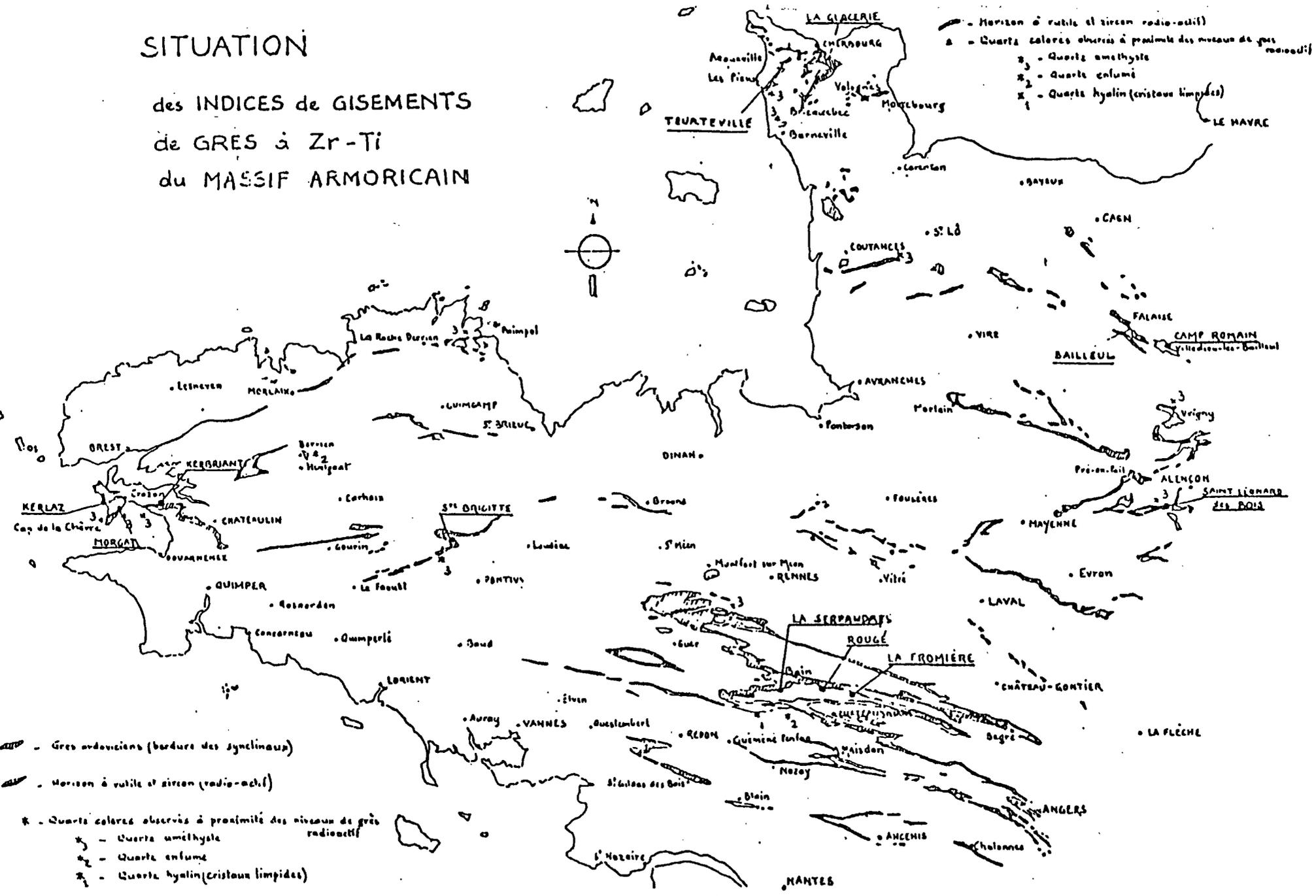


FIGURE 1

A-15

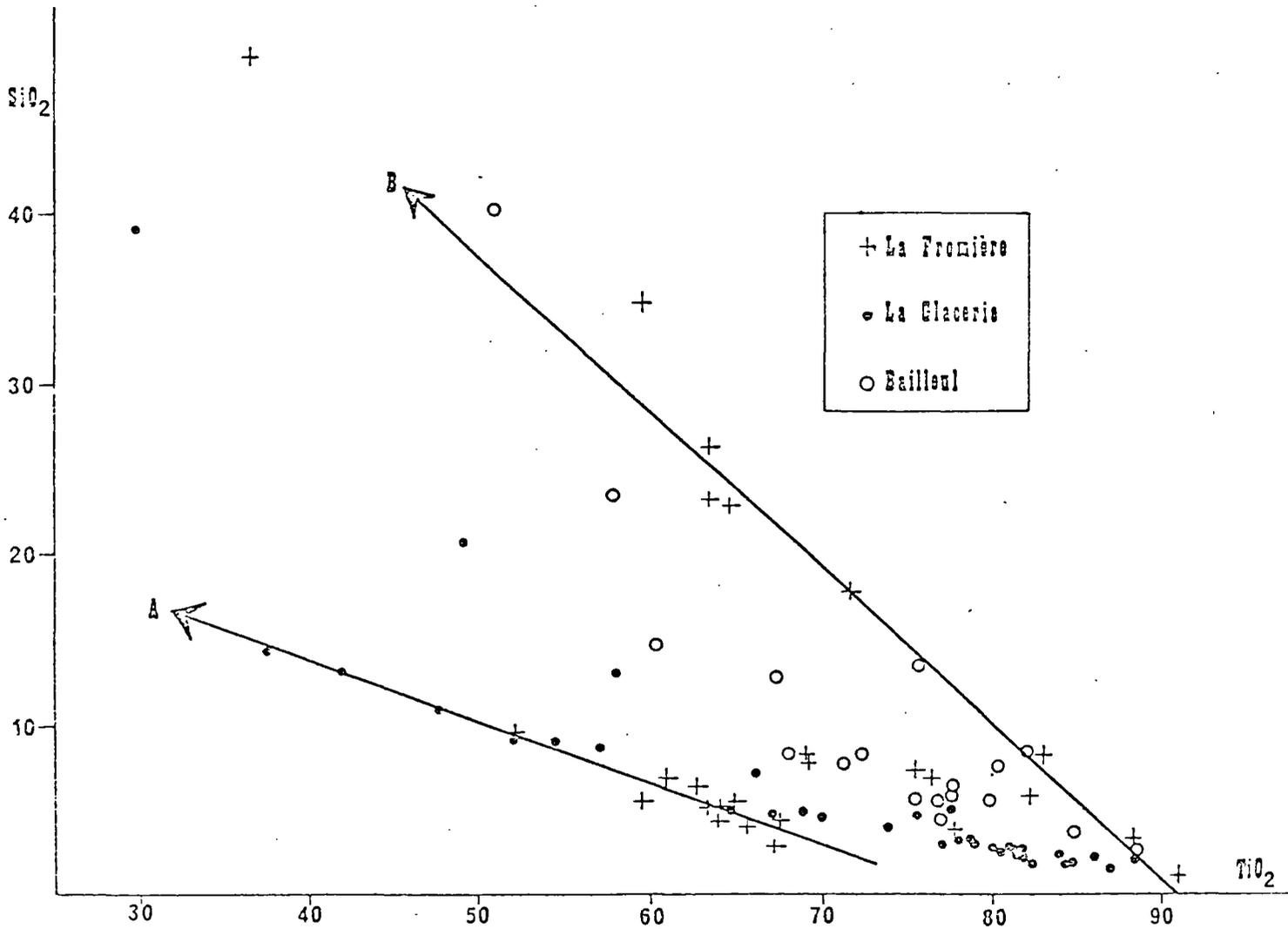


FIGURE A2 : RELATION ENTRE SiO_2 et TiO_2 DANS LES GRAINS DE LEUCOXENE - ANALYSE PONCTUELLE A LA MICROSONDE .

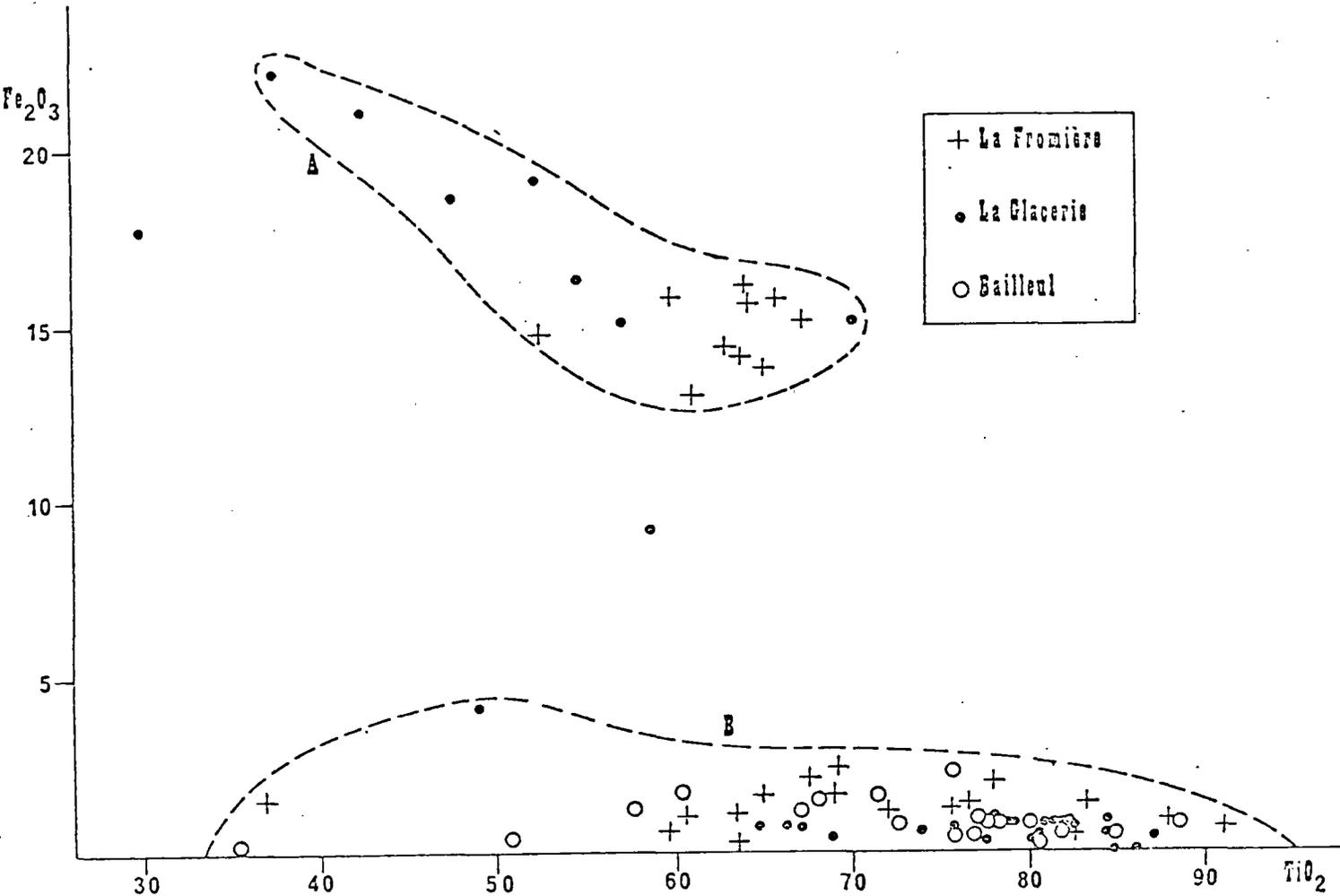


FIGURE A3 : RELATION ENTRE Fe₂O₃ ET TiO₂ DANS LES GRAINS DE LEUCOXENE .

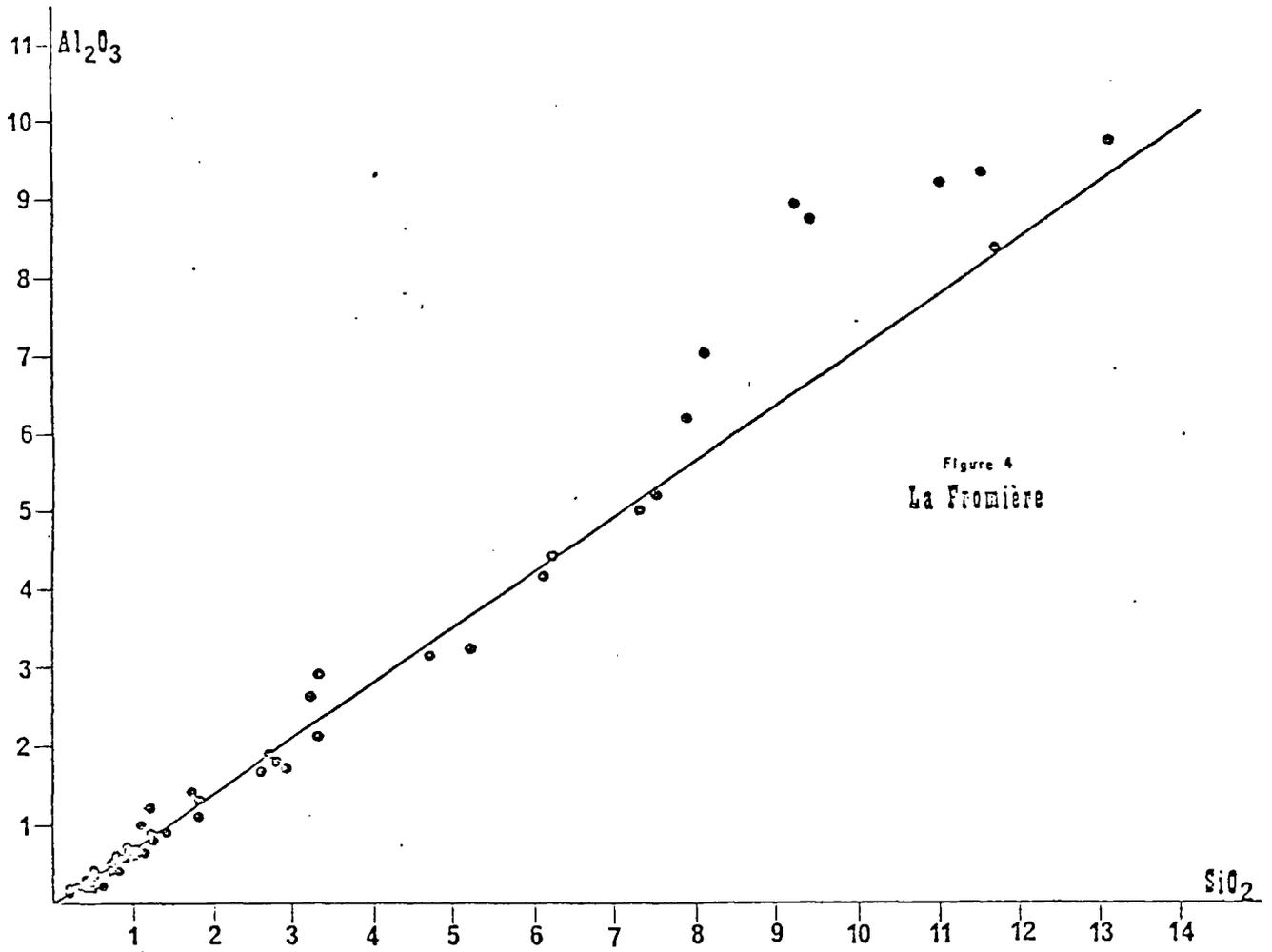


FIGURE A4 : RELATION ENTRE Al_2O_3 et SiO_2 DANS LES
GRAINS DE LEUCOXENE .

"Leucoxène"

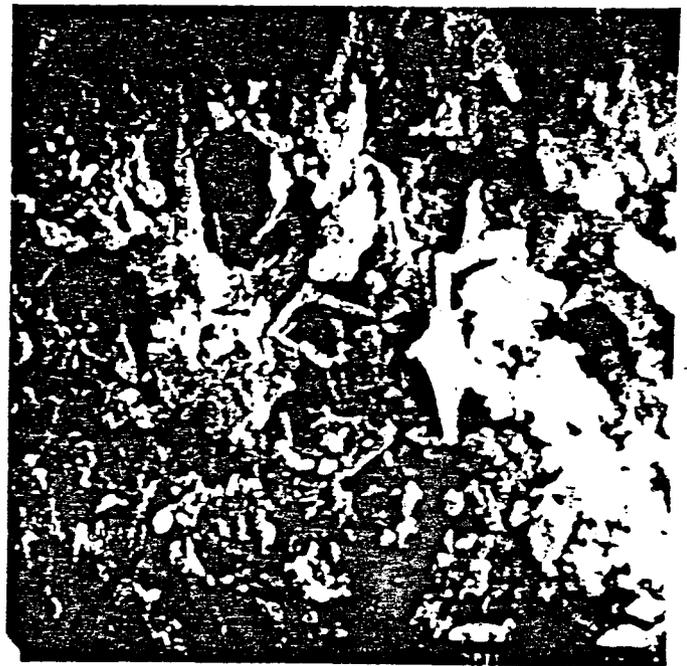
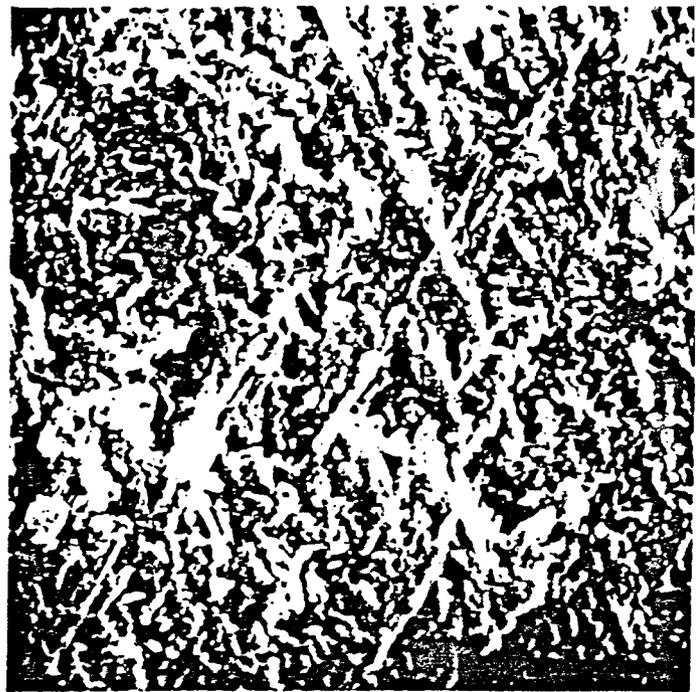
A-19

La Fromière

MEB

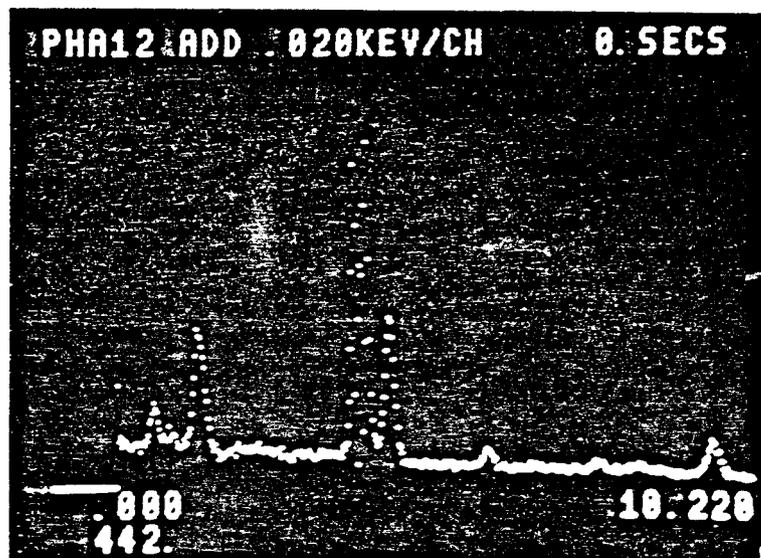
6000 X

Figure A5



B

C



Al Au Ti Fe Au
Si

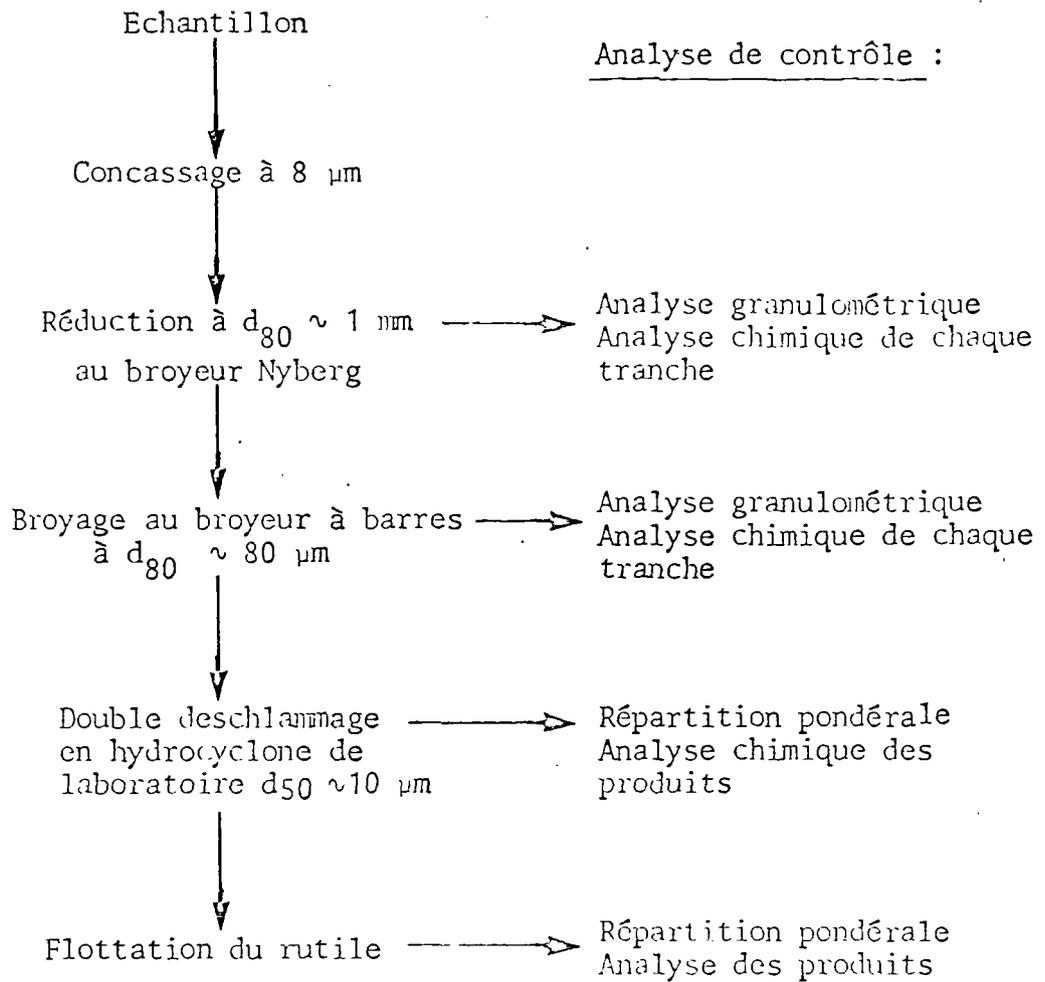
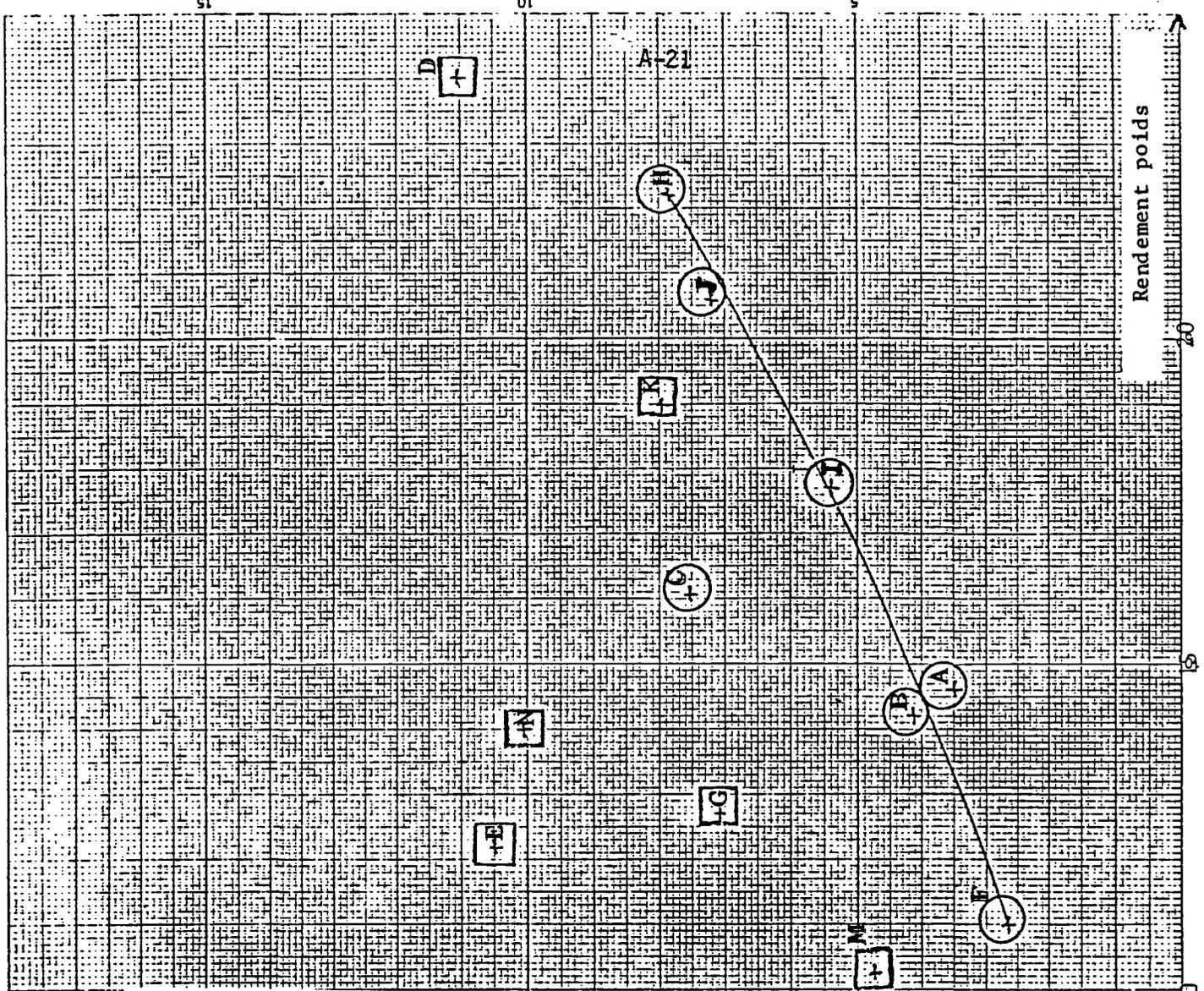


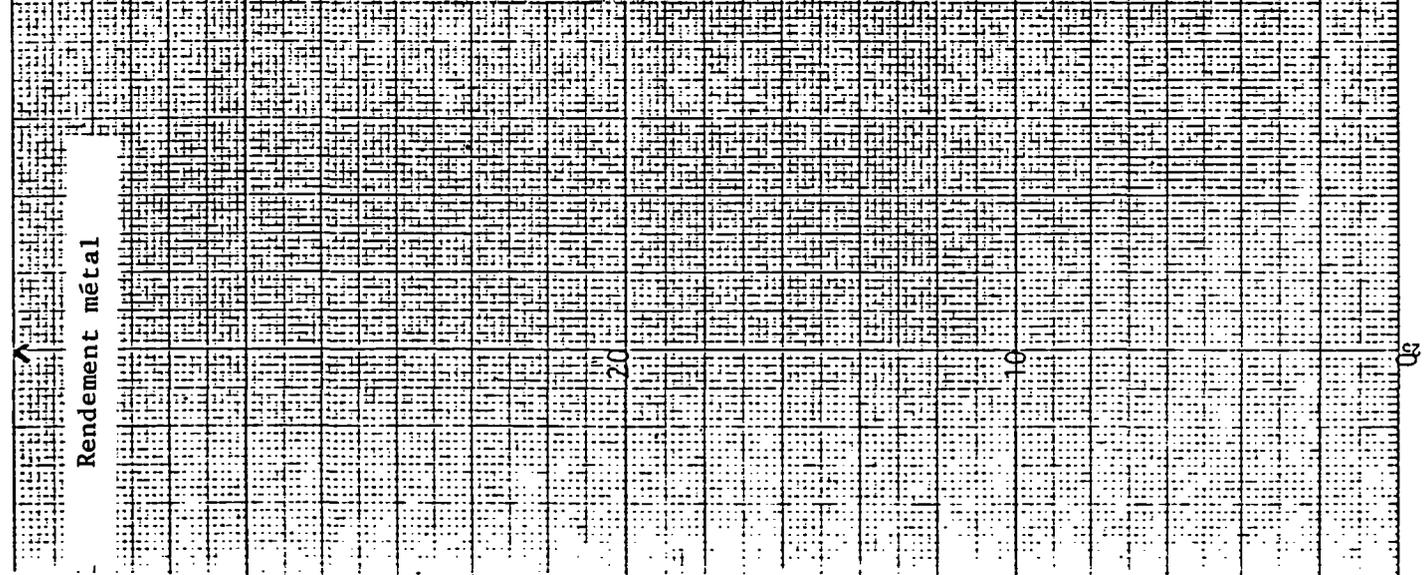
FIGURE A6 : METHODE D'ANALYSE DE L'APTITUDE AU
TRAITEMENT .

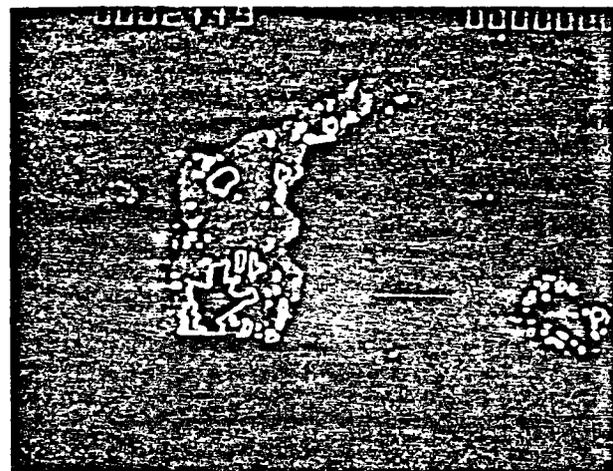
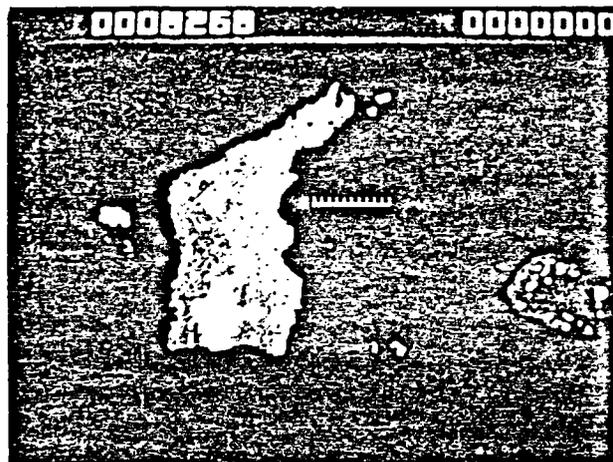


 Minerais du groupe 1 suivant la classification minéralogique
 Minerais du groupe 2

FIGURE A7

RELATION ENTRE LES PERTES EN TITANE DANS LES SCHLAMMS ET LEUR RENDEMENT PONDERAL.





- Inclusions de silice dans les particules de rutilé :

- en haut, détection des inclusions
- en bas, mise en évidence du périmètre de ces inclusions.

Figure A8

Echantillon	Fraction granulométrique en mm	Σ	Σ cumulé	Fractions lourdes récupérées d > 3,3		
				Σ	Σ	Σ
				fraction	brut	cumulés
Ste Brigitte	> 0,063	3,22	3,22	5,3	0,17	0,17
	+ 0,040	24,10	27,32	18,5	4,47	4,64
	+ 0,020	43,40	70,72	10,0	4,34	8,98
	< 0,020	29,28	100,00	8,3	2,43	11,41
Kerlaz	> 0,063	4,65	4,65	3,5	0,16	0,16
	+ 0,040	23,30	27,95	17,1	4,00	4,16
	+ 0,020	26,00	53,95	19,0	4,95	9,11
	< 0,020	46,05	100,00	11,6	5,32	14,43
Teurteville	> 0,063	23,60	23,60	1,6	0,37	0,37
	+ 0,040	30,70	54,30	11,0	3,38	3,75
	+ 0,020	21,40	75,70	19,0	4,06	7,81
	< 0,020	24,30	100,00	6,3	1,53	9,34
Ste Suzanne	> 0,063	14,75	14,75	19,6	2,90	2,90
	+ 0,040	30,50	45,25	21,3	6,50	9,40
	+ 0,020	19,70	64,95	11,0	2,17	11,57
	< 0,020	35,05	100,00	5,3	1,85	12,42
Camp Romain	> 0,063	12,75	12,75	3,0	0,38	0,38
	+ 0,040	32,50	45,25	19,4	6,30	6,68
	+ 0,020	22,40	67,65	15,3	3,43	10,11
	< 0,020	32,35	100,00	10,0	3,23	13,34
Telgruc	> 0,063	15,65	15,65	3,1	0,48	0,48
	+ 0,040	30,60	46,25	13,9	4,25	4,73
	+ 0,020	27,60	73,85	15,7	4,33	9,06
	< 0,020	26,15	100,00	10,0	2,61	11,67
La Glacerie	> 0,063	16,30	16,30	2,4	0,39	0,39
	+ 0,040	30,50	46,80	43,5	13,30	13,69
	+ 0,020	20,80	67,60	45,6	9,50	23,19
	< 0,020	32,40	100,00	23,2	7,65	30,84
Le Rougé	> 0,063	17,50	17,50	5,7	1,00	1,00
	+ 0,040	31,10	48,60	15,5	4,82	5,82
	+ 0,020	19,90	69,50	11,1	2,21	8,03
	< 0,020	30,50	100,00	9,3	2,93	10,96
St Léonard s/Bois	> 0,063	19,10	19,10	4,95	0,94	0,94
	+ 0,040	29,30	48,40	17,9	5,24	6,18
	+ 0,020	17,80	66,20	16,2	2,88	9,06
	< 0,020	33,80	100,00	7,0	2,36	11,42
Acqueville	> 0,063	8,75	8,75	8,6	0,75	0,75
	+ 0,040	30,40	39,15	27,6	8,29	9,14
	+ 0,020	23,20	62,35	27,5	6,38	15,52
	< 0,020	37,65	100,00	14,1	5,31	20,83
La Fromière	> 0,063	5,95	5,95	10,0	0,59	0,59
	+ 0,040	22,80	28,75	27,4	6,25	7,84
	+ 0,020	27,90	56,65	36,4	10,15	17,99
	< 0,020	43,35	100,00	15,0	6,52	24,51
Bailloul	> 0,063	13,40	13,40	1,75	0,23	0,23
	+ 0,040	33,50	46,90	15,5	5,18	5,41
	+ 0,020	20,15	67,05	15,7	3,16	8,57
	< 0,020	32,95	100,00	11,3	3,72	12,29
La Serpudaie	> 0,063	8,00	8,00	5,25	0,42	0,42
	+ 0,040	27,50	35,50	14,5	4,00	4,42
	+ 0,020	22,20	57,70	15,0	3,34	7,76
	< 0,020	42,90	100,00	12,8	5,42	13,18
Morget	> 0,063	7,05	7,05	3,8	0,26	0,26
	+ 0,040	27,10	34,15	19,5	5,28	5,54
	+ 0,020	25,50	59,65	21,4	5,47	11,01
	< 0,020	40,35	100,00	7,8	3,15	14,16

TABLEAU A1 : POIDS et % des FRACTIONS GRANULOMETRIQUES et des MINERAUX LOURDS CORRESPONDANTS (d > 3,33) .

	La Fromière		Ste Brigitte		Acqueville		Rougé		Bailleul		Telgruc	
	40 - 63 µm	20 - 40 µm										
Zircon + monazite	25	25	40	50	35	25	30	30	60	40	50	30
Rutile	15	30	50	45	25	25	35	40	25	25	25	20
Anatase + leucoxène A	10	d	5	d	25	30	10	10	15	30	20	40
Leucoxène R	50	40	5	5	15	20	25	20	d	5	5	10
	La Glacerie		St Léonard		La Serpaudaie		Camp Romain		Teurteville		Kerlaz	
Zircon + monazite	40	50	30	40	35	30	30	30	30	20	40	20
Rutile	50	40	50	35	45	40	30	30	35	35	30	25
Anatase + leucoxène A	5	5	15	20	5	10	35	40	30	40	30	50
Leucoxène R	5	5	5	5	15	20	5	10	5	5	d	5
	Morgat		Ste Suzanne		d = décelé							
Zircon + monazite	20	25	40	25								
Rutile	30	20	10	20								
Anatase + leucoxène A	50	50	d	15								
Leucoxène R	d	5	d	10								
Hématite + inclusions de rutile			50	30								

TABLEAU A2 : EXAMEN OPTIQUE des FRACTIONS LOURDES (d > 3,33) .
(Estimation quantitative en % volumétriques).

Echantillons	Quartz	Dolomite	Goethite	Hématite	Mica Illite	Kaolinite	Autres minéraux			
							Rutile	Zircon	Anatase	Monazite
Ste Suzanne	Tr			A			A	A	P	
Telgruc	Tr						A	P	A	
Bailleul			F				P	P	TA	
Camp Romain							P	P	TA	Tr ?
Teurteville		Tr ?					A	A	A	
Morgat						F	P	P	A	Tr ?
Kerlaz						F	P	P	TA	Tr ?
La Serpaudaie			P	P		Tr	P	P	P	Tr ?
St Léonard	F						A	TA		Tr ?
La Glacerie							A	TA		Tr ?
Ste Brigitte	Tr				F	Tr	A	F	Tr	Tr ?
Acqueville					Tr ?		A	A	P	Tr ?
La Fromière							TA	P	P	
Rougé						Tr	A	P	P	

(Abréviations : TA : très abondant - A : abondant - P : présent - F : faible - Tr : Traces)

TABLEAU A3 : ANALYSE par DIFFRACTOMETRIE de RAYONS X de la
FRACTION LOURDE (d > 3,33) < 20 MICRONS .

1. Aspect : vert clair2. Analyse générale :

B.R.G.M.	SiO ₂	: 59,55	Fe ₂ O ₃	: 5,50	H ₂ O ⁻	: 0,14
	FeO	: 3,15	MnO	: 0,09	H ₂ O ⁺	: 3,25
	P ₂ O ₅	: 0,49	CaO	: 0,50	Na ₂ O	: 0,09
	Al ₂ O ₃	: 5,15	MgO	: 0,80	K ₂ O	: 0,22
	TiO ₂	: 15,90			ZrSiO ₄	: 5,60

3. Après broyeur
Nyberg

	Poids %	Poids % cumulé	Rutile		Zircon		
			%	ρ	%	ρ	
+ 500 μm	46,69		15,89	47,24	4,44	41,84	
250	7,59		15,42	7,45	3,75	5,75	
150	4,21		14,83	3,97	1,67	1,42	
105	4,37		14,40	4,01	1,76	1,55	
74	5,62		11,59	4,15	0,66	0,74	
44	8,93		14,17	8,06	11,46	20,65	
- 44	22,59		17,46	25,12	6,15	28,05	
TV	100		15,71	100	4,96	100	
4. <u>Après broyeur à barres</u>	100 μm	2,20	2,20	14,60	2,00	2,50	1,00
	80	2,60	4,80	11,80	1,90	1,70	0,80
	63	8,30	13,10	12,60	6,60	2,70	4,00
	50	11,40	24,50	13,60	9,80	5,50	11,30
	40	9,30	33,80	14,40	8,50	9,60	16,10
	31,5	18,50	52,30	15,40	18,00	12,00	39,90
	20	11,20	63,50	16,60	11,70	6,50	13,10
	- 20	36,50	100	18,00	41,50	2,10	13,80
	TV	100		15,84	100	5,56	100
5. <u>Hydro-cyclone</u> coupure à 10 μm	1 surverse	19,07		14,40	17,30	1,30	5,00
	2 surverse	3,59		15,00	3,50	1,40	1,00
	sousverse	77,34		15,80	79,50	6,00	94,00
	alimenta- tion	100		15,40	100	4,90	100
6. <u>Flottation</u>	Fines	23,90		15,00	21,90	0,90	3,80
	concentrés	17,80		45,60	49,60	15,80	49,60
	mixtes	11,20		16,40	11,20	9,70	19,20
	rejet	47,10		6,00	17,30	3,30	27,40
	alimenta- tion	100		16,40	100	5,67	100

TABLEAU A4 : RUTILE - ZIRCON DE BRETAGNE - CARACTERISTIQUES
D'APTITUDE AU TRAITEMENT .

Ø en µm	RUTILE		LEUCOXENE		ZIRCON	
	LA GLACERIE %	BAILLEUL %	LA GLACERIE %	BAILLEUL %	LA GLACERIE %	BAILLEUL %
0	12.3 100 %	8.2 100 %	3.2 100 %	3.4 100 %	9.1 100 %	8.7 100 %
2.5	12.1 98 %	7.8 95 %	2.7 85 %	3.3 98 %	9.0 98 %	8.4 96 %
5	11.9 96 %	7.4 90 %	2.3 70 %	3.2 96 %	8.8 96 %	8.1 93 %
10	11.3 91 %	6.6 80 %	1.4 43 %	3.1 90 %	8.4 92 %	7.5 86 %
15	10.5 85 %	5.8 70 %	0.8 24 %	2.95 88 %	7.9 86 %	7.0 80 %
20	9.7 78 %	5.0 61 %	0.45 14 %	2.8 83 %	7.3 80 %	6.5 75 %
25	8.8 71 %	4.2 52 %	0.3 10 %	2.6 77 %	6.6 72 %	6.0 69 %

TABLEAU A5 : BILAN RECAPITULATIF .