



Valorisation des terres rares
Traitement de minerais, mise en solution et purification

Mémoire

Jean-François Boulanger

Maîtrise en génie des matériaux et de la métallurgie

Maître ès sciences (M. Sc.)

Québec, Canada

© Jean-François Boulanger, 2017

Valorisation des terres rares
Traitement de minerais, mise en solution et purification

Mémoire

Jean-François Boulanger

Sous la direction de :

Professeur Claude Bazin, directeur de recherche

Résumé

Ce mémoire décrit des travaux de laboratoire visant à produire des solutions de terres rares (TR) purifiées à partir d'échantillons de deux gisements potentiels québécois. Ces solutions purifiées visent l'alimentation d'un circuit de séparation des éléments individuels de TR par extraction par solvant, qui permet leur valorisation. Le premier échantillon est un minerai silicaté, titrant 0,8 % TR, contenant de l'allanite comme porteur principal de TR. La lixiviation directe du minerai concassé, agité dans une solution d'acide sulfurique, à un dosage de 200 kg/t, permet de faire passer plus de 80 % des TR légères en solution. Une cinétique d'ordre 1 décrit le taux de lixiviation des TR légères. Le Fe et le Th peuvent être précipités par une oxydation suivie d'une neutralisation à un pH entre 3,5 et 5, puis séparés par filtration. Le deuxième minerai contient 1,5 % TR sous forme de bastnaésite et de monazite. La gangue est composée à 90 % de carbonates devant être rejetés pour éviter une surconsommation d'acide. Après un broyage à un P_{80} de 33 μm , une flottation directe à 50 °C, utilisant 2000 g/t d'acide hydroxamique comme collecteur permet de récupérer 88 % des TR dans un concentré à 6,2 % TR ce qui dépasse la plupart des résultats obtenus jusqu'à présent avec ce minerai. La flottation des minéraux de TR suit une cinétique d'ordre 1 alors que la gangue est entraînée mécaniquement. Une conversion des minéraux en hydroxydes dans une solution de NaOH concentré chaud rend les TR plus solubles. Le solide ainsi obtenu peut être digéré au HCl jusqu'à un pH de 3, afin de lixivier sélectivement 95 % du lanthane, laissant 99,9 % du fer dans un résidu solide. Les travaux contribuent au développement de l'expertise québécoise dans le domaine de la métallurgie et de l'analyse des TR.

Summary

This thesis documents laboratory testwork aiming to produce Rare Earth Elements (REE) purified solutions from two potential ore sources from the Québec province. These solutions would eventually feed a solvent extraction circuit to separate and produce sellable REE. The first sample is a silicate-based ore and has a grade of 0.8 % total REE contained mainly in allanite, a REE hydroxy-silicate. Direct H_2SO_4 leaching of crushed ore, at a dosage of 200 kg/t solubilises more than 80% of the light REE. The extraction rate can be described by a first-order kinetic model. Fe and Th can be selectively precipitated and separated by an oxidation-precipitation reaction at a pH between 3.5 and 5, followed by a filtration, yielding a fairly pure solution. The second tested ore sample contains 1.5 % total REE, present as bastnaesite and monazite. The gangue is 90 % carbonaceous and should be rejected to minimize the acid consumption upon leaching. After grinding at a P_{80} of 33 μm , direct flotation at 50 °C, using 2000 g/t of hydroxamic acid as the collector yields 88 % REE recovery at a grade of 6.2 % REE. The flotation of REE follows first order kinetic model, while the gangue is largely entrained to the concentrate. A conversion of the REE minerals to hydroxides in a hot concentrated NaOH solution renders them more soluble. Leaching the solids, with HCl to a pH of 3 solubilises 95%, of the lanthanum, while 99.9 % of the iron remains in the solid residue. This work contributes to the development of a Québec-based expertise in REE metallurgy, as well as solid and liquid REE analysis.

Table des matières

Résumé	iii
Summary	iv
Table des matières	v
Liste des tableaux	vii
Liste des figures	ix
Remerciements	xi
1 Introduction	1
2 Procédés de traitement des minerais de TR	3
2.1 Mise en contexte des minerais de TR	3
2.2 Traitement de minerais	8
2.2.1 Séparation magnétique	9
2.2.2 Séparation gravimétrique	10
2.2.3 Séparation par flottation	11
2.3 Mise en solution	15
2.4 Purification de la solution	20
3 Méthodes expérimentales utilisées pour évaluer les minerais d'ETR considérés	26
3.1 Réception et division des échantillons	26
3.2 Analyses chimiques des solides et broyage	26
3.3 Réconciliation des données	28
3.4 Analyses minéralogiques	29
3.5 Traitement de minerais	30
3.5.1 Séparation magnétique	31
3.5.2 Séparation gravimétrique	32
3.5.3 Séparation par flottation	35
3.6 Mise en solution	37
3.7 Purification de la solution	39
4 Résultats pour le minerai de TR Soutex	41
4.1 Réception des échantillons	41
4.2 Caractérisation	41
4.2.1 Broyage et analyses granulo-chimiques	42
4.2.2 Analyses minéralogiques	45
4.3 Traitement de minerais	50
4.3.1 Séparation par flottation	50
4.4 Mise en solution des TR par lixiviation du minerai Soutex-2	52
4.4.1 Exemple des mesures générées par un essai de lixiviation	52
4.4.2 Analyse des données brutes	53
4.4.3 Conservation de la matière pendant la lixiviation	55
4.4.4 Principe de la méthode de réconciliation pour les données hydrométallurgiques	55
4.4.5 Solution au problème de réconciliation des données	58
4.4.5.1 Méthode numérique	59
4.4.5.2 Méthode hiérarchique (méthode Bilmat)	62
4.4.6 Résultats des essais de lixiviation	65
4.4.6.1 Effet de la cuisson acide vis-à-vis de la lixiviation atmosphérique	67

4.4.6.2	Effet des facteurs sur la lixiviation atmosphérique	68
4.4.6.3	Cinétique de la lixiviation atmosphérique.....	70
4.5	Purification de la solution	76
4.5.1	Précipitation des impuretés par neutralisation.....	76
4.5.2	Précipitation sélective des TR par ajout d'ions oxalate.....	81
4.6	Conclusions sur la valorisation du minerai Soutex-2	83
5	Résultats pour le minerai de TR Niobec	85
5.1	Caractérisation	85
5.1.1	Broyage et analyses granulo-chimiques	86
5.1.2	Analyses minéralogiques.....	88
5.2	Traitement de minerais	91
5.2.1	Séparation magnétique	91
5.2.2	Séparation gravimétrique.....	94
5.2.3	Séparation par flottation	95
5.3	Mise en solution.....	108
5.4	Purification de la solution	116
5.4.1	Précipitation des impuretés par neutralisation.....	116
5.4.2	Précipitation sélective des TR par ajout d'ions oxalates	119
5.5	Conclusions sur la valorisation du minerai de TR Niobec	121
6	Conclusion.....	123
	Bibliographie	129
	ANNEXE A.....	134
	ANNEXE B	136
	ANNEXE C	145
	ANNEXE D.....	146

Liste des tableaux

Tableau 2.1 : Teneurs élémentaires et valeurs du minerai de la mine Mountain Pass. Valeurs des oxydes :Sources (Info-RE, 2016; USGS, 2017).	4
Tableau 2.2 : Minéraux de TR courants et leurs propriétés.....	5
Tableau 2.3 : Principaux sites d'exploitation des TR documentés	7
Tableau 2.4 : Minéralogie, procédés et performance des principaux sites producteurs de TR	9
Tableau 2.5 : Traitement de minerais des projets québécois et canadiens de TR	15
Tableau 2.6 : Teneur d'une solution de lixiviation non purifiée du projet Foxtrot, extrait de Dreisinger <i>et al.</i> (2014).....	21
Tableau 2.7 : Fractions précipitées par l'ajout d'oxalates dans le projet Bear Lodge, extrait de Dahlberg <i>et al.</i> (2014).....	24
Tableau 4.1 : Teneurs en TR des minerais Soutex (prix utilisés fournis au tableau 2.1)	42
Tableau 4.2 : Granulochimie réconciliée de l'échantillon Soutex-2 broyé dix minutes	44
Tableau 4.3: Distribution de TR dans les classes granulométriques de l'échantillon Soutex-2 broyé	44
Tableau 4.4 : Composition minéralogique de l'échantillon Soutex-2.....	45
Tableau 4.5: Teneurs élémentaires du minerai Soutex-2 (SGS Lakefield)	46
Tableau 4.6 : Teneurs estimées de l'analyse de particules par SGS Lakefield (%)	48
Tableau 4.7 : Teneurs en TR et distribution des différents minéraux du minerai Soutex-2.	49
Tableau 4.8 : Teneur en TR lourdes et contribution des différents minéraux	49
Tableau 4.9: Mesures brutes obtenues lors de l'expérience de mise en solution 12.....	53
Tableau 4.10: Comparaison entre les mesures et les estimés du problème de bilan de matière pour l'essai de lixiviation 12	61
Tableau 4.11 : Écarts-types accordés à chaque donnée pour la réconciliation.....	63
Tableau 4.12 : Données brutes et réconciliées pour l'essai de mise en solution 12	64
Tableau 4.13: Résultats des essais de lixiviation du minerai Soutex-2 (données réconciliées)	66
Tableau 4.14 : Paramètres et critères des modèles cinétiques de lixiviation du cérium.....	73
Tableau 4.15 : Résultats de la précipitation simple par neutralisation	77
Tableau 4.16: Proportions récupérées par la lixiviation-précipitation de Soutex-2 (pH = 3,5)	78
Tableau 4.17 : Modèle d'erreur utilisé pour la réconciliation des données de purification ..	79
Tableau 4.18 : Données brutes et réconciliées pour l'essai de double relxiviation du précipité	80
Tableau 5.1 : Teneurs en TR des lots de minerai Niobec (Les prix du tableau 2.1)	86
Tableau 5.2 : P ₈₀ obtenus après différents temps de broyage du minerai Niobec-1	86
Tableau 5.3 : Granulochimie réconciliée de l'échantillon Niobec-1 concassé.....	88
Tableau 5.4 : Composition minéralogique de l'échantillon Niobec-2	89
Tableau 5.5 : Teneurs élémentaires du minerai Niobec-2	90
Tableau 5.6 : Teneurs en TR et contribution des différents minéraux du minerai Niobec-290	
Tableau 5.7: Teneur en TR lourdes et contribution des différents minéraux du minerai Niobec-2	91
Tableau 5.8 : Réconciliation des résultats de l'expérience de flottation 10 - teneurs ICP-MS	96

Tableau 5.9 : Réconciliation des résultats de l'expérience de flottation 31 - teneurs XRF non pressé	97
Tableau 5.10 : Réconciliation des résultats de l'expérience de flottation 33 - teneurs XRF pastilles pressées.....	97
Tableau 5.11 : Conditions et résultats des essais de flottation sur le minerai Niobec	99
Tableau 5.12: Proportions récupérées par la flottation-lixiviation-purification de l'échantillon Niobec-2 (avec traitement caustique)	115

Liste des figures

Figure 2.1 : Étapes typiques de valorisation des minerais de TR.....	6
Figure 2.2 : Schéma de la flottation directe des minéraux de TR	12
Figure 2.3 : Flottation de sulfures en laboratoire.....	12
Figure 2.4 : Mise en solution d'un concentré bastnaésite-monazite par la voie HCl.....	18
Figure 2.5 : Fours rotatifs de l'usine LAMP de Lynas en Malaisie	18
Figure 2.6 : Purification par neutralisation des impuretés.....	23
Figure 2.7 : Purification par précipitation sélective des TR en oxalates	24
Figure 3.1 : Nomenclature des niveaux de libération des particules	30
Figure 3.2 : Montage de séparation magnétique, © Jean-François Boulanger, 2016.....	32
Figure 3.3 : Schéma du fonctionnement du séparateur gravimétrique (Knelson, 2003)	33
Figure 3.4 : Séparateur gravimétrique Knelson du laboratoire de l'Université Laval, © Jean-François Boulanger, 2016.....	34
Figure 3.5 : Méthodologie employée pour les essais de séparation gravimétrique	35
Figure 3.6 : Montage expérimental de flottation, © Jean-François Boulanger, 2016	36
Figure 3.7 : Schéma des expériences de mise en solution.....	38
Figure 3.8 : Montage de lixiviation d'acide de minerai et filtration d'échantillon, © Jean-François Boulanger, 2016.....	38
Figure 4.1: Échantillon Soutex tel que reçu	41
Figure 4.2 : Dimension du 80 % passant (P_{80}) du produit en fonction du temps de broyage du minerai Soutex-2.....	43
Figure 4.3 : Association des particules minérales de TR à P_{80} de 150 μm	47
Figure 4.4 : Exemple de résultats d'analyse de particule d'allanite par SGS Lakefield	48
Figure 4.5 : Courbe récupération-teneur obtenue en flottation de l'échantillon Soutex-2....	51
Figure 4.6: Interface du programme pour la réconciliation des données provenant des essais de lixiviation	59
Figure 4.7: Solution au problème du bilan de matière de la figure 4.6	60
Figure 4.8: Procédure hiérarchique pour la réconciliation des données des essais de lixiviation avec deux éléments analysés	63
Figure 4.9: Effet de la cuisson acide sur la mise en solution des TR (200 kg H_2SO_4 /tonne, matériel concassé à 100% passant 1700 μm)	67
Figure 4.10: Effet de la température de la lixiviation atmosphérique sur la mise en solution des TR après 45 heures (200 kg H_2SO_4 /tonne, matériel concassé à 100% passant 1700 μm)	68
Figure 4.11: Effet du dosage de H_2SO_4 sur la mise en solution des TR après 24 heures de lixiviation atmosphérique (85°C, matériel concassé à 100% passant 1700 μm).....	69
Figure 4.12: Effet de la taille des particules sur la mise en solution des TR après 24 heures de lixiviation atmosphérique (200 kg H_2SO_4 /tonne, lixiviation atmosphérique à 85 °C)	70
Figure 4.13 : Mise en solution du La et du Dy durant l'essai 16	71
Figure 4.14: Modèle cinétique d'ordre 1 de la mise en solution du cérium.....	72
Figure 4.15 : Modèles cinétiques de lixiviation du cérium	74
Figure 4.16 : Précipitation des impuretés avec double lixiviation du précipité	79
Figure 4.17 : Purification par traitements à l'acide oxalique ($\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4$) d'une solution de lixiviation du minerai Soutex-2	82

Figure 5.1 : Distribution des résidus réduits de la réconciliation des analyses granulochimiques.....	87
Figure 5.2 : Essai préliminaire de séparation magnétique sur le matériel Niobec-1 frais, broyé.....	92
Figure 5.3 : Diagramme d'écoulement de l'expérience de séparation magnétique sur le matériel Niobec-1 broyé et grillé.....	93
Figure 5.4 : Résultats de l'essai de séparation gravimétrique sur le matériel Niobec-1	94
Figure 5.5 : Résultats des expériences de flottation sur le minerai Niobec	101
Figure 5.6 : Résultats des essais de flottation sur le minerai Niobec par type de collecteur	102
Figure 5.7 : Teneur et récupération cumulatives en fonction du temps pour l'essai 33.....	104
Figure 5.8 : Modèles calibrés (lignes) et données (points) pour l'essai de flottation 33	106
Figure 5.9 : Simulation d'un circuit de flottation du minerai Niobec	107
Figure 5.10 : Résultats de la lixiviation au HCl du minerai Niobec 2.....	109
Figure 5.11 : Traitement au NaOH, © Jean-François Boulanger, 2017	112
Figure 5.12 : Solution caustique avant filtration © Jean-François Boulanger, 2017	112
Figure 5.13 : Solide post-traitement au NaOH lavé, © Jean-François Boulanger, 2017 ...	112
Figure 5.14 : Résultats de la mise en solution avec traitement caustique à 125 °C	112
Figure 5.15 : Résultats réconciliés de la mise en solution avec traitement caustique à 150 °C	113
Figure 5.16 : Résultats réconciliés avec traitement caustique à 150 °C et filtration	114
Figure 5.17 : Purification d'une solution de lixiviation au HCl du minerai Niobec-2.....	116
Figure 5.18 : Purification par neutralisation d'une solution de lixiviation de concentré Niobec.....	118
Figure 5.19 : Purification d'un lixiviat de concentré Niobec par l'approche oxalate.....	119

Remerciements

Mes premiers remerciements vont au Professeur Claude Bazin, pour le temps et l'énergie qu'il consacre à tous les étudiants qu'il côtoie. En plus d'aider à aligner les travaux détaillés dans ce mémoire, sa persévérance et son enthousiasme autant en pédagogie et au laboratoire qu'en tant que mentor et chercheur ont été un exemple.

Je remercie aussi mes collègues étudiants du groupe de prof. Bazin, particulièrement M. Keven Turgeon et Mme Laurence Whitty-Léveillé, pour leur assistance en chimie analytique, essentielle aux travaux.

La collaboration de M. Dominic Downey de la compagnie Niobec, ainsi que de Mme Isabelle Bombard et M. Sylvain Caron de Soutex est également soulignée. Les échantillons et informations obtenues sont évidemment d'une grande importance dans un projet pratique.

Le personnel technique et administratif du département de génie des mines, de la métallurgie et de des matériaux de l'Université Laval et particulièrement Mme Vicky Dodier méritent aussi des remerciements pour leur patience, leurs encouragements et leur aide précieuse.

Je remercie aussi le professeur Jocelyn Bouchard pour son aide à la relecture du mémoire, ses commentaires et son mentorat toujours clair et sincère.

À ma conjointe Andrée-Anne, pour son écoute, ses mots justes, son énergie et son expertise en révision, je dis merci.

J'aimerais aussi exprimer des remerciements à mes collègues étudiants, dont la présence et les encouragements tout au long de la maîtrise ont rendu l'expérience d'autant plus agréable.

Enfin, je remercie le personnel technique et le professeur Dominic Larivière du département de chimie de l'Université Laval pour les conseils et l'accès aux équipements d'analyse ayant permis de développer l'expertise requise à ces travaux.

1 Introduction

Les terres rares (TR) regroupent les éléments du tableau périodique de la série des lanthanides, du lanthane au lutétium, ainsi que l'yttrium et parfois, selon les auteurs, le scandium. En raison de leurs propriétés magnétiques et chimiques, ils sont utilisés dans diverses applications technologiques modernes nécessitant des aimants et piles puissants, dont les éoliennes et les voitures électriques. La Chine produit présentement plus de 90 % des TR et contrôle largement le marché (Gambogi, 2017). La restriction des exportations en 2010 a mené à une pénurie et à une hausse marquée des prix de ces éléments. Plusieurs projets de mines de TR ont alors vu le jour à travers le monde, y compris au Québec et ailleurs au Canada. Les TR contenues dans les minerais visés par ces projets ont une valeur plusieurs fois supérieure à de nombreux autres types de minerais d'or, de fer et de métaux de base. Malgré ceci, aucun projet de TR n'a dépassé le stade de l'étude de faisabilité au Canada (Sauber et Zinck, 2017). Des facteurs difficiles à contrôler expliquent en partie ce constat : le retour des prix à des niveaux similaires à ceux d'avant 2010 ou la crainte d'une baisse des prix lors de l'entrée d'un nouveau producteur sur le marché en raison de la petitesse de ce dernier. Les difficultés de valorisation de ces éléments sont cependant des obstacles que la recherche peut aider à surmonter.

Les terres rares sont regroupées ainsi parce qu'elles sont généralement toutes présentes dans les minéraux et minerais qui les contiennent. Pour la majorité de leurs usages, les terres rares doivent être séparées au préalable en oxydes ou en métaux individuels purs. C'est le cas pour l'oxyde de cérium (CeO_2) utilisé pour le polissage chimique de surfaces ou pour le dysprosium métallique (Dy) utilisé dans la fabrication d'aimants. Les procédés de valorisation varient d'un minerai à l'autre et peuvent être complexes et coûteux, offrant parfois de faibles rendements, d'où l'intérêt de les étudier pour pouvoir mieux les comprendre et les améliorer.

Ce mémoire documente les travaux de recherche expérimentale effectués sur les procédés permettant de passer d'un minerai de TR à une solution de TR purifiée, prête pour la séparation des éléments. Un premier objectif est de répondre à la question suivante : quels

procédés sont applicables pour produire une solution pouvant alimenter un circuit de séparation des TR à partir d'un minerai spécifique, et quels sont les avantages et inconvénients de chacun? La méthodologie employée débute par une recherche bibliographique sur les procédés existants et à les évaluer en les appliquant sur des minerais réels différents, l'un silicaté et l'autre carbonaté qui représentent des minerais typiques porteurs de TR. Le fait que les minéraux porteurs de TR soient de la même nature que la gangue (par exemple un carbonate de TR, la bastnaésite LaCO_3F dans une gangue de minéraux carbonatés comme la calcite CaCO_3 et la dolomite $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$ représente un défi supplémentaire, puisque leurs comportements sont similaires, rendant la séparation difficile.

Puisque la recherche sur la métallurgie des TR n'était pas un sujet courant à l'Université Laval avant 2013, les travaux présentés dans ce mémoire ont également pour objectif de développer des méthodes de laboratoire appropriées permettant de répliquer les procédés à l'échelle réduite et de quantifier leur performance sur des minerais réels. C'est pourquoi deux minerais de TR québécois sont utilisés afin d'éprouver les méthodes documentées de concentration et d'extraction, ainsi que les méthodes d'analyse chimiques disponibles à l'Université Laval. L'acquisition d'une expertise générale dans le domaine peu connu des TR représente également un objectif souhaitable dans le cadre du développement de projets miniers au Québec et au Canada.

Les chapitres 2 à 5 composent le corps de ce mémoire qui débute (chapitre 2) par une présentation des procédés typiques de traitement des minerais, d'extraction et de purification des solutions de TR, appuyée par les références bibliographiques pertinentes. Certains de ces procédés sont ensuite appliqués en laboratoire sur les minerais provenant de deux gisements de TR québécois. Le chapitre 3 présente les matériaux, équipements et méthodes expérimentales employés. Les chapitres 4 et 5 présentent et analysent les résultats obtenus, d'abord (chapitre 4) pour un minerai de TR silicaté appelé Soutex-2, puis (chapitre 5) pour le minerai carbonaté du gisement de TR de la mine Niobec (Niobec Inc., propriété de Magris Resources), situé à Saint-Honoré au Saguenay-Lac-Saint-Jean.

2 Procédés de traitement des minerais de TR

Les minerais de terres rares (TR) sont généralement plus complexes et variés que la majorité de ceux typiquement exploités pour les métaux de base ou précieux. Par exemple, un minerai de fer typique contient habituellement de l'hématite (Fe_2O_3) ou de la magnétite (Fe_3O_4) comme minéral porteur et de la silice (SiO_2) accompagnés de quelques minéraux en proportions mineures. L'hématite contient toujours deux atomes de fer pour trois atomes d'oxygène, ce qui signifie que l'hématite est invariablement composée à 69,9 % de fer et à 30,1 % d'oxygène. La magnétite, avec une proportion moléculaire Fe:O de 3:4, contient pour sa part 72,4 % de fer et 27,6 % d'oxygène. Les minerais de TR peuvent contenir jusqu'à six minéraux porteurs différents, avec des proportions moléculaires et massiques de TR différentes, variables, en plus d'une gamme de minéraux de gangue. Une mise en contexte est donc exposée ici afin de mieux comprendre les minerais de TR. Un aperçu des principales méthodes de traitement des minerais de TR utilisées et proposées est ensuite fourni. Les procédés de mise en solution des TR et de purification de cette solution sont finalement présentés, afin d'exposer au lecteur les aspects couverts dans les travaux expérimentaux.

2.1 Mise en contexte des minerais de TR

Il existe plusieurs dizaines de minéraux contenant des TR (Anthony *et al.*, 2001; Barthelmy, 2014), dont des carbonates, des phosphates, des oxydes et des silicates. Les minerais de TR contiennent fréquemment plusieurs de ces minéraux porteurs de TR. Par exemple, le minerai de la plus importante mine de TR au monde, Bayan Obo en Chine, contient principalement deux minéraux de TR : de la bastnaésite, un carbonate de TR, et de la monazite, un phosphate de TR. Le minerai de la mine Mountain Pass aux États-Unis est un peu plus simple puisque la bastnaésite est le principal minéral porteur de TR, mais pas le seul. La bastnaésite est un fluoro-carbonate de TR, de formule $(\text{Ln,Th})\text{CO}_3\text{F}$ où Ln représente la série des lanthanides : La, Ce, Pr, Nd, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb, Lu. Même dans un contexte d'exploitation monominérale, la valorisation de la bastnaésite demeure toutefois complexe parce qu'elle contient toutes les terres rares dans des proportions différentes, proportions qui diminuent avec le numéro atomique de l'élément

qui augmente. Ces proportions varient aussi en fonction de la provenance de la bastnaésite. Les caractéristiques des minerais de TR sont donc passablement plus complexes que celles des sulfures comme la galène (PbS) ou la chalcopirite (CuFeS₂). Comme exemple, le tableau 2.1 présente les teneurs élémentaires de la bastnaésite pure et du minerai de la mine Mountain Pass, adaptées de Moldoveanu et Papangelakis (2013). Une teneur de 6,6 % bastnaésite dans le minerai est utilisée comme teneur moyenne pour calculer les teneurs élémentaires du minerai présentées au tableau 2.1. Les prix des différents oxydes de TR sont aussi fournis au tableau 2.1. Ces prix sont approximatifs car en plus du fait que les prix fluctuent dans le temps, les TR ne sont pas échangées sur des marchés ouverts comme l'or ou les métaux de base, mais plutôt sur la base de contrats privés.

Tableau 2.1 : Teneurs élémentaires et valeurs du minerai de la mine Mountain Pass.

Valeurs des oxydes :Sources (Info-RE, 2016; USGS, 2017).

Élément	% massique		Valeurs	
	Bastnaésite	Minerai	\$/kg oxyde pur	\$/t minerai
La	19,8%	1,30%	1,80 \$	27,54 \$
Ce	29,3%	1,93%	1,60 \$	36,16 \$
Pr	2,59%	0,17%	50,50 \$	104,06 \$
Nd	7,17%	0,47%	40,50 \$	222,78 \$
Sm	0,47%	0,031%	4,90 \$	1,75 \$
Eu	0,07%	0,0046%	280,00 \$	15,04 \$
Gd	0,10%	0,0065%	47,00 \$	3,53 \$
Tb	0,0095%	0,00062%	415,00 \$	3,05 \$
Dy	0,019%	0,0012%	195,00 \$	2,74 \$
Ho	0,0030%	0,00020%	41,00 \$	0,09 \$
Er	0,0021%	0,00014%	28,00 \$	0,04 \$
Tm	0,00054%	0,000035%	750,00 \$	0,30 \$
Yb	0,00036%	0,000024%	38,00 \$	0,01 \$
Lu	0,000060%	0,0000039%	825,00 \$	0,04 \$
Y	0,055%	0,0036%	8,00 \$	0,23 \$
C	5,5%	-		
O	21,9%	-		
F	8,7%	-		
TR légères La-Nd	58,9%	3,88%		390,55 \$
Sm+Eu+Gd (SEG)	0,64%	0,042%		20,32 \$
TR lourdes Tb-Lu + Y	0,09%	0,0058%		6,51 \$
Total des TR	59,63%	3,92%		417,37 \$

Le tableau 2.1 montre que le cérium, l'élément le plus abondant, représente moins de 2 % de la masse du minerai. Il met également en évidence le fait que les teneurs en TR légères, représentant quelques pourcents de la masse mais sont une dizaine de fois plus concentrées que les éléments du sous-groupe formé du samarium, de l'euporium et du gadolinium (SEG). Les SEG sont présents à l'échelle des centaines de ppm. Les concentrations des TR lourdes varient plutôt entre la fraction de ppm jusqu'à quelques dizaines de ppm. Cette tendance est typique des minéraux de TR comme la monazite $Ln(PO_4)$, la loparite et l'allanite, dont les formules chimiques sont présentées au tableau 2.2. Malgré le faible prix unitaire des TR légères, il demeure que celles-ci représentent plus de 80% de la valeur contenue dans ces minéraux.

La plupart des minéraux exploités pour leur contenu en terres rares sont riches en TR légères, mais certains minéraux sont riches en TR lourdes. Le xénotime, la fergusonite et les argiles à adsorption ionique sont des exemples de ces minéraux. Leurs formules chimiques sont présentées au tableau 2.2 Il est à noter que ces argiles très particulières ne sont présentement exploitées qu'en Chine, en utilisant des méthodes différentes des autres minéraux de TR, en raison de leur lixiviation facile avec des solutions de sulfate d'ammonium (Moldoveanu et Papangelakis, 2013). Le tableau 2.2 présente une liste de plusieurs minéraux de TR importants avec leurs propriétés magnétiques et leur masse volumique, propriétés qui peuvent permettre de les séparer des autres minéraux.

Tableau 2.2 : Minéraux de TR courants et leurs propriétés

Minéral	Formule chimique	Teneur TR (% TR)	Paramagnétique oui/non	Masse volumique (g/cm ³)
Allanite	$(Ln, Ca)_2(Al, Fe^{3+})_3(SiO_4)(OH)$	3-31	oui	3,5 - 4,2
Bastnaésite	$Ln(CO_3)F$	60-63	oui	4,9 - 5,2
Parisite	$Ca(Ln)_2(CO_3)_3F_2$	52	N/D	N/D
Synchisite	$Ca(Ln)(CO_3)_2F$	44	N/D	N/D
Loparite	$(Ln, Na, Sr, Ca)(Ti, Nb, Ta, Fe)_2O_3$	26-31	oui	4,8
Monazite	$LnPO_4$	35-71	oui	5,0-5,4
Argiles ioniques	$[Al_2Si_2O_5(OH)]_a \cdot bLn^{3+}$	0,05-0,3	N/D	N/D
Fergusonite	$LnNbO_4$	43	oui	5,5 - 5,8
Xénotime	$LnPO_4$	52-67	oui	4,4 - 5,1

Le passage d'un minerai de TR à des oxydes ou métaux vendables est typiquement réalisé en plusieurs étapes dont le traitement du minerai, la mise en solution aqueuse ou craquage des minéraux, la purification de la solution, la séparation des TR et la précipitation ou réduction des TR séparés. Ces étapes sont présentées à la figure 2.1 qui met également en évidence celles qui sont étudiées dans le cadre de ce mémoire.

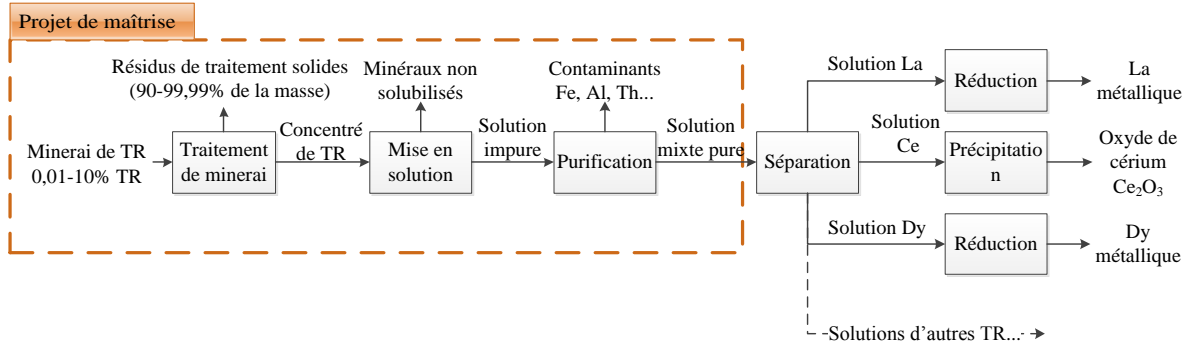


Figure 2.1 : Étapes typiques de valorisation des minerais de TR

Un nombre limité de gisements de TR est présentement exploité à l'échelle industrielle sur la planète. Les principaux sites sur lesquels de l'information est disponible sont présentés au tableau 2.3, avec les productions annuelles, les teneurs moyennes du gisement, les minéraux d'intérêt et les minéraux de gangue (Goode, 2016; Hedrick *et al.*, 1997; Krishnamurthy et Gupta, 2015; Li et Yang, 2014; Schüller *et al.*, 2011; Jack Zhang et Edwards, 2012a, 2012b). Le tableau montre bien la place importante qu'occupe la Chine dans la l'exploitation des minerais de TR. Il est à noter que le site de Mountain Pass, en Californie, a cessé ses opérations en 2015. La faiblesse du prix des TR a été donnée comme l'une des raisons de cet arrêt de production (Goode, 2016).

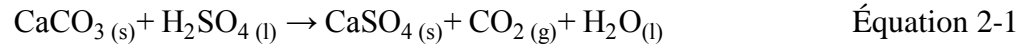
Tableau 2.3 : Principaux sites d'exploitation des TR documentés

Pays	Mine	Production (t TR/an)	Teneur (% TR)	Minéraux de TR	Gangue
Chine	Bayan Obo	68000-107000	5,3	Bastnaésite, monazite	Dolomie, carbonates
Chine	Maoniuping	13000	2,6-3,4	Bastnaésite	Baryte, fluorite, hématite, quartz
Chine	Weishan	N/D	2,6-4,3	Bastnaésite	Baryte, calcite, quarts
Chine	Argiles ioniques	26000-43000	0,04-0,26	Ions d'ETR	Argiles, quartz
États-Unis	Mountain Pass	16000	6,8	Bastnaésite	Calcite, baryte, dolomie
Australie	Mount Weld	9000	10,3	Monazite	Carbonates, phosphates, Fe _x O _y
Inde	3 Dépôts alluviaux	3000	0,4-4,3	Monazite	Quartz
Russie	Karnasursk	2000	1,7-2,6	Loparite	Silicates, feldspaths

Les points suivants se dégagent du tableau 2.3:

- Le site de Bayan Obo est le plus grand producteur de TR, en termes de masse produite.
- La bastnaésite et la monazite sont les principaux minéraux de TR présentement exploités.
- Les teneurs des gisements de TR, à l'exception de certaines monazites indiennes et argiles ioniques, varient entre 2 et 12 % TR. Puisque la bastnaésite et la monazite sont composées d'environ 60 % TR, les minerais contiennent par conséquent de 3 à 20 % massique de minéraux de TR. Le reste du minerai ou gangue est composé de minéraux habituellement sans grande valeur.

Cette fraction de gangue dans les minerais complique souvent la mise en solution et les étapes subséquentes de production des TR. Le traitement du minerai pour concentrer les minéraux de TR présente alors plusieurs avantages. Tout d'abord, la taille des équipements de mise en solution peut être réduite, puisque le débit massique du concentré de TR à traiter ne représente que de 3 à 20 % du débit de minerai. De plus, plusieurs minéraux de gangue, surtout les carbonates, ont tendance à consommer les réactifs utilisés pour la mise en solution. Par exemple, la calcite consommera de l'acide sulfurique lors d'une lixiviation selon la réaction :



En plus de consommer de l'acide, cette réaction génère du gypse (CaSO_4) qui nuit à de subséquentes opérations de séparation solide/liquide nécessaires à la production des TR peut causer des pertes de TR lorsque celles-ci sont emprisonnées dans les cristaux de gypse solide (Habashi, 1985). Enfin, les éléments de gangue qui passent en solution, notamment le fer, doivent être séparés des TR lors de l'étape de purification puisqu'ils peuvent consommer des réactifs et contaminer les produits finaux. Le traitement de minerais inclut tous les procédés de séparation physique des minéraux qui permettent d'optimiser l'efficacité et de diminuer les coûts des opérations suivantes de lixiviation et de purification de la solution. Cependant, comme les séparations ne sont pas parfaites, des pertes de TR surviennent toujours. Les sections suivantes décrivent les méthodes communément employées dans l'industrie des TR et donne des exemples de leur performance lorsque possible.

2.2 Traitement de minerais

Le traitement de minerais consiste en une séparation physique, ou physicochimique, des minéraux de TR et des minéraux de gangue. Parfois, d'autres minéraux de valeur comme le zircon peuvent être récupérés (Marsh, 2013). Toutes les méthodes doivent être précédées d'une étape de broyage, afin de détacher ou de « libérer » les grains des phases minérales présentes dans le minerai et d'en permettre la séparation. Les grains de minéraux de TR étant habituellement fins, le traitement minéralurgique requière une réduction de la taille des particules souvent sous les 80 μm . Il existe cependant des exceptions notables, entre autres le site Maoniuping où les grains de bastnaésite peuvent atteindre des tailles entre 2000-5000 μm (Li et Yang, 2014; Jack Zhang et Edwards, 2012b). Des procédés conventionnels de séparation magnétique, gravimétrique, électrostatique et par flottation sont ensuite utilisés pour séparer les grains des différents minéraux et obtenir un concentré de minéraux de TR. Le tableau 2.4 présente les principaux sites pour lesquels des informations sont disponibles dans le domaine public.

Tableau 2.4 : Minéralogie, procédés et performance des principaux sites producteurs de TR

Site	Minéraux TR	Gangue	Grains TR (μm)	Procédés	Teneur alim. (% TR)	Concentré (% TR)	Récupération (%)
Bayan Obo (Chine)	Bastnaésite Monazite	Dolomie Carbonates	10-74	Flottation Magnétique	5,1	26 & 51	19-75
Weishan (Chine)	Bastnaésite	Quartz Baryte Carbonates	40-500	Flottation Magnétique Gravimétrie	2,6-3,6	29-52	80-85
Maoniuping (Chine)	Bastnaésite	Baryte Fluorite Hematite Quartz	1000-5000	Flottation Magnétique Gravimétrie	2,6-2,9	50-56	83-93
Karnasursk (Russie)	Loparite	Feldspaths Silicates	-	Magnétique Gravimétrie	1,7-2,6	31	N/D
Dépôts Indiens (Inde)	Monazite	Quartz	> 1000	Gravimétrie Magnétique	0,4-4,3	N/D	N/D
Mount Weld (Australie)	Monazite	Carbonates Phosphates Hematite	10-38	Flottation Magnétique Gravimétrie	9	40-45	67-73
Mountain Pass (États-Unis)	Bastnaésite	Calcite Baryte Dolomie	80	Flottation	6-7	51-60	60-70

2.2.1 Séparation magnétique

Les minéraux de TR présentement exploités sont pour la plupart paramagnétiques, ce qui signifie qu'ils peuvent être récupérés directement par séparation magnétique à haute intensité. Avant celle-ci, une étape de séparation magnétique à faible intensité (LIMS selon l'acronyme anglais de *low intensity magnetic separator*) est souvent appliquée pour retirer les minéraux ferromagnétiques comme la magnétite et l'ilménite. Cette séparation inverse n'entraîne habituellement que de faibles pertes de TR. La séparation magnétique seule n'est habituellement pas suffisante pour obtenir un concentré de TR avec une teneur acceptable. Cette méthode est donc généralement combinée avec la séparation gravimétrique (Dobbins *et al.*, 2009) comme dans le cas de dépôts alluviaux indiens (Krishnamurthy et Gupta, 2015) ou du dépôt de loparite de Karnasursk en Russie (Hedrick *et al.*, 1997). La flottation est parfois aussi utilisée comme complément (Jack Zhang et Edwards, 2012b). La séparation magnétique demeure une méthode peu coûteuse comparativement à la flottation, en raison de l'absence de réactifs, de grands réacteurs pour le conditionnement et d'instrumentation complexe. C'est aussi pour cette raison que malgré un faible facteur

d'enrichissement, le retrait de la petite masse ferromagnétique est souvent effectué (Zhang, 2012).

Les conditions d'opération des circuits industriels de séparation magnétique directe des TR sont peu documentées. Ceux-ci sont habituellement opérés en pulpe, et les minéraux requièrent des équipements de haute intensité (HGMS de l'anglais pour *high gradient magnetic separator*, dont le SLon®, WHIMS pour *wet high intensity magnetic separator*). Certains auteurs rapportent l'utilisation d'un grillage avant la séparation magnétique, pour magnétiser des espèces indésirables et augmenter la susceptibilité magnétique des minéraux de TR pour ainsi pouvoir mieux les séparer (Chan, 1992). La petite taille des grains de TR de plusieurs projets représente un défi additionnel. Plus les particules sont petites, plus l'intensité de champ magnétique requise pour la séparation est grande (Dobbins *et al.*, 2009). En raison de la facilité d'application, du gain potentiel et du faible coût, les essais de séparation magnétiques ont été appliqués dans le cadre de ce mémoire aux minerais sélectionnés, sur des échantillons frais et grillés.

2.2.2 Séparation gravimétrique

Les minéraux de TR ont des masses volumiques entre 3,5 et 5,8 g/cm³, alors que pour la matrice qui les contient (silicates ou carbonates) celle-ci est habituellement près de 3,0 g/cm³. La séparation gravimétrique directe est donc une option intéressante pour séparer les minéraux de TR de la gangue. Les spirales, semblables à celles utilisées dans le traitement des minerais de fer, peuvent constituer des équipements de séparation adéquats (Ferron *et al.*, 1991), mais seulement lorsque les tailles de grains libérés sont supérieures à 0,5 mm. En effet, la faible différence de masse volumique entre les minéraux de TR et de gangue (1,0-1,5 g/cm³) limite la capacité de séparation des particules fines confinant les spirales à une utilisation dans les dépôts alluviaux comme ceux trouvés en Inde. Les grains des minéraux de TR sont alors libérés et contenues dans des grains de monazite et de xénotime de plus de 100 µm.

Pour les particules plus petites que 75 µm, et lorsque les différences de masses volumiques sont faibles, il faut employer des équipements gravimétriques plus sélectifs comme les

tables à secousses, les séparateurs hydrauliques, les concentrateurs centrifuges pulsants (Kelsey®), et les concentrateurs centrifuges Knelson® et Falcon® (Jordens *et al.*, 2013). À l'échelle industrielle, la seule application répertoriée concerne les tables à secousses utilisées à Maoniuping (Li et Yang, 2014). Aucune information n'est disponible sur les autres opérations, par exemple à Mount Weld. Il est cependant probable que le déschlammage qui y est potentiellement effectué (Jack Zhang et Edwards, 2012b) soit sélectif envers les minéraux de TR, en raison de leur masse volumique plus élevée.

Au Canada, le projet Nechalacho est l'un des seuls à proposer l'utilisation de la concentration gravimétrique. L'étude de faisabilité projette l'utilisation de tables à secousses pour l'enrichissement du concentré final (Ciuculescu *et al.*, 2013), mais l'amélioration de l'efficacité de la séparation par flottation semble avoir éliminé le besoin de concentration gravimétrique (Marsh, 2013). En raison des faibles coûts de capitalisation et d'opération, la séparation gravimétrique présente un avantage évident lorsque les performances obtenues sont acceptables, et c'est pourquoi elle est évaluée dans le cadre des travaux présentés dans ce mémoire.

2.2.3 Séparation par flottation

La séparation par flottation est la principale méthode utilisée pour concentrer les minéraux de TR. Les figure 2.2 et 2.3 présentent respectivement un schéma explicatif de la flottation directe et une photo de flottation. Le procédé consiste à rendre hydrophobes les particules des minéraux visés par l'addition d'un réactif appelé collecteur, puis à ajouter des bulles d'air auxquelles les particules hydrophobes s'accrocheront pour remonter à la surface et être récupérées. Un ou plusieurs autres réactifs appelés déprimants, dosés avant le collecteur, peuvent aussi être requis afin de garder les particules des minéraux non désirés hydrophiles pour ainsi les empêcher de flotter. Souvent, l'injection d'un moussant avant l'ajout d'air permet de diminuer la taille des bulles et de stabiliser l'écume en empêchant les bulles d'éclater avant d'être récupérées. Ces différents réactifs sont bien décrits par Bulatovic (2007). La flottation des minéraux de TR est habituellement directe, c'est-à-dire que ce sont les grains des minéraux de TR qui deviennent hydrophobes et qui s'accrochent

aux bulles. À l'opposé, la flottation inverse viserait à flotter les minéraux de gangue pour ne laisser que ceux de TR, mais en raison des faibles teneurs en minéraux de TR (habituellement moins de 10 %), cette option n'est pas pratique.

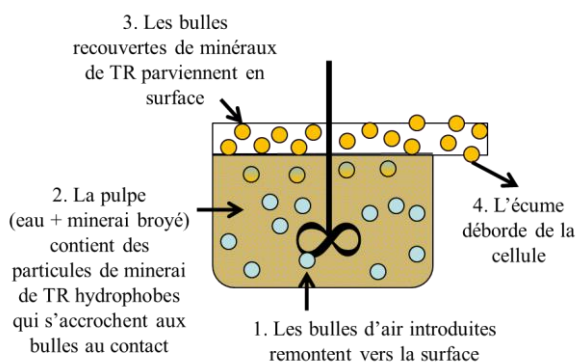


Figure 2.2 : Schéma de la flottation directe des minéraux de TR



Figure 2.3 : Flottation de sulfures en laboratoire¹

Les exemples d'application de la flottation aux minéraux de TR sont nombreux : ainsi plusieurs sites en Chine, la mine de Mount Weld en Australie et la mine Mountain Pass en Californie (Jack Zhang et Edwards, 2012b) utilisent la flottation pour concentrer les minéraux de TR. Plusieurs projets de TR canadiens planifient également utiliser la flottation afin d'obtenir un concentré : les projets Ashram, Montviel et Strange Lake au Québec et le projet Nechalacho dans les Territoires du Nord-Ouest. Ainsi, la flottation est appliquée industriellement aux trois plus importants minéraux : la bastnaésite, la monazite et le xénotime. Chaque combinaison minéral-gangue requiert des conditions particulières afin que la séparation par flottation soit optimale : le pH de la pulpe, le choix et le dosage du collecteur, du ou des déprimants et du moussant, la fraction de solides de la pulpe, les temps de conditionnement, la température. L'auteur de ce mémoire a recensé avec des collègues de l'Université Laval les principaux documents traitant de la flottation des minéraux de TR (J.-F. Boulanger, Bazin, et Turgeon, 2016). La revue de littérature note le manque chronique d'information précise sur les conditions expérimentales et les résultats : dosages, temps de conditionnement, cinétiques de flottation, températures, teneurs de

¹ COREM, Flottation de sulfures, Repéré à <https://www.corem.qc.ca/files/photos/52/89/277-mg-7443-web.jpg>, page consultée le 27/04/2017

gangue et teneurs minérales. Les paragraphes qui suivent résument les principales observations.

Les collecteurs communément identifiés pour rendre les minéraux de TR hydrophobes sont divisés en deux groupes : les acides gras, dont font partie l'acide oléique et l'huile de tall ou tallol (*tall oil* en anglais), et les acides hydroxamiques. Les acides gras sont moins sélectifs (Pradip et Fuerstenau, 1991), mais aussi beaucoup moins coûteux; ce sont souvent des sous-produits de l'industrie des pâtes et papiers. Ils sont depuis longtemps connus dans la flottation de minéraux industriels dont l'apatite et d'autres oxydes. Par exemple, l'huile de tall est le collecteur pour la bastnaésite à la mine Mountain Pass à des dosages de l'ordre de 300 grammes par tonne de minerai alimenté (g/t).

L'un des aspects particuliers de la flottation à Mountain Pass est le chauffage de la pulpe jusqu'à une température de plus de 80 °C, ce qui permettrait d'augmenter l'adsorption de collecteur sur la bastnaésite et donc le taux de flottation de ce minéral par rapport à celui de la calcite et de la barite. Cette sélectivité accrue à haute température est également observée pour les acides hydroxamiques (Pradip et Fuerstenau, 1985).

Les acides hydroxamiques sont des composés organiques synthétisés spécifiquement pour l'application, ce qui explique un prix plusieurs fois plus élevé, selon une discussion téléphonique avec Flottec, fournisseur d'acides hydroxamiques (J. F. Boulanger, 2016). De plus, les dosages sont beaucoup plus élevés que pour les acides gras, soit de l'ordre de 1000-2000 g/t. C'est probablement leur sélectivité accrue qui explique leur utilisation à l'échelle industrielle en Chine (Bayan Obo, Weishan et Mianning), et pour plusieurs projets de TR. Cette supériorité est connue depuis longtemps (Pradip, 1981), mais peu exploitée à l'extérieur de la Chine. Le collecteur utilisé par la mine Mount Weld en Australie n'a pas été confirmé, mais les articles qui en discutent réfèrent plutôt à des acides gras. Enfin, certains procédés de flottation requièrent un retrait des particules fines ou déschlammage avant de procéder à la flottation (Bulatovic, 2007). Celles-ci sont souvent envoyées au parc à résidu, diminuant la récupération de TR. Les acides hydroxamiques sont moins affectés

par les particules fines (Xia *et al.*, 2014) et pourraient fonctionner sans déschlammage, ce qui peut représenter un avantage considérable par rapport aux autres collecteurs.

Les pH recensés dans la flottation des minéraux de TR sont tous supérieurs à 7, à l'exception d'un cas où la flottation inverse est explorée (Jordens, McCarthy, *et al.*, 2014b). Des valeurs près de 9 ± 1 sont communes (Guan *et al.*, 2013; Negeri *et al.*, 2014; Jack Zhang et Edwards, 2012b). L'élévation du pH semble amener une augmentation de la récupération des TR (Negeri et Boisclair, 2016).

Le déprimant le plus communément utilisé dans la flottation des minéraux de TR est le silicate de sodium, Na_2SiO_3 . Des dosages près de 1000 g/t de minerai sont rapportées (Negeri et Boisclair, 2016), bien que des valeurs jusqu'à 5000 g/t soient parfois mentionnées (Chi *et al.*, 2013). La carboxyméthylcellulose (CMC) est elle-aussi rapportée comme déprimant, mais à des dosages plus faibles.

En guise de conclusion au traitement des minerais de TR, une compilation des données sur le sujet est présentée. J.-F. Boulanger, Bazin, et Turgeon (2016) propose un tableau synthèse adapté au tableau 2.5 pour les projets canadiens. En comparant avec les données du tableau 2.4, il apparaît d'abord que les minéraux visés dans les projets de TR québécois et canadiens sont souvent différents et multiples, ce qui complique le développement du procédé de flottation. De plus, ils visent des gisements avec des tailles de grains plus fines et des teneurs deux à dix fois plus faibles que les mines existantes. La conséquence est qu'afin de maintenir une récupération acceptable, au-dessus des 50 %, une faible teneur de concentré, sous les 10 % TR, est souvent acceptée. Le projet Niobec, avec une petite taille de grains, deux minéraux de TR et une teneur de 1,6 %, est donc un exemple intéressant pour étudier les défis du traitement de minerais des gisements québécois.

Tableau 2.5 : Traitement de minerais des projets québécois et canadiens de TR

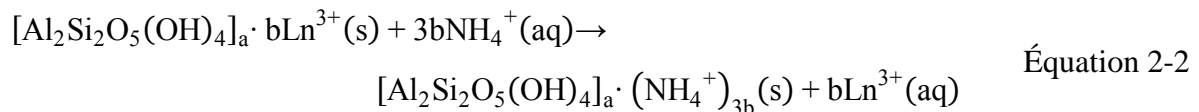
Projet, Compagnie (Province)	Minéraux TR	Gangue	Grains TR (μm)	Procédés proposés	Teneur alim. (% TR)	Concentré (% TR)	Récupération (%)
Ashram, Commerce (Québec)	Bastnaésite Monazite Xenotime	Dolomie-Fe Ankérite Fluorite	5-30	Flottation	1,7	8,5	70
Montviel, Geomega (Québec)	Carbonates Ba-Ce Monazite	Ankérite Dolomie(Mn) Sidérite	15-20	Flottation Magnétique Gravimétrie	1,0	2,1	93
Nechalacho, Avalon (T.-N.-O.)	Allanite Bastnaésite Fergusonite Monazite Synchisite Zircon	Feldspaths-K Plagioclase Biotite Quartz	11	Flottation Magnétique Gravimétrie	1,5	6,3	77-80
Niobec, Magris (Québec)	Bastnaésite Monazite Synchisite	Dolomie Sidérite Ankérite	15	Flottation	1,4	2-4	58-70
Kipawa, Matamec (Québec)	Eudialyte Mosandrite	Silicates	> 1000	Magnétique	0,3	0,6	83
Strange Lake, Quest (Québec)	Bastnaésite Gadolinite Monazite Pyrochlore Parisite	Quartz Feldspaths-K Albite Aegirine	10-20	Flottation	0,8	3,1	80

2.3 Mise en solution

La mise en solution des minéraux de TR est une étape nécessaire afin de pouvoir en séparer les TR pour ainsi les valoriser. Il existe plusieurs procédés pouvant accomplir ceci, et le choix est majoritairement dicté par les espèces présentes : des minéraux plus réfractaires nécessitant des approches plus agressives. Le composé obtenu (chlorures, sulfates ou nitrates) peut également influencer le choix. Les principales approches existantes sont présentées dans Bradley *et al.* (2016), à l'exception de la chloration et du traitement des argiles ioniques. Le bref aperçu donné ici vise à présenter les différentes possibilités, les réactions impliquées et les conditions identifiées, afin d'expliquer les méthodes expérimentales à la section 3.6. Une emphase est mise sur la lixiviation au HCl et au H₂SO₄, puisque ces deux méthodes sont utilisées à l'échelle du laboratoire dans le cadre du projet. La plupart des procédés utilisés et proposés pour la mise en solution se servent d'un concentré intermédiaire, souvent obtenu par flottation. Bien que le traitement de minerais amène des pertes en TR, la production d'un concentré de TR présente deux avantages. En

écartant une grande masse de gangue, elle permet d'abord de réduire la taille des équipements de mise en solution, qui sont coûteux en raison des hautes températures et des conditions agressives qui requièrent des matériaux résistants et des équipements auxiliaires, notamment pour le traitement des gaz comme l'acide fluorhydrique (Jack Zhang et Edwards, 2012a). L'autre avantage est une réduction de la consommation de réactifs de lixiviation, puisque ceux-ci sont utilisés pour les minéraux de TR au lieu d'être consommés par la gangue. Il existe cependant des exceptions où le traitement du minerai n'est pas considéré : le projet Foxtrot de la compagnie Search Minerals propose l'extraction à partir du minerai concassé, notamment en raison de la gangue peu réactive qui ne consomme pas l'acide sulfurique (Dreisinger *et al.*, 2014). Ainsi, bien que les méthodes décrites ici soient surtout utilisées sur des concentrés, leur application à des minerais riches dont la gangue est peu réactive est habituellement envisageable.

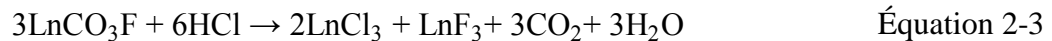
Dans certains minerais de type « **argile ionique** », les TR sont adsorbés à la surface de particules d'aluminosilicates (Moldoveanu et Papangelakis, 2012). Dans ce cas, l'agitation du minerai concassé avec une solution contenant des ions ammonium permet de les faire passer en solution selon l'équation suivante pour la kaolinite (Moldoveanu et Papangelakis, 2013) :



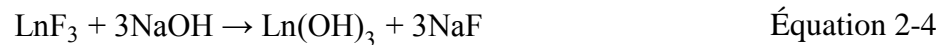
où a et b représentent les proportions molaires de kaolinite et d'éléments de la série des lanthanides adsorbés sur ce minéral. Les gisements de ce type sont rares et habituellement petits. Présentement, seule la Chine en exploite dans le sud du pays (Schüler *et al.*, 2011). La proportion de TR lourdes de tels minerais est souvent plus élevée que pour les autres. C'est d'ailleurs pourquoi ces petits gisements fournissent une grande partie des TR lourdes à l'échelle mondiale (Li et Yang, 2014). Aucune mention de la lixiviation d'autres minéraux par cette méthode n'a été recensée.

La **lixiviation atmosphérique à l'acide chlorhydrique (HCl)** est effectuée à pH nul ou même plus bas. Une lixiviation au HCl dilué suivie d'une séparation solide-liquide permet

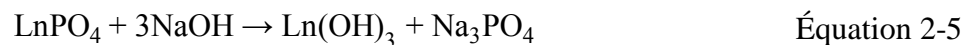
d'abord d'éliminer une grande partie des carbonates d'un minerai ou d'un concentré, par exemple la calcite, qui sont alors dissous (Goode, 2016; J. Zhang *et al.*, 2016). Le solide résiduel subit ensuite une seconde étape de lixiviation pour solubiliser les TR de la bastnaésite sous forme de chlorures à l'aide d'acide concentré selon la réaction suivante (Jack Zhang et Edwards, 2012a) :



Après une autre séparation solide-liquide, les fluorures de TR insolubles formés lors de cette opération peuvent être convertis en hydroxydes. Cette étape s'effectue notamment en mélangeant le résidu avec du NaOH solide dans un four rotatif à une température de 650-700 °C ou dans une solution aqueuse de concentration élevée (50 % NaOH) à une température supérieure à 140 °C, pendant quelques heures (Bradley *et al.*, 2016). Un rinçage du gâteau d'hydroxydes obtenu élimine l'excès de soude caustique, les hydroxydes formés pouvant ensuite être solubilisés par du HCl. Cette conversion a aussi l'avantage de transformer la monazite, qui est peu lixiviable par le HCl aux conditions atmosphériques, en hydroxydes plus facilement mis en solution. Les réactions proposées (Jack Zhang et Edwards, 2012a) sont pour les fluorures de la bastnaésite



et pour de la monazite



Un diagramme d'écoulement possible pour un concentré de bastnaésite et de monazite est présenté à la figure 2.4. Un tel procédé était notamment utilisé à la mine Mountain Pass en Californie jusqu'à son arrêt à la fin 2015 (Goode, 2016), afin d'éviter les pertes engendrées par la formation de fluorures de TR. Il est à noter que cette conversion en hydroxydes peut être effectuée sur du minerai ou sur des concentrés mixtes ou impurs afin de faciliter la solubilisation des minéraux. Cependant, le coût plus élevé de l'hydroxyde de sodium par rapport aux acides représente probablement un frein à une telle application, car une grande quantité pourrait alors être consommée par la gangue et par des minéraux faciles à lixivier comme la bastnaésite.

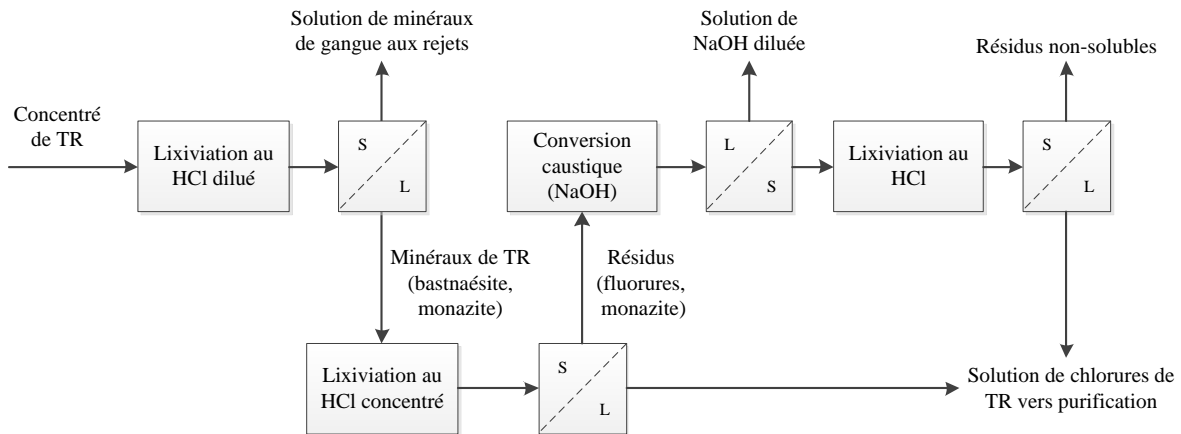


Figure 2.4 : Mise en solution d'un concentré bastnaésite-monazite par la voie HCl

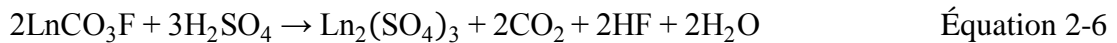
Une autre approche importante dans la mise en solution des TR est la **formation de sulfates de TR solubles**. La lixiviation atmosphérique à l'acide sulfurique fonctionne bien pour la bastnaésite (Gupta et Krishnamurthy, 2005), mais les vitesses de lixiviation de plusieurs autres minéraux de TR, dont la monazite, sont faibles. Ceci explique en partie pourquoi la lixiviation à l'acide sulfurique est habituellement effectuée dans des fours rotatifs à des températures élevées (>200 °C), avec de l'acide sulfurique concentré (>98 %) dont le point d'ébullition est de 337 °C. C'est notamment le cas pour l'usine de Lynas Corporation, en Malaisie. Une photo des fours rotatifs est présentée à la figure 2.5.



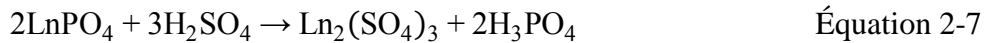
Figure 2.5 : Fours rotatifs de l'usine LAMP de Lynas en Malaisie²

²Lynas Corp., Mt Weld Kilns, Repéré à <https://www.lynascorp.com/Pages/Kuantan-Lynas-Advanced-Materials-Plant.aspx> (page consultée le 27/04/2017).

Les réactions de conversion en sulfates (Jack Zhang et Edwards, 2012a) sont données par



pour la bastnaésite LnCO_3F et par



pour la monazite LnPO_4 . Plusieurs autres réactions surviennent parallèlement à celles-ci, amenant un dégagement de gaz nocifs : le HF provenant de la bastnaésite et un mélange de SO_2/SO_3 (Jack Zhang et Edwards, 2012a) provenant de l'acide sulfurique. Pour des raisons de santé, de sécurité et d'environnement, les gaz des fours rotatifs doivent donc être récupérés et traités, ce qui augmente évidemment les coûts en capital et les coûts d'opération. L'utilisation de fours rotatifs pour chauffer un mélange d'acide sulfurique et de minerai présente des risques d'agglomération et d'accumulation de matière sur les parois. Ce problème potentiel est connu dans l'industrie et est encore mentionné dans des publications récentes (Bradley *et al.*, 2016). La conversion de la monazite et de la bastnaésite en hydroxydes avant la lixiviation est également applicable au cas de la sulfatation. Xu *et al.* (2012) rapporte, pour différents concentrés de la mine Baotou en Chine, des rendements de de 93 à 98 % dans la solution.

L'acide nitrique concentré peut également être utilisé pour effectuer la mise en solution des minéraux de TR. Le procédé est alors similaire à celui de l'acide chlorhydrique. Selon Gupta et Krishnamurthy (2005), l'usine de Rhône-Poulenc, maintenant Solvay, à Larochelle en France, réalise la conversion en hydroxydes de la monazite avant de lixivier à l'acide nitrique. L'utilisation d'acide nitrique, plus coûteux que les acides chlorhydrique et/ou sulfurique, est probablement justifiée par le procédé de séparation en aval qui est fait en milieu nitraté à cette usine.

Une autre méthode est la chloration des TR. Peu de détails sont disponibles sur cette méthode. Le seul site recensé utilisant ce procédé est l'usine Solikamsk Magnesium Works en Russie qui traite un concentré de loparite, $(\text{Ce}, \text{Na}, \text{Sr}, \text{Ca})(\text{Ti}, \text{Nb}, \text{Ta}, \text{Fe}^{3+})\text{O}_3$, par chloration gazeuse à 750-850 °C, en présence d'un réducteur, habituellement du charbon ou

du coke (Hedrick *et al.*, 1997). Les chlorures de TR et de métaux produits sont solubles et peuvent ensuite être dissous dans l'eau pour leur séparation.

Bref, il existe de nombreuses méthodes pour mettre les TR en solution. Le choix d'une méthode dépend d'abord des minéraux présents. La bastnaésite représente un minéral facile à lixivier, si on exclut la formation de fluorures en milieu chlorhydrique. Sa lixiviation peut donc être faite à température ambiante. La monazite est plus difficile à lixivier en milieu acide, et une réaction à haute température avec de l'acide sulfurique est souvent effectuée. Dans tous les cas, une conversion préalable des minéraux en hydroxydes par contact avec du NaOH à haute température (>140 °C) améliore la solubilisation des TR de la monazite. Enfin, ces procédés sont rarement sélectifs et une grande quantité d'éléments nuisibles à la séparation des TR (Th, Fe, Al) passe aussi en solution. Une purification de la solution est donc généralement requise avant l'extraction par solvant.

2.4 Purification de la solution

La figure 2.1 a montré que la mise en solution des TR est habituellement suivie d'une étape de purification de la solution. Cette purification vise à éliminer plusieurs éléments qui contamineraient le produit de terres rares du circuit de traitement. Ces impuretés peuvent provenir de la lixiviation de la gangue, mais aussi de la lixiviation des minéraux de TR eux-mêmes. Par exemple, la monazite contient du phosphore et du thorium et l'allanite, du fer, du silicium et de l'aluminium. Le tableau 2.6, adapté de Dreisinger *et al.* (2014), présente les teneurs en TR et en impuretés dans la solution de lixiviation non purifiée du Projet Foxtrot de la compagnie Search Minerals. Ces contaminants incluent les éléments suivants sans toutefois s'y limiter :

- Thorium et uranium. Ils sont souvent présents dans la monazite (Gupta et Krishnamurthy, 2005). Le thorium est un élément faiblement radioactif comparativement à l'uranium, mais souvent présent en quantités plus élevées que ce dernier. Leur présence peut rendre un concentré invendable, puisqu'une usine traitant une matière radioactive se voit imposer des mesures de protection beaucoup plus strictes et coûteuses que lorsque le traitement n'implique pas de matière radioactive. Les procédés de récupération des TR par précipitation discutés plus loin

ont tendance à précipiter ces éléments également. Ainsi, s'ils n'ont pas été retirés de la solution au préalable, ils suivront les éléments de valeur du concentré, ce qui en diminuera la teneur et la valeur.

- Fer. Il peut être aussi abondant que les TR elles-mêmes, comme le démontre le tableau 2.6. Le fer serait lui aussi précipité avec les TR comme le thorium et l'uranium. Le fer est également indésirable dans les circuits d'extraction par solvant, puisqu'il est extrait lui aussi, ce qui signifie une consommation de réactifs plus élevée pour son extraction et son élution (Wischow et Horner, 1962).
- Aluminium. Il précipite aussi avec les TR s'il n'est pas retiré au préalable.
- Magnésium, potassium, phosphore, calcium et sodium. Il s'agit de contaminants moins problématiques, puisqu'ils demeurent généralement en solution lors de la précipitation finale des TR. L'impact de leur présence dans un circuit d'extraction par solvant n'est pas connu. Le sodium présente un problème particulier dans les milieux sulfatés : une concentration élevée en sodium peut entraîner la formation de double sulfates de TR-sodium, $\text{NaLn}(\text{SO}_4)_2$ (Senanayake *et al.*, 2016), ce qui peut entraîner des pertes si le solide se rend au résidu.

Tableau 2.6 : Teneur d'une solution de lixiviation non purifiée du projet Foxtrot, extrait de Dreisinger *et al.* (2014)

Élément(s)	Teneur (mg/L)
ETR+Y+Sc	720
Th	9,4
U	1,2
Si	288
Al	212
Fe	496
Mg	43,5
Ca	642
Na	47,0
K	384
Ti	4,6
P	5,0
Mn	82,3

Deux principaux moyens sont utilisés pour séparer les TR de ces contaminants : (1) la précipitation des impuretés par neutralisation suivie d'une précipitation des TR et (2) la précipitation sélective des TR sous la forme d'oxalates. La précipitation par neutralisation utilise le principe selon lequel plusieurs des contaminants précipitent à un pH plus faible que les TR. Ainsi, en neutralisant jusqu'à un pH adéquat, il est possible de précipiter sélectivement des éléments comme le fer, le thorium et l'aluminium sous forme d'hydroxydes, puis de séparer ces hydroxydes solides par un épauississement ou une filtration. Ce procédé est habituellement précédé d'une oxydation du fer ferreux en fer ferrique, puisque celui-ci précipite à un pH plus bas. Cette approche est notamment utilisée à la mine Bayan Obo en Chine (Goode, 2016), et certains projets de TR planifient son utilisation dont Foxtrot (Dreisinger *et al.*, 2014), Strange Lake (Gowans *et al.*, 2014) et Kipawa (Saucier *et al.*, 2013). Un diagramme d'écoulement généralisé pour ce procédé est présenté à la figure 2.6. Les procédés proposés se ressemblent, bien que les agents oxydants et neutralisants varient, tout comme les pH et température choisis. L'utilisation d'acide oxalique pour la précipitation des TR est également un élément qui différencie certains projets. La neutralisation permet d'éliminer suffisamment de contaminants pour rendre le concentré traitable et il s'agit de la méthode proposée par tous les projets canadiens recensés (Belzile *et al.*, 2015; Ciuculescu *et al.*, 2013; Cox *et al.*, 2012; Gowans *et al.*, 2014; Saucier *et al.*, 2013; Srivastava *et al.*, 2013). La neutralisation présente des avantages : il s'agit d'un procédé connu, commun dans l'industrie métallurgique et dont le coût des intrants est relativement bas, surtout lorsqu'une source d'agent neutralisant, par exemple le MgO, peut être trouvée à proximité. L'approche par oxalates est cependant souvent présentée comme une option offrant une récupération plus élevée des TR.

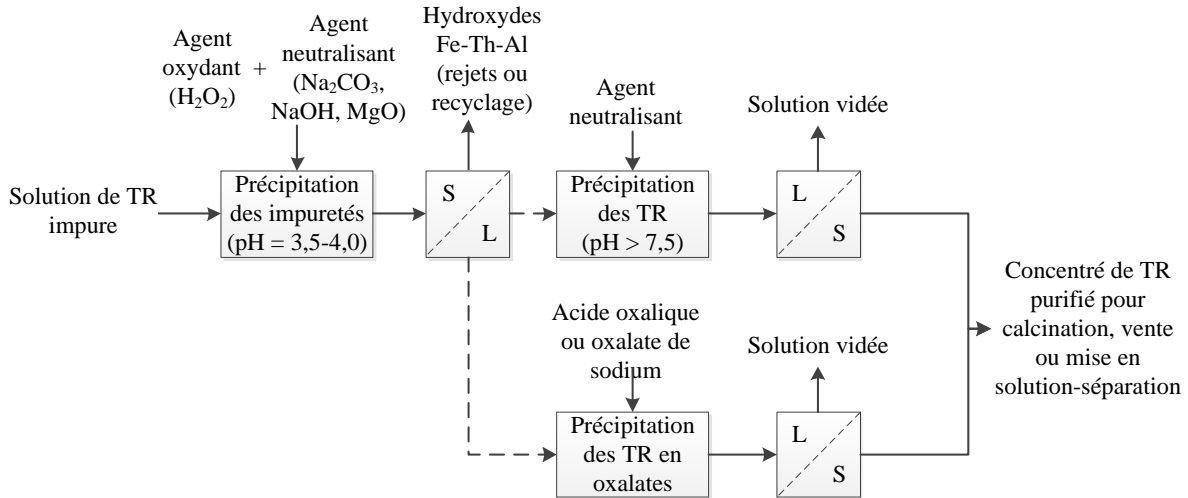


Figure 2.6 : Purification par neutralisation des impuretés

La précipitation sélective des TR en oxalates consiste à ajouter des ions oxalate ($C_2O_4^{2-}$) à la solution impure jusqu'à précipitation des TR sous forme d'oxalates. Puisque les oxalates de TR sont peu solubles (Crouthamel et Martin, 1951), ceux-ci précipitent sans la majorité des impuretés, permettant la séparation par filtration ou épauissage. Le projet Bear Lodge, aux États-Unis, est un exemple qui propose cette approche (Dahlberg *et al.*, 2014). Ce procédé présente l'avantage d'être simple et d'éviter le recyclage du précipité qui est souvent nécessaire avec la neutralisation pour maintenir des récupérations élevées. Les taux de précipitation rapportés par le projet Bear Lodge sont présentés au tableau 2.7. On peut y voir que le fer, l'aluminium et l'uranium sont rejetés à 99 %, 97 % et 96 % respectivement, alors que 99 % des TR sont récupérées. Ce procédé présente cependant des inconvénients. Une neutralisation partielle de la solution doit de toute façon être faite, puisqu'à des pH très faibles, comme ceux utilisés en lixiviation, les ajouts d'oxalates et donc les coûts engendrés sont plus élevés (Chi et Xu, 1999). De plus, les oxalates de thorium ne sont pas solubles et précipitent avec les TR, ce qui empêche leur séparation. Il faut donc que le thorium ne soit présent qu'à une très faible concentration avant la précipitation ou qu'il soit retiré avant la vente du produit final. Enfin, malgré l'existence de procédés de recyclage des oxalates comme pour le projet Bear Lodge, le procédé par oxalates est généralement plus coûteux.

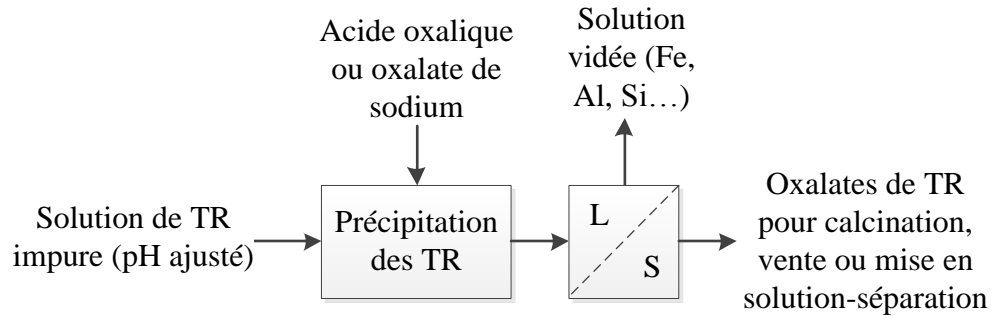


Figure 2.7 : Purification par précipitation sélective des TR en oxalates

Tableau 2.7 : Fractions précipitées par l'ajout d'oxalates dans le projet Bear Lodge, extrait de Dahlberg *et al.* (2014)

Élément(s)	% précipité
ETR	99
Th	100
U	4
Al	3
As	43
Ba	15
Be	1
Ca	45
Fe	0
K	10
Mg	0
Mn	0
Mo	29
Na	1
P	1
Pb	42
Si	14
Sr	7
Ti	14
V	4
Zn	0

En résumé, les deux approches principales pour la purification des solutions de lixiviation des TR sont la précipitation des impuretés par neutralisation et la précipitation des TR en oxalates. La neutralisation est moins coûteuse et plus souvent référencée dans la littérature,

mais l'utilisation de l'approche par oxalates semble offrir une meilleure séparation. L'entraînement du thorium avec les TR représente cependant un problème majeur, puisque la plupart des solutions de lixiviation contiennent des teneurs non négligeables en thorium. Certains auteurs (Zhu *et al.*, 2015) rapportent avoir développé des procédés favorisant la précipitation de ces impuretés pendant la lixiviation, mais ces procédés sont mal documentés et n'ont pu être appliqués avec succès aux minerais étudiés dans ce mémoire. Les deux approches, soit la précipitation par neutralisation ou sous forme d'oxalates, seront utilisées dans les essais de laboratoire.

3 Méthodes expérimentales utilisées pour évaluer les minerais d'ETR considérés

Ce chapitre décrit les méthodes expérimentales employées pour caractériser les minerais et les matériaux utilisés. Il présente également de façon succincte les protocoles suivis pour la séparation physique, la mise en solution et la purification des solutions. Les résultats des essais et des mesures sont présentés au chapitre 4 pour le minerai Soutex et au chapitre 5 pour le minerai Niobec.

3.1 Réception et division des échantillons

Si nécessaire, les lots de minerai sont fragmentés dans des concasseurs à mâchoires, puis dans un concasseur à rouleaux, afin d'atteindre 100 % passant 10 mailles ou 1,7 mm. Après une homogénéisation par replis et rabattage sur une bêche, chaque lot est divisé sous-lots de 1 ou 2kg avec un séparateur à riffle permettant également de prélever des échantillons pour les analyses chimiques et minéralogiques.

3.2 Analyses chimiques des solides et broyage

Pour les deux minerais étudiés, deux méthodes sont employées pour mesurer la teneur d'échantillons solides. Dans la première, une masse d'échantillon solide est pulvérisée puis homogénéisée avant d'être échantillonnée pour analyse au département de chimie de l'Université Laval, selon la méthode décrite par (Whitty-Léveillé, 2016). La procédure consiste à combiner 0,3 g de solide à 3 g de métaborate de lithium dans un creuset de platine et à fusionner le mélange à l'aide d'un fluxeur M4 Claisse. Une fois la fusion complète, le mélange liquéfié est versé dans un bécher en téflon contenant 100 mL d'acide nitrique de concentration 4 mol/L. L'échantillon passe en solution et est prêt pour dilution avant l'analyse par spectroscopie de masse à plasma à couplage inductif (ICP-MS). Cette méthode de digestion et d'analyse des échantillons donne des résultats satisfaisants et est utilisée, sauf avis contraire, pour l'analyse des solides. Le scandium est exclu de la majorité des résultats présentés, en raison des difficultés d'analyse de cet élément par ICP-MS causées par l'interférence avec le silicium (Whitty-Léveillé, 2016).

Le deuxième outil d'analyse employé pour quantifier le contenu en TR des produits solides est la spectrométrie de fluorescence des rayons-X (*x-ray fluorescence* ici abrégée XRF). Dans ce cas, une source de rayons-X bombarde l'échantillon et un détecteur permet de mesurer l'intensité des rayons-X réémis par l'échantillon. L'énergie et l'intensité des rayons-X secondaires est caractéristique de la composition de l'échantillon, et permet donc d'évaluer la teneur de divers éléments. Les analyses XRF ont été faites sur les appareils à dispersion des énergies, d'abord celui du département de chimie, puis celui du département de génie des mines, de la métallurgie et des matériaux. Pour la majorité des analyses effectuées sur le premier appareil, les échantillons sont pulvérisés et une masse d'environ 5 g est ajoutée à un contenant de plastique avec un fond transparent perméable aux rayons-X. Pour les dernières analyses, réalisées au département de génie des mines, de la métallurgie et des matériaux, la méthode des pastilles pressées est utilisée. En pressant 5,95 g d'échantillon pulvérisé mélangé à 1,05 g de liant organique, il est possible d'obtenir une pastille solide qui peut être présentée à l'appareil XRF pour analyse. Cette méthode donne des résultats plus reproductibles que ceux obtenus avec l'utilisation d'une poudre non-pressée.

La méthode de Bond accélérée, telle que décrite dans (Magdalinović, 1989) est utilisée pour quantifier l'énergie requise pour réduire la taille des fragments concassés par broyage à boulets. Le broyeur de Bond de l'Université Laval est utilisé pour réaliser cette mesure.

Pour les deux minerais étudiés, des essais de broyage à barre sont également effectués afin d'établir une courbe de broyage qui donne le P_{80} obtenu en fonction du temps de broyage, ce qui permet de choisir une durée de broyage appropriée pour les essais de concentration des minéraux de TR. Le broyage à barres est réalisé dans un broyeur de laboratoire, sans barres de relèvement, avec une charge de 19,8 kg de barres d'acier et de 1 kg de minerai. Un ajout d'eau est fait au début du broyage pour atteindre 75% solides par poids. Le broyage est ensuite lancé pour la durée choisie (de 5 à 15 minutes). Le broyeur est ensuite vidé de son contenu et les barres sont lavées pour récupérer le solide. Ce solide est ensuite filtré, séché, puis entreposé pour caractérisation ou utilisation dans une expérience subséquente. Des analyses granulométriques sont réalisées. Un échantillon représentatif du

produit de broyage (250 g) est d'abord tamisé sur un tamis de 635 mailles (20 μm) afin de retirer la matière fine qui a tendance à s'agglomérer. Le matériel plus fin que 20 μm est séché et pesé, alors que la portion plus grossière est séchée et tamisée à sec dans une série de tamis. La courbe granulométrique est ainsi construite et l'opération est répétée pour différents temps de broyage.

Une analyse granulo-chimique i.e. des analyses chimiques de chacune des classes granulométrique, est réalisée sur le minerai broyé ou concassé. Un échantillon représentatif d'un lot de minerai broyé est d'abord prélevé et soumis à une analyse par ICP-MS. Le restant du lot de minerai broyé est tamisé et un échantillon de chaque classe granulométrique est analysé par ICP-MS après digestion par fusion tel que décrit plus tôt.

3.3 Réconciliation des données

Les teneurs élémentaires et les masses mesurées lors d'un tamisage ou d'une expérience composent un ensemble de données. Dans le cas particulier où la teneur élémentaire X_i de chacune des classes granulométriques i composant un échantillon est mesurée, de même que la masse dans chaque classe m_i , la conservation de la matière rend possible le calcul de la teneur de l'échantillon de départ non-tamisé X_c selon la somme pondérée des produits:

$$X_c = \frac{\sum(X_i \cdot m_i)}{\sum(m_i)} \quad \text{Équation 3-1}$$

La conservation de la matière dicte que cette teneur X_c devrait être égale à celle mesurée sur l'échantillon de départ X_m . Cette condition est rarement respectée en raison des erreurs de mesure liées à l'échantillonnage particulière et aux erreurs d'analyse. Cette redondance des données permet cependant d'effectuer une réconciliation de données par bilan de matière (Hodouin et Everell, 1980). Cette réconciliation vise à satisfaire les contraintes du bilan de matière en ajustant le moins possible les mesures brutes. Pour le cas des classes granulométriques, cela implique de trouver les teneurs réconciliées \widehat{X}_i , \widehat{X}_c et les masses réconciliées \widehat{m}_i des classes granulométriques qui permettent de respecter la conservation de la matière, tout en minimisant un critère des moindres carrés J qui quantifie l'ajustement. Enfin, les ajustements peuvent être pondérés par l'erreur associée à la mesure σ , afin que

les données les plus fiables soient les moins ajustées. Ainsi, le critère J est une somme comptant un élément pour chaque mesure. Dans le cas précédent :

$$J = \sum \frac{(\widehat{X}_l - X_i)}{\sigma_{X_i}} + \sum \frac{(\widehat{m}_l - m_i)}{\sigma_{m_i}} + \frac{(\widehat{X}_c - X_c)}{\sigma_{X_c}} \quad \text{Équation 3-2}$$

Cette méthode permet d'identifier des erreurs systématiques dans les procédures d'échantillonnage et d'analyse chimique. Les résultats obtenus sont des estimés plus reproductibles que les mesures brutes. Sauf lorsque mentionné, les ajustements apportés aux données sont inférieurs à 15 % (soit $z < 15$) avec :

$$z = 100 \left| \frac{(x - \hat{x})}{x} \right|$$

Où x désigne une mesure et \hat{x} la valeur réconciliée pour cette mesure. Un ajustement inférieur à 15% est considéré ici comme indiquant une qualité acceptable des données. Une vérification est également faite afin de savoir si l'ajustement z est inférieur à l'écart-type relatif attribué à la mesure.

3.4 Analyses minéralogiques

Les analyses minéralogiques ont été réalisées par les laboratoires de SGS, à Lakefield, en Ontario. Il s'agit d'analyses QEMScan (*Quantitative Electron Microscopy Scan*). Les analyses sont réalisées sur un échantillon de minerai broyé à un P₈₀ de 150 µm. Il comprend donc des particules de diverses tailles. Ce minerai est monté dans une résine, puis analysé au microscope électronique à balayage. Le microscope est capable de déterminer la taille des grains minéralisés de TR ainsi que leur composition, ce qui permet de déduire le ou les minéraux de TR présents. De plus, des analyses par microsonde aident à quantifier la teneur élémentaire des grains, ce qui permet notamment d'évaluer si les minéraux sont porteurs des TR légères et lourdes. Cette méthode est automatisée et combinée à un algorithme informatique d'analyse, ce qui permet d'évaluer la taille, la composition et l'association de milliers de grains. Il est ainsi possible d'obtenir des informations fiables, même pour des minéraux présents en faible concentration, ce qui est particulièrement approprié au cas des TR. (Grammatikopoulos *et al.*, 2011) présente un exemple d'application d'analyses minéralogiques au cas du gisement de TR d'Avalon Advanced Materials. Il est cependant à noter que les teneurs élémentaires ne sont évaluées par microsonde que pour quelques

grains de chaque minéral. La répartition des TR parmi les minéraux présents peut donc différer de celle identifiée dans une analyse minéralogique, en raison de l'échantillonnage et de la variation à l'intérieur d'un gisement.

Pour des fins de quantification de la libération des minéraux, les fractions volumiques sont considérées comme équivalentes aux fractions surfaciques observées lors de l'analyse au microscope. La terminologie liée à la libération des minéraux utilisée dans ce document correspond à celle utilisée par SGS Lakefield. Ainsi, la portion libre (*free*) réfère aux particules qui sont composées à plus de 95 % de l'espèce ciblée. La portion libérée (*liberated*) réfère aux particules contenant entre 80 et 95 % de l'espèce ciblée. Les autres particules peuvent ensuite être classées comme des associations binaires où deux minéraux, dont celui ciblé, représentent plus de 95 % de la particule. De la même façon, des associations ternaires signifient que trois minéraux, dont celui ciblé, composent plus de 95 % d'une particule. Les autres particules contenant le minéral de valeur sont ensuite qualifiées de complexes. Un exemple simplifié sous forme de pointes de tartes est montré à la figure 3.1. La fraction pâle représente la surface, équivalente au volume, occupée par l'espèce minérale ciblée.

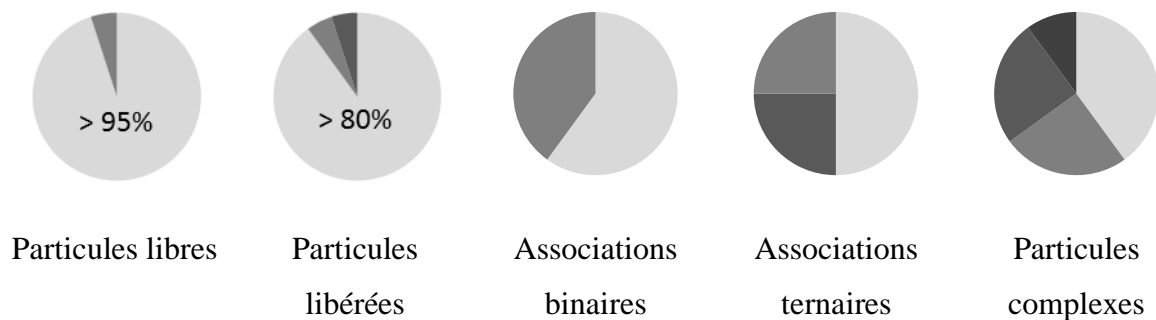


Figure 3.1 : Nomenclature des niveaux de libération des particules

3.5 Traitement de minerais

Cette section présente les méthodes de traitement du minerai utilisées dans le cadre du projet. Celles-ci visent à récupérer les minéraux de TR dans un concentré et à séparer les autres minéraux stériles dans les rejets ou résidus. L'objectif est de maximiser la récupération des TR au concentré et de minimiser la proportion de minéraux stériles

entraînés, pour maximiser la teneur en TR du concentré. La courbe récupération au concentré-teneur en TR du concentré est utilisée pour comparer les résultats de manière objective.

3.5.1 Séparation magnétique

Les essais de séparation magnétique sont réalisés avec un séparateur discontinu de marque Carpco. L'appareil génère un champ magnétique en faisant circuler du courant dans des bobines. Une cage vide avec une grille au fond est remplie de boulets en acier et introduite dans le champ magnétique. Les boulets, sous l'action du champ magnétique, deviennent aimantés et peuvent ainsi retenir les particules ferromagnétiques et, dans une certaine mesure, les particules paramagnétiques, alors que les particules non magnétiques et diamagnétiques, sous l'effet de la gravité, traversent le lit de boulets pour se retrouver aux rejets. Les essais sont réalisés sur du matériel broyé. Le montage est présenté à la figure 3.2, et les étapes de la procédure sont énoncées ci-dessous.

1. Broyer une masse de minerai frais ou calciné, et la mélanger avec de l'eau dans une chaudière afin d'obtenir une pulpe à environ 15 % solides par poids.
2. Introduire la cage contenant les plus petits boulets dans l'appareil avant de le mettre en marche, puis le régler à la plus haute intensité de courant i.e. de champ magnétique.
3. Alimenter la pulpe dans la cage et recueillir les rejets.
4. Une fois toute la pulpe alimentée, ajouter de l'eau à la cage, afin de rincer les boulets et de minimiser la rétention de particules non magnétiques.
5. Interrompre le courant à l'appareil et retirer la cage, puis la vider sur un tamis grossier placé au-dessus d'une chaudière afin de séparer les boulets de la pulpe.
6. Laver les boulets et la cage avec de l'eau pour recueillir le concentré magnétique.
7. Répéter le même processus à une ou plusieurs reprises pour les rejets (épuisages) et pour le concentré (lavages ou nettoyages).
8. Recueillir des échantillons des flux pour analyse par ICP-MS. Des analyses par EDXRF peuvent aussi servir à dégrossir les résultats et ainsi à éviter les analyses ICP-MS, plus coûteuses et exigeantes en travail manuel.

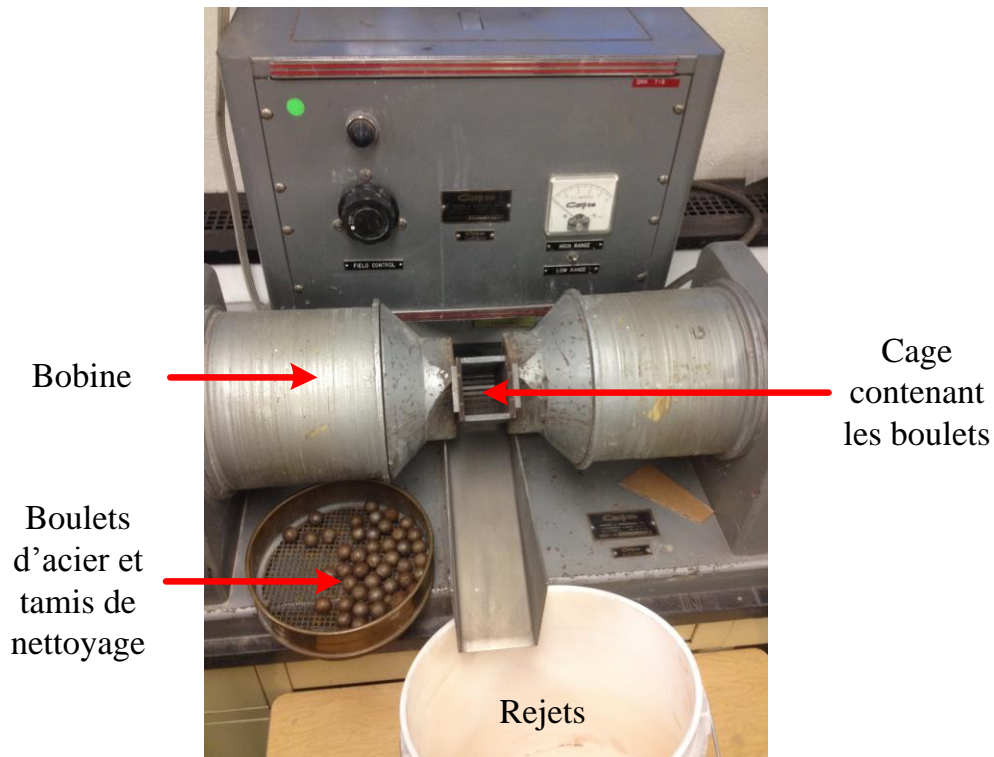


Figure 3.2 : Montage de séparation magnétique, © Jean-François Boulanger, 2016

3.5.2 Séparation gravimétrique

Les essais de séparation gravimétrique sont réalisés dans un concentrateur Knelson. Il s'agit d'un appareil dans lequel la pulpe est introduite dans un cône qui tourne à très haute vitesse, soumettant les particules à une force centripète de l'ordre de 19G, selon la masse volumique des particules. Les particules les plus lourdes s'accumulent dans les aspérités du cône, alors que les particules plus légères sont expulsées vers les rejets. Puisque les minéraux de TR ont une masse volumique supérieure à 5 g/cm^3 (Jordens *et al.*, 2013), ils sont concentrés dans le cône à la fin de l'expérience. Les minéraux de gangue comme la dolomite avec une masse volumique de $2,84 \text{ g/cm}^3$ (Webmineral, 2017), sont expulsés de l'appareil par l'eau de fluidisation. Cette eau est ajoutée à travers des petits trous dans le cône pour permettre la fluidisation du lit. Le principe de fonctionnement est présenté à la figure 3.3. L'eau de fluidisation est identifiée en bleu, alors que la pulpe est en brun. La figure 3.4 présente le séparateur du laboratoire de l'Université Laval.

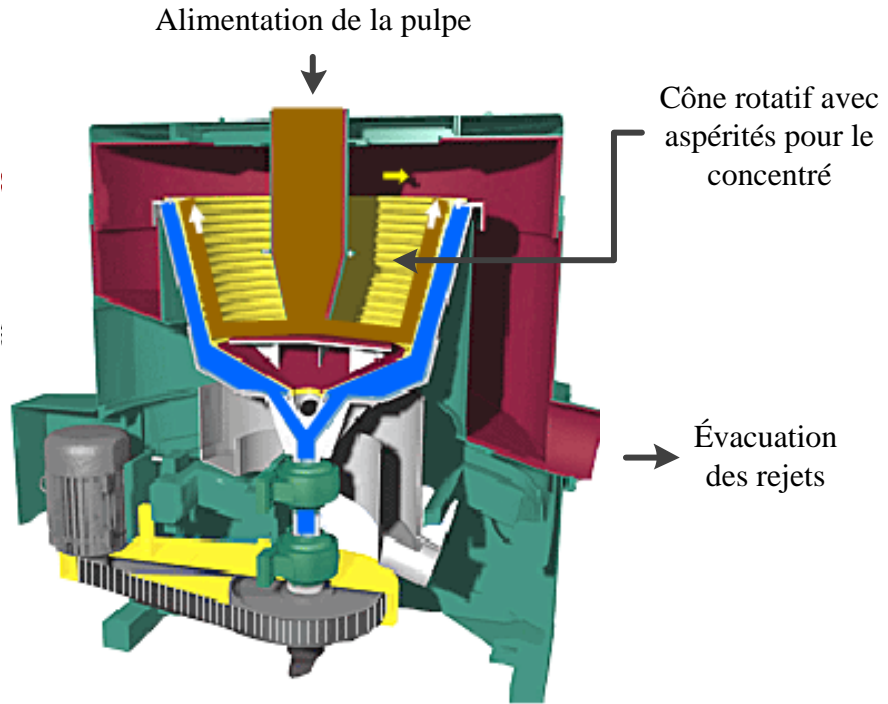


Figure 3.3 : Schéma du fonctionnement du séparateur gravimétrique (Knelson, 2003)

Alimentation de la pulpe



Figure 3.4 : Séparateur gravimétrique Knelson du laboratoire de l'Université Laval, © Jean-François Boulanger, 2016

La méthodologie expérimentale employée est inspirée de celle décrite par (Card, 2010). Il s'agit d'une méthodologie de base permettant d'évaluer si un minerai a un potentiel de concentration gravimétrique. La méthodologie consiste spécifiquement à :

1. Broyer environ 2 kg de minerai, à sec, dans un broyeur à boulets jusqu'à une valeur arbitraire de $P_{80} = 75 \mu\text{m}$.
2. Prélever un échantillon représentatif de la matière broyée pour analyse chimique.
3. Préparer le reste du minerai broyé dans un seau d'alimentation et ajouter 2 L d'eau pour atteindre 50 % solides.
4. Démarrer la rotation du cône du concentrateur et ajuster la vanne de contrôle pour obtenir un débit de 3,5 L/min d'eau de fluidisation.
5. En gardant la pulpe agitée, ouvrir la vanne d'alimentation en pulpe afin d'alimenter à un débit de 500-800 g/min, ce qui permet d'alimenter toute la pulpe en 2,5 à 4 minutes. Les rejets sont recueillis dans un réservoir de grand volume.

6. Une fois tout le minerai alimenté, interrompre la rotation et l'alimentation d'eau de fluidisation simultanément.
7. Une fois l'appareil arrêté et ouvert, retirer le cône de concentration et le rincer dans une chaudière à l'aide du dispositif de rinçage de l'appareil. Ce solide est filtré, séché, pesé, et constitue le concentré 1.
8. Filtrer les rejets de l'étape précédente et les remettre en pulpe pour atteindre environ 50 % solides.
9. Répéter les étapes 4 à 8 à 4 reprises afin d'obtenir 4 autres concentrés (2 à 5). Les rejets du cinquième traitement constituent les rejets finaux, qui seront eux aussi filtrés, séchés et pesés.
10. Prélever des échantillons de chaque flux et de l'alimentation pour analyse par ICP-MS, tel que décrit dans la section 3.2.

La figure 3.5 présente la séquence des essais réalisés selon la méthodologie décrite avec les différents flux dont les échantillons sont prélevés en pointillés.

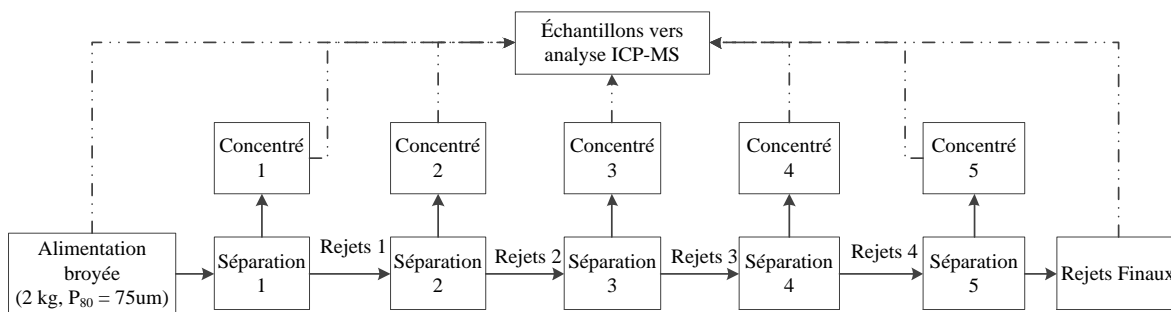


Figure 3.5 : Méthodologie employée pour les essais de séparation gravimétrique

3.5.3 Séparation par flottation

Les essais de séparation par flottation sont effectués à l'aide d'une machine de flottation Denver D12, couramment utilisée pour les expériences de flottation en laboratoire. Les essais sont réalisés dans des cellules de 1 L pour les échantillons de 500 g et dans une cellule de 2 L lorsqu'un échantillon de 1 kg est utilisé. Sauf lorsque mentionné, le taux d'aération n'est pas ajusté. Un chauffe-eau électrique est utilisé pour chauffer l'eau et maintenir la température de la pulpe à une température cible durant l'expérience. Le pH est mesuré tout au long de l'expérience. Du Na_2CO_3 est utilisé comme régulateur de pH. De

l'eau courante est utilisée pour toutes les expériences. Le montage expérimental est montré à la figure 3.6.

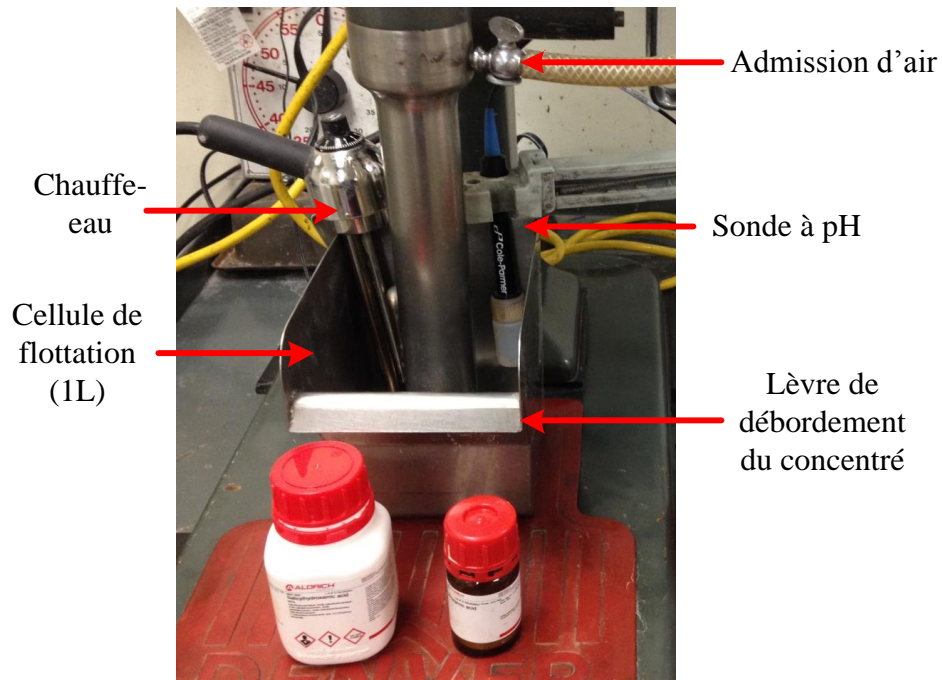


Figure 3.6 : Montage expérimental de flottation, © Jean-François Boulanger, 2016

Les essais de flottation sont inspirés d'essais typiques de flottation de minerais d'apatite, notamment décrits par Nanthakumar *et al.* (2009). Les étapes de réalisation sont:

1. Ajouter la quantité d'eau requise à la cellule de flottation et démarrer l'agitation;
2. Chauffer jusqu'à atteinte de la température cible et stabilisation (optionnel);
3. Ajouter le solide et attendre 5 minutes;
4. Ajuster le pH pour conditionnement de 5 minutes;
5. Ajouter le déprimant pour conditionnement de 5 minutes;
6. Ajouter le collecteur pour conditionnement de 5 minutes. Les dosages sont choisis afin d'obtenir une récupération de TR supérieure à 60%;
7. Ajouter le moussant pour conditionnement de 30 secondes. Le dosage de moussant est ajusté de façon subjective pour obtenir une écume stable mais pas trop effervescente;
8. Ajuster le niveau avec de l'eau si requis et ouvrir la vanne d'admission d'air;

9. Récouter le concentré pendant divers intervalles de temps (de 30 secondes à 10 minutes);
10. Interrompre l'agitation et rincer l'agitateur;
11. Filtrer, sécher, peser et analyser les concentrés et les rejets par ICP-MS ou XRF.

3.6 Mise en solution

Les essais de mise en solution à l'acide sulfurique sont réalisés à pression atmosphérique, dans des béchers en pyrex, avec agitation par bâton magnétique ou mécanique. La figure 3.7 présente un diagramme simplifié des expériences de mise en solution alors que la figure 3.8 présente le montage expérimental. Pour compenser l'évaporation, le niveau dans le bécher est marqué au début de l'expérience et maintenu constant par l'ajout d'eau durant l'expérience. Des échantillons de 1 à 2 mL de pulpe sont prélevés et filtrés périodiquement à l'aide d'une seringue de laboratoire (voir figure 3.8) au bout de laquelle un filtre amovible est apposé. Le filtrat est analysé par spectrométrie d'émission atomique au plasma micro-ondes ou MP-AES afin de suivre l'évolution de la réaction de lixiviation et d'établir la cinétique. Le solide et le liquide recueillis dans ces échantillons ne sont pas retournés au réacteur, mais la perte de matière engendrée est prise en compte dans les bilans de matière.

Enfin, une fois le temps de lixiviation écoulé, la solution est séparée du solide par filtration. Le solide est rincé une fois avec de l'eau et analysé par ICP-MS après digestion. La solution est analysée par émission atomique à plasma micro-ondes (MP-AES). Avec les analyses ICP-MS de l'alimentation, la redondance obtenue permet d'effectuer la réconciliation des données, pour valider les analyses et obtenir des valeurs cohérentes et plus reproductibles que les mesures brutes (Hodouin et Everell, 1980). La préparation des échantillons pour l'analyse par MP-AES consiste à diluer les échantillons par un facteur 100 dans une solution d'acide nitrique à 4 %.

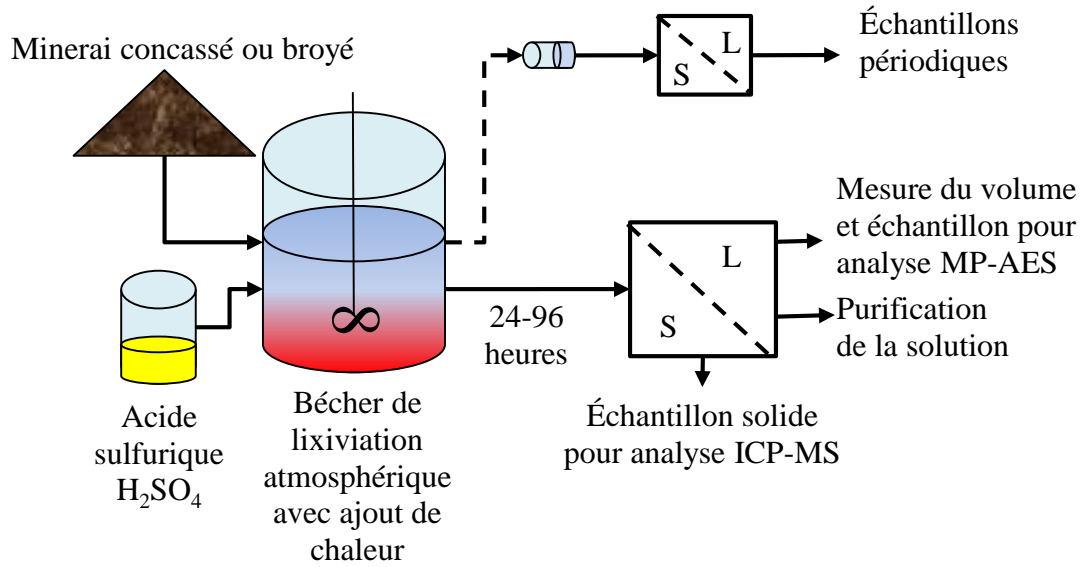


Figure 3.7 : Schéma des expériences de mise en solution

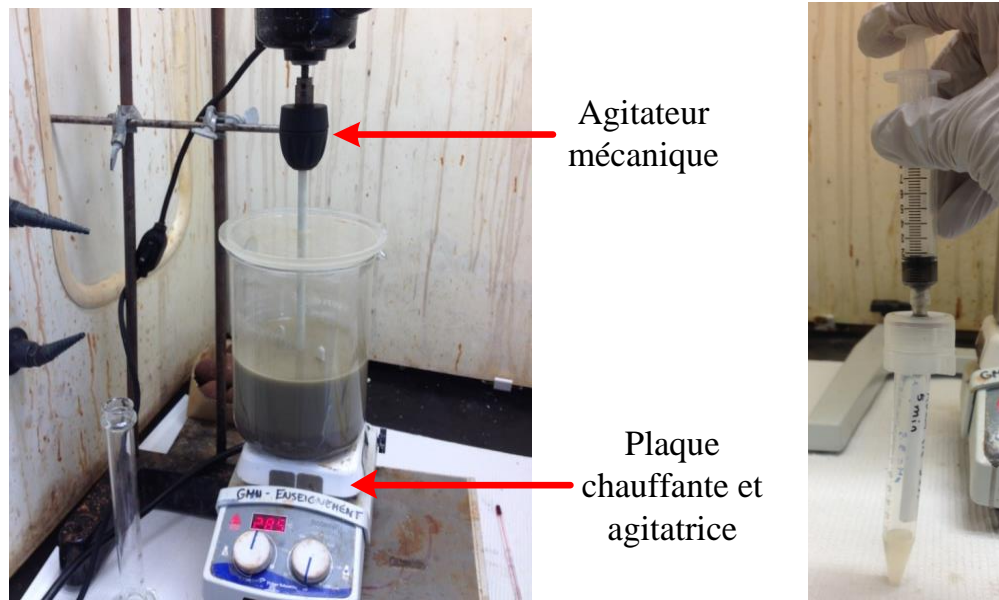


Figure 3.8 : Montage de lixiviation d'acide de minerai et filtration d'échantillon, © Jean-François Boulanger, 2016

Certains essais sont précédés d'une cuisson acide à atmosphère ambiante. Dans ces cas, l'acide est mélangé avec le minerai dans un creuset de porcelaine, avant d'être placé dans un four préchauffé pour un temps spécifié. L'échantillon est remué à toutes les 30 minutes pendant la cuisson pour simuler l'effet d'un four rotatif. Une fois le temps écoulé, le

mélange minéral-acide est ajouté à de l'eau préchauffée dans le bécher pour poursuivre la lixiviation tel que décrit plus haut.

Enfin, les essais avec conversion caustique sont précédés d'une étape où le minéral est agité dans une solution de NaOH chaude, dans le but de convertir les minéraux de TR et de gangue en hydroxydes. La pulpe obtenue est ensuite centrifugée afin de récupérer le solide contenant les minéraux transformés et d'en séparer la solution de soude caustique. Le solide est ensuite rincé à trois reprises avec de l'eau distillée, afin de dissoudre le NaOH résiduel et réduire la consommation d'acide dans la lixiviation acide subséquente. L'eau de rinçage est ajoutée à la solution de NaOH. Le volume final est finalement mesuré et un échantillon de cette solution est prélevé. Les solides traités sont remis en pulpe en ajoutant du HCl concentré (37,5 %) et du peroxyde d'hydrogène (H_2O_2) afin que le fer ferreux lixivié présent soit oxydé en fer ferrique et précipite à pH 3,0, alors que le fer ferreux précipite à un pH supérieur à 7. Cette stratégie réduit la consommation de base et minimise les pertes de TR qui précipitent aussi à un pH supérieur à 7,0. Des échantillons de solution sont prélevés de façon similaire aux autres expériences afin d'évaluer la teneur et le taux de lixiviation des différents éléments. L'ajout d'acide est poursuivi jusqu'à ce que la teneur en fer soit jugée trop élevée (>500 ppm). La pulpe est alors filtrée et la solution et les solides sont analysés par MP-AES et XRF respectivement, afin de compléter le bilan de matière.

3.7 Purification de la solution

La purification de la solution se fait par deux méthodes. La première méthode consiste en une précipitation sélective des impuretés par neutralisation. Pour ce faire, du peroxyde d'hydrogène est d'abord ajouté afin d'oxyder le fer ferreux en fer ferrique, suivi d'une base (NaOH) pour augmenter le pH de la solution. L'opération peut viser un pH prédéterminé ou une concentration en impuretés suffisamment basse, telle qu'analysée par MP-AES au fur et à mesure que la soude caustique est ajoutée. Le fer, le thorium et d'autres impuretés sont précipités à des pH plus bas, entre 3 et 4, alors que le pH de précipitation des TR est supérieur à 7. La pulpe est filtrée et le gâteau rincé afin de récupérer les impuretés dans un résidu solide et d'obtenir une solution de TR purifiée.

Un rehaussement du pH de la solution purifiée du fer et du thorium au-dessus de 8 permet de précipiter les TR sous forme d'hydroxydes, tout en laissant dans la solution le calcium, le magnésium et le sodium. Cette pulpe peut alors être filtrée, afin d'obtenir un gâteau composé presque exclusivement de TR. L'opération permet d'augmenter la concentration de la solution de TR purifiée, puisque les hydroxydes peuvent finalement être dissous dans une quantité réduite d'acide concentré. L'analyse de cette solution concentrée par MP-AES et des différents solides obtenus par ICP-MS ou par XRF procure une redondance des données qui sont réconciliées lorsque possible pour le calcul des bilans, tel qu'expliqué précédemment.

Une fois ces bilans complétés, il devient possible de quantifier les taux récupération des TR en tenant compte des différents procédés utilisés et d'estimer un revenu potentiel pour un projet, ce qui est important dans le cadre de tout projet de valorisation d'un minerai. Les résultats de ces bilans et des analyses pour le minerai Soutex-2 sont le sujet du prochain chapitre.

4 Résultats pour le minerai de TR Soutex

Cette section présente les essais réalisés sur le minerai silicaté Soutex, particulièrement sur le lot Soutex-2. La présentation des résultats vise surtout à évaluer la viabilité des options menant à la production d'une solution prête à l'extraction par solvants et la récupération attendue de chacune.

4.1 Réception des échantillons

Trois lots d'échantillons rocheux contenant des fragments jusqu'à 3048 mm (12 po) ont été fournis à l'Université Laval par la compagnie Soutex. Ils proviennent d'une concession minière, située dans l'ouest du Québec. La figure 4.1 présente le contenu de l'une des chaudières composant un lot, tel que reçu.



Figure 4.1: Échantillon Soutex tel que reçu

4.2 Caractérisation

Les résultats des analyses chimiques réalisées sur les trois échantillons de minerai fournis par Soutex sont présentés au tableau 4.1. Les souches de minerai de TR Soutex ont des teneurs en TR plus faibles que celles des minerais en présentement en exploitation. La

majorité des TR présentes sont des TR légères. Le minerai le plus riche, Soutex-2, a été choisi pour la suite des travaux, en raison de sa teneur supérieure aux deux autres échantillons. Le tableau 4.1 montre aussi la valeur maximale contenue dans une tonne de matériel Soutex-2. La valeur de 112\$ par tonne est 4 fois moins élevée que les 417\$ dans le minerai de la mine Mountain Pass (voir tableau 2.1). Les prix utilisés pour les TR sont ceux présentés au tableau 2.1.

Tableau 4.1 : Teneurs en TR des minerais Soutex (prix utilisés fournis au tableau 2.1)

Élément	Soutex-1 (ppm)	Soutex-2 (ppm)	Soutex-3 (ppm)	Soutex-2 \$/t minerai
La	546	1254	396	2,65 \$
Ce	713	2720	488	5,10 \$
Pr	126	291	74	17,77 \$
Nd	348	1004	244	47,44 \$
Sm	35	153	21	0,86 \$
Eu	7	11	6	3,72 \$
Gd	29	119	18	6,44 \$
Tb	2,39	11,81	1,70	5,76 \$
Dy	7,77	63,52	6,24	14,22 \$
Ho	1,41	10,56	1,31	0,50 \$
Er	4,00	26,49	3,92	0,85 \$
Tm	0,62	3,04	0,71	2,61 \$
Yb	2,99	16,56	2,43	0,72 \$
Lu	0,67	2,23	0,67	2,09 \$
Y	73	230	46	1,45 \$
TR légères La-Nd	1732	5269	1202	72,96 \$
Sm+Eu+Gd (SEG)	70	284	45	11,02 \$
TR lourdes Tb-Lu + Y	93	364	62	28,18 \$
TR totales	1896	5916	1309	112,17 \$

4.2.1 Broyage et analyses granulo-chimiques

L'indice de Bond obtenu par le test de Bond accéléré (section 3.2) est de 14,6 kWh/t. Les P_{80} obtenus à différents temps de broyage à barres sont présentés à la figure 4.2. Ces temps sont ceux utilisés pour obtenir une granulométrie cible lors des expériences subséquentes. Le F_{80} ou 80 % passant de l'alimentation est de 1025 μm .

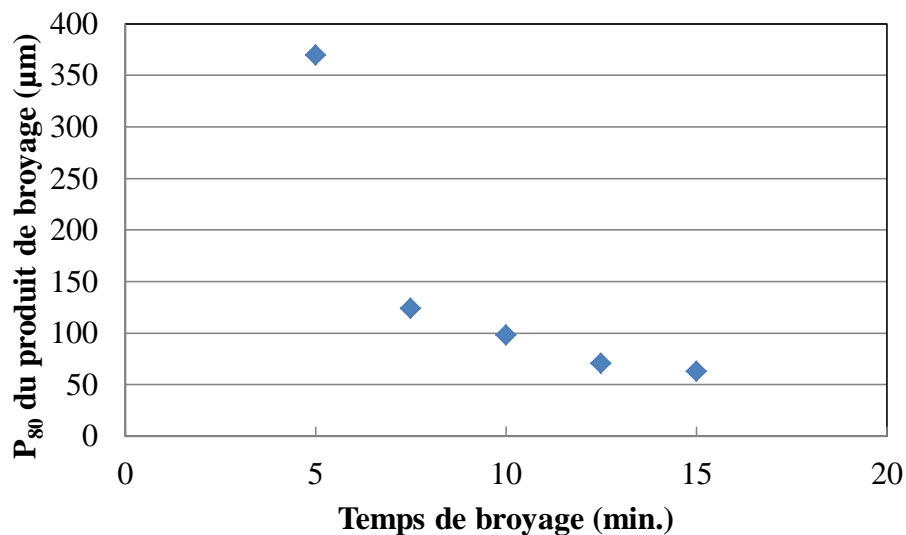


Figure 4.2 : Dimension du 80 % passant (P_{80}) du produit en fonction du temps de broyage du minerai Soutex-2

Les résultats de l'analyse granulo-chimique réalisée sur un sous-échantillon du minerai Soutex-2 broyé pendant 10 minutes sont présentés au tableau 4.2, et la comparaison entre les données brutes et réconciliées est disponible à l'Annexe A, avec le modèle d'erreur utilisé. La réconciliation des données est complétée avec des ajustements de moins de 15 % relatif sur toutes les masses et sur la majorité des teneurs sauf le Tb, le Tm et le Lu qui ont subi des ajustements sur les teneurs de tête de 26, 28 et 50 % respectivement. Ceci indique que les méthodes de préparation des échantillons et d'analyse sont adéquates. La confiance dans la teneur, traduite par l'écart-type estimé, est donc plus faible pour ces éléments. Le tableau 4.3 présente la distribution des éléments dans les différentes classes granulométriques.

Tableau 4.2 : Granulochimie réconciliée de l'échantillon Soutex-2 broyé dix minutes

Classe (μm)	Masse (%)	La	Ce	Pr	Nd	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu	Y	TR
Tête	100%	1202	2798	277	1001	160	13	127	15	66	12	30	4	19	3	231	5958
+152	1,2%	1048	1109	228	778	116	24	90	22	46	20	29	15	24	16	128	3692
-152/+104	14,1%	653	1262	155	563	92	11	79	12	49	11	25	5	17	5	181	3120
-104/+75	25,9%	930	1964	215	782	135	11	113	14	64	12	30	4	21	3	234	4534
-75/+53	23,8%	1126	2526	259	981	164	12	130	16	72	13	32	4	19	3	256	5612
-53/+37	11,2%	1239	2924	285	992	170	12	132	15	75	13	31	4	20	3	249	6162
-37/+20	9,2%	759	1832	169	624	103	8	73	9	38	6	17	2	11	2	132	3784
-20	14,6%	2604	6853	600	2113	298	21	227	22	89	14	37	4	22	3	288	13196

Tableau 4.3: Distribution de TR dans les classes granulométriques de l'échantillon Soutex-2 broyé

Classe (μm)	Masse (%)	La	Ce	Pr	Nd	Dy	Tm
+152	1%	1%	0%	1%	1%	1%	5%
-152/+104	14%	8%	6%	8%	8%	11%	18%
-104/+75	26%	20%	18%	20%	20%	25%	25%
-75/+53	24%	22%	22%	22%	23%	26%	23%
-53/+37	11%	12%	12%	11%	11%	13%	10%
-37/+20	9%	6%	6%	6%	6%	5%	5%
-20	15%	32%	36%	32%	31%	20%	15%
Total	100%	100%	100%	100%	100%	100%	100%

Les teneurs en TR sont systématiquement plus élevées dans la fraction -20 μm , ce qui explique que plus de 30% des TR se retrouvent dans cette fraction, qui ne représente que 15% de la masse. Pour les TR légères, cette classe est deux fois plus riche que l'échantillon de tête. Cette tendance diminue à mesure qu'on se déplace vers les TR lourdes. Ceci peut s'expliquer par la présence de plusieurs minéraux porteurs de TR, dont certains contiennent plus de TR légères. Ces minéraux peuvent se retrouver dans la fraction fine parce qu'ils se fragmentent plus facilement que la gangue ou se décrochent rapidement de la matrice. Il semble cependant que cette propriété soit observable principalement pour les minéraux porteurs de TR légères, les TR lourdes étant distribuées assez également dans les classes granulométriques. Au contraire, d'autres minéraux contiennent plus de TR lourdes et génèrent moins de particules fines. Cette propriété pourrait faciliter la séparation des minéraux de TR légères et leur mise en solution.

4.2.2 Analyses minéralogiques

La composition minéralogique du minerai Soutex-2 est présentée au tableau 4.4. L'analyse chimique par fluorescence-X réalisée par SGS est présentée au tableau 4.5. L'allanite est le minéral de TR le plus abondant, suivie de la bastnaésite et de la monazite. Le minerai est composé à plus de 95 % de silicates, ce qui explique la teneur élevée du silicium dans l'analyse chimique. L'absence de l'oxygène dans les éléments analysés explique que la somme soit loin de 100%, puisque les silicates en sont largement composés, tel que le montrent les formules chimiques du tableau 4.4.

Tableau 4.4 : Composition minéralogique de l'échantillon Soutex-2

Classe	Minéral	Formule	% Massique
Minéraux de TR	Bastnaésite/Synchysite	$CeFCO_3/CaCeF(CO_3)_2$	0,27%
	Monazite	$CePO_4$	0,06%
	Allanite	$(Ce,Ca)_2(Al,Fe^{3+})_3(SiO_4)_3(OH)$	2,17%
Oxydes	Oxydes de fer	Fe_2O_3/Fe_3O_4	0,43%
	Ilménite	$FeTiO_3$	0,31%
	Rutile	TiO_2	0,33%
	Colombite	$FeNb_2O_6$	0,01%
	Autres oxydes	-	0,02%
Silicates	Plagioclase	$(Na,Ca)(Si,Al)_4O_8$	21,44%
	Feldspath potassique	$K(Al,Si)_3O_8$	56,41%
	Quartz	SiO_2	3,82%
	Mica/Argiles	$KAl_2(Si_3Al)O_{10}(OH,F)_2$	2,96%
	Amphibole	$(Fe,Mg,Ca)SiO_3$	6,86%
	Sphène	$CaTi(SiO_4)(F,OH)$	1,43%
	Chlorite	$(Mg,Al,Fe)_{12}[(Si,Al)_8O_{20}]OH_{16}$	2,45%
Carbonates	Zircon	$ZrSiO_4$	0,52%
	Dolomie	$CaMg(CO_3)_2$	0,01%
	Sidérite	$FeCO_3$	0,04%
Sulfures	Pyrite	FeS_2	0,06%
Phosphate	Apatite	$(F,Cl,OH)Ca_5(PO_4)_3$	0,33%
Sulfates	Baryte	$BaSO_4$	0,04%
	Autres		0,01%
	Total		99,99%

Tableau 4.5: Teneurs élémentaires du minerai Soutex-2 (SGS Lakefield)

Élément	% poids
Al	8.9 %
Ca	1.3 %
Fe	2.8 %
Mg	0.5 %
Mn	0.1 %
P	0.1 %
Si	27.8 %
Na	2.5 %

L'analyse spécifie aussi que le broyage à un P_{80} de 150 μm permet à 45 % de l'allanite d'être dans des particules libres (95-100 % allanite) ou libérées (80-95 % allanite). En comparaison, respectivement 17 et 54 % des particules de bastnaésite et de monazite sont libres ou libérées, ce qui indique que la libération de la bastnaésite requiert un broyage plus fin que les autres minéraux de TR. Les détails de l'analyse de libération sont présentés à la figure 4.3.

▣ Allanite libre ▤ Allanite libérée
 ▣ All.:Bast.:Silicates ▣ Bastnaésite libre ▤ Bastnaésite libérée
 ▣ Bastnaésite :Silicates ▣ Bastnaésite Complexes



▣ Monazite libre ▤ Monazite libérée
 ▣ Monazite:Silicates ▣ Monazite Complexes

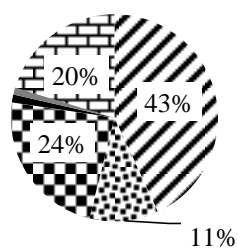


Figure 4.3 : Association des particules minérales de TR à P₈₀ de 150 µm

Les minéraux de TR présents dans l'échantillon contiennent différentes proportions de TR. Ces teneurs peuvent être estimées à partir de la formule chimique en posant une masse atomique moyenne pour les TR et en connaissant leur distribution. Cependant, la présence d'éléments en substitution comme le calcium dans la bastnaésite et l'allanite et le thorium dans la monazite peuvent affecter le calcul ci-dessus. Des analyses par microsonde permettent d'obtenir une teneur approximative pour différents grains et de poser une teneur en TR moyenne du minéral. La figure 4.4 présente un exemple de résultats d'analyse par microsonde réalisée par SGS Lakefield.

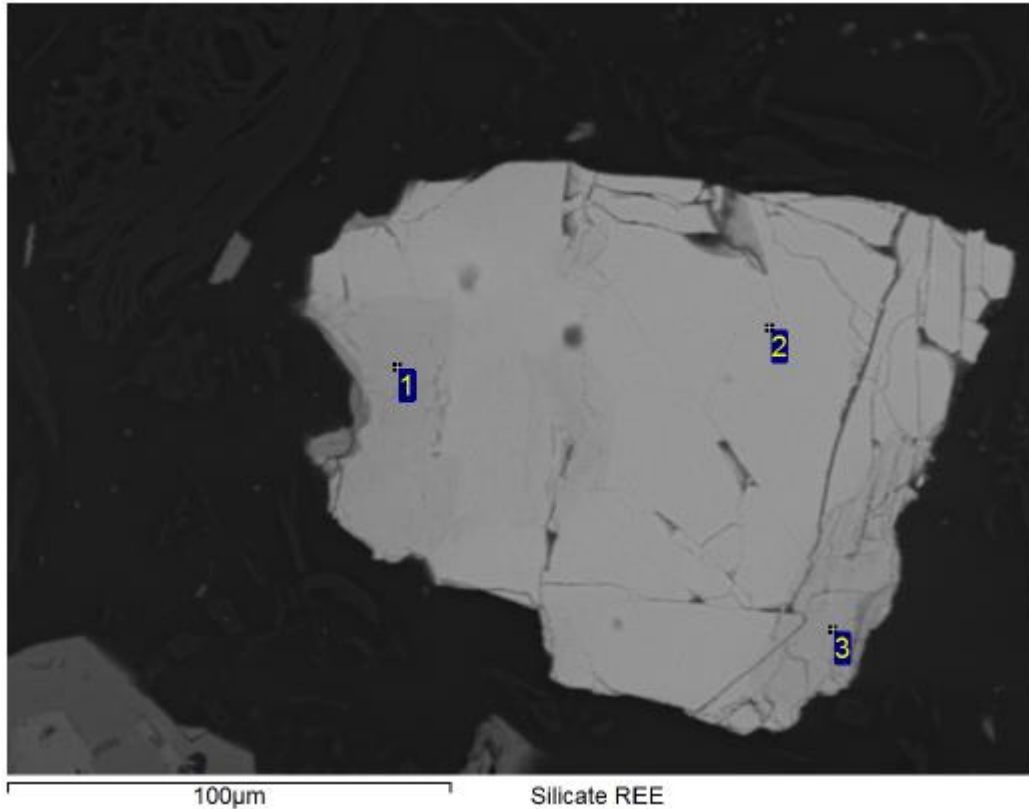


Figure 4.4 : Exemple de résultats d'analyse de particule d'allanite par SGS Lakefield

Tableau 4.6 : Teneurs estimées de l'analyse de particules par SGS Lakefield (%)

Point	Mg	Al	Si	Cl	Ca	Ti	Fe	La	Ce	Nd	O
1	0,4	7,9	16	0,7	7,9	0,9	8,9	4,4	8,9	2,2	42
2	0,4	7,4		16		7,4	12	4,8	10	3	39
3		8,4	17	0,5	8,5		10	2,9	8,9	2,4	41

La compilation des résultats d'analyse par microsonde est comparée aux valeurs obtenues par calcul stœchiométrique dans le tableau 4.7. Les teneurs stœchiométriques, soulignées dans le tableau, sont utilisées en raison des incertitudes liées aux autres méthodes. Celles-ci sont utilisées pour calculer la contribution de chaque minéral aux TR présentes dans le minerai. Ainsi, l'allanite, la bastnaésite et la monazite contiennent respectivement 69,9, 24,6 et 5,4 % des TR présentes dans le minerai. Ces valeurs demeurent approximatives en raison des erreurs d'échantillonnage et d'analyse. Les teneurs analysées par SGS pour la bastnaésite et la monazite sont probablement peu reproductibles puisqu'elles proviennent

de l'analyse d'une seule particule. En comparaison, les analyses à l'Université Laval utilisent la moyenne de 10 et 3 particules pour la bastnaésite et la monazite, respectivement.

Tableau 4.7 : Teneurs en TR et distribution des différents minéraux du minerai Soutex-2

Minéral	Formule chimique	Teneur en TR des particules			Fraction massique du minéral dans le minerai	Contribution aux TR du minerai
		Stoéchio.*	SGS**	U. Laval***		
Bastnaésite	LnFCO_3	64%	75%	52%	0,27%	24,6%
Monazite	LnPO_4	60%	62%	56%	0,06%	5,4%
Allanite	$\text{LnCaAl}_2\text{Fe}^{3+}(\text{SiO}_4)_3(\text{OH})$	23%	19%	16%	2,17%	69,9%
Total					2,50%	100,0%

* Calcul stoéchiométrique utilisant la formule chimique et une masse molaire moyenne pondérée (141 g/mol) pour les lanthanides

** Analyses par microsonde réalisées par SGS Lakefield

*** Analyses par microsonde réalisées à l'Université Laval

Les contributions calculées ci-dessus sont applicables aux TR légères, mais pas nécessairement aux TR lourdes. Le tableau 4.8 présente les contributions des trois minéraux aux TR lourdes présentes. Les teneurs ont été estimées à partir de teneurs mesurées par microsonde respectivement sur 10 grains de bastnaésite, 8 d'allanite et 3 de monazite. La monazite et la bastnaésite contiennent une plus grande proportion de TR lourdes que l'allanite, bien que la proportion TR lourdes/TR légères soit plus grande dans l'allanite. Les données du tableau 4.8 sont valides pour le minerai Soutex-2, mais ne doivent pas être généralisées à d'autres minerais de TR, puisque très peu de particules ont été utilisées pour estimer les fractions de TR lourdes. L'allanite est le minéral de TR le plus important dans le minerai Soutex-2, suivi de la bastnaésite et de la monazite.

Tableau 4.8 : Teneur en TR lourdes et contribution des différents minéraux

Minéral	Formule chimique	Teneur en TR lourdes des particules*	Fraction massique du minéral dans le minerai	Distribution TR lourdes
Bastnaésite	LnFCO_3	0,39%	0,27%	16,5%
Monazite	LnPO_4	0,55%	0,06%	5,5%
Allanite	$\text{LnCaAl}_2\text{Fe}^{3+}(\text{SiO}_4)_3(\text{OH})$	0,23%	2,17%	77,9%
Total			2,50%	100,0%

* Analyses par microsonde réalisées à l'Université Laval

4.3 Traitement de minerais

Une seule méthode de concentration, soit la flottation en vue de produire un concentré d'allanite, été expérimentée sur le minerai Soutex-2. En raison du succès de l'approche par lixiviation du tout-venant (voir section 4.4), les tentatives de produire un concentré n'ont pas été poursuivies.

4.3.1 Séparation par flottation

Un essai de flottation a été réalisé sur 500 g de minerai broyé à un P_{80} de 100 μm et à une fraction solide de 30 %. Le pH a été ajusté à 9 pendant 5 minutes avec du Na_2CO_3 . Comme collecteur, 2000 g/t d'acide benzo-hydroxamique ont ensuite été ajoutés pour 5 minutes de conditionnement. Enfin, 0,05 mL (100 g/t) de moussant F-150 ont été ajoutés pour les dernières 30 secondes de conditionnement. L'air a ensuite été introduit dans la cellule de flottation et le concentré a été récupéré pendant des intervalles de temps croissants, de 30 secondes à 4 minutes, afin de construire la courbe récupération-teneur présentée à la figure 4.5.

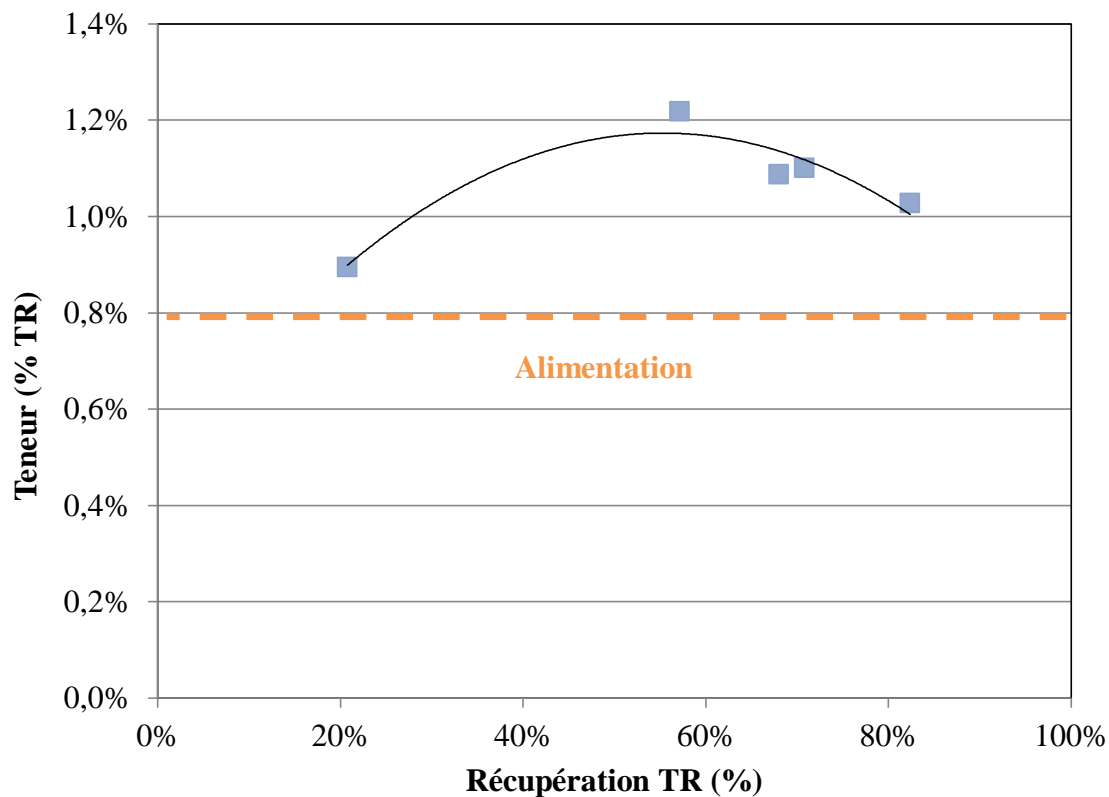


Figure 4.5 : Courbe récupération-teneur obtenue en flottation de l'échantillon Soutex-2

Les résultats montrent une récupération de 82 % des TR présentes et de 65% de la masse dans un concentré titrant 1,03 % TR, ce qui n'est pas beaucoup plus élevé que la teneur d'alimentation de 0,81 %. Autrement dit, 82 % des TR ont été récupérées dans 65 % de la masse de départ, ce qui ne représente pas une séparation intéressante. De plus, l'entraînement des fines particules joue probablement un rôle dans l'enrichissement observé, car l'entraînement mécanique est habituellement plus élevé pour les particules fines (Savassi *et al.*, 1998) et celles-ci ont une teneur plus élevée (voir section 4.2.1). Une analyse granulométrique ou granulo-chimique permettrait de confirmer cette hypothèse.

Les performances de cet essai ne permettent pas d'envisager la flottation comme une option viable pour le minerai Soutex-2, puisqu'une quantité importante de gangue se retrouve dans le concentré. Les causes possibles de ceci incluent un manque de libération des espèces de valeur et ou de sélectivité générée par les conditions de flottation. Les résultats ne sont pas très surprenants, puisque l'allanite est reconnue comme difficile à récupérer par flottation

(Jordens, Marion, *et al.*, 2014), notamment en raison de sa solubilité plus faible que celle de la bastnaésite et de la monazite, rendant la réaction avec le collecteur difficile. La flottation inverse, visant à séparer le quartz en l'envoyant dans le concentré, est même suggérée (Jordens, McCarthy, *et al.*, 2014a). Une approche différente est donc tentée pour récupérer efficacement les TR du minerai Soutex-2 et cette approche est discutée dans la prochaine section.

4.4 Mise en solution des TR par lixiviation du minerai Soutex-2

La production d'un concentré d'allanite à partir du minerai de Soutex ne s'étant pas avérée être une option intéressante, cette section évalue la possibilité d'effectuer un traitement direct du minerai sans passer par une étape de concentration minérale, comme pour le traitement des minerais d'or ou d'uranium. La première partie de cette section présente les résultats d'un essai de lixiviation pour montrer de quelle façon la redondance est introduite dans les mesures. Cette présentation permet d'exposer la problématique introduite par les erreurs de mesure et la méthode de réconciliation utilisée ici pour des données hydrométallurgiques.

4.4.1 Exemple des mesures générées par un essai de lixiviation

Les résultats présentés dans cette section proviennent de l'essai 12 qui consiste en une lixiviation du minerai de Soutex aux conditions suivantes :

- 200 kg de H₂SO₄ par tonne de minerai concassé à 100% passant 1,7 mm;
- Pulpe à 16% solides par poids;
- 85°C;
- 45 heures.

La procédure des essais est décrite à la section 3.6. Un essai de lixiviation permet d'obtenir un ensemble de mesures similaires à celles reproduites au tableau 4.9. Pour l'exemple, seules les analyses pour le lanthane et le néodyme sont fournies, mais pour tous les essais, les teneurs de toutes les TR de même que celles du thorium et de l'uranium sont disponibles.

Tableau 4.9: Mesures brutes obtenues lors de l'expérience de mise en solution 12

	Alimentation	Solution	Résidu solide
Masse (g)	102,3		96,7
Volume (mL)		537,9	
La (ppm)	1253,6	199,0	102,3
Nd (ppm)	1004,3	160,9	99,8

4.4.2 Analyse des données brutes

Un objectif des essais est de trouver les conditions qui maximisent la mise en solution des TR. La proportion P_i d'une TR i qui passe en solution peut être calculée de différentes façons en utilisant les données disponibles, soit en utilisant le volume de lixiviat V_{Lix} et sa teneur $x_{i;Lix}$:

$$P_i = \frac{V_{Lix}x_{i;Lix}}{M_{Alim}x_{i;Alim}} \quad \text{Équation 4-1}$$

La masse du résidu de la lixiviation $M_{Rés}$ et sa teneur $x_{i;Rés}$ permettent aussi de déterminer la proportion d'un élément mis en solution selon:

$$P_i = \left(1 - \frac{M_{Rés}x_{i;Rés}}{M_{Alim}x_{i;Alim}} \right) \quad \text{Équation 4-2}$$

Puisque l'alimentation peut être calculée, il est aussi possible d'utiliser :

$$P_i = \left(1 - \frac{M_{Rés}x_{i;Rés}}{M_{Rés}x_{i;Rés} + V_{Lix}x_{i;Lix}} \right) \quad \text{Équation 4-3}$$

La teneur de l'élément i dans une phase Z est notée $x_{i;Z}$. En théorie toutes ces équations devraient conduire au même résultat, mais ce n'est pas le cas lorsque des mesures sont utilisées. En effet, l'application des équations 4-1 à 4-3 pour le lanthane donne :

$$P_{La} = 100 \frac{537,9 \times 199}{102,3 \times 1253,6} = 83,5\%$$

$$P_{La} = 100 \left(1 - \frac{96,7 \times 102,3}{102,3 \times 1253,6} \right) = 92,3\%$$

$$P_{La} = 100 \left(1 - \frac{96,7 \times 102,3}{96,7 \times 102,3 + 537,9 \times 199} \right) = 91,5\%$$

Pourtant, il ne peut y avoir qu'une valeur vraie. Laquelle doit-on utiliser pour évaluer le rendement en lixiviation pour la condition testée? Pour le néodyme les valeurs obtenues

sont 84,3%, 90,6% et 90,0%. Le choix de la valeur à utiliser pour l'analyse du procédé devient donc subjectif, ce qui conduit inmanquablement à des manques de rigueur scientifique. L'incohérence dans les résultats précédents est causée par les erreurs qui entachent les mesures de masse, volume et teneur utilisées dans les équations 4-1 à 4-3, erreurs qui font en sorte que le bilan de matière ne ferme pas, tel que discuté à la prochaine section. La problématique associée à l'obtention de trois valeurs estimées différentes pour une même variable (proportion mise en solution) n'est en fait observable que parce que les données sont *redondantes*, i.e. qu'il est possible d'estimer une variable non-mesurée de plus d'une façon à partir des mesures disponibles.

La plupart des auteurs qui rapportent des essais hydrométallurgiques utilisent seulement l'analyse des liquides pour calculer la proportion d'un élément mis en solution. En effet, l'analyse des solides est plus coûteuse et longue que celle d'un liquide, ce qui fait que les résidus sont rarement analysés et ne sont donc pas utilisés pour les calculs de performance des opérations hydrométallurgiques i.e. les données de ces chercheurs ne sont pas redondantes. Cette décision d'éviter la prise de mesures redondantes, comme la teneur des résidus, est justifiée par l'économie et leur permet d'éluder le problème des erreurs de mesure avec l'incertitude associée quant aux conclusions concernant les performances d'un procédé. Cependant cette incertitude est rarement rapportée par ces auteurs lors de l'interprétation des résultats. En effet, il peut y avoir un bénéfice indu à décider que 92,5% du lanthane passe en solution, alors que la vraie valeur est possiblement plus proche de 90%. Des méthodes existent pour traiter des problèmes de ce type. Ces méthodes ont été développées pour gérer les mesures redondantes récoltées dans les usines de traitement des minerais (Hodouin et Everell, 1980) et nous les avons adaptées pour le traitement de données provenant des procédés hydrométallurgiques. Ces méthodes sont dites de «*réconciliation de données*» et le principe de la méthode utilisée dans ces travaux est décrit dans les sections suivantes.

4.4.3 Conservation de la matière pendant la lixiviation

Contrairement au cas des procédés de traitement des minerais qui sont basés sur des moyens physiques (flottation, gravimétrie, séparation magnétique), les éléments chimiques lors d'un traitement hydrométallurgique peuvent changer de phase, i.e. passer d'une phase solide à une phase liquide ou l'inverse, ce qui impose de prendre en considération lors de l'écriture d'un bilan de matière les transferts de matière entre les différentes phases. Pour le procédé de lixiviation décrit à la section précédente le bilan de matière fait intervenir les phases solide et liquide selon :

$$M_{Alim}x_{i;Alim} - M_{Rés}x_{i;Rés} - V_{Lix}x_{i;Lix} = 0 \quad \text{Équation 4-4}$$

Les unités de masse, volume et concentrations doivent être cohérentes, ce qui est le cas ici avec des masses en g, des volumes en ml et des concentrations en ppm ou $\mu\text{g/g}$ ou $\mu\text{g/ml}$. Le bilan de matière pour le lanthane devient donc pour les mesures du tableau 4.9:

$$102,3 \times 1253,6 - 96,7 \times 102,3 - 537,9 \times 199,0 = 11\,295 \mu\text{g La}$$

qui montre un défaut de bilan de 0,011 g de La entre l'alimentation et les produits de la lixiviation, ce qui est considérable puisque l'alimentation contient 0,128 g de lanthane. Il y a par conséquent un défaut de bilan qui représente 9 % du lanthane traité. Le défaut de bilan est causé par les erreurs de mesure. Si le défaut de bilan, était nul, il n'y aurait pas d'incohérence entre les proportions de lanthane dissoutes calculées en utilisant les équations 4-1 à 4-3, puisque toutes les données seraient cohérentes du point de vue du bilan de matière. L'objectif de la réconciliation des données pour l'exemple du procédé de lixiviation est par conséquent de trouver des estimés des variables mesurées qui vérifient la conservation de la matière tout en s'approchant le plus possible des valeurs observées i.e. des mesures.

4.4.4 Principe de la méthode de réconciliation pour les données hydrométallurgiques

Le principe de la méthode de réconciliation consiste à trouver des estimés pour M, V et x, notés \widehat{M} , \widehat{V} et \widehat{x} tel que :

$$\widehat{M}_{Alim}\widehat{x}_{i;Alim} - \widehat{M}_{Rés}\widehat{x}_{i;Rés} - \widehat{V}_{Lix}\widehat{x}_{i;Lix} = 0 \quad \text{Équation 4-5}$$

Selon la formulation de l'équation précédente, le problème est fortement sous-défini. En effet, en posant des valeurs pour $\widehat{M}_{Alim}, \widehat{M}_{Rés}, \widehat{V}_{Lix}, \widehat{x}_{i,Rés}$ et $\widehat{x}_{i,Lix}$, il est possible de calculer :

$$\widehat{x}_{i,Alim} = \frac{\widehat{V}_{Lix}\widehat{x}_{i,Lix} + \widehat{M}_{Rés}\widehat{x}_{i,Rés}}{\widehat{M}_{Alim}} \quad \text{Équation 4-6}$$

Et ainsi s'assurer que la contrainte de bilan de matière de l'équation 4-5 soit vérifiée. Quelles que soient les valeurs choisies pour $\widehat{M}_{Alim}, \widehat{M}_{Rés}, \widehat{V}_{Lix}, \widehat{x}_{i,Rés}$ et $\widehat{x}_{i,Lix}$, il est possible de trouver une solution, mais celle-ci ne sera pas nécessairement cohérente avec les observations faites lors d'essais de laboratoire ou faites en usine. Autrement dit, cette méthode ne tient pas compte du fait que toutes les mesures contiennent une erreur.

Ce problème est résolu en forçant les valeurs des estimés à s'approcher de la mesure correspondante par l'intermédiaire de la minimisation du critère des moindres carrés pondérés suivant :

$$\begin{aligned} \text{Minimiser } J_{\text{par } \widehat{M}_{Alim}, \widehat{x}_{i,Alim}, \widehat{M}_{Rés}, \widehat{x}_{i,Rés}, \widehat{V}_{Lix}, \widehat{x}_{i,Lix}} \\ = \left(\frac{M_{Alim} - \widehat{M}_{Alim}}{\sigma_{M_{Alim}}} \right)^2 + \left(\frac{M_{Rés} - \widehat{M}_{Rés}}{\sigma_{M_{Rés}}} \right)^2 \\ + \left(\frac{V_{Lix} - \widehat{V}_{Lix}}{\sigma_{V_{Lix}}} \right)^2 + \left(\frac{x_{i,Lix} - \widehat{x}_{i,Lix}}{\sigma_{x_{i,Lix}}} \right)^2 \\ + \left(\frac{x_{i,Rés} - \widehat{x}_{i,Rés}}{\sigma_{x_{i,Rés}}} \right)^2 + \left(\frac{x_{i,Alim} - \widehat{x}_{i,Alim}}{\sigma_{x_{i,Alim}}} \right)^2 \end{aligned} \quad \text{Équation 4-7}$$

La pondération par l'inverse de l'écart-type des mesures (σ_Y) rend le critère adimensionnel, permettant ainsi de combiner des teneurs, masses et volumes dans la même équation. L'utilisation de l'écart-type s'appuie sur l'hypothèse qu'une mesure de la variable Y est le résultat d'une valeur vraie y^* et d'une erreur de mesure aléatoire, i.e. :

$$y = y^* + e_Y$$

Avec :

$$e_Y \sim N(0; \sigma_Y)$$

La valeur vraie y^* vérifie avec les autres valeurs vraies la conservation de la matière, et $N(0; \sigma_Y)$ désigne une variable gaussienne centrée et d'écart-type σ_Y . Ainsi la valeur vraie pour la variable Y devrait se trouver dans l'intervalle $[y \pm 3\sigma_Y]$ 99,7% du temps, à condition qu'aucune erreur systématique³ ou erreur grossière⁴ ne soit introduite par le processus de mesure. L'écart-type caractérise la reproductibilité du processus de mesure. Une valeur élevée pour l'écart-type implique une distribution large des mesures autour de la valeur vraie et vice-versa pour un écart-type de faible valeur qui caractérise un processus de mesure reproductible. La formulation du critère de l'équation 4-7 fait en sorte que l'estimé \hat{y} d'une mesure y reproductible, i.e. avec un écart-type faible, doive s'approcher de la mesure pour éviter une pénalité importante sur la valeur du critère. L'inverse est vrai pour une mesure avec un écart-type élevé permettant à l'estimé de s'éloigner de la mesure sans pénalité sur le critère. Le traitement de données par un processus de réconciliation de données tel que décrit ici produit des estimés correspondant à :

$$\hat{y} = y^* + e_{\hat{y}}$$

Avec :

$$e_{\hat{y}} \sim N(0; \sigma_{\hat{y}})$$

Et tel que (Flament *et al.*, 1986):

$$\sigma_{\hat{y}} \leq \sigma_Y$$

C'est-à-dire que les estimés de la réconciliation sont des estimés de la valeur vraie plus reproductibles que les mesures, ce qui justifie l'application de ce traitement de données aux résultats des essais hydrométallurgiques. De plus, il est possible de démontrer que les indices de performance comme un rendement ou une dissolution calculés avec les estimés de la réconciliation sont plus reproductibles que ceux calculés avec les mesures.

L'écart-type relatif est souvent utilisé dans ce mémoire pour caractériser la reproductibilité des mesures et correspond à:

$$\sigma_Y^R = 100 \frac{\sigma_Y}{y}$$

³ Une erreur systématique ou biais déplace systématiquement la mesure de la valeur vraie. Un biais résulte d'erreurs de calibration de l'instrument de mesure.

⁴ Une erreur grossière résulte d'une erreur de manipulation causant une perte de liquide ou de solide avant une mesure de masse ou de volume, ou encore une contamination avant analyses chimique.

L'écart-type relatif est aussi appelé «*modèle d'erreur*» dans les textes traitant de la réconciliation de données. Un écart-type relatif inférieur à 5% correspond à un processus de mesure très reproductible, alors qu'un écart-type relatif supérieur à 25% caractérise un processus de mesure peu reproductible, ou une mesure de mauvaise qualité dont l'estimé \hat{y} , peut s'éloigner sans pénalité importante sur le critère de l'équation 4-7.

L'écart-type d'une mesure peut être déterminé par répétition du processus de mesure et analyse statistique des résultats ou encore par une analyse subjective des erreurs associées à ce processus de mesure. Ainsi par exemple, une mesure de masse est connue avec une reproductibilité correspondant à la moitié de la plus petite graduation de la balance. La reproductibilité des mesures de teneur est déterminée par considération des erreurs d'échantillonnage et d'analyse de l'instrument. Ainsi l'erreur d'échantillonnage d'un solide particulière augmente avec la teneur de l'élément à doser qui diminue, mais diminue avec la teneur de cet élément qui augmente (Gy, 1999). L'erreur d'analyse augmente lorsque la teneur mesurée s'approche de la limite supérieure de détection de l'instrument d'analyse⁵. Ainsi, à cause de ces deux sources d'erreur, les mesures de teneur d'éléments en faible concentration, comme le lutécium, recevront des écart-types relatifs supérieurs à ceux attribués aux mesures de concentration d'éléments en plus forte concentration comme le cérium ou le lanthane. Il est important de noter que la réconciliation des données ne corrige pas les biais de mesure ou les erreurs grossières, mais peut permettre d'en suspecter la présence sur certaines mesures.

4.4.5 Solution au problème de réconciliation des données

Il y a au moins deux façons de solutionner le problème de la minimisation du critère de l'équation 4-7 sous la contrainte de l'équation 4-5. La première est complètement numérique et est exigeante en effort de calcul alors que la seconde combine une résolution numérique avec une solution analytique.

⁵ *D'autres facteurs comme des interférences entre éléments analysés ou des courbes de calibration peu reproductibles peuvent contribuer à l'erreur d'analyse.*

4.4.5.1 Méthode numérique

Cette méthode est la plus simple à mettre en œuvre et s'appuie sur un algorithme d'optimisation non-linéaire comme la méthode de Newton-Raphson ou celle de Powell (Powell, 1964). Le «*solveur*», qui est un algorithme Newton-Raphson, est incorporé dans une macro conviviale de Excel Microsoft et est utilisé ici pour solutionner le problème de la réconciliation des donnés. Les variables à rechercher par l'algorithme sont :

$$\hat{M}_{Alim}, \hat{M}_{R\acute{e}s}, \hat{x}_{i;R\acute{e}s}, \hat{V}_{Lix}, \hat{x}_{i;Lix}$$

Pour chaque ensemble d'estimés, la teneur d'alimentation ($\hat{x}_{i;Alim}$) est calculée avec l'équation 4-6, puis tous les estimés sont utilisés pour calculer le critère de l'équation 4-7. Les valeurs des estimés qui minimisent le critère de réconciliation correspondent à la solution du problème de réconciliation. La figure 4.6 reproduit le tableur utilisé pour la réconciliation des données avec le critère et les variables à rechercher par le *solveur*. Les teneurs d'alimentation ($\hat{x}_{i;Alim}$) calculées y sont présentées en orange.

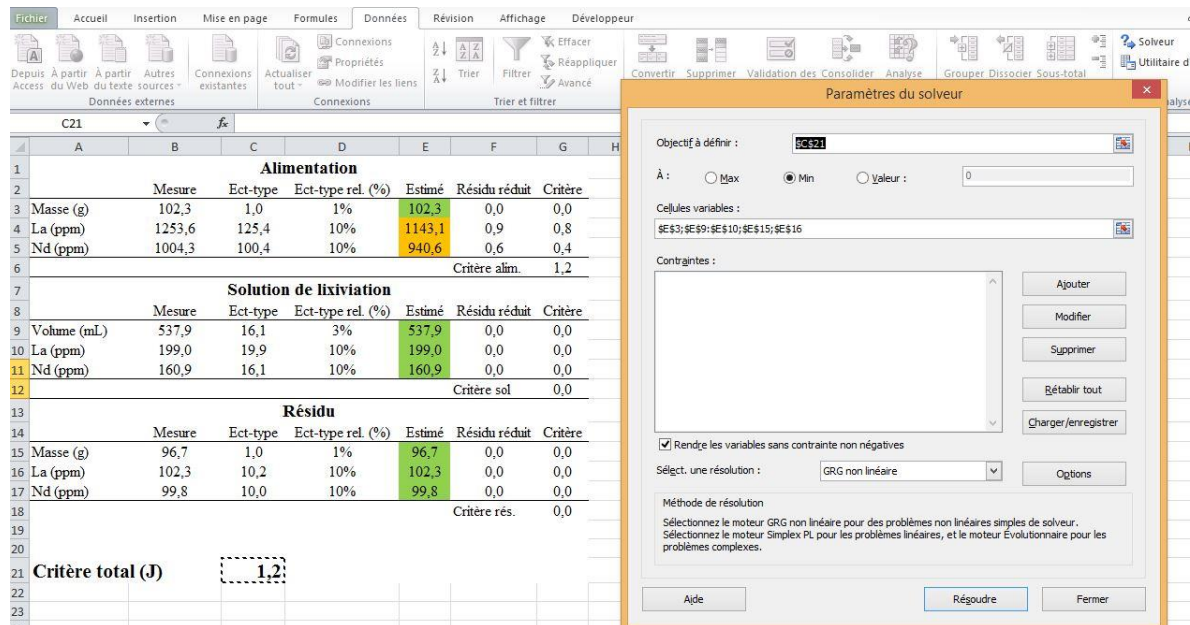


Figure 4.6: Interface du programme pour la réconciliation des données provenant des essais de lixiviation

Le résidu réduit à la colonne F du tableau de la figure 4.6 correspond à :

$$R_y = \left| \frac{y - \hat{y}}{\sigma_y} \right|$$

Et le critère de réconciliation (colonne G, figure 4.6) pour une mesure y, est :

$$J_y = R_y^2 \quad \text{Équation 4-8}$$

Le critère total est la somme des J_y de toutes les mesures et correspond au critère de réconciliation de l'équation 4-7. Sa valeur est de 1,2 pour les estimés de départ utilisés, qui sont présentés en vert et orange à la figure 4.6. La cellule la contenant est désignée comme *Objectif à définir* et les estimés à rechercher par le solveur sont désignés comme *Cellules variables* dans la fenêtre de la macro *Solveur* à la figure 4.6.

La solution au problème obtenue en demandant la résolution (bouton résoudre, voir figure 4.6) du problème par l'algorithme d'optimisation. Le résultat est montré à la figure 4.7. Le critère de réconciliation passe de 1,2 à 0,8 pour les valeurs trouvées pour les estimés fournies à la figure 4.7. Les dissolutions du La et du Nd calculées avec les estimés de la réconciliation ne changent pas, quelle que soit l'équation (équations 4-1 à 4-3) utilisée pour le calcul. Ainsi la dissolution du Lanthane est de 91,9 % et celle du néodyme 90,0 %. Tel qu'indiqué plus tôt, ces estimés de dissolution sont plus reproductibles que ceux obtenus avec les mesures (Flament *et al.*, 1986).

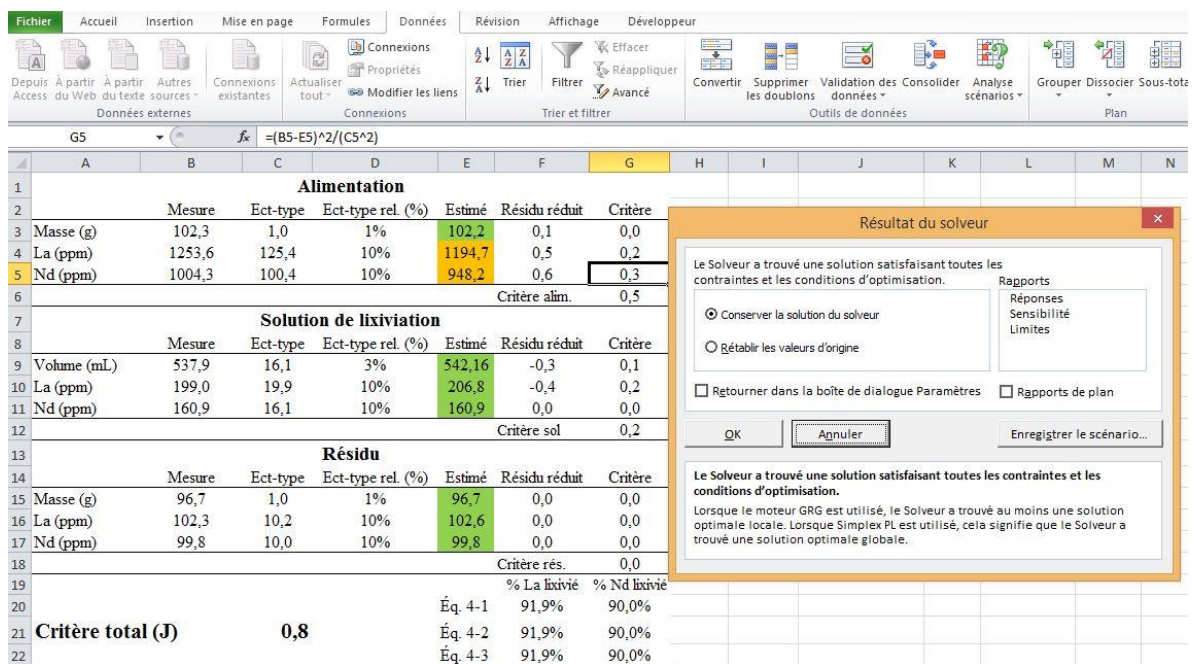


Figure 4.7: Solution au problème du bilan de matière de la figure 4.6

Une étape importante du processus d'analyse des résultats de la solution d'un problème de réconciliation des données consiste à comparer les mesures et les estimés afin de tenter de

mettre en évidence la présence de mesures douteuses. Cette opération est illustrée au tableau cb4 où l'ajustement à une mesure correspond à :

$$a_y = |y - \hat{y}|$$

L'ajustement relatif est donné par $100 \frac{a_y}{y}$. Lorsque l'ajustement est inférieur à l'écart-type de la mesure, cela implique que l'estimé de la mesure est à l'intérieur de la plage $y \pm \sigma_y$, ce qui ne permet pas de suspecter la présence d'une erreur grossière sur la mesure. Il est aussi possible d'utiliser la contribution de l'ajustement d'une mesure au critère total pour identifier les mesures douteuses. La contribution au critère correspond à $100 \frac{J_y}{J_{Tot}}$ avec J_y donné par l'équation 4-8. Le problème de réconciliation considéré dans cette section compte 9 mesures. Idéalement l'ajustement à une mesure ne devrait pas contribuer à plus de $100/9=11,1\%$ du critère total si les mesures sont de bonne qualité et que les modèles d'erreur sont bien choisis. Pour l'essai 12 considéré ici, il semble que l'ajustement de la teneur du Nd dans l'alimentation contribue de façon suspecte au critère total avec une contribution de 41%. Il serait peut-être prématuré à ce stade de l'analyse, de modifier le modèle d'erreur du lanthane dans le lixiviat, toutefois si ce comportement est systématiquement observé lors de la réconciliation des données des autres essais de lixiviation pour le minerai de Soutex, alors il pourrait s'avérer justifié de réviser le modèle d'erreur pour la teneur du lanthane dans la solution de lixiviation. Un ajustement au modèle d'erreur d'une mesure implique de reprendre la réconciliation des données avec le nouveau modèle d'erreur.

Tableau 4.10: Comparaison entre les mesures et les estimés du problème de bilan de matière pour l'essai de lixiviation 12

	Mesure	Estimé	Ect-type	Ajustement	% Ajustement	% Critère
Masse alimentation (g)	102,3	102,2	1,0	0,1	0,1%	1%
Masse résidus (g)	96,7	96,7	1,0	0,0	0,0%	0%
Volume lixiviat (mL)	537,9	542,16	16,1	4,3	0,8%	9%
La alimentation (ppm)	1253,6	1194,7	125,4	58,9	4,7%	29%
La lixiviat (ppm)	199,0	206,8	19,9	7,9	4,0%	20%
La résidus (ppm)	102,3	102,6	10,2	0,4	0,4%	0%
Nd alimentation (ppm)	1004,3	948,2	100,4	56,1	5,6%	41%
Nd lixiviat (ppm)	160,9	160,9	16,1	0,0	0,0%	0%
Nd résidus (ppm)	99,8	99,8	10,0	0,0	0,0%	0%

4.4.5.2 Méthode hiérarchique (méthode Bilmat)

La méthode précédente recherche un nombre maximal de variables ce qui augmente les risques de trouver une solution sur un minimum local, i.e une solution sous-optimale. La méthode hiérarchique, décrite ici, permet de réduire le nombre de variables à rechercher numériquement et ainsi de maximiser les chances de trouver la solution optimale. Cette méthode s'appuie aussi sur un algorithme d'optimisation non-linéaire pour rechercher un nombre réduit de variables. Les variables à rechercher sont choisies de façon à rendre la contrainte de bilan de matière linéaire, i.e. qu'il n'y ait pas de produit d'inconnus comme :

$$\widehat{M}_{Alim}\widehat{x}_{i;Alim} \text{ ou } \widehat{M}_{Rés}\widehat{x}_{i;Rés} \text{ ou } \widehat{V}_{Lix}\widehat{x}_{i;Lix}$$

En effet, en utilisant l'algorithme d'optimisation pour rechercher \widehat{M}_{Alim} , $\widehat{M}_{Rés}$ et \widehat{V}_{Lix} , la contrainte de bilan de matière devient linéaire et il est possible d'estimer $\widehat{x}_{i;Alim}$, $\widehat{x}_{i;Rés}$ et $\widehat{x}_{i;Lix}$ de façon analytique en utilisant :

$$\widehat{x}_{i;Alim} = x_{i;Alim} - \lambda_i(\widehat{M}_{Alim}\sigma_{x_{i;Alim}}^2) \quad \text{Équation 4-9}$$

$$\widehat{x}_{i;Lix} = x_{i;Lix} + \lambda_i(\widehat{V}_{Lix}\sigma_{x_{i;Lix}}^2) \quad \text{Équation 4-10}$$

$$\widehat{x}_{i;Rés} = x_{i;Rés} + \lambda_i(\widehat{M}_{Rés}\sigma_{x_{i;Rés}}^2) \quad \text{Équation 4-11}$$

Avec :

$$\lambda_i = \frac{\widehat{M}_{Alim}x_{i;Alim} - \widehat{V}_{Lix}x_{i;Lix} - \widehat{M}_{Rés}x_{i;Rés}}{\widehat{M}_{Alim}^2\sigma_{x_{i;Alim}}^2 + \widehat{V}_{Lix}^2\sigma_{x_{i;Lix}}^2 + \widehat{M}_{Rés}^2\sigma_{x_{i;Rés}}^2} \quad \text{Équation 4-12}$$

Hodouin et Everell (1980) présentent la théorie derrière la dérivation de ces équations, qui implique la formulation du lagrangien du système critère de réconciliation - contrainte de bilan de matière. Un schéma algorithmique de la procédure est montré à la figure 4.8. Les résultats des calculs sont les mêmes que pour la méthode complètement numérique de la section 4.4.5.1. La procédure hiérarchique devient avantageuse à utiliser dans le cas où de nombreux éléments chimiques ont été analysés et doivent être inclus dans le processus de réconciliation de données. En effet, si 13 éléments sont analysés chimiquement comme c'est le cas pour les essais de ce mémoire, le nombre de variables à rechercher par l'algorithme d'optimisation non-linéaire est de 29 avec l'approche complètement numérique (section 4.4.5.1) alors qu'il est de 3 avec l'approche hiérarchique.

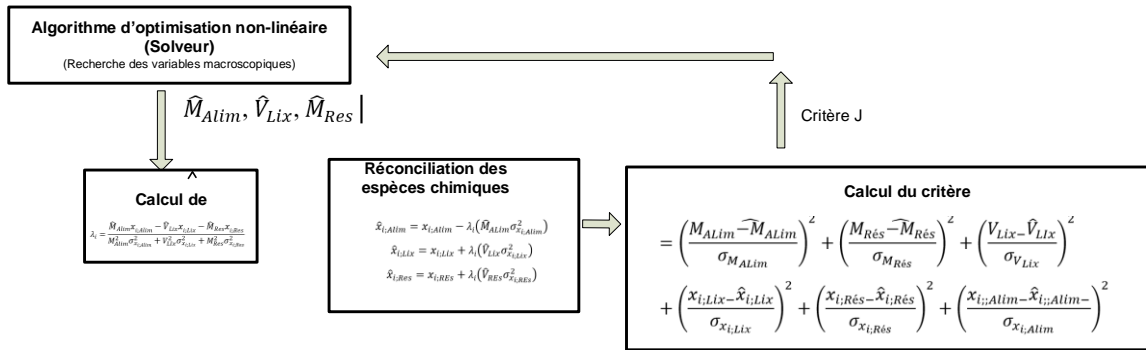


Figure 4.8: Procédure hiérarchique pour la réconciliation des données des essais de lixiviation avec deux éléments analysés

Les calculs débutent avec des valeurs de départ pour \hat{M}_{Alim} , \hat{M}_{Res} et \hat{V}_{Lix} . Ces valeurs sont fournies à l'algorithme d'optimisation et permettent de calculer les teneurs ajustées de tous les éléments analysés en utilisant les équations 4-9 à 4-12. Le critère de réconciliation est calculé une fois tous les estimés disponibles et celui-ci est renvoyé à l'algorithme d'optimisation qui utilise cette valeur pour réviser les estimés de \hat{M}_{Alim} , \hat{M}_{Res} , \hat{V}_{Lix} et le cycle est repris jusqu'à ce que les valeurs de \hat{M}_{Alim} , \hat{M}_{Res} , \hat{V}_{Lix} qui minimisent le critère soient trouvées (voir figure 4.8).

Les résultats de la mise en solution des TR par traitement acide du minerai tout-venant simplement concassé ou broyé sont discutés ici et ont fait l'objet d'une publication de l'auteur (J.-F. Boulanger, Bazin, Turgeon, *et al.*, 2016). Les données de tous les essais ont été réconciliées par la méthode décrite plus tôt. Le tableau 4.11 expose les écarts-types relatifs et absolus utilisés pour chacune des données et le tableau 4.12 montre un exemple de réconciliation des données de lixiviation. Les écarts-types utilisés diffèrent parfois de ceux du tableau 4.11 dans des cas particuliers en raison d'erreurs connues d'échantillonnage, de mesure ou d'analyse.

Tableau 4.11 : Écarts-types accordés à chaque donnée pour la réconciliation

Composante	Erreur relative	Erreur absolue
Teneurs TR, Th et U (ppm)	15 %	-
Masse de départ (g)	-	0,1
Masse finale (g)	-	0,5
Volume final (mL)	-	15

Tableau 4.12 : Données brutes et réconciliées pour l'essai de mise en solution 12

	Alimentation			Lixiviat			Résidu de lixiviation			% en solution
	Mesure	Estimé	Résidu*	Mesure	Estimé	Résidu*	Mesure	Estimé	Résidu*	%
Masse (g)	102,3	102,3	0,02	-	-	-	96,7	96,7	0	5,4%
Volume (mL)	-	-	-	527,90	534,8	-0,5	-	-	-	
La (ppm)	1253,6	1179,6	0,4	199,0	208,7	-0,3	92,8	93,2	0,0	95,1%
Ce (ppm)	2719,8	2652,2	0,2	461,8	472,0	-0,1	194,0	194,3	0,0	96,9%
Pr (ppm)	291,3	262,6	0,7	42,6	45,8	-0,5	24,0	24,2	-0,1	93,5%
Nd (ppm)	1004,3	959,1	0,3	160,9	167,0	-0,3	90,5	90,9	0,0	92,2%
Sm (ppm)	153,1	145,0	0,4	23,1	24,1	-0,3	20,1	20,2	0,0	87,2%
Eu (ppm)	11,5	10,7	0,4	1,3	1,4	-0,3	3,6	3,6	-0,1	67,7%
Gd (ppm)	118,9	110,9	0,5	16,5	17,3	-0,3	21,4	21,7	-0,1	79,8%
Tb (ppm)	11,8	11,9	-0,1	1,7	1,7	0,1	3,4	3,4	0,0	68,7%
Dy (ppm)	63,5	61,0	0,3	8,1	8,4	-0,2	18,2	18,3	-0,1	61,6%
Ho (ppm)	10,6	9,6	0,6	1,1	1,2	-0,3	3,4	3,5	-0,2	57,1%
Er (ppm)	26,5	25,5	0,3	3,1	3,2	-0,2	9,3	9,4	-0,1	54,9%
Tm (ppm)	3,0	3,0	0,0	0,3	0,3	0,0	1,4	1,4	0,0	45,4%
Yb (ppm)	16,6	16,3	0,1	1,9	1,9	-0,1	6,5	6,5	0,0	51,4%
Lu (ppm)	2,2	2,2	0,1	0,2	0,2	0,0	1,2	1,2	0,0	42,4%
Th (ppm)	304,6	311,0	-0,1	46,5	45,8	0,1	76,2	75,8	0,0	87,5%
U (ppm)	3,9	4,3	-0,7	0,6	0,6	0,5	1,5	1,5	0,2	72,4%

* Résidu réduit = (Mesure - Estimé) / Écart-type de mesure

L'ajustement sur les teneurs d'alimentation est presque exclusivement fait à la baisse, alors que celui sur les teneurs du lixiviat est beaucoup plus souvent à la hausse. Certaines causes d'erreur sont identifiées : la perte de lixiviat et de solide associée au prélèvement d'échantillons pour les analyses durant l'expérience, ainsi qu'un problème d'échantillonnage de l'alimentation qui est seulement concassée et dont une seule analyse est utilisée pour toutes les réconciliations. Il est recommandé de modifier le protocole expérimental pour éviter les biais en mesurant les volumes et masses prélevés lors des échantillonnages intra-expérimentaux et en effectuant une nouvelle analyse sur le lot servant à réaliser les expériences. Les résultats ci-dessus permettent de dire que la conservation de la matière est généralement respectée et qu'une incertitude de 10 % sur les teneurs mesurées est acceptable. Les observations faites ci-dessous sont donc valides, bien que la précision des valeurs d'extraction puisse être améliorée. Le travail de réconciliation permet de :

- Valider la qualité des mesures;
- Valider les modèles d'erreur;
- Confirmer la nécessité de procéder à plusieurs mesures de la composition de l'alimentation plutôt qu'à une seule analyse qui est utilisée pour tous les essais. Une répétition des analyses du lot de minerai lixivié est d'autant plus justifiée que le

minerai grossier et que l'erreur d'échantillonnage peut être importante sur les teneurs des éléments de terres rares qui sont en général en faible concentration dans le minerai.

4.4.6 Résultats des essais de lixiviation

Les conditions et les résultats réconciliés des autres essais de lixiviation sont résumés dans le tableau 4.13, alors que les données expérimentales brutes et réconciliées sont présentées à l'Annexe B. Tous les essais sont réalisés sur du matériel concassé dont la taille maximale est de 1700 µm, à l'exception des essais 1 et 18, réalisés sur des particules broyées plus petites que 300 µm. Les essais 12 et suivants ont été effectués sans cuisson acide, en raison des résultats satisfaisants obtenus par lixiviation atmosphérique seule. Les proportions lixiviées pour les TR légères et SEG ($R_{Légères + SEG}$) ainsi que celles pour les TR lourdes ($R_{Lourdes}$) sont calculées, à partir des données réconciliées selon l'équation 4-13 Équation 4-13 et l'équation 4-14, respectivement.

$$R_{Légères+SEG} = \frac{V_{Lix} \cdot \sum([La]_{aq}, [Ce]_{aq}, [Pr]_{aq}, [Nd]_{aq}, [Sm]_{aq}, [Eu]_{aq}, [Gd]_{aq})}{M \cdot \sum([La]_s, [Ce]_s, [Pr]_s, [Nd]_s, [Sm]_s, [Eu]_s, [Gd]_s)} \quad \text{Équation 4-13}$$

$$R_{Lourdes} = \frac{V_{Lix} \cdot \sum([Tb]_{aq}, [Dy]_{aq}, [Ho]_{aq}, [Er]_{aq}, [Tm]_{aq}, [Yb]_{aq}, [Lu]_{aq})}{M \cdot \sum([Tb]_s, [Dy]_s, [Ho]_s, [Er]_s, [Tm]_s, [Yb]_s, [Lu]_s)} \quad \text{Équation 4-14}$$

Tableau 4.13: Résultats des essais de lixiviation du minerai Soutex-2 (données réconciliées)

No	H ₂ SO ₄	Cuisson acide		Lixiviation atmosphérique			Proportion lixiviée				
	(kg/t)	Durée (h)	Temp. (°C)	% solides (% m/m)	Durée (h)	Temp. (°C)	Masse (%)	Légères + SEG (%)	TR lourdes (%)	Th (%)	U (%)
1	800	4	200	22,3	23	25	7,1 %	86,6 %	76,9 %	94 %	77 %
2	200	5	200	17,9	24	60	6,3 %	83,1 %	45,8 %	96 %	67 %
3	500	4	200	19,9	21	25	5,2 %	76,0 %	47,5 %	96 %	70 %
4	200	4	250	16,0	1	25	2,0 %	52,5 %	30,7 %	72 %	49 %
5	200	2	250	15,6	1	25	1,5 %	53,4 %	30,3 %	74 %	50 %
6	500	3,5	200	14,9	24	80	4,7 %	75,8 %	66,5 %	87 %	81 %
7	100	3	200	15,8	96	80	4,4 %	89,1 %	55,1 %	70 %	56 %
8	200	3	200	15,8	47	85	6,6 %	91,3 %	62,1 %	75 %	56 %
10	50	2,75	200	16,3	25	85	5,5 %	70,3 %	31,4 %	59 %	56 %
11	100	2	200	15,8	24	85	5,6 %	81,2 %	35,3 %	88 %	84 %
12	200	-	-	16,0	45	85	7,4 %	87,8 %	67,4 %	80 %	71 %
13	200	-	-	15,5	28	85	5,9 %	83,7 %	48,7 %	74 %	61 %
14	200	-	-	15,6	46	25	4,2 %	73,8 %	37,5 %	72 %	50 %
15	200	-	-	15,6	28	85	4,6 %	83,2 %	46,1 %	92 %	76 %
16	200	-	-	16,3	24	85	4,9 %	80,3 %	38,0 %	94 %	61 %
18	200	-	-	15,6	24	85	4,6 %	79,9 %	47,3 %	89 %	64 %

Les pertes de masse sont généralement près de 5 %. Sous l'hypothèse d'une re-précipitation faible, ceci indique une bonne sélectivité du traitement acide, puisque la majorité des minéraux ne sont pas attaqués. En considérant que les minéraux de TR représentent 2,5 % de la masse (voir 4.2.2), il est possible de dire que près de la moitié de la masse perdue est composée de minéraux de TR. Il s'en suit que l'obtention d'un concentré avant l'opération de lixiviation sur un tel minerai n'aurait probablement pas d'effet majeur sur la consommation d'acide, déjà faible.

La proportion de TR lourdes mise en solution est systématiquement moins élevée que celle de TR légères. Ceci indique la présence d'une phase plus difficile à lixivier contenant les TR lourdes. Une première cause possible de ceci pourrait être un niveau de libération plus faible pour les minéraux porteurs de TR lourdes. Cette tendance est similaire à celle observée dans le cadre des projets canadiens Nechalacho, Foxtrot et Strange Lake (Bradley *et al.*, 2014; Dreisinger *et al.*, 2014; Gowans *et al.*, 2014), bien que dans ces cas, la diminution est habituellement de 10 % de récupération entre les TR légères et les lourdes.

4.4.6.1 Effet de la cuisson acide vis-à-vis de la lixiviation atmosphérique

Un premier point se dégageant des résultats ci-dessus est que la cuisson acide n'est pas nécessaire pour la lixiviation de l'allanite du minerai Soutex-2. Les résultats des essais 12 à 18, effectués sans cuisson acide, montrent des proportions de TR légères et SEG lixiviées entre 74 et 88 % ce qui n'aurait pas été possible sans lixivier l'allanite qui contient plus de 60 % des TR présentes (voir 4.2.2).

Les essais 8 et 12 permettent de comparer la lixiviation atmosphérique avec et sans cuisson acide, puisque les autres conditions (dosage d'acide, température et durée de lixiviation) sont très proches pour ces deux essais. Les résultats pour chaque élément sont présentés à la figure 4.9. La cuisson acide permet d'atteindre une proportion plus élevée de TR légères et SEG extraites. Les deux approches donnent des résultats similaires pour les TR lourdes.

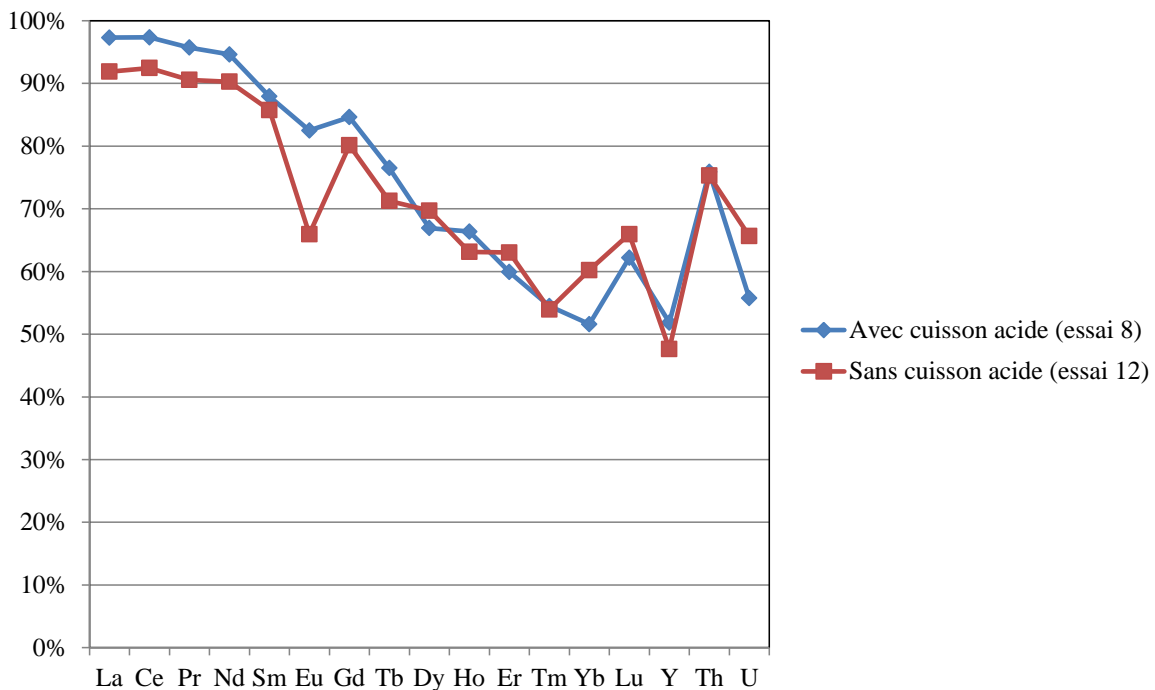


Figure 4.9: Effet de la cuisson acide sur la mise en solution des TR (200 kg H₂SO₄/tonne, matériel concassé à 100% passant 1700 µm)

Les résultats permettent aussi de calculer quelle portion de la valeur présente dans l'échantillon est récupérée lors de cette opération. Pour ce faire, il suffit de multiplier les valeurs présentes à la dernière colonne du Tableau 4.1 par les proportions lixiviées

présentées ci-dessous. Ce calcul révèle que l'essai 8 permet de faire passer la plus grande valeur en solution, soit l'équivalent de 97,15\$ sur les 112,17\$ présents dans une tonne de minerai ou 87% de la valeur. Les 13 % restants se retrouvent dans le résidu solide de lixiviation.

4.4.6.2 Effet des facteurs sur la lixiviation atmosphérique

Aux conditions testées, une température élevée accélère la réaction de lixiviation et mène à une plus grande extraction après un temps donné, tel que démontré par les résultats des essais 12 et 14, comparés à la figure 4.10. La différence dans les durées de lixiviation atmosphérique est considérée négligeable (45 heures pour l'expérience 12 contre 46 heures pour l'expérience 14).

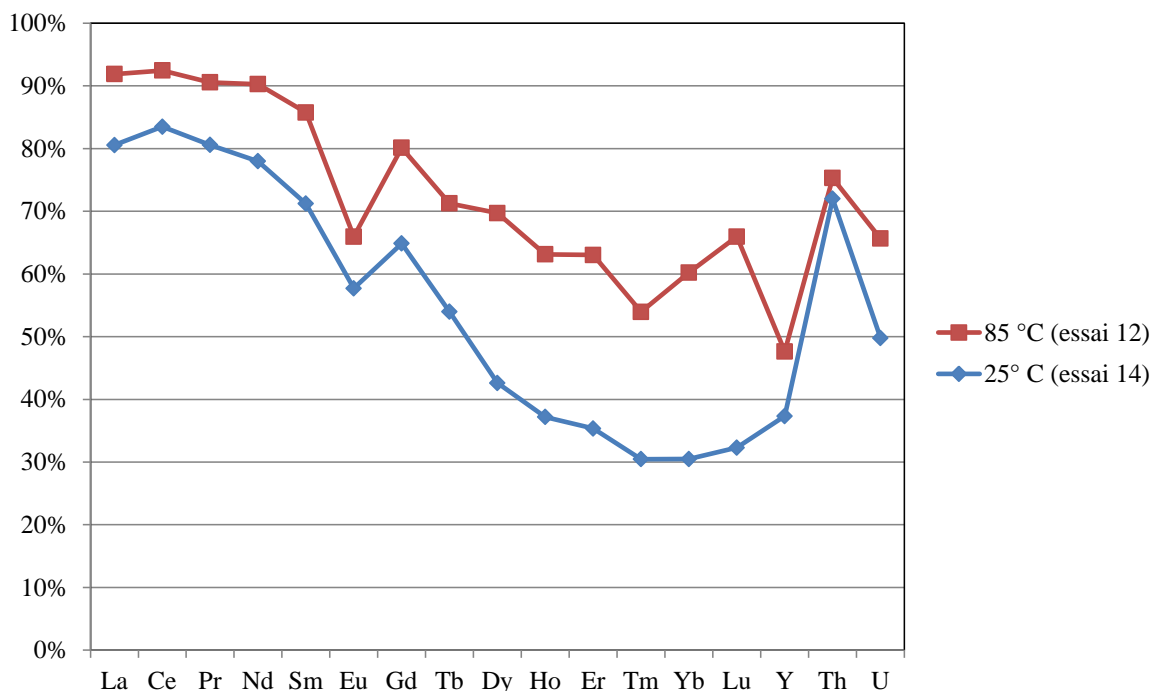


Figure 4.10: Effet de la température de la lixiviation atmosphérique sur la mise en solution des TR après 45 heures (200 kg H₂SO₄/tonne, matériel concassé à 100% passant 1700 µm)

Les essais 10, 11 et 12 démontrent l'effet de la quantité d'acide ajoutée. L'effet de la cuisson acide, utilisée seulement pour les essais 10 et 11, est ici négligé. Les résultats obtenus avec trois dosages d'acide différents sont présentés à la figure 4.11. Une

augmentation de la concentration d'acide mène à une extraction plus élevée, bien que l'augmentation soit minimale après 100 kg/t pour les TR légères.

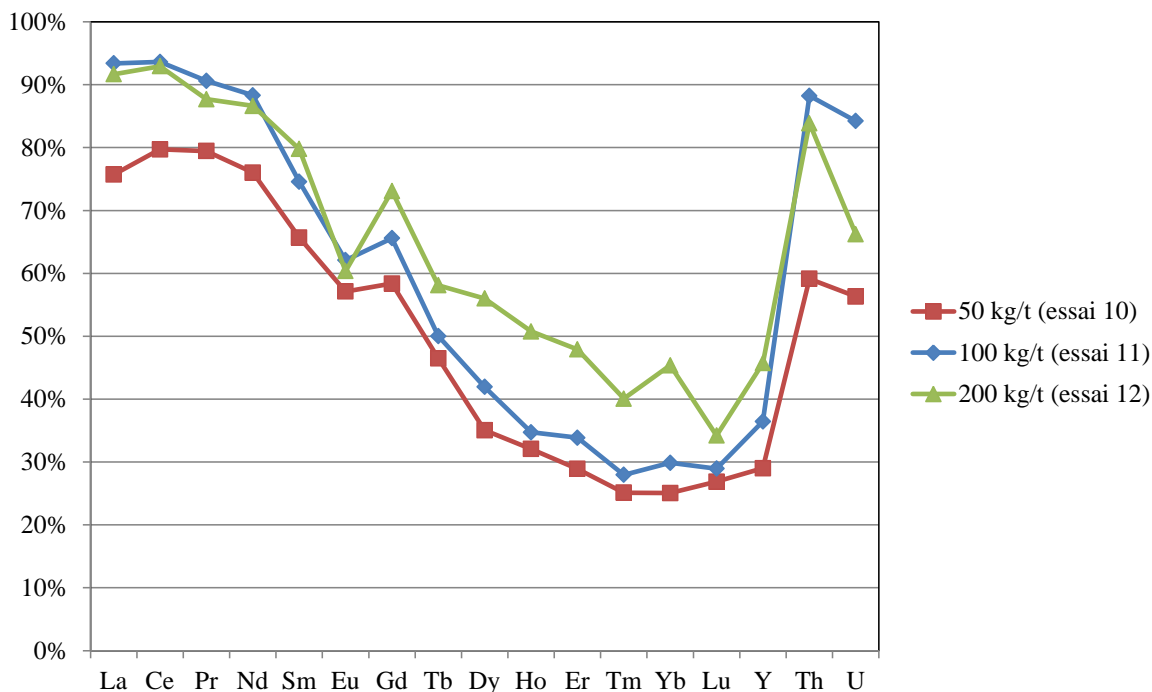


Figure 4.11: Effet du dosage de H₂SO₄ sur la mise en solution des TR après 24 heures de lixiviation atmosphérique (85°C, matériel concassé à 100% passant 1700 µm)

L'essai 18 est réalisé aux mêmes conditions que l'essai 16 mais sur du matériel broyé à 100% passant 300 µm, ce qui permet d'observer l'effet de la taille des particules. La figure 4.12 présente les résultats obtenus. La proportion de TR lourdes mise en solution est supérieure pour le matériel broyé. Un tel résultat peut s'expliquer par la présence d'un minéral riche en TR lourdes plus finement disséminé que celui riche en TR légères, donc plus difficile à libérer.

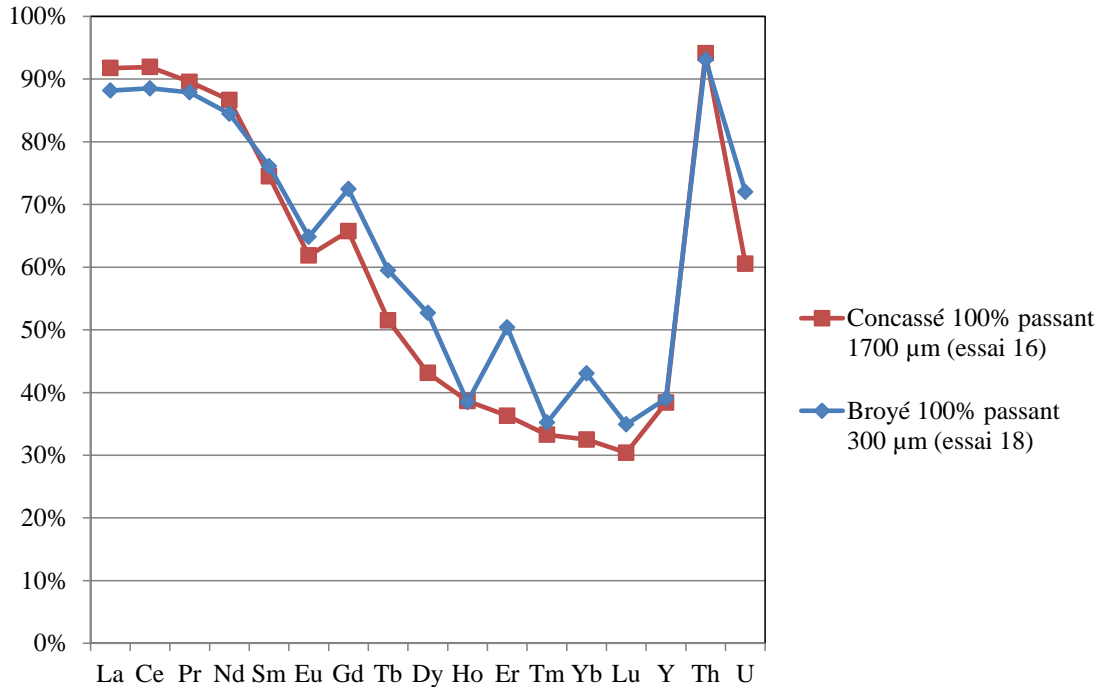


Figure 4.12: Effet de la taille des particules sur la mise en solution des TR après 24 heures de lixiviation atmosphérique (200 kg H₂SO₄/tonne, lixiviation atmosphérique à 85 °C)

4.4.6.3 Cinétique de la lixiviation atmosphérique

Durant l'essai 16, des échantillons ont été prélevés à chaque heure afin de pouvoir suivre la progression de la lixiviation pour les différentes TR, et de tenter d'établir un modèle cinétique de réaction. La figure 4.13 permet de voir le profil de mise en solution du La et du Dy qui représentent les TR légères et lourdes respectivement. Les courbes des autres éléments sont présentées à l'Annexe B. L'extraction des SEG se trouve entre les deux courbes présentées, alors que les éléments de numéro atomique supérieur au Dy (Ho, Er, Tm, Yb, Lu) ont des courbes sous le Dy.

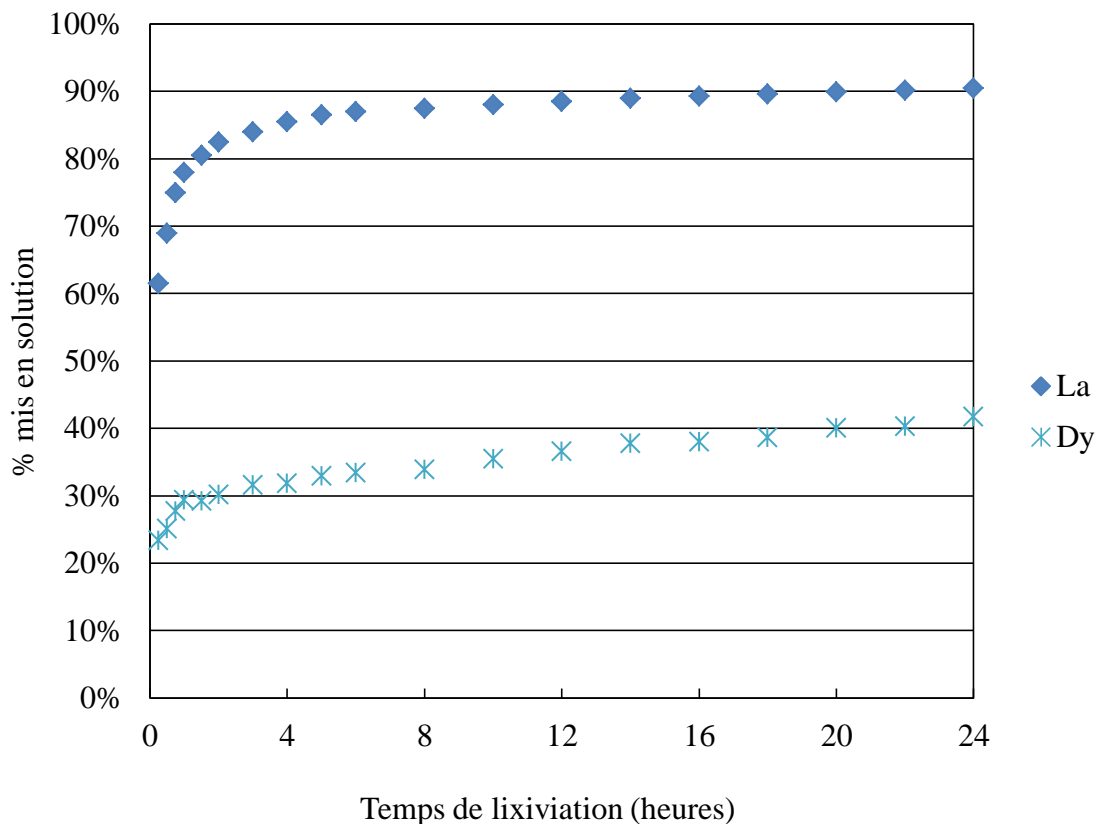


Figure 4.13 : Mise en solution du La et du Dy durant l'essai 16

Alors que près de 80 % du La est lixivié dans la première heure, seulement 30 % du Dy passe en solution dans la même période. À partir des données recueillies, il est possible d'élaborer un modèle cinétique permettant de prédire l'extraction d'un élément en fonction du temps, aux conditions utilisées. Pour le cérium, un tel modèle serait représenté par :

$$\widehat{R}_{Ce}(t) = R_{\infty, Ce} [1 - e^{(-k_{Ce}t)}] \quad \text{Équation 4-15}$$

Où $\widehat{R}_{Ce}(t)$ est l'extraction du cérium après un temps t , $R_{\infty, Ce}$ est l'extraction du cérium après un temps infini et k_{Ce} est la constante cinétique quantifiant la vitesse d'extraction. Un algorithme d'optimisation non-linéaire (module Solver de Excel®) est utilisé pour calibrer les valeurs de $R_{\infty, Ce}$ et k_{Ce} qui minimisent un critère J constitué de la somme des écarts au carré entre les taux de lixiviation mesurés $R_{Ce}(t)$ et ceux donnés par le modèle $\widehat{R}_{Ce}(t)$.

$$J = \sum (R_{Ce}(t) - \widehat{R_{Ce}}(t))^2 \quad \text{Équation 4-16}$$

Les valeurs calibrées obtenues sont :

$$R_{\infty, Ce} = 87,2\%$$

$$k_{Ce} = 4,518 \text{ h}^{-1}$$

Le modèle obtenu par cette approche est comparé aux données brutes à la figure 4.14. Le modèle surestime l'extraction au début de la lixiviation et la sous-estime après 5 heures.

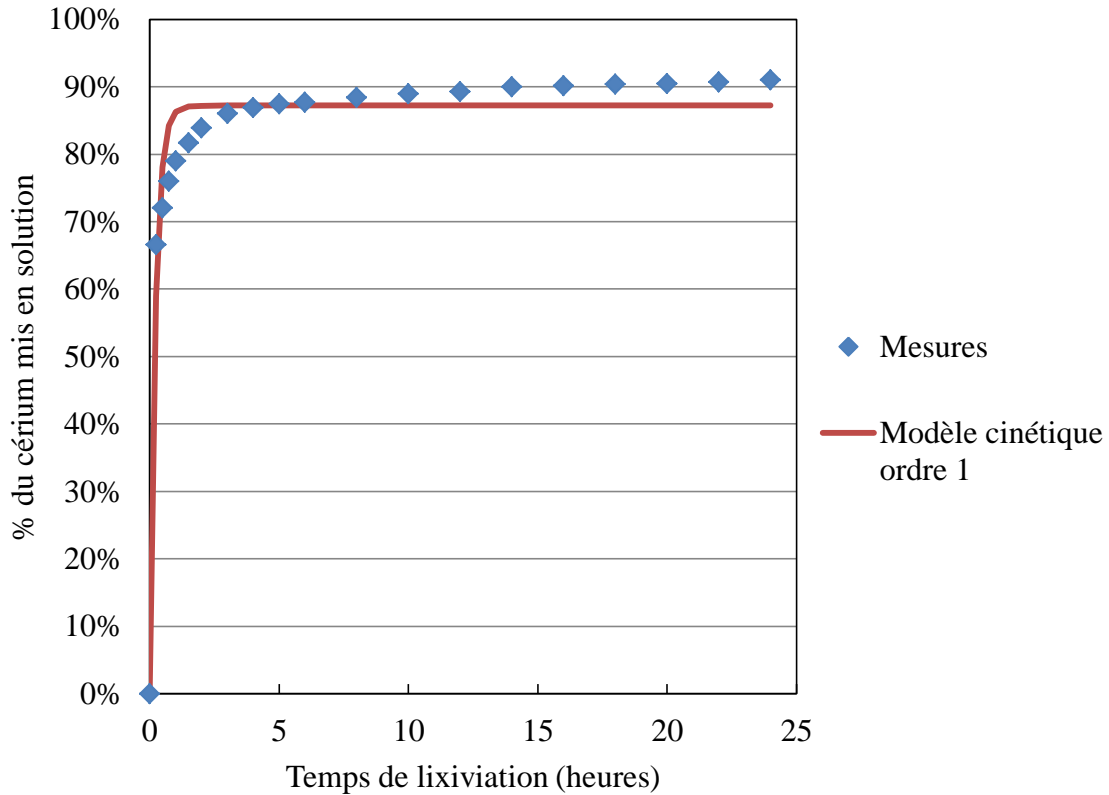


Figure 4.14: Modèle cinétique d'ordre 1 de la mise en solution du cérium

Un autre modèle est proposé pour essayer de mieux représenter la cinétique de la réaction. Ce modèle tient compte de la présence de plusieurs minéraux porteurs de Ce, ayant chacun leur propre cinétique de lixiviation d'ordre 1. Un tel modèle 1 est représenté par :

$$\widehat{R_{Ce}}(t) = R_{\infty, Ce} [1 - d_a \cdot e^{(-k_A t)} - d_b \cdot e^{(-k_B t)} - d_c \cdot e^{(-k_C t)}] \quad \text{Équation 4-17}$$

où :

- R_{Ce} est la fraction du cérium lixivié après un temps t .
- $R_{\infty, Ce}$ est la fraction du cérium lixivié après un temps infini.

- d_a , d_b et d_c sont les distributions des TR dans chaque minéral présent dans le minerai (allanite, bastnaesite et monazite). Les valeurs présentées dans la dernière colonne du
- tableau 4.7 sont utilisées et considérées égales au Ce, la TR la plus abondante.
- k_A , k_B et k_C sont les constantes cinétiques de lixiviation estimées, en h^{-1} , pour chaque minéral.
- t est le temps de lixiviation en heures.

Un modèle à deux minéraux et un modèle à trois minéraux sont présentés. Les paramètres obtenus pour les deux modèles et les critères correspondants sont présentés au tableau 4.14. Les modèles obtenus en utilisant deux minéraux et trois minéraux sont comparés aux mesures à la figure 4.15. Le modèle à trois minéraux représente mieux la cinétique de la mise en solution. Ceci découle notamment du fait que la mise en solution se poursuit à travers trois ordres de grandeur de temps, soit de moins de 0,5 à plus de 50 heures. L'existence de trois régimes de lixiviation, un rapide, un intermédiaire et un lent, pourrait également expliquer l'adéquation du modèle. Bien que les propriétés des minéraux impliqués puissent expliquer ce comportement, d'autres facteurs tels que la libération, la taille et la forme des particules peuvent également y contribuer.

L'ajout au modèle d'un paramètre de mise en solution ultime R_∞ apparaît nécessaire, puisque sans ce facteur, la mise en solution est encore surestimée au début et sous-estimée à la fin de l'expérience. La validité de son estimation représente une hypothèse à vérifier, puisque la lixiviation se poursuit encore après 24 heures, quoiqu'à un taux très lent.

Tableau 4.14 : Paramètres et critères des modèles cinétiques de lixiviation du cérium

Modèle	R_∞ (%)	k_A (h^{-1})	k_B (h^{-1})	k_C (h^{-1})	Critère
Deux minéraux	89,6	11,9	0,68	-	0,15
Trois minéraux	91,2	13,3	0,99	0,09	0,02

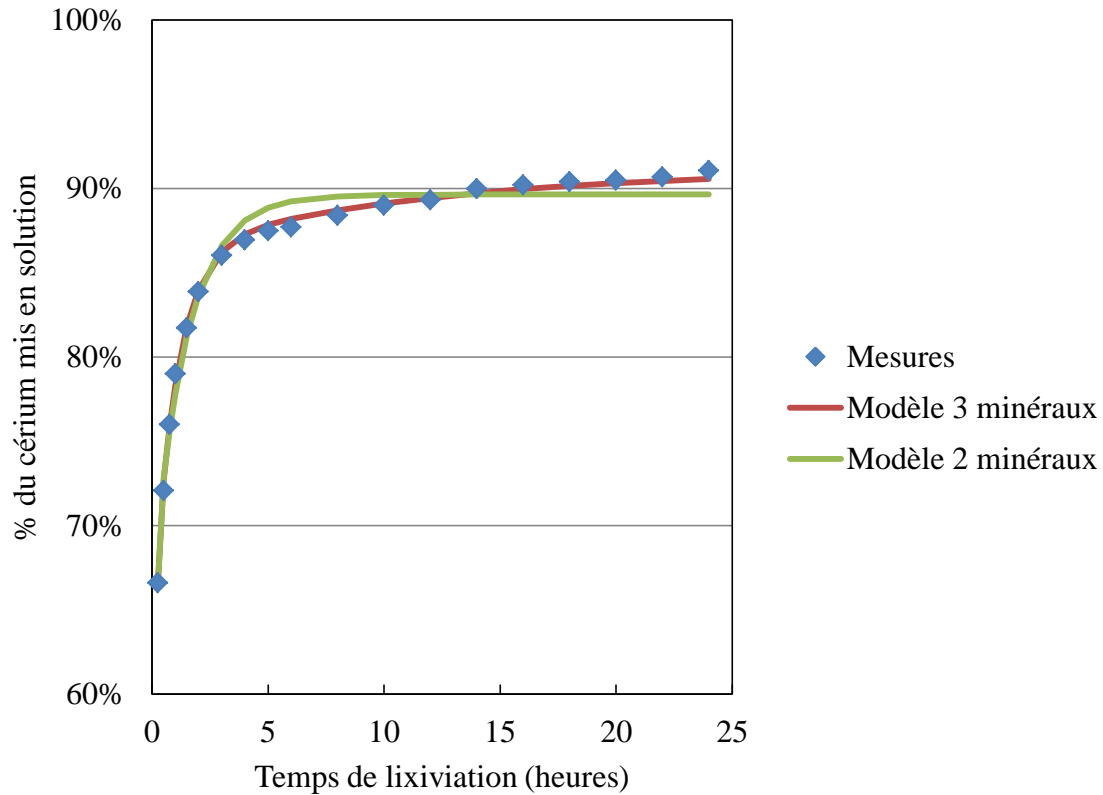


Figure 4.15 : Modèles cinétiques de lixiviation du cérium

L'utilisation du modèle obtenu permet quelques observations. Sous l'hypothèse que les constantes cinétiques s'appliquent à chaque minéral, il est possible de calculer un $t_{99\%}$, défini comme le temps pour que 99 % de la fraction lixiviable d'un minéral en particulier soit lixiviée. En effet, puisqu'il s'agit d'une réaction de disparition d'ordre 1, il est possible de dire que la fraction lixiviée F_l d'un minéral est donnée par :

$$F_l = 1 - e^{-kt} \quad \text{Équation 4-18}$$

En connaissant la constante cinétique de chaque minéral, il devient possible de poser une fraction lixiviée F_l de 0,99 et d'isoler le temps pour obtenir $t_{99\%}$ selon :

$$t_{99\%} = \frac{\ln(-0,99-1)}{-k} \quad \text{Équation 4-19}$$

Les $t_{99\%}$ obtenus pour l'allanite, la bastnaésite et la monazite sont de 0,35 heures, 4,6 heures et 53,3 heures respectivement. L'utilisation des constantes cinétiques permet

également de quantifier la vitesse de lixiviation à différentes conditions, ce qui facilite les comparaisons. Il serait bénéfique d'échantillonner plus fréquemment et plus tôt durant les expériences de lixiviation afin de mieux évaluer la constante cinétique k_a .

Les modèles obtenus pour le lanthane et le néodyme sont similaires à celui obtenu pour le cérium. Cependant, le développement de modèles similaires pour les TR lourdes s'avère problématique en raison de l'estimation de leur distribution. Selon le tableau 4.7 l'allanite contiendrait près de 77 % des TR lourdes. Sous l'hypothèse que la lixiviation fait passer tous les éléments d'un minéral en solution et que les TR lourdes ne précipitent pas, il serait attendu que la mise en solution des TR lourdes soit aussi élevée voire plus élevée que celle du cérium. Le contraire est plutôt observé. Il est donc probable que les TR lourdes soient plus concentrées dans les phases plus difficiles à lixivier, soient la bastnaésite et la monazite. Ce résultat est similaire à ceux obtenus dans le cadre du projet Foxtrot (Dreisinger *et al.*, 2014). En l'absence d'information sur la contribution des minéraux aux TR lourdes, il est difficile de développer des modèles cinétiques pour ces éléments. Une piste de solution est cependant suggérée. Il serait en effet possible d'utiliser les teneurs des différents éléments mesurés en solution par MP-AES et par XRF dans les solides afin d'obtenir une approximation quant à la provenance des TR après un temps donné. Par exemple, une augmentation du silicium avec les TR indique qu'un silicate est en cause, ce qui renvoie à l'allanite, alors que le phosphore ou le thorium pourraient potentiellement être utilisés pour détecter la lixiviation de la monazite qui en contient des quantités appréciables.

Bref, la mise en solution de la majorité des TR du minerai Soutex-2, contenus dans l'allanite, ne requiert ni pré-concentration ni cuisson acide. La lixiviation atmosphérique à l'acide sulfurique, à un dosage de 200 kg H₂SO₄ par tonne de minerai et à 80 °C permet de mettre en solution 80 % des TR légères avec une perte de masse de l'ordre de 5 %, indiquant une bonne sélectivité. Les TR légères passent en solution selon une cinétique de disparition d'ordre 1. Le taux de mise en solution diminue en avançant vers les TR lourdes, qui sont parfois lixiviées à moins de 30 %. La cause probable est la présence d'une phase peu lixiviée par l'acide sulfurique, probablement la monazite. Des essais subséquents, sous

la forme de plans factoriels, sont recommandés afin d'augmenter le rendement de la mise en solution des TR lourdes.

4.5 Purification de la solution

Deux approches sont abordées dans ces résultats, dont la première est la précipitation par neutralisation, qui vise à précipiter puis à séparer le fer et le thorium en solution dans un résidu solide en augmentant le pH. La deuxième utilise plutôt des ions oxalate afin de précipiter sélectivement les TR pour ensuite les séparer de la solution.

4.5.1 Précipitation des impuretés par neutralisation

Plusieurs facteurs ont été évalués lors des essais de purification par neutralisation dont :

- le pH de la précipitation initiale;
- l'utilisation ou non d'une étape de lixiviation du précipité (épuisage).

Les essais ont tous été réalisés sur des pulpes ou lixiviats filtrés provenant de lixiviation au H_2SO_4 , tel que décrit à la section 3.6. Les résultats sont présentés pour une précipitation par neutralisation, à différentes valeurs de pH au tableau 4.15. Les essais documentés ci-dessous sont tous réalisés à température ambiante sur des solutions ou pulpes de lixiviation à l'acide sulfurique du minerai Soutex-2. Afin de comparer avec des résultats publiés, les données extraites des travaux de Dreisinger *et al.* (2014) à pH = 3,75 sont présentées. Les teneurs manquantes n'ont pas été mesurées lors des travaux.

Tableau 4.15 : Résultats de la précipitation simple par neutralisation

pH	3,5	3,75*	4,5	5	5,3
Solution/Pulpe	Solution	Solution	Pulpe	Solution	Solution
Temps (min.)	10	60	15	5	10
Élément	Rendements en précipitation (%)				
Al	8,3	51,8		98,4	99,5
Ca	0,0	0,1		18,1	18,7
Fe	83,9	91,5	99,9	99,7	99,9
Mg	0,9	0,0		16,0	18,4
Si	32,9	29,9		92,2	94,2
Th	74,1	88,4	84,3	97,3	87,4
Y	9,4	1,4		43,7	70,1
La	9,4	0,7	15,2	31,3	45,4
Ce	6,3	1,0	22,2	51,4	64,6
Pr	11,2	1,2		43,3	65,5
Nd	13,3	1,2	20,6	45,3	67,7
Sm	9,3	1,5		51,6	77,1
Dy	2,5	1,8	7,3	49,4	73,7
Yb	5,9	3,6		59,8	96,0

*Résultats Foxtrot pour comparaison, Dreisinger *et al.* (2014).

Les résultats en milieu sulfate démontrent que le fer et le thorium sont effectivement précipités lors de la neutralisation par ajout de NaOH. À un pH de 4,5, le fer est presque entièrement précipité ainsi que 84 % du thorium. Ceci démontre aussi que la majorité du fer est oxydé en Fe³⁺, qui précipite à ce pH. Ceci n'affecte pas la récupération du cérium qui précipite aussi à un pH plus bas, soit 4, lorsqu'il est oxydé en Ce⁴⁺ (Bouchaud *et al.*, 2012). L'aluminium et le silicium précipitent aussi, mais à un pH plus élevé que ceux présentés au tableau 4.15. Les TR précipitent partiellement lors de l'opération. Le projet Foxtrot (Dreisinger *et al.*, 2014) vise la neutralisation jusqu'à un pH de 3,75, à l'aide de MgCO₃ à une température de 75 °C. Le document rapporte une récupération de 96-99 % des TR lors de cette étape et 91,5 % et 88,4 % d'élimination du fer et du thorium présents, respectivement. Cette comparaison démontre une sélectivité plus faible dans les expériences réalisées à l'Université Laval. Même à un pH de 3,5, plus de TR sont précipitées (de 6 à 13 %) et moins de fer et de thorium le sont, soit respectivement 84 % et

74 %. Les causes de ces écarts peuvent être multiples et quelques-unes sont nommées ci-dessous :

- la co-précipitation de TR en précipités stables en raison de pH trop élevés;
- la température d'opération plus froide (25 °C vs. 75 °C);
- le temps de réaction trop court pour atteindre l'équilibre;
- l'utilisation d'un agent de neutralisation différent, le NaOH, amenant la formation de double sulfates ou autres composés moins solubles.

Les résultats ci-dessus peuvent permettre aussi d'évaluer la proportion des TR et de la valeur récupérée par l'utilisation d'une lixiviation suivie d'une précipitation à pH = 3,5. Ces informations sont présentées au tableau 4.16. Ainsi, 87\$ sur les 112\$ disponibles au départ peuvent être récupérés dans une solution purifiée, soit 78% de la valeur initiale. Des essais avec relixiviation du précipité ont donc été réalisés afin de diminuer les pertes de TR observées.

Tableau 4.16: Proportions récupérées par la lixiviation-précipitation de Soutex-2 (pH = 3,5)

Élément	Valeur initiale \$/t minerai	Récupération en lixiviation	Pertes en lixiviation (\$/t minerai)	Récupération en purification	Pertes en lixiviation (\$/t minerai)	Récupération totale	Valeur récupérée (\$/t minerai)
La	2,65 \$	97%	0,07 \$	91%	0,24 \$	88%	2,33 \$
Ce	5,10 \$	97%	0,14 \$	94%	0,31 \$	91%	4,65 \$
Pr	17,77 \$	96%	0,77 \$	89%	1,90 \$	85%	15,10 \$
Nd	47,44 \$	95%	2,58 \$	87%	5,97 \$	82%	38,90 \$
Sm	0,86 \$	88%	0,11 \$	91%	0,07 \$	80%	0,69 \$
Eu	3,72 \$	82%	0,66 \$	90%	0,31 \$	74%	2,75 \$
Gd	6,44 \$	84%	1,00 \$	90%	0,54 \$	76%	4,90 \$
Tb	5,76 \$	76%	1,37 \$	90%	0,44 \$	69%	3,95 \$
Dy	14,22 \$	66%	4,76 \$	98%	0,24 \$	65%	9,22 \$
Ho	0,50 \$	66%	0,17 \$	90%	0,03 \$	59%	0,29 \$
Er	0,85 \$	59%	0,34 \$	90%	0,05 \$	53%	0,45 \$
Tm	2,61 \$	54%	1,20 \$	90%	0,14 \$	49%	1,27 \$
Yb	0,72 \$	51%	0,35 \$	94%	0,02 \$	48%	0,34 \$
Lu	2,09 \$	62%	0,80 \$	90%	0,13 \$	56%	1,16 \$
Y	1,45 \$	51%	0,70 \$	91%	0,07 \$	47%	0,67 \$
Total	112,17 \$		15,02 \$		10,47 \$		86,68 \$

*Des récupérations en purification ont été posées pour les éléments Eu, Gd, Tb, Ho, Er, Tm, Lu

La figure 4.16 présente le diagramme d'écoulement utilisé pour les essais avec relixiviation du précipité, ainsi que les principaux résultats obtenus après réconciliation des données par les mêmes méthodes utilisées en 4.4.5.1. Le modèle d'erreur utilisé pour la réconciliation

des données est présenté au tableau 4.17. Les données brutes et réconciliées sont également présentées au tableau 4.18.

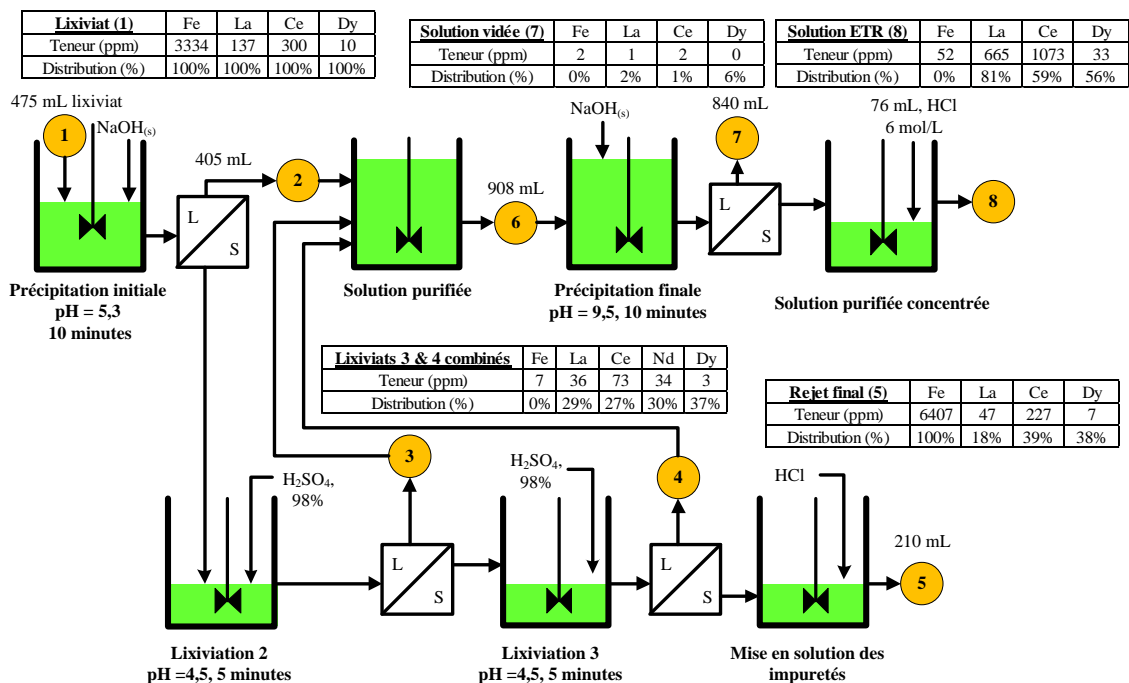


Figure 4.16 : Précipitation des impuretés avec double lixiviation du précipité

Tableau 4.17 : Modèle d'erreur utilisé pour la réconciliation des données de purification

Mesure	Écart-type relatif (erreur sur la mesure)
Volume	5 %
Teneur MP-AES : Yb, Th	100 %
Teneur MP-AES : autres éléments	10 %

Tableau 4.18 : Données brutes et réconciliées pour l'essai de double relxiviation du précipité

No. Identifiant	Flux	Volume (L)		Fe (ppm)		Mg (ppm)		La (ppm)		Ce (ppm)		Dy (ppm)		Th (ppm)	
		Mes.*	Est.**	Mes.	Est.	Mes.	Est.	Mes.	Est.	Mes.	Est.	Mes.	Est.	Mes.	Est.
1	Lixiviat Stx-2	0,48	0,44	3342	3334	617	675	143	137	310	300	9,5	9,8	75,2	74,8
2	Premier filtrat	0,41	0,41	5	5	637	589	82	79	114	111	2,8	2,7	0,1	5,0
3	Deuxième filtrat	0,30	0,29	4	4	121	119	42	42	84	82	3,8	3,6	0,1	3,6
4	Troisième filtrat	0,21	0,21	9	9	50	50	24	23	51	51	2,5	2,5	0,1	2,6
5	Rejet final	0,21	0,23	6238	6407	45	45	47	47	225	227	7,2	7,1	128,0	128,2
6	Solution purifiée	0,91	0,89	6	6	337	321	56	55	90	90	3,1	3,0	0,1	4,1
7	Solution vidée	0,83	0,83	2	2	239	244	1	1	2	2	0,3	0,3	0,1	0,0
8	Solution finale	0,08	0,07	59	52	1122	1129	616	665	1005	1073	31,0	33,4	51,2	50,1

*Mesuré

**Estimé

Le

tableau 4.18 démontre d'abord que la majorité des mesures des valeurs estimées sont près des valeurs mesurées, ce qui indique une bonne qualité des données et une cohérence dans la réconciliation. Quelques aspects de la réconciliation méritent un commentaire. L'ytterbium et le thorium se sont vus attribuer des variances très élevées, en raison des difficultés d'analyse qui rendaient les données peu fiables à priori. La limite de détection du Th au MP-AES se situe autour de 10 ppm, notamment en raison des dilutions qui doivent être appliquées. Cette limite est plus élevée que plusieurs des mesures réconciliées, ce qui explique le défaut de bilan, puisque plusieurs mesures de thorium sont près de 0. L'analyse de l'ytterbium est également problématique, notamment en raison de l'interférence d'autres éléments. Il est à noter que la qualité de ces analyses au MP-AES a été améliorée, notamment par l'utilisation d'une fonction qui permet de compenser pour les interférences, provenant notamment du néodyme. Globalement, la faible différence entre les données mesurées et réconciliées démontre que la méthodologie de réconciliation de données employée fonctionne ce qui augmente la crédibilité des affirmations faites ci-dessous.

Les résultats présentés à la figure 4.16 confirment premièrement que la précipitation à un pH de 5 précipite effectivement le fer, mais entraîne une grande quantité de TR, soit 47 % du lanthane et 66 % du cérium. Cependant, plus de la moitié de ces éléments peuvent être récupérés par un traitement acide du précipité visant à faire repasser ces éléments en

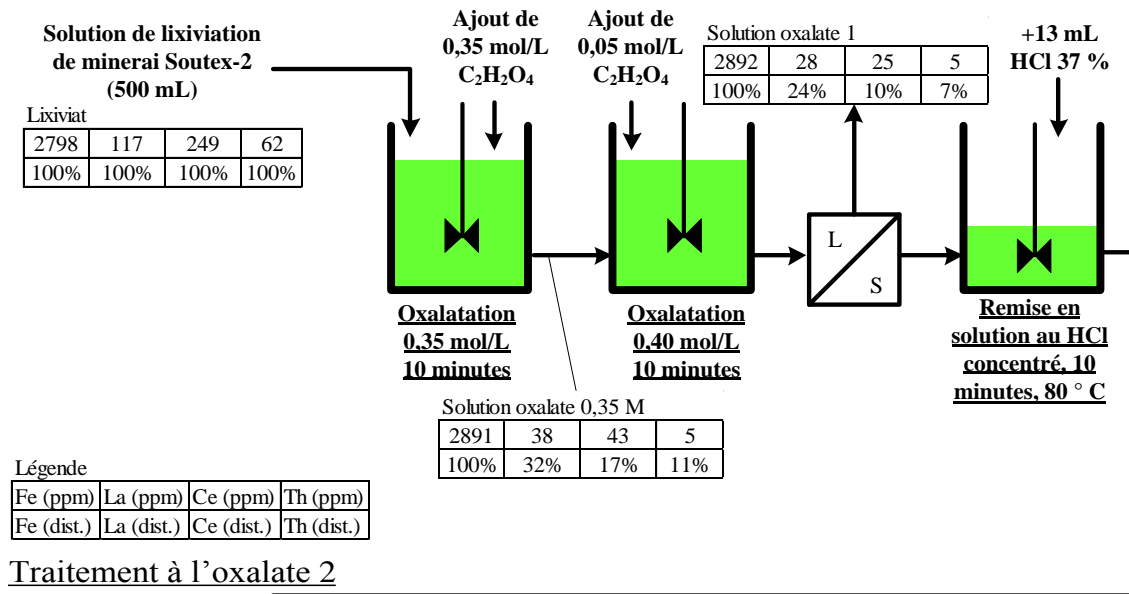
solution, avec une dissolution de seulement 0,2 % des hydroxydes de fer précipités. Il est donc possible d'affirmer que la lixiviation du précipité fonctionne, bien que le pH optimal de la précipitation initiale n'ait pas encore été identifié. En considérant les résultats rapportés dans la littérature, il est jugé probable qu'une relixiviation du précipité pourrait permettre d'opérer à un pH plus élevé, d'éliminer plus de fer et de thorium, et ce, sans compromettre la récupération des TR.

4.5.2 Précipitation sélective des TR par ajout d'ions oxalate

Des essais préliminaires, qui ne sont pas documentés ici, réalisés avec la précipitation par ions oxalate ont démontré qu'une précipitation simple permet d'isoler les TR dans un précipité contenant une petite fraction du fer en solution. Cependant, la concentration élevée en fer dans les solutions de lixiviation signifie que même après l'élimination de 99 % du fer, des concentrations de l'ordre de 30 ppm demeurent en solution. Le fer est alors aussi abondant que le Pr et plus que les TR lourdes. L'atteinte de teneurs plus basses est donc nécessaire pour l'obtention de solutions suffisamment pures pour l'extraction par solvants, surtout si la séparation des TR lourdes est considérée.

La figure 4.17 présente les résultats d'une expérience où deux traitements successifs à l'acide oxalique sont effectués. Les analyses sont toutes réalisées sur les phases liquides par MP-AES. Il est à noter que les résultats n'ont pas été réconciliés en raison du manque de redondance. Il s'agit ici de démontrer la capacité du traitement à l'oxalate à séparer les TR de la majorité des autres composantes d'une solution. De plus, la solution purifiée finale est visuellement trouble, ce qui témoigne de la difficulté de lixivier les oxalates de TR, même en utilisant du HCl concentré chaud. Ceci explique qu'une portion significative des TR se trouve probablement dans les particules solides présentes dans la solution purifiée, non analysées par le MP-AES.

Traitement à l'oxalate 1



Traitement à l'oxalate 2

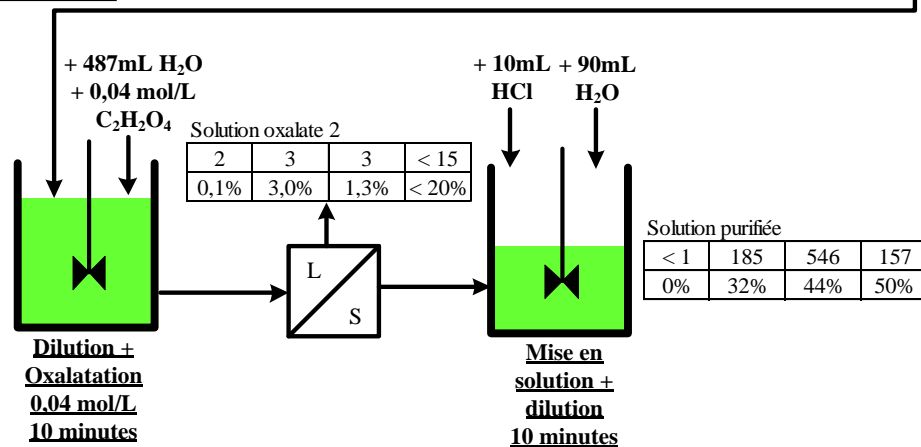


Figure 4.17 : Purification par traitements à l'acide oxalique (C₂H₂O₄) d'une solution de lixiviation du minerai Soutex-2

Les résultats démontrent une sélectivité élevée dans la précipitation des TR et du Th par l'ajout d'acide oxalique à un dosage de 0,40 mol/L. Alors que seulement 24 %, 10 % et 7 % du La, du Ce et du Th demeurent en solution, pratiquement tout le fer reste solubilisé dans la phase liquide et peut donc être séparé par filtration. Les TR lourdes présentent un comportement similaire au La et au Ce. De 90 à 100 % du calcium, du magnésium, de l'aluminium, du potassium et du silicium peuvent être également séparés par cette approche. Cependant, le thorium semble être précipité aussi lors de cette opération, ce qui

est rapporté dans la littérature (Dahlberg *et al.*, 2014). Enfin, bien que la mise en solution visant à générer la solution purifiée semble incomplète, l'objectif d'élimination du fer semble bien atteint, avec une teneur sous le seuil de détection de l'appareil (négative). Les TR se retrouvent également concentrées dans un volume inférieur à celui de la solution initiale. Le thorium présent avec les TR représente cependant un défi, puisqu'il se retrouve concentré dans un flux lors de sa séparation et pose donc un problème d'hygiène industrielle en raison de sa radioactivité. La calcination des oxalates avant la dernière mise en solution est recommandée pour les essais futurs, puisque celle-ci permet de convertir les oxalates en oxydes plus solubles, tel que démontré dans la sous-section 5.4.2. La méthode par oxydation-neutralisation est cependant jugée plus prometteuse, notamment en raison de sa capacité à isoler dès le départ le thorium et à le diluer dans un flux contenant également des quantités de fer élevées, réduisant ainsi les risques radiologiques. De plus, une base est un réactif plus commun et moins coûteux que l'acide oxalique ou l'oxalate de sodium. Ainsi, le carbonate de magnésium prélevé dans des carrières peut notamment être utilisé pour effectuer la neutralisation (Dreisinger *et al.*, 2014).

4.6 Conclusions sur la valorisation du minerai Soutex-2

Les résultats démontrent qu'il est possible d'obtenir une solution de TR purifiée, avec peu de Fe et de Th, prête à la séparation et à la valorisation, à partir du minerai Soutex-2. En raison des résultats peu probants obtenus en traitement de minerais, l'approche proposée commence avec la lixiviation directe du minerai tout-venant concassé dans une solution d'acide sulfurique. Il est alors possible de faire passer plus de 80 % des TR légères et de 40 à 50 % des TR lourdes en solution, ce qui laisse tout de même place à l'amélioration.

La purification de la solution peut se faire par oxydation-neutralisation, bien qu'une optimisation des conditions utilisées pour ces deux étapes soit requise afin d'augmenter les rendements à un niveau acceptable. La sélectivité de la purification pourrait notamment être améliorée par l'utilisation d'un agent neutralisant différent ajouté sous une forme plus diluée et à un taux dicté par une sonde à potentiel d'oxydo-réduction, ainsi que par une température d'opération plus élevée et un délai de stabilisation prolongé, visant à atteindre l'équilibre.

Enfin, l'augmentation du pH de la solution purifiée à une valeur de 9,5 permet de précipiter les TR sous forme d'hydroxydes, avec une bonne sélectivité vis-à-vis du calcium et du magnésium. Il devient alors possible de remettre ce précipité en solution afin de séparer les TR de ces éléments et d'obtenir une teneur de solution plus élevée, ce qui permet de réduire la taille des mélangeurs-décanteurs utilisés pour la séparation des TR. En considérant les pertes encourues en lixiviation et en purification, 87\$ ou 78% de la valeur en TR initialement présente dans une tonne de matériel (112\$) peuvent être récupérés dans une solution purifiée. La prochaine section couvre l'obtention de ces mêmes critères de performance pour le minerai du gisement de TR de la mine Niobec en appliquant les mêmes procédés.

5 Résultats pour le minerai de TR Niobec

La section précédente montre qu'il est possible d'obtenir une solution de TR avec peu de contaminants à partir d'un minerai silicaté. Cette section vise à tester les procédés possibles pour accomplir la même tâche avec un minerai carbonaté, soit celui du gisement de TR de la mine Niobec au Saguenay. Après une caractérisation de l'échantillon, des essais de traitement de minerais qui visent à concentrer les minéraux de TR sont d'abord exposés. La mise en solution des TR présentes et la purification de la solution sont ensuite abordées, ce qui couvre les différentes étapes requises à l'obtention d'une solution prête à la valorisation des TR individuelles par séparation.

5.1 Caractérisation

Les échantillons du gisement de TR de la compagnie Magris, situé près de la mine Niobec, proviennent de carottes de forage concassées et devraient donc bien le représenter dans son ensemble. Les résultats des analyses chimiques réalisées sur les deux lots de minerai sont présentés au tableau 5.1.

Les données montrent que la teneur en TR du lot Niobec-2 est environ 1,4 fois plus élevée que celle du lot Niobec-1 et que cette différence s'amenuise pour les TR lourdes. À 1,3 et 1,9 % TR, les deux lots de minerai Niobec contiennent une quantité plusieurs fois plus importante de TR que le matériel Soutex-2, qui contient 0,56 % TR. La comparaison des teneurs en TR lourdes et en yttrium révèle cependant que le minerai Soutex-2 contient plus de chacun de ces éléments, à l'exception du Tb. Le minerai Niobec est donc majoritairement porteur de TR légères. Enfin, la valeur contenue dans le matériel Niobec-2 est de 320,79 \$, ce qui représente trois fois celle de Soutex-2.

Tableau 5.1 : Teneurs en TR des lots de minerai Niobec (Les prix du tableau 2.1)

Élément	Niobec-1 (ppm)	Niobec-2 (ppm)	Niobec-2 \$/t minerai
La	3208	4597	9,70 \$
Ce	6196	8726	16,35 \$
Pr	722	1066	65,06 \$
Nd	2479	3520	166,28 \$
Sm	278	411	2,31 \$
Eu	60	81	26,11 \$
Gd	196	263	14,25 \$
Tb	14,90	17,55	8,57 \$
Dy	29,90	39,13	8,76 \$
Ho	4,00	4,86	0,23 \$
Er	12,50	15,29	0,49 \$
Tm	1,20	1,21	1,03 \$
Yb	3,90	4,15	0,18 \$
Lu	0,90	0,93	0,88 \$
Y	83	94	0,59 \$
TR légères La-Nd	12604	17909	257,40 \$
Sm+Eu+Gd (SEG)	535	754	42,67 \$
TR lourdes Tb-Lu + Y	150	177	20,72 \$
TR totales	13288	18840	320,79 \$

5.1.1 Broyage et analyses granulo-chimiques

Les P_{80} obtenus à différents temps de broyage, sont présentés au tableau 5.2. Avec un P_{80} de 28 μm après 15 minutes de broyage, le minerai Niobec-1 est plus facilement broyé que le minerai Soutex-2, pour lequel un P_{80} de 63 μm (voir section 4.2.1) est obtenu après le même broyage. Ces résultats correspondent aux attentes, puisque les carbonates composant le matériel Niobec sont généralement moins durs que les silicates.

Tableau 5.2 : P_{80} obtenus après différents temps de broyage du minerai Niobec-1

Temps de broyage (min.)	P_{80} (μm)
Alimentation	800
5	88
15	28

Les résultats de l'analyse granulo-chimique réalisée sur un échantillon du lot Niobec-1 concassé sont présentés au tableau 5.3. Les ajustements sont de moins de 10 % relatif sur la

plupart des teneurs et masses et la comparaison entre les données brutes et ajustées est montrée à Annexe C. Des ajustements entre 10 et 15 % sont requis pour les teneurs de tête des éléments Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Yb, Lu et Y, alors que la teneur de tête en Tm requiert un ajustement de 23 %. L'ajustement systématique de la teneur de tête indique un biais qui pourrait s'expliquer par une erreur d'échantillonnage et par le fait que l'analyse de tête provient d'une série d'analyses différente des autres résultats. L'analyse des résidus présentée à la figure 5.1 démontre aussi que les résidus ne sont pas distribués normalement, ce qui tend à confirmer le biais.

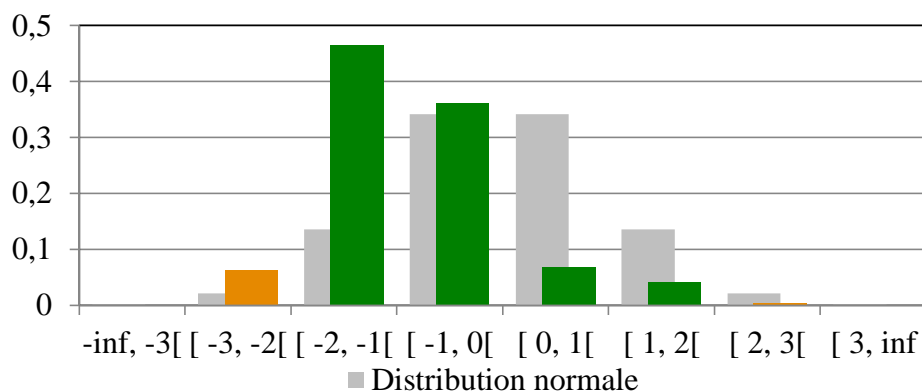


Figure 5.1 : Distribution des résidus réduits de la réconciliation des analyses granulochimiques

Il est recommandé, à l'avenir, de prendre plusieurs échantillons de tête, afin d'évaluer la variabilité de la teneur en TR, et si possible, d'analyser tous les échantillons lors d'une même séance d'analyse et de valider les observations par analyse XRF. La mesure et la réconciliation d'autres éléments présents en plus grande quantité comme le fer, le calcium ou le magnésium donneraient plus de confiance dans l'échantillonnage. Les analyses et méthodes d'échantillonnage sont tout de même appropriées pour les travaux exploratoires réalisés.

Tableau 5.3 : Granulochimie réconciliée de l'échantillon Niobec-1 concassé

Classe (μm)	Masse (%)	La	Ce	Pr	Nd	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu	Y	TR
Tête	100	3026	5894	696	2310	260	55	176	13	26	3,6	11,0	0,9	3,5	0,8	72	12 547
+1200	6,8	2742	5364	624	2102	237	52	164	13	27	3,5	10,7	1,0	3,6	1,0	72	11 416
+853	10,2	2585	5084	689	2015	226	50	167	12	24	3,1	10,8	1,0	3,6	0,8	69	10 939
+599	14,5	2325	4573	538	1820	208	45	140	11	22	3,3	9,6	0,9	2,7	0,7	63	9 762
+422	14,4	2280	4457	526	1770	206	43	139	11	19	3,0	9,6	0,9	2,6	0,7	62	9 530
+297	10,3	2270	4493	514	1738	197	44	126	10	19	2,7	8,2	0,9	3,1	0,7	56	9 483
+211	8,1	2790	5495	636	2122	241	53	163	12	24	3,5	9,3	0,7	3,5	0,7	68	11 621
+152	7,1	3098	6001	696	2349	264	55	185	13	26	3,5	11,3	0,7	3,4	0,8	75	12 782
+104	5,4	2898	5494	638	2266	248	51	161	12	24	3,3	9,5	0,9	2,9	0,8	66	11 877
+75	4,2	3230	6068	709	2509	270	56	175	13	26	3,4	9,8	0,8	3,6	0,9	72	13 147
+53	4,0	3683	6974	820	2864	317	64	206	15	31	4,0	12,7	0,9	3,3	0,8	81	15 077
+37	2,8	3559	6717	778	2719	298	60	197	15	29	3,7	11,7	1,0	3,7	0,9	77	14 470
+20	5,0	3183	6225	721	2340	273	58	180	14	25	3,6	10,4	0,9	3,1	0,8	71	13 109
-20	7,1	7424	14533	1680	5432	599	125	407	28	57	7,3	24,4	1,3	7,5	1,0	140	30 466

Un effet de concentration des TR dans la fraction fine est observé pour l'échantillon Niobec-1, comme c'était le cas pour Soutex-2. À l'exception du Tm et du Lu dont les teneurs sont moyennes, cet effet se manifeste pour toutes les TR, puisque la teneur de la classe plus fine que 20 μm est de 2 à 2,5 fois plus élevée que la teneur de tête. Il est utile de rappeler que le minerai Soutex-2 montrait aussi un amenuisement de cet effet pour les TR lourdes. Il est donc probable que les TR lourdes soient mieux distribuées que dans le cas de Soutex-2, c'est-à-dire que les minéraux présents en contiennent des quantités similaires.

5.1.2 Analyses minéralogiques

Le tableau 5.4 présente la composition minéralogique du minerai Niobec-2, alors que le tableau 5.5 affiche l'analyse chimique par fluorescence-X réalisée chez SGS Lakefield. La bastnaésite et la monazite sont les minéraux de TR les plus importants, suivies par l'allanite. Ensemble, ces minéraux composent 3,52 % du minerai. En incluant la bastnaésite, le minerai est composé de 79 % de carbonates, ce qui explique le titre de « carbonatite » attribué au gisement (Wu, 2008). La dolomie est particulièrement présente, composant la moitié du matériau. Pour un P_{80} de 150 μm , 47 %, 27 % et 5 % des particules de bastnaésite, de monazite et d'allanite sont respectivement libres ou libérées. La bastnaésite serait donc la plus facilement libérée.

Tableau 5.4 : Composition minéralogique de l'échantillon Niobec-2

Classe	Minéral	Formule	% massique
Minéraux de TR	Bastnaésite/Synchysite	$CeFCO_3/CaCeF(CO_3)_2$	1,96
	Monazite	$CePO_4$	1,43
	Allanite	$(Ce,Ca)_2(Al,Fe^{3+})_3(SiO_4)_3(OH)$	0,13
Oxydes	Oxydes de fer	Fe_2O_3/Fe_3O_4	5,85
	Ilménite	$FeTiO_3$	0,07
	Rutile	TiO_2	0,20
	Pyrochlore	$(Na,Ca)_2(Nb,Ta)_2O_6[F,OH]$	0,12
	Colombite	$FeNb_2O_6$	0,17
	Autres oxydes	-	0,15
Silicates	Plagioclase	$(Na,Ca)(Si,Al)_4O_8$	0,06
	Feldspath potassique	$K(Al,Si)_3O_8$	0,15
	Quartz	SiO_2	0,92
	Mica/Argiles	$KAl_2(Si_3Al)O_{10}(OH,F)_2$	1,15
	Amphibole	$(Fe,Mg,Ca)SiO_3$	0,75
	Chlorite	$(Mg,Al,Fe)_{12}[(Si,Al)_8O_{20}]OH_{16}$	4,43
	Zircon	$ZrSiO_4$	0,03
Carbonates	Dolomie	$CaMg(CO_3)_2$	50,00
	Calcite	$CaCO_3$	13,20
	Ankerite	$Ca[Mg,Fe](CO_3)_2$	13,70
	Sidérite	$FeCO_3$	0,21
Sulfures	Pyrite	FeS_2	2,87
Phosphate	Apatite	$(F,Cl,OH)Ca_5(PO_4)_3$	0,28
Sulfates	Baryte	$BaSO_4$	1,99
	Autres		0,18
	Total		100

Tableau 5.5 : Teneurs élémentaires du minerai Niobec-2

Élément	% poids
Al	0,4 %
Ca	18,8 %
Fe	9,5 %
Mg	6,6 %
Mn	1,3 %
P	0,2 %
Si	1,1 %
Na	0,1 %

Comme pour le minerai Soutex-2, la compilation des résultats d'analyses par microsonde est comparée aux valeurs théoriques, obtenues par calcul stœchiométrique dans le tableau 5.6. Les teneurs stœchiométriques sont ensuite utilisées pour calculer la contribution de chaque minéral aux TR présentes dans le minerai. Ainsi, la bastnaésite, la monazite et l'allanite renfermeraient respectivement 58,7 %, 39,9 % et 1,4 % des TR présentes dans le minerai.

Tableau 5.6 : Teneurs en TR et contribution des différents minéraux du minerai Niobec-2

Minéral	Formule chimique	Teneur en TR des particules			Fraction massique du minéral dans le minerai	Contribution aux TR du minerai
		Stoéchio.*	SGS**	U. Laval***		
Bastnaésite	LnFCO_3	64%	67%	49%	1,96%	58,7%
Monazite	LnPO_4	60%	67%	52%	1,43%	39,9%
Allanite	$\text{LnCaAl}_2\text{Fe}^{3+}(\text{SiO}_4)_3(\text{OH})$	23%	N/D	N/D	0,13%	1,4%
Total					3,52%	100,0%

* Calcul stœchiométrique utilisant la formule chimique et une masse molaire moyenne pondérée (141 g/mol) pour les lanthanides

** Analyses par micro-sonde réalisées par SGS Lakefield sur l'échantillon Niobec-2

*** Analyses par micro-sonde réalisées à l'Université Laval sur l'échantillon Niobec-1

Le tableau 5.7 présente les contributions des trois minéraux aux TR lourdes présentes. Les teneurs ont été estimées à partir de teneurs mesurées par microsonde sur 14 grains de bastnaésite et 6 grains de monazite respectivement. Les résultats obtenus par microsonde indiquent que la bastnaésite et la monazite contiennent des proportions de TR lourdes similaires, de 0,23 % et de 0,25 %. La contribution aux TR lourdes est donc similaire à celle obtenue pour toutes les TR au tableau 5.6.

Tableau 5.7: Teneur en TR lourdes et contribution des différents minéraux du minerai Niobec-2

Minéral	Formule chimique	Teneur en TR lourdes des particules*	Fraction massique du minéral dans le minerai	Distribution TR lourdes
Bastnaésite	LnFCO_3	0,25%	1,96%	60,0%
Monazite	LnPO_4	0,23%	1,43%	40,0%
Allanite	$\text{LnCaAl}_2\text{Fe}^{3+}(\text{SiO}_4)_3(\text{OH})$	N/D	0,13%	N/D
Total			3,52%	100,0%

* Analyses par micro-sonde réalisées à l'Université Laval

Bref, la bastnaésite et la monazite constituent les principaux minéraux porteurs de TR dans le matériau Niobec, avec environ 60 % et 40 % respectivement de contribution aux TR lourdes. Le minerai est largement composé de carbonates consommateurs d'acide. La dolomite $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$, la calcite CaCO_3 et l'ankerite $\text{Ca}(\text{Mg,Fe,Mn})(\text{CO}_3)_2$ représentant près de 77 % de la masse, leur séparation des minéraux de TR est une priorité dans le traitement de ce minerai advenant qu'un traitement acide soit appliqué pour mettre les TR en solution.

5.2 Traitement de minerais

5.2.1 Séparation magnétique

Les résultats d'essais préliminaires de séparation magnétique réalisés avec du minerai Niobec-1 frais, broyé à un P_{80} de 50 μm et à l'intensité maximale de 4A, sont présentés à la figure 5.2. En raison de la faible récupération massique, une analyse au XRF sans standard est utilisée pour vérifier si un effet de concentration est présent. L'intensité du signal pour le La, le Ce et le Nd est similaire dans les concentrés et les rejets, ce qui indique qu'il n'y a pas eu de concentration des TR. Un autre essai sur l'échantillon Niobec-2 démontre des résultats similaires. Le minerai frais Niobec a donc une susceptibilité magnétique faible et il apparaît difficile de concentrer les TR, du moins aux intensités qui peuvent être atteintes au laboratoire de l'Université Laval. Un grillage pré-séparation à 800 °C du minerai est considéré ci-dessous comme une possibilité d'augmenter cette susceptibilité magnétique en convertissant les carbonates de TR ou de fer en oxydes.

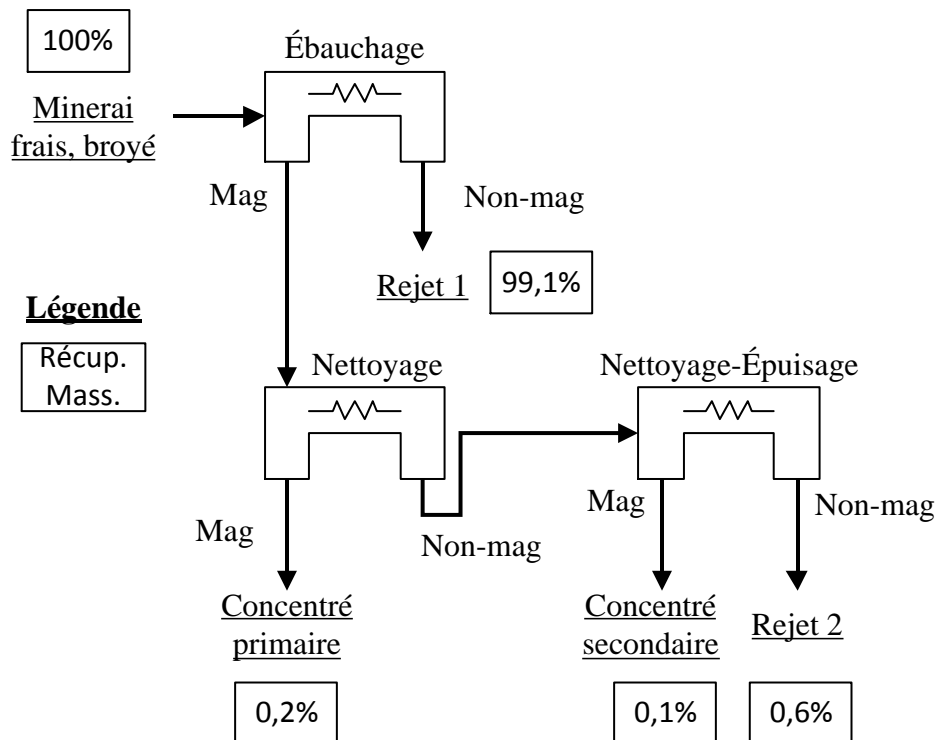


Figure 5.2 : Essai préliminaire de séparation magnétique sur le matériel Niobec-1 frais, broyé

La figure 5.3 présente le procédé utilisé pour un essai réalisé sur le minerai Niobec-1 broyé et grillé à 800 °C., avec les teneurs en TR, ainsi que les récupérations massiques et en TR obtenues. Le flux « Agglom. » obtenu à l'épuisage-re-nettoyage désigne un amas de matière aggloméré sur le dessus de la cage contenant les billes du séparateur, à la fin de l'expérience. Le matériau broyé et grillé démontre une forte propension à cette agglomération, ce qui nuit à la qualité de la séparation. Malgré un rinçage intense, les amas formés ont tendance à demeurer captifs de la zone magnétisée, non seulement en raison du champ magnétique, mais surtout en raison de leur taille et de leur viscosité. Les résultats ci-dessous ne sont pas réconciliés, mais la reconstitution de l'alimentation à partir des teneurs des produits génère une teneur proche de celle attendue, ce qui donne une crédibilité aux analyses.

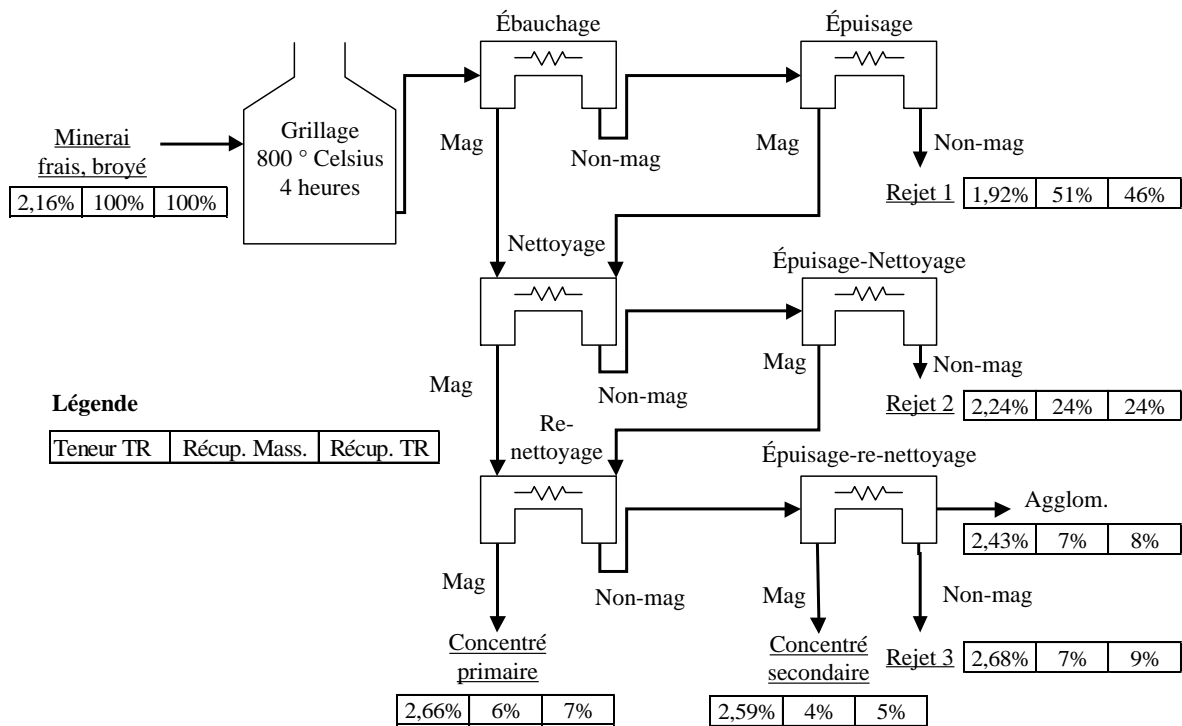


Figure 5.3 : Diagramme d'écoulement de l'expérience de séparation magnétique sur le matériel Niobec-1 broyé et grillé

Les résultats ci-dessus montrent d'abord une récupération de masse beaucoup plus élevée que lorsque du matériel frais est utilisé, ce qui s'explique par la formation d'oxydes de fer qui ont une susceptibilité magnétique plus élevée que les carbonates. Visuellement, il est évident que le minerai réagit plus au champ magnétique, puisque le solide aggloméré se déplace lorsque le courant est interrompu ou appliqué. L'efficacité de séparation des TR par cette approche est cependant faible : le flux le plus riche a une teneur de 2,68 % TR, ce qui est légèrement plus élevé que la teneur d'alimentation de 2,16 %. En combinant les quatre flux les plus riches, c'est-à-dire les deux concentrés, le rejet 3 et le matériel aggloméré, une teneur de 2,59 % et une récupération des TR de 30 % est obtenue, avec une récupération de masse de 25 %.

Plusieurs facteurs peuvent potentiellement expliquer pourquoi la séparation magnétique du matériel Niobec est difficile : l'agglomération de matériel, la présence de 13,7 % d'ankérite susceptible de former de l'hématite paramagnétique au grillage, la présence de plusieurs minéraux de TR aux comportements différents en grillage, en plus de leur faible

susceptibilité magnétique. Des expériences futures sur la séparation magnétique devraient inclure un moyen de prévenir l'agglomération excessive des particules, potentiellement par l'usage d'un dispersant, par une agitation intense ou par un broyage avant l'essai. Un traitement par grillage-séparation magnétique pourrait notamment être considéré pour enrichir un concentré généré par une autre méthode et contenant beaucoup d'ankérite.

5.2.2 Séparation gravimétrique

Les résultats réconciliés de l'essai de séparation gravimétrique effectué sur l'échantillon Niobec-1 sont présentés à la figure 5.4. Les ajustements requis pour la réconciliation sont minimes, sous les 5 % relatif pour toutes les masses et toutes les teneurs élémentaires pour les numéros atomiques avant le Dy. Les teneurs en éléments plus lourds sont ajustées de 8 à 12 %, sauf l'Yb dont les teneurs de tête et de résidus sont ajustées de 24 % et de 36 % respectivement. L'analyse des résidus montre la présence possible d'un biais, puisque la teneur de tête est généralement ajustée à la hausse. La qualité de la réconciliation est cependant jugée adéquate pour poursuivre l'analyse des résultats, surtout en considérant que le comportement des minéraux de TR peut être assimilé à celui des TR légères, pour lesquelles l'ajustement est minime.

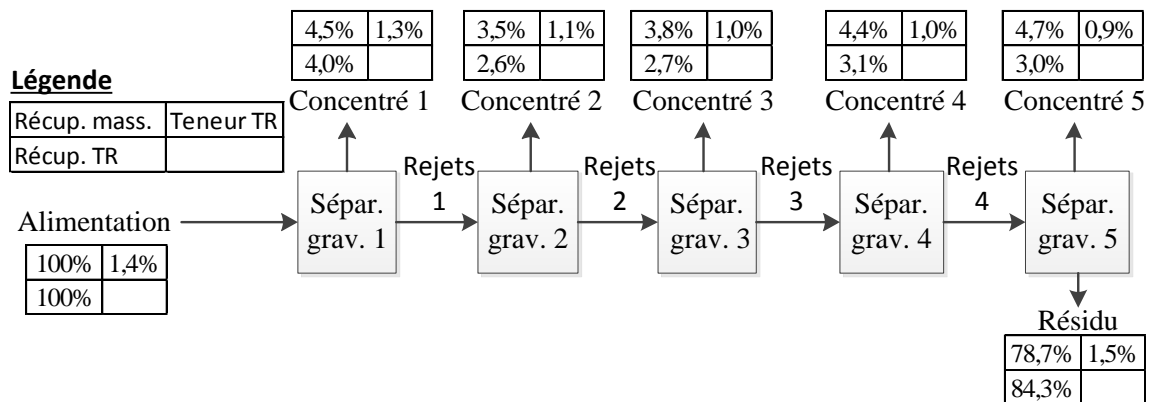


Figure 5.4 : Résultats de l'essai de séparation gravimétrique sur le matériel Niobec-1

La concentration gravimétrique ne produit pas des résultats positifs, malgré la masse volumique plus élevée des minéraux de TR. La teneur passe de 1,4 % TR dans l'alimentation à 1,5 % dans les résidus, alors que les concentrés présentent des teneurs plus

faibles de 0,9 % à 1,3 %. Une observation peut expliquer les résultats observés : les concentrés apparaissent visuellement plus grossiers que les résidus, ce qui est également confirmé par une analyse granulométrique. En raison de la teneur plus faible des particules grossières, il est donc normal que des concentrés composés de plus de celles-ci présentent des teneurs plus faibles que les rejets plus fins. La séparation gravimétrique aux conditions choisies semble donc sujette aux effets de taille de particules, ce qui nuit à la séparation. Malgré ceci, la récupération de seulement 16 % des TR aux concentrés témoigne d'une très faible sélectivité vis-à-vis les grains de TR. L'analyse de la masse volumique des produits aurait été intéressante afin de valider le fait que la masse volumique du concentré récupéré est effectivement supérieure et que les conditions utilisées fonctionnent. Les résultats obtenus ne sont toutefois pas suffisamment encourageants pour justifier la poursuite des travaux dans cette voie.

La faible efficacité de séparation observée s'explique probablement par la faible taille des grains de TR, ce qui requiert un broyage poussé et tend à diminuer la récupération en gravimétrie (Koppalkar, 2009). La faible différence de masse volumique entre la gangue et les minéraux de valeur explique probablement ceci aussi. La dolomite, qui compose en large partie la gangue, a une masse volumique de $2,8 \text{ g/cm}^3$, alors que celle de la bastnaésite et de la monazite varie entre $4,0$ et $5,4 \text{ g/cm}^3$. Bien que cette différence de $1,2$ à $2,6 \text{ g/cm}^3$ soit notable, elle apparaît faible par rapport à celle générée par des grains d'or, de masse volumique de $19,3 \text{ g/cm}^3$, et par une gangue silicatée à $3,0 \text{ g/cm}^3$, que traitent souvent avec succès les concentrateurs gravimétriques. Selon le critère cité par Wills et Finch (2016), une différence de $2,5 \text{ g/cm}^3$ rend la séparation relativement facile, mais n'est utile que pour des particules de $75 \mu\text{m}$ ou plus, soit deux fois la taille des grains de minéraux de TR. Enfin, un manque de libération des particules, ou encore leur forme, pourrait également jouer un rôle dans le processus.

5.2.3 Séparation par flottation

Les échantillons des produits de flottation 1 à 25 sont analysés par ICP-MS. En raison des coûts élevés et des nombreuses manipulations liées à cette méthode, seules les teneurs des résidus et du concentré 1 sont d'abord évaluées. Les teneurs des concentrés 2 et 3 sont

évaluées pour un nombre restreint d'essais, plus prometteurs, ce qui permet alors d'effectuer une réconciliation de données et de valider les valeurs obtenues. Le tableau 5.8 présente les résultats bruts et réconciliés pour l'expérience de flottation 10. Les autres réconciliations et données brutes sont présentées en Annexe D. La faible différence entre les données brutes et ajustées démontre une bonne qualité des mesures. Le même type d'ajustement est observé pour la majorité des expériences. Pour les expériences 1 à 7, 11, 14 et 15, la teneur de concentré et la récupération finale sont calculées par soustraction des rejets à partir de l'alimentation.

Tableau 5.8 : Réconciliation des résultats de l'expérience de flottation 10 - teneurs ICP-MS

Flux	Masse (g)		Teneur en TR (%)		Récupération TR cumul.	Teneur TR cumul. (%)
	Brute	Réconciliée	Brute	Réconciliée		
Alimentation	500	495	1,33%	1,32%	-	-
Concentré 1	45	45	1,69%	1,70%	12%	1,70%
Concentré 2	32	32	2,36%	2,36%	23%	1,97%
Concentré 3	5	5	2,36%	2,36%	25%	2,00%
Résidus	410	413	1,19%	1,19%	100%	1,32%

Les teneurs pour les expériences de flottation 26 à 32 proviennent pour leur part d'analyse par XRF sur de la poudre libre, non pressée, à l'exception de la teneur de tête qui provient d'un échantillon pressé. L'expérience 31, présentée au tableau 5.9, est représentative des autres de la série quant à la qualité des données. Celle-ci révèle la présence possible d'un biais, puisque la combinaison des teneurs et masses obtenues génère systématiquement une teneur plus faible que pour l'échantillon global. Néanmoins, la méthode est jugée adéquate pour évaluer les résultats expérimentaux exploratoires, puisque les ajustements sont généralement sous la barre des 10 % relatif. Étant donné que le biais semble provenir de la teneur de tête, l'échantillon de tête devrait être ré-échantillonné et analysé dans les essais futurs.

Tableau 5.9 : Réconciliation des résultats de l'expérience de flottation 31 - teneurs XRF non pressé

Flux	Masse (g)		Teneur en TR (%)		Récupération TR cumul.	Teneur TR cumul. (%)
	Brute	Réconciliée	Brute	Réconciliée		
Alimentation	550	547	1,55%	1,46%	-	-
Concentré 1	53	53	1,64%	1,65%	11%	1,65%
Concentré 2	68	69	1,67%	1,68%	25%	1,67%
Concentré 3	69	69	1,68%	1,70%	40%	1,68%
Concentré 4	51	51	2,07%	2,08%	53%	1,76%
Concentré 5	60	60	1,54%	1,55%	65%	1,72%
Concentré 6	48	48	2,20%	2,22%	78%	1,79%
Résidus	198	197	0,86%	0,87%	100%	1,46%

Enfin, le dernier essai de la série, dont la réconciliation est présentée au tableau 5.10, utilise des teneurs obtenues sur des échantillons pressés. L'ajustement étant réduit par rapport aux résultats sans pressage, ce qui confirme la qualité des résultats tel qu'attendu. Ce résultat positif, le faible coût et le peu de préparation requis rendent l'analyse par XRF sur des poudres pressées particulièrement pratique pour les futures expériences en traitement de minerais et même pour l'analyse de résidus de lixiviation.

Tableau 5.10 : Réconciliation des résultats de l'expérience de flottation 33 - teneurs XRF pastilles pressées

Flux	Masse (g)		Teneur en TR (%)		Récupération TR cumul.	Teneur TR cumul. (%)
	Brute	Réconciliée	Brute	Réconciliée		
Alimentation	1000	995	1,55%	1,59%	-	-
Concentré 1	92	91	5,37%	5,32%	31%	5,32%
Concentré 2	34	34	10,74%	10,67%	54%	6,78%
Concentré 3	36	36	8,40%	8,35%	73%	7,13%
Concentré 4	30	30	5,29%	5,28%	83%	6,84%
Concentré 5	35	35	2,51%	2,51%	88%	6,16%
Concentré 6	37	37	0,97%	0,97%	91%	5,44%
Concentré 7	72	72	0,40%	0,40%	92%	4,36%
Résidus	647	660	0,18%	0,18%	100%	1,59%

Le tableau 5.11 présente les conditions et résultats des expériences de flottation. Les collecteurs FA-1 et AERO-704 sont du type acide gras, alors que les autres sont du type

acide-hydroxamique. Les dosages sont exprimés en g par tonne de minerai frais broyé. Les récupérations et teneurs représentent l'addition de tous les concentrés produits. Le facteur d'enrichissement est un rapport entre cette teneur et celle de l'alimentation, ce qui permet de comparer les essais 1 à 26 avec les autres, puisque les teneurs d'alimentation sont plus élevées pour le lot 2. Enfin, le critère présenté est constitué de la somme des différences entre les données brutes (x) et les données ajustées (\hat{x}) mises au carré, divisées par leur écart-type respectif σ ou :

$$\sum \left(\frac{x - \hat{x}}{\sigma} \right)^2 \quad \text{Équation 5-1}$$

Il s'agit du critère minimisé lors de la réconciliation des données et il permet de donner un indice de confiance relatif, puisque les écarts-types choisis, σ , sont les mêmes pour toutes les réconciliations. Ceci équivaut à dire que le même modèle d'erreur est utilisé pour toutes les réconciliations. Ainsi, plus la valeur du critère est basse, moins les ajustements requis sont élevés et plus les mesures sont fiables. Cette approche permet aussi d'identifier des essais pouvant contenir des données aberrantes (critère élevé).

Tableau 5.11 : Conditions et résultats des essais de flottation sur le minerai Niobec

Essai	Conditions					Résultats			
	Lot 1 ou 2	P ₈₀ µm	Temp. °C	Collecteur Nom	g/t	Récupération TR	Teneur concentré % TR	Facteur d'enrichissement	Critère
1	1	88	80	FA-1	200	77%	1,25%	0,9	-
2	1	88	80	FA-1	100	79%	1,25%	0,9	-
3	1	88	80	FA-1	25	37%	1,25%	0,9	-
4	1	88	50	FA-1	25	15%	0,87%	0,7	-
5	1	88	25	FA-1	25	14%	1,22%	0,9	-
6	1	88	80	FA-1	25	46%	1,51%	1,1	-
7	1	88	80	Aero-6493	25	11%	1,69%	1,3	-
8	1	88	80	Aero-6493	150	36%	2,45%	1,8	1,2
9	1	88	25	Aero-6493	100	25%	2,00%	1,5	0,1
10	1	50	80	FA-1	25	47%	1,25%	0,9	1,0
11	1	50	25	FA-1	25	29%	1,58%	1,2	-
12	1	50	25	Aero-6493	100	40%	1,64%	1,2	0,8
13	1	88	25	S-9849	25	31%	2,14%	1,6	0,0
14	1	88	25	Aero-704	25	19%	2,23%	1,7	-
15	1	88	80	Aero-704	25	44%	1,60%	1,2	-
16	1	N/D	80	FA-1	25	35%	1,62%	1,2	1,0
17	1	88	25	Aero-6494	200	78%	1,73%	1,2	1,7
18	1	88	25	Aero-6493	200	71%	1,81%	1,3	2,9
19	1	65	25	Aero-6493	200	85%	1,48%	1,1	0,7
20	1	65	25	FA-1	100	64%	1,64%	1,1	3,5
21	1	88	25	Aero-6493	200	43%	1,31%	1,1	3,5
22	1	88	25	Aero-6493	200	47%	2,13%	1,7	1,0
23	1	88	25	FA-1	150	54%	1,09%	1,0	12,8
24	1	88	80	FA-1	25	37%	1,81%	1,4	0,5
25	1	88	25	DGA	500	45%	2,23%	1,3	2,7
26	1	88	25	Salicyl	200	70%	1,91%	1,6	3,6
27	2	88	25	Benzo	500	62%	1,90%	1,4	0,1
28	2	88	25	Benzo	250	59%	2,03%	1,6	0,9
29	2	65	25	Benzo	500	74%	2,00%	1,3	0,4
30	2	65	25	Florrea 8920	1000	77%	1,71%	1,1	1,0
31	2	30	25	Florrea Mix	1000	78%	1,79%	1,2	1,6
32	2	30	25	Florrea Mix	1500	77%	1,89%	1,2	0,1
33	2	33	50	Florrea 8920	2100	92%	4,36%	2,7	0,5

À l'exception de l'essai 33, discuté plus bas, les teneurs de concentré et les facteurs d'enrichissement sont plutôt faibles, ce qui démontre qu'une quantité importante de gangue se retrouve au concentré. Bien que la majorité des expériences présentent un enrichissement au concentré, il est important de noter que ce résultat peut être partiellement expliqué par l'entraînement des fines et par leur teneur presque trois fois plus élevée que celle du minerai (voir section 5.1.1). L'entraînement étant plus élevé pour les particules fines (Savassi *et al.*, 1998), il est donc prévisible qu'il mène à un enrichissement du concentré.

Les travaux futurs devraient évaluer la contribution de cet entraînement en effectuant une analyse granulo-chimique des produits de flottation. Malgré ces observations, les résultats des essais de flottation varient suffisamment pour permettre une évaluation des conditions.

Le délai de plusieurs semaines entre chaque série d'essais et les analyses par ICP-MS explique en partie les conditions expérimentales variées; sans information sur les résultats autre que les masses, il est difficile d'orienter les essais subséquents. L'analyse par XRF des produits de flottation séchés et pressés facilite la planification des essais en réduisant les délais d'attente pour les analyses. Il est également proposé de prélever des échantillons de mousse durant les expériences et de les analyser de la même manière que les poudres non pressées. Si la corrélation entre ces résultats et ceux obtenus pour des échantillons pressés est bonne, il serait possible d'évaluer rapidement le résultat d'une expérience de flottation en évitant la préparation des échantillons pressés qui demande de 5 à 10 minutes par échantillon.

La variété des conditions expérimentales présentées au tableau 5.11 a aussi plusieurs objectifs :

- identifier les collecteurs fournissant une récupération des TR de plus de 50 % et un enrichissement acceptable (facteur >1,2 ou teneur de concentré >1,7 %);
- établir le lien entre le dosage de collecteur et la récupération des TR;
- vérifier les hypothèses selon lesquelles une température plus élevée et les collecteurs de type acide hydroxamique accroissent l'efficacité de séparation;
- évaluer l'impact de la maille de broyage sur la séparation possible.

Afin d'évaluer le premier de ces objectifs, les données sont présentées sur un graphique rendement-tenueur, à la figure 5.5, avec une zone d'intérêt délimitée par les objectifs visés.

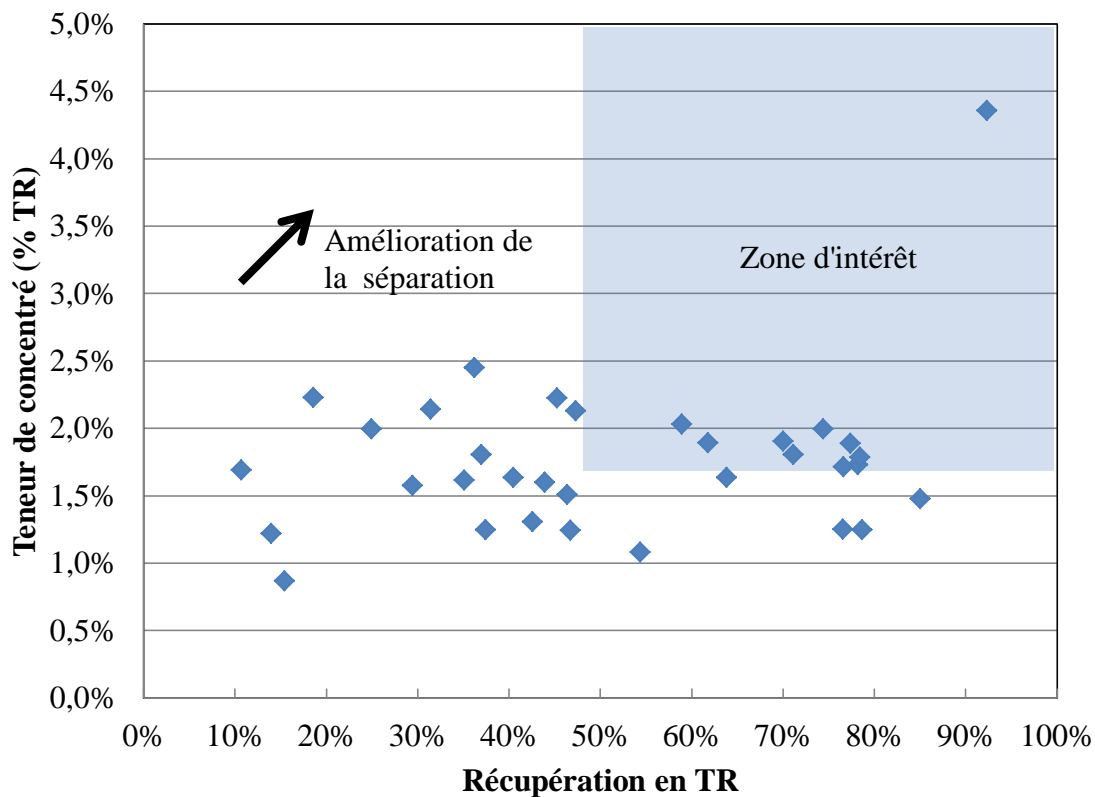


Figure 5.5 : Résultats des expériences de flottation sur le minerai Niobec

Dix essais rencontrent les objectifs visés. Il s'agit des essais 17, 18 et 26 à 33. Ces essais correspondent tous à l'utilisation d'un collecteur de type acide hydroxamique, ce qui tend à démontrer une sélectivité accrue pour ce type de réactif. Cet aspect est mis en évidence à la figure 5.6. Les acides gras ne semblent pas en mesure, aux conditions testées, de générer un concentré riche en TR avec une récupération acceptable. L'utilisation d'un déprimant différent ou de conditions différentes pourrait permettre d'améliorer la performance de ces collecteurs. Les résultats confirment donc ce qu'affirme la littérature quant à ces deux réactifs de flottation.

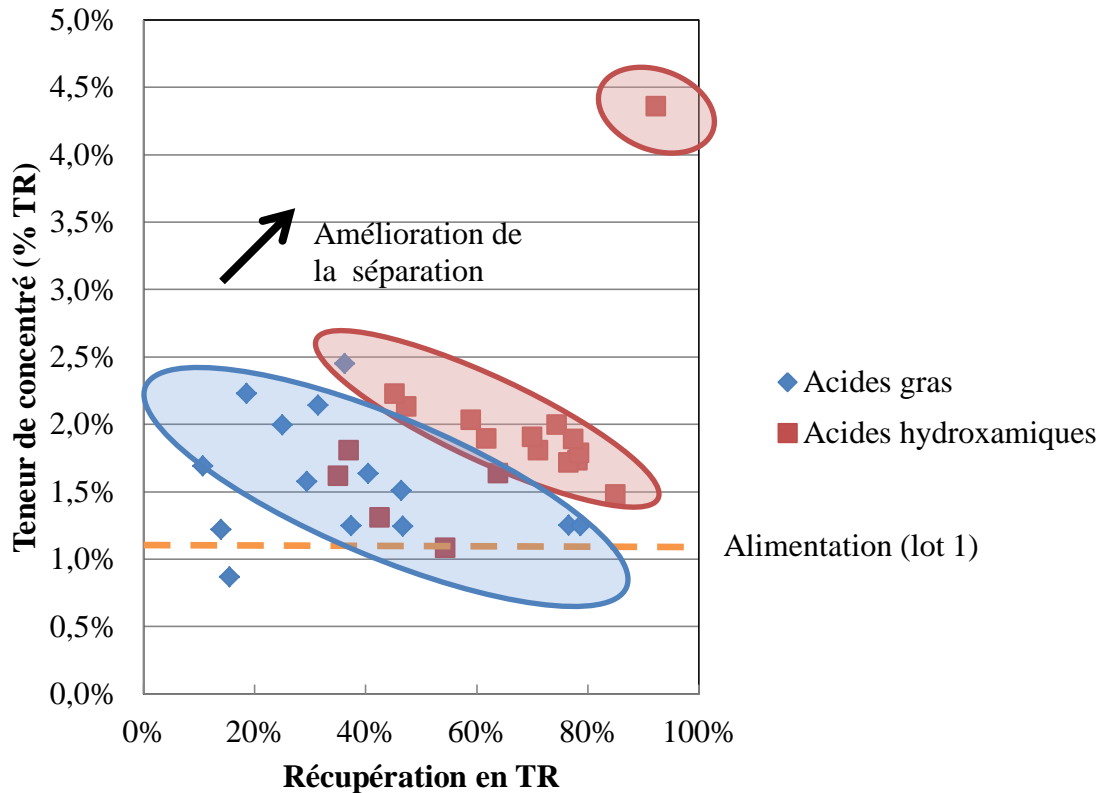


Figure 5.6 : Résultats des essais de flottation sur le minerai Niobec par type de collecteur

Pour ce qui est des dosages de collecteurs, l'utilisation de grandes quantités d'acides gras mène à des récupérations massives élevées, réduisant par le fait la teneur du concentré (essais 1, 2, 20 et 23). Le dosage élevé, parfois au-dessus des 1000 g/t, requis par les acides hydroxamiques est également démontré par les résultats. Le coût des acides hydroxamiques étant lui aussi élevé, la recherche d'options pour en diminuer la consommation devrait être une priorité. En raison des coûts associés au chauffage, il serait important de confirmer si des températures élevées sont requises et si des températures supérieures pourraient diminuer les besoins en réactifs en augmentant la cinétique d'attachement du collecteur. Un pH élevé améliore les performances en augmentant la charge négative des particules, (Cheng *et al.*, 1993), ce qui peut augmenter la composante électrostatique de l'attachement du collecteur aux particules. Un % solide plus élevé que 50% au conditionnement est aussi un moyen d'augmenter la probabilité de contact positif entre les particules et le collecteur, puisque la concentration du réactif en solution, pour une même quantité de minerai et de collecteur, est plus élevée. Enfin, l'effet de la recirculation d'eau typiquement effectuée

dans les usines minéralurgiques devrait lui aussi être étudié, afin de confirmer si une différence se produirait dans une usine où l'eau serait réutilisée après la filtration du concentré.

Les résultats présentés à la section 5.1.2 démontrent qu'à un P_{80} de 150 μm , 47 % et 27 % respectivement de la bastnaésite et de la monazite sont contenus dans des particules libres ou libérées. Il est donc envisageable qu'un broyage à un P_{80} sous les 88 μm permette une meilleure séparation qu'un broyage grossier. Les essais 1 à 32 ne montrent pas de d'amélioration nette des résultats avec la diminution du P_{80} . La comparaison entre les essais 31, 32 et 33, effectués avec des produits de broyage similaires, suggère que l'efficacité de séparation est largement dictée par le choix du collecteur et des autres réactifs et conditions de flottation. Puisque l'expérience 33 représente un résultat positif et concluant, il est recommandé d'effectuer des essais à ces conditions pour différents temps de broyage. Ceci permettra d'identifier une maille de broyage optimale.

L'essai 33, avec une récupération de 92 % et une teneur de concentré de 4,4 % TR, équivalente à environ 7,3 % minéraux de TR, présente clairement la meilleure efficacité de séparation. Les résultats de cet essai sont donc décrits plus en détails et utilisés pour l'analyse subséquente. Le collecteur utilisé, le Florrea 7510, est composé, selon la fiche signalétique, de 50 à 100 % d'acide benzo-hydroxamique, de formule chimique $\text{C}_7\text{H}_7\text{NO}_2$. Il est fourni par la compagnie Flottec et est fabriqué en Chine. Les déprimants ajoutés lors du conditionnement sont le silicate de sodium et la gomme de guar. La température utilisée tout au long de l'expérience est de 50 °C et le conditionnement est effectué à une fraction solide de 70 %. Aucun ajustement du pH n'est effectué. L'ajout de silicate de sodium amène le pH à une valeur de 9 avant l'ajout de collecteur et la flottation. La figure 5.7 présente les résultats en fonction du temps. Il est à noter que la courbe de récupération massique cumulée n'est pas montrée, puisqu'elle se confond avec celle pour la gangue, qui représente la majeure partie de la masse flottée.

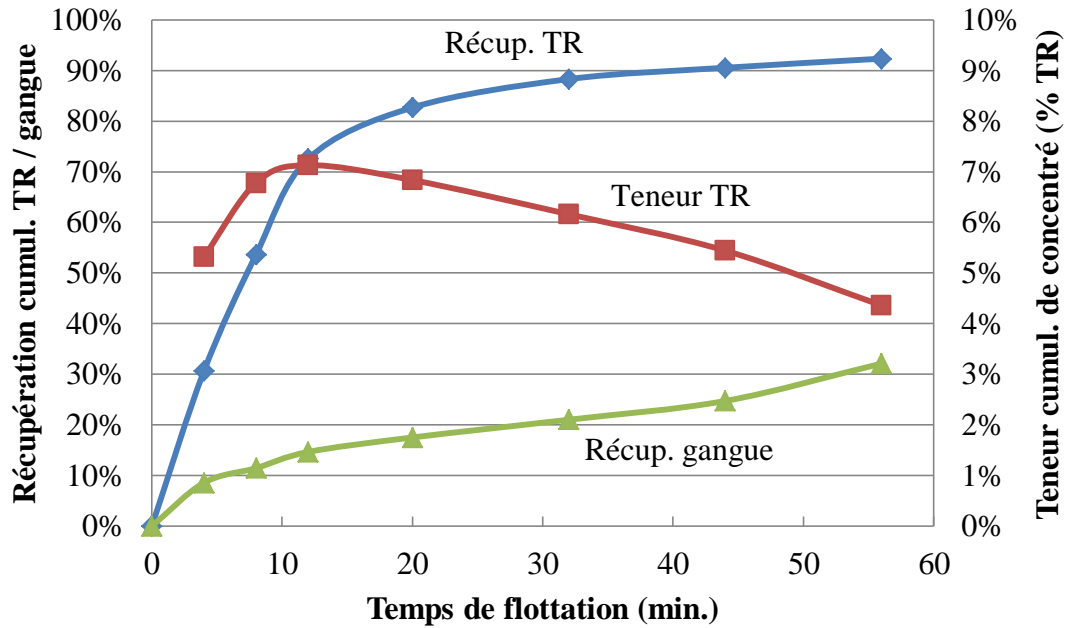


Figure 5.7 : Teneur et récupération cumulatives en fonction du temps pour l'essai 33

Une première observation porte sur la teneur cumulative qui augmente puis diminue, en raison de la teneur du concentré 0-4 minutes qui titre 5,3 % TR, alors que les concentrés 2 et 3 titrent respectivement 10,7 % et 8,4 % TR. Les facteurs pouvant expliquer ceci incluent l'entraînement de particules de gangue avec le concentré primaire, un conditionnement incomplet qui se continue durant la flottation et l'existence d'une composante minérale avec une cinétique de flottation plus rapide que les TR, mais moins rapide que la gangue. Cette composante pourrait notamment être constituée de particules de TR mixtes grossières ou d'une espèce minérale différente comptant peu ou pas de TR. Encore une fois, une analyse granulo-chimique des concentrés pourrait aider à expliquer le phénomène : un concentré 0-4 minutes relativement fin laisserait présager un problème d'entraînement, alors que si ce flux est grossier, un problème de libération pourrait être en cause.

Selon les règles usuelles en flottation, les concentrés 6 et 7 devraient être écartés du concentré, en raison de leur teneur plus faible que l'alimentation. Il est donc plus approprié de parler d'une récupération de 88% dans un concentré titrant 6,2% TR. Les concentrés 6 et 7 sont cependant conservés dans la modélisation ci-dessous, afin de générer plus de points et ainsi améliorer la robustesse du modèle.

Les données de récupération ci-dessus peuvent être utilisées afin de calibrer un modèle cinétique de flottation. Le modèle choisi pour prédire la récupération des minéraux de TR $R(t)$ est un modèle d'ordre 1 avec une récupération ultime R_∞ (après un temps de flottation infini) et une cinétique k_{TR} , exprimée en h^{-1} . Celui-ci se traduit par :

$$R(t) = R_\infty [1 - e^{(-k_{TR}t)}] \quad \text{Équation 5-2}$$

Ce modèle stipule que le taux de récupération d'une espèce chimique est fonction de sa concentration dans la cellule. Il s'agit d'un modèle éprouvé, employé en flottation depuis longtemps (Zuñiga, 1935). La constante cinétique, k_{TR} , prend une valeur de $0,114 h^{-1}$, alors que la récupération ultime R_∞ est de 91,9 %.

Un modèle d'ordre 0 modélise bien la récupération de gangue $R_g(t)$ qui se retrouve au concentré d'une manière linéairement proportionnelle au temps écoulé t , après qu'une proportion initiale b_0 se soit rapportée avec le concentré primaire. Le modèle s'exprime donc de la manière suivante :

$$R_g(t) = b_1 t + b_0 \quad \text{Équation 5-3}$$

La constante de proportionnalité b_1 du modèle pour la gangue est de 0,41 %/min alors que l'entraînement initial b_0 est de 8,3 %. La figure 5.8 présente les valeurs obtenues par les modèles calibrés (lignes) et les récupérations calculées précédemment (points). Il y a un accord entre les modèles et les données, ce qui indique que le choix de modèle est adéquat. Le fait que la gangue arrive au concentré à une vitesse fixe indique que, à l'exception de la contamination primaire, entre 0 et 4 minutes, le processus majeur de récupération de cette composante n'est probablement pas la flottation, mais plutôt l'entraînement. Ceci suggère également une libération adéquate des TR et une bonne sélectivité des conditions choisies par rapport à celles-ci.

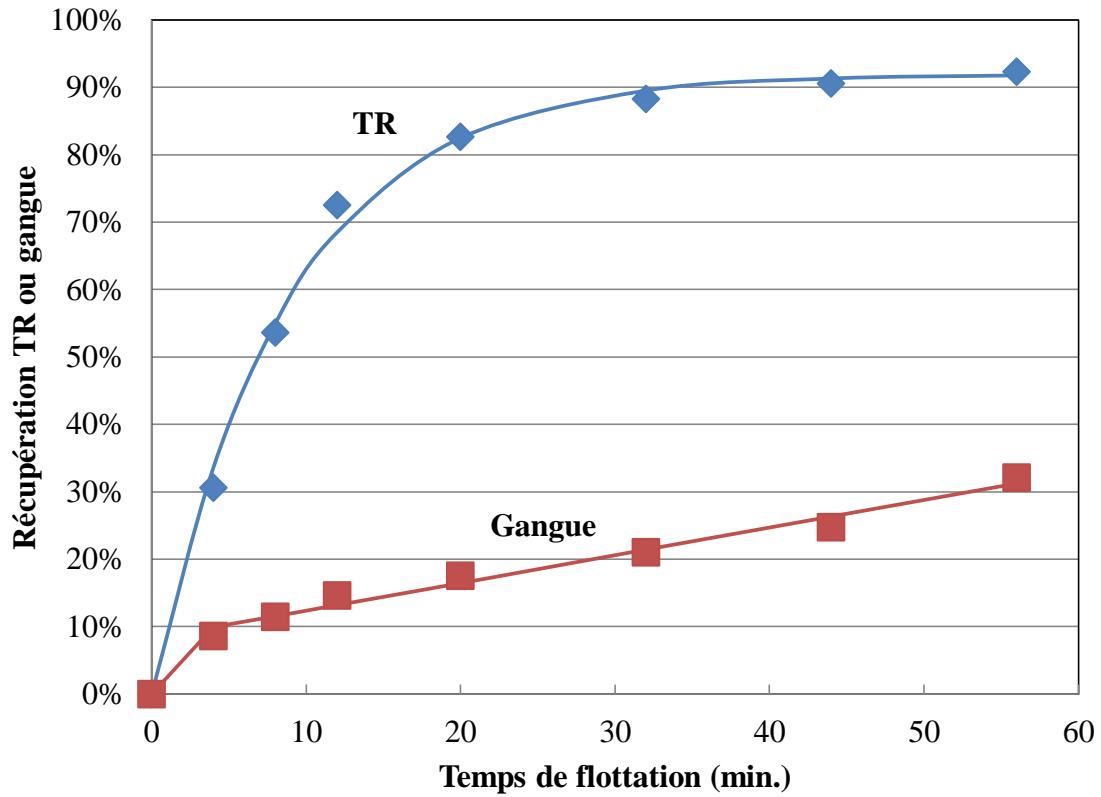


Figure 5.8 : Modèles calibrés (lignes) et données (points) pour l'essai de flottation 33

En posant l'hypothèse que ces modèles s'appliquent au nettoyage, une extrapolation de ces résultats peut être faite pour 2 étapes de nettoyage suivant un ébauchage et sans recirculation. Le résultat serait une récupération de 77 % des TR, dans un concentré titrant 25 % TR ou 41 % minéraux de TR, donc 59 % de gangue. Le résultat d'un tel circuit est illustré à la figure 5.10.

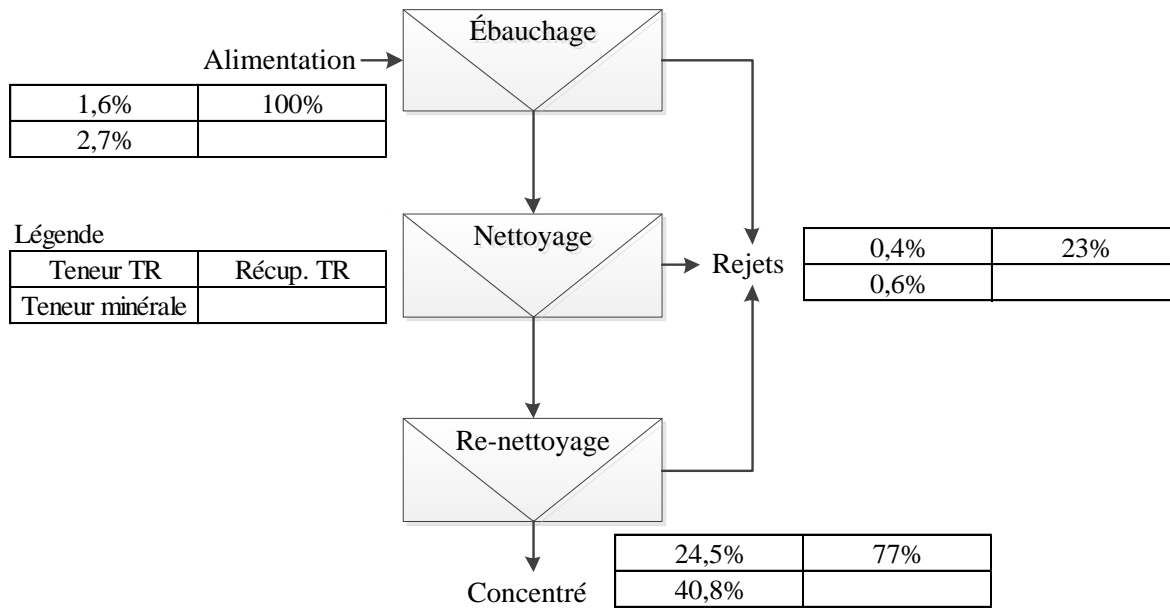


Figure 5.9 : Simulation d'un circuit de flottation du minerai Niobec

Enfin, il a été démontré qu'une récupération de 92 % dans un concentré titrant 4,4 % TR ou 7,3 % minéraux de TR est atteignable à l'ébauchage. Il est à noter que les analyses réalisées ici tiennent pour acquis que tous les concentrés (1 à 7) sont conservés, ce qui va à l'encontre de la règle du pouce qui stipule que la flottation devrait cesser lorsque le concentré récupéré a une teneur plus faible que l'alimentation. Les concentrés 6 et 7 recueillies entre 32 et 56 minutes seraient alors rejetés. Il serait donc aussi valide de dire qu'une récupération de 88 % des TR dans un concentré titrant 6,2 % TR est atteignable. En posant que cette récupération est la même pour toutes les TR, 282 \$ sur les 320 \$ disponibles dans chaque tonne seraient récupérés, alors que 38 \$ se retrouveraient aux rejets.

Les résultats ci-dessus démontrent que la flottation est la méthode la plus prometteuse pour concentrer les minéraux de TR contenus dans le minerai Niobec, ce qui est en accord avec la littérature (Jack Zhang et Edwards, 2012b). Les travaux futurs en traitement de minerais devraient donc être majoritairement dirigés vers cette approche. En ce sens, plusieurs recommandations et idées sont ici rappelées et énumérées.

Les facteurs tels que la température, le P₈₀ de broyage, le pH, le dosage de collecteur et des déprimants constituent des facteurs dont l'influence devrait être évaluée. Alors que les différentes mailles de broyage peuvent être évaluées aux conditions ci-dessus, les autres facteurs pourraient être évalués par un plan factoriel autour des conditions établies précédemment, afin de minimiser le temps et les moyens requis pour les expérimentations.

Afin de confirmer si la gangue au concentré provient d'entraînement, de particules mixtes ou de particules de gangue à cinétique rapide, une analyse-granulo-chimique est recommandée. De plus, l'analyse des éléments de gangue par XRF permettrait d'évaluer si une espèce minérale est particulièrement présente. L'utilisation d'une fraction solide plus faible pourrait aussi permettre de réduire l'entraînement au nettoyage et à l'ébauchage, puisqu'il y aurait alors moins de particules par volume de liquide entraîné au concentré. Il serait également intéressant de mesurer la masse d'eau accompagnant chaque concentré, afin de voir si la masse de gangue entraînée peut y être corrélée (Savassi *et al.*, 1998). Enfin, le calibrage de modèles pour les autres étapes comme le nettoyage devrait aussi être effectuée. Les résultats obtenus seront essentiels à l'évaluation de la consommation de réactifs lors de la mise en solution du concentré.

5.3 Mise en solution

Les essais de mise en solution des TR du minerai Niobec visent à évaluer la proportion des TR qui peut être récupérée par lixiviation atmosphérique et la consommation d'acide requise pour ce faire. La portion des TR provenant de la bastnaésite devrait être plus facilement lixiviée, contrairement à la monazite qui nécessite généralement une cuisson acide ou une conversion en hydroxydes. Il est à noter que l'échantillon Niobec-2 est utilisé pour tous les essais de mise en solution

Les résultats d'une première série d'essais de lixiviation sur du matériel broyé et tamisé sont présentés à la figure 5.10. Le plus haut dosage d'acide chlorhydrique et celui d'acide sulfurique correspondent à des ajouts dépassant le point où la réaction apparaît visuellement complète, c'est-à-dire que le dégagement gazeux observé initialement cesse. Le pH très acide obtenu (<0) tend aussi à démontrer que la quantité d'acide ajoutée est suffisante pour

considérer un excès d'acide. Le dosage en kg/t correspond à la masse de HCl concentré à 37,5 %. Les ajouts de de HCl correspondent respectivement à 24247, 12123 et 18044 moles de HCl ou de H^+ par tonne de minerai. L'ajout d'acide sulfurique équivaut à 22400 moles/t de H^+ . À titre comparatif, 4080 moles de H^+ sont ajoutées au minerai Soutex-2 concassé, et seule une petite portion est consommée. Il apparaît donc évident que les carbonates du minerai Niobec consomment une grande quantité de l'acide ajouté. La perte de masse du minerai Niobec, généralement au-dessus de 50 %, tend à confirmer cette hypothèse.

Enfin, les taux de mise en solution ci-dessous correspondent à la moyenne des taux pour le La, le Ce et le Nd. Puisque ces éléments représentent 90 % des TR en présence et que leur teneur dans la bastnaésite et la monazite est similaire, ils correspondent au taux général de mise en solution des TR. Le taux de lixiviation des TR lourdes devrait être confirmé lors d'essais futurs, notamment par l'utilisation de l'ICP-MS, puisque les teneurs en plusieurs TR lourdes sont sous les limites de détection du MP-AES.

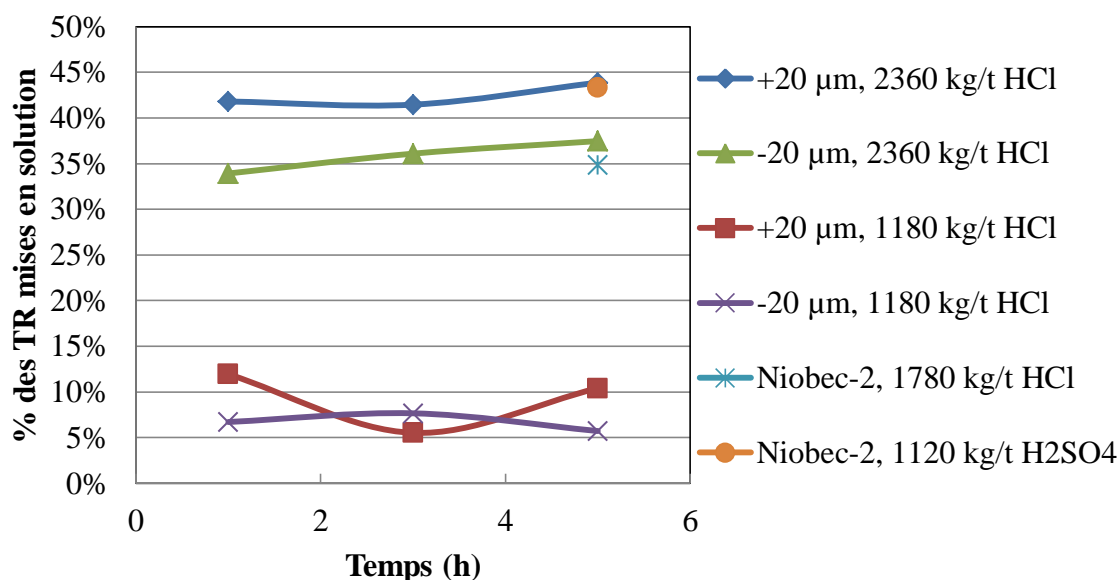


Figure 5.10 : Résultats de la lixiviation au HCl du minerai Niobec 2

La majorité des TR sont lixiviées dans la première heure, avec une légère augmentation dans les heures qui suivent. Il est probable que la bastnaésite soit mise en solution rapidement alors que la monazite réagit plus lentement. Un dosage d'acide de 1180 kg/t permet seulement de faire passer de 5 à 10 % des TR en solution, alors qu'un ajout deux

fois plus élevé permet d'atteindre une extraction entre 37 et 44 % après cinq heures. Il apparaît donc que la lixiviation d'autres carbonates se produit avant celle des TR, ce qui rend difficile une mise en solution sélective de celles-ci. Une première lixiviation à l'acide faible visant à solubiliser sélectivement les carbonates de gangue pourrait cependant être intéressante. Cette démarche se rapprocherait alors de celle utilisée à la mine Mountain Pass (Goode, 2016).

Un plafond à la lixiviation au HCl aux conditions atmosphériques semble exister entre 35 et 40 %, point auquel l'ajout d'acide supplémentaire n'augmente plus le taux de mise en solution. Ce maximum est près de la valeur attendue de 40 %, équivalente aux deux tiers de la contribution de la bastnaésite aux TR, soit 59 %. Il est donc probable que les fluorures de TR mentionnés dans la littérature apparaissent effectivement en milieu HCl (Jack Zhang et Edwards, 2012a) et que la monazite, représentant les 41 % des TR restantes, ne soit que peu lixiviée.

L'utilisation d'acide sulfurique permet d'atteindre un taux de lixiviation plus élevé ce qui peut s'expliquer par l'absence de formation de ces fluorures insolubles. L'extraction n'atteint cependant pas le niveau attendu, ce qui se justifie probablement par la substitution d'une grande quantité de TR dans le gypse (CaSO_4) formé, un problème identifié dans la littérature (Habashi, 1985). Cet aspect représente un problème potentiel pour tout projet visant à mettre les TR en solution en milieu sulfate à partir d'un minerai ou d'un concentré contenant des minéraux de calcium solubles comme la dolomite, la calcite et l'ankérite. Le grand volume de gypse généré représente aussi un défi dans une exploitation. À titre indicatif, le volume de gypse généré lors de l'expérience était similaire au volume de minerai utilisé. Ce problème serait cependant beaucoup moins grand si un concentré de TR à faible teneur en Ca était lixivié et non un minerai tout-venant.

Le fait qu'une plus grande proportion des TR de la fraction +20 μm soit mise en solution indique que la fraction fine présente probablement un rapport monazite : bastnaésite légèrement plus élevé. Globalement, il apparaît difficile de lixivier plus de 40 % des TR du minerai Niobec par lixiviation atmosphérique au HCl. Bien que la cuisson acide représente

une option permettant d'extraire les TR de la monazite, son application à l'échelle industrielle présente plusieurs défis dont la manutention du matériel très collant qui tend à adhérer aux parois des fours tubulaires (Bradley *et al.*, 2016). Pour ces raisons, des essais de conversion caustique en phase aqueuse avant la lixiviation, visant à rendre les TR plus solubles, sont ici abordés.

La figure 5.11, la figure 5.12 et la figure 5.13 présentent respectivement le bouillonnement lors du traitement du minerai au NaOH concentré, dû au dégagement de CO₂, la pulpe obtenue après le traitement au NaOH et le solide lavé, centrifugé qui se retrouve au fond de la fiole, encerclé en orange.

La figure 5.14 présente les teneurs et les distributions pertinentes pour une expérience avec traitement caustique dans une solution 40 % NaOH à 125 °C pendant une heure, suivi d'une lixiviation à pH 1,5. L'atteinte de ce pH requière un ajout de 1974 kg/t de HCl 37,5%, ce qui est inférieur au plus haut dosage testé précédemment, soit 2360 kg/t. Les résultats sont encourageants, puisque respectivement 63 % et 61 % du lanthane et du cérium sont récupérés dans la solution finale, ce qui surpasse les performances obtenues précédemment, et ce, malgré un pH de lixiviation de 1,5, ce qui est plus élevé que dans l'expérience sans prétraitement. La faible proportion du fer qui se retrouve dans la solution de TR, soit 8 %, est également très encourageante. L'approche présente donc un potentiel pour rejeter ce contaminant, de même que le thorium, puisqu'il peut être séparé par une approche similaire de précipitation par neutralisation, tel qu'expliqué dans la section 3.7. Plus de 20 % des TR se retrouvent dans la solution caustique, ce qui peut s'expliquer par la présence de fines particules qui sédimentent très lentement, rendant la séparation solide-liquide imparfaite.



Figure 5.11 : Traitement au NaOH, © Jean-François Boulanger, 2017

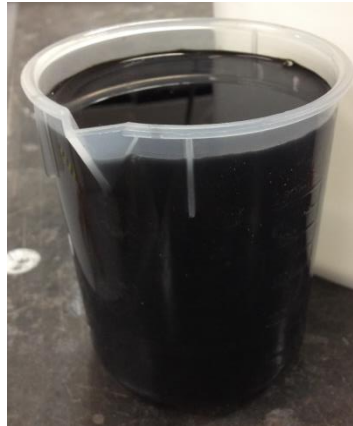


Figure 5.12 : Solution caustique avant filtration © Jean-François Boulanger, 2017



Figure 5.13 : Solide post-traitement au NaOH lavé, © Jean-François Boulanger, 2017

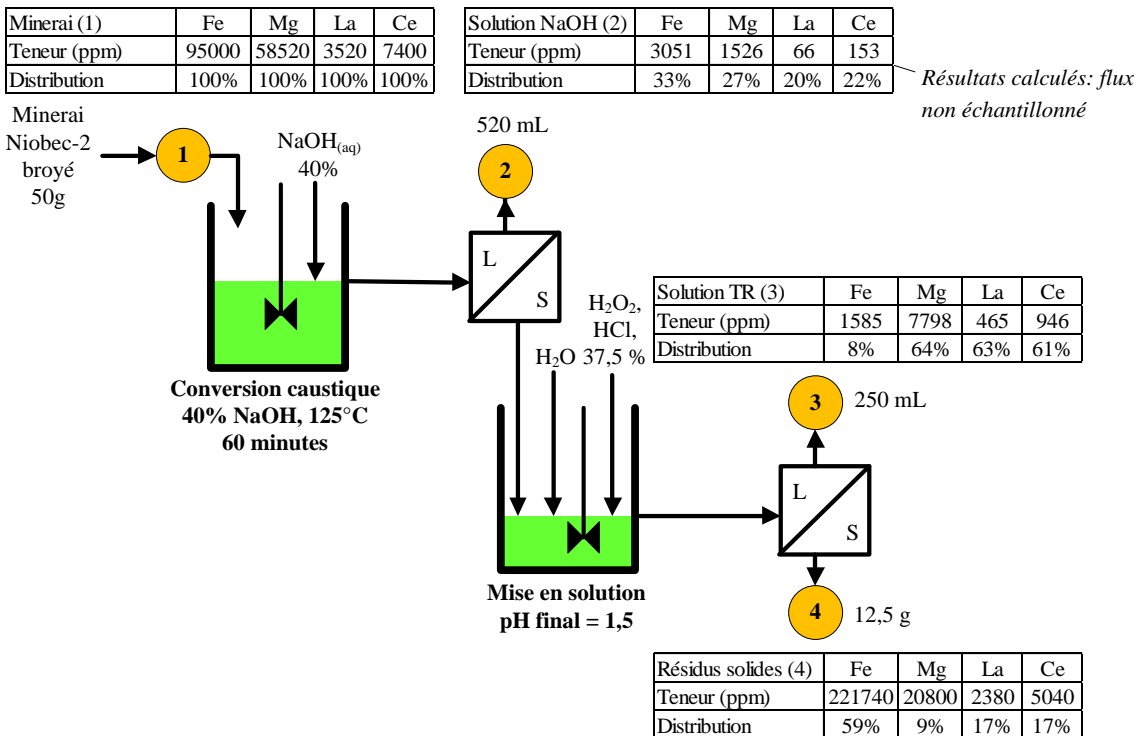


Figure 5.14 : Résultats de la mise en solution avec traitement caustique à 125 °C

Les résultats d'un deuxième essai sont présentés à la figure 5.15. Il s'agit d'un essai à une température et à une concentration NaOH plus élevées. L'atteinte d'un pH de 3 en

lixiviation acide requière 1444 kg/t de HCl concentré, ce qui est encore plus faible que lors de l'essai précédent. Les résultats montrent d'abord une augmentation de 8 à 15 % des pertes dans la solution caustique, causées par la viscosité et la densité plus élevées de ce liquide qui nuisent à la sédimentation des fines particules. Malgré ceci, la proportion récupérée en solution passe de 63 à 68 %, même avec un pH final de 3, ce qui confirme l'augmentation de la solubilité des minéraux de TR par le traitement au NaOH. La séparation du fer est également meilleure, puisque seulement 1 % du fer présent originalement se retrouve en solution. Le pH plus élevé favorise ceci, puisque moins d'hydroxydes de fer sont remis en solution.

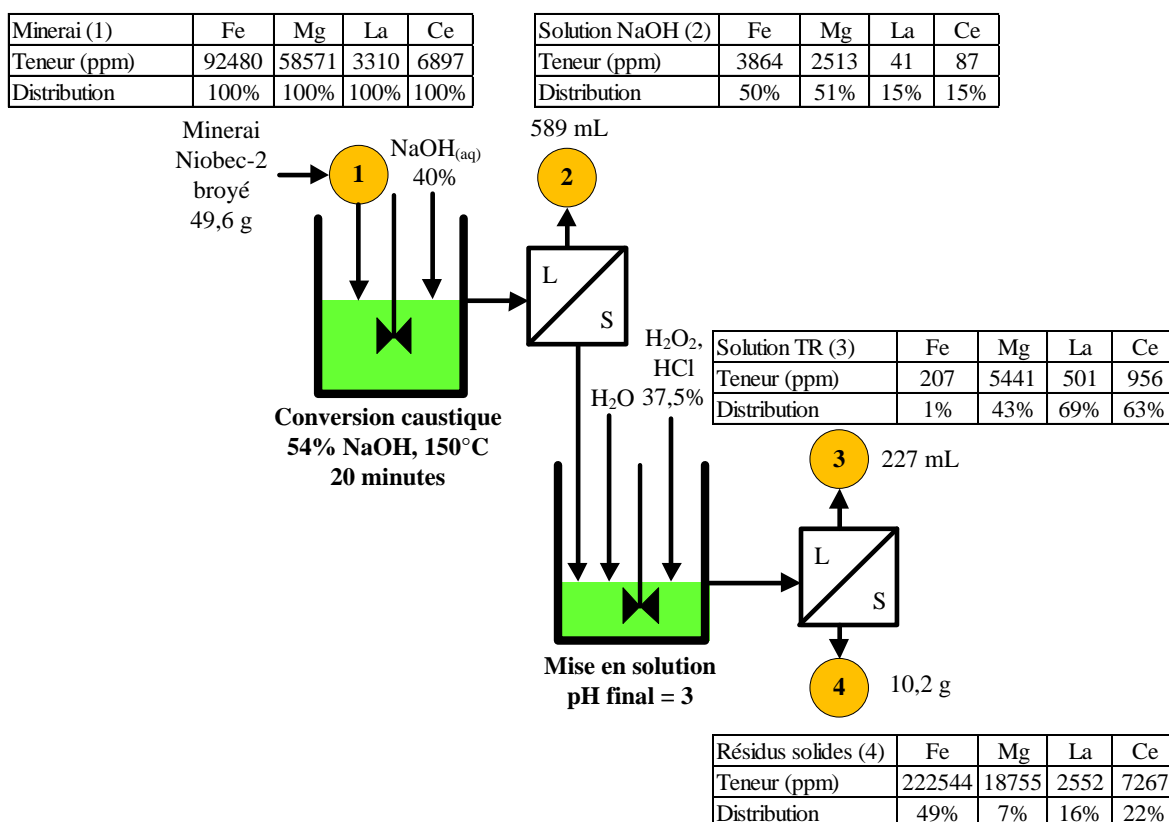


Figure 5.15 : Résultats réconciliés de la mise en solution avec traitement caustique à 150 °C

Une troisième expérience est présentée à la figure 5.16. Les conditions du traitement caustique sont les mêmes que pour l'essai précédent, mais une dilution, un refroidissement et une filtration sont ajoutés à l'étape de séparation, en plus de la centrifugation, dans le but

de récupérer les fines particules présentes dans la solution caustique. La solution caustique, au lieu d'être noire et opaque (figure 5.12) est alors rougeâtre et translucide, indiquant une bonne récupération des solides. Le gâteau post-lixiviation est grisâtre. Le dosage d'acide chlorhydrique requis pour atteindre le pH de 3 est cette fois de 1860 kg/t.

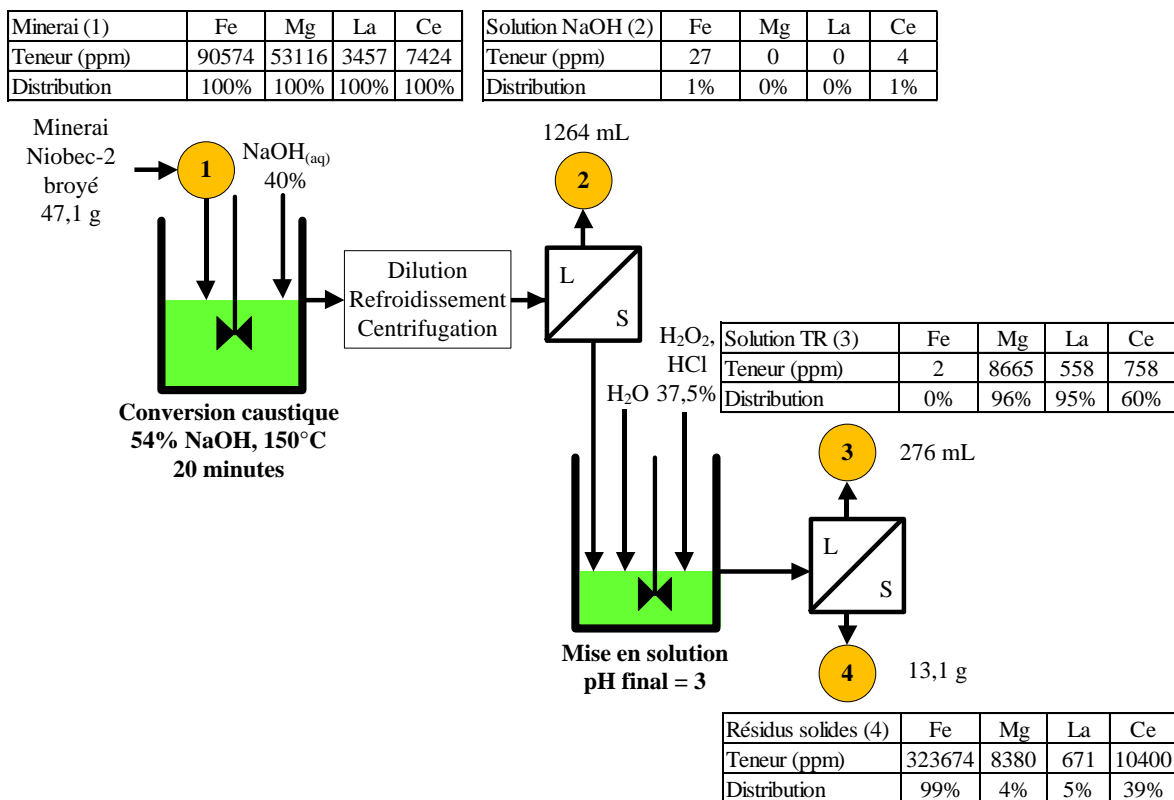


Figure 5.16 : Résultats réconciliés avec traitement caustique à 150 °C et filtration

Les résultats sont supérieurs aux essais précédents, avec une récupération du lanthane atteignant 95 % et une séquestration de 99,99 % du fer dans le solide résiduel. 90 % du néodyme se retrouve également en solution, ce qui vient confirmer l'amélioration. Il apparaît cependant que 40 % du cérium se retrouve au résidu, ce qui viendrait réduire la récupération globale des TR. Un ajout excessif de peroxyde explique ceci, puisque des échantillons intermédiaires montrent une concentration de 1250 ppm de cérium et un rapport La:Ce de 2:1 avant la deuxième dose de H₂O₂, ce qui est similaire à la proportion dans le minerai. L'option de rejeter volontairement le cérium est néanmoins intéressante,

puisque certains chercheurs rapportent des procédés où le cérium est exclu en raison de sa faible valeur (Goode, 2016).

Les récupérations obtenues ici peuvent être combinées à celles obtenues en flottation, afin d'estimer quelle portion de la valeur présente initialement dans le matériel peut être récupérée dans une solution purifiée. Le tableau 5.12 présente les résultats d'un tel calcul. Il y apparaît que 250,14\$ sur les 320,79 \$ présents dans une tonne de matériel peuvent être récupérés, soit 78% de la valeur présente initialement.

Tableau 5.12: Proportions récupérées par la flottation-lixiviation-purification de l'échantillon Niobec-2 (avec traitement caustique)

Élément	Valeur initiale \$/tonne	Récupération en flottation	Pertes en flottation (\$/t minerai)	Récupération en lixiviation & purification	Pertes en lixiv. et purification (\$/t minerai)	Récupération totale	Valeur récupérée (\$/t minerai)
La	9,70 \$	88%	1,16 \$	95%	0,47 \$	83%	8,07 \$
Ce	16,35 \$	88%	1,96 \$	60%	5,76 \$	53%	8,63 \$
Pr	65,06 \$	88%	7,81 \$	90%	5,73 \$	79%	51,53 \$
Nd	166,28 \$	88%	19,95 \$	90%	14,63 \$	79%	131,70 \$
Sm	2,31 \$	88%	0,28 \$	90%	0,20 \$	79%	1,83 \$
Eu	26,11 \$	88%	3,13 \$	90%	2,30 \$	79%	20,68 \$
Gd	14,25 \$	88%	1,71 \$	90%	1,25 \$	79%	11,29 \$
Tb	8,57 \$	88%	1,03 \$	90%	0,75 \$	79%	6,79 \$
Dy	8,76 \$	88%	1,05 \$	90%	0,77 \$	79%	6,94 \$
Ho	0,23 \$	88%	0,03 \$	90%	0,02 \$	79%	0,18 \$
Er	0,49 \$	88%	0,06 \$	90%	0,04 \$	79%	0,39 \$
Tm	1,03 \$	88%	0,12 \$	90%	0,09 \$	79%	0,82 \$
Yb	0,18 \$	88%	0,02 \$	90%	0,02 \$	79%	0,14 \$
Lu	0,88 \$	88%	0,11 \$	90%	0,08 \$	79%	0,69 \$
Y	0,59 \$	88%	0,07 \$	90%	0,05 \$	79%	0,47 \$
Total	320,79 \$		38,50 \$		32,16 \$		250,14 \$

*Récupérations en récupération-purification posées pour tous les éléments sauf le La, le Ce et le Nd

L'approche du traitement au NaOH suivi d'une lixiviation au NaOH, semble donc présenter plusieurs avantages, dont une récupération élevée et la possibilité de séparer plusieurs éléments, dont le Fe, le Th et le Ce, avant même qu'ils ne soient mis en solution. Étant donné le peu d'applications industrielles de cette approche et le besoin d'une solution avec très peu de contaminants pour alimenter un circuit d'extraction par solvants, il est cependant important d'évaluer des moyens de purifier des solutions après leur lixiviation, ce dont traite la prochaine section.

5.4 Purification de la solution

Afin d'isoler les TR avant leur séparation, les approches par neutralisation et par ajout d'ions oxalate présentent toutes deux un potentiel intéressant. Des essais pour chacune des méthodes sont décrits dans cette section.

5.4.1 Précipitation des impuretés par neutralisation

Un essai de purification par neutralisation effectué sur une solution de lixiviation au HCl du minerai Niobec 2 est présenté à la figure 5.17. Des échantillons prélevés sont filtrés et analysés durant l'expérience qui se déroule dans un seul réacteur. Les teneurs et distributions affichées représentent donc la teneur dans la phase liquide uniquement. Cette phase serait éventuellement récupérée par une séparation solide-liquide. La distribution du La est représentative de celles des autres TR, à l'exception du Ce, qui tend à précipiter pour des raisons discutées ci-dessous.

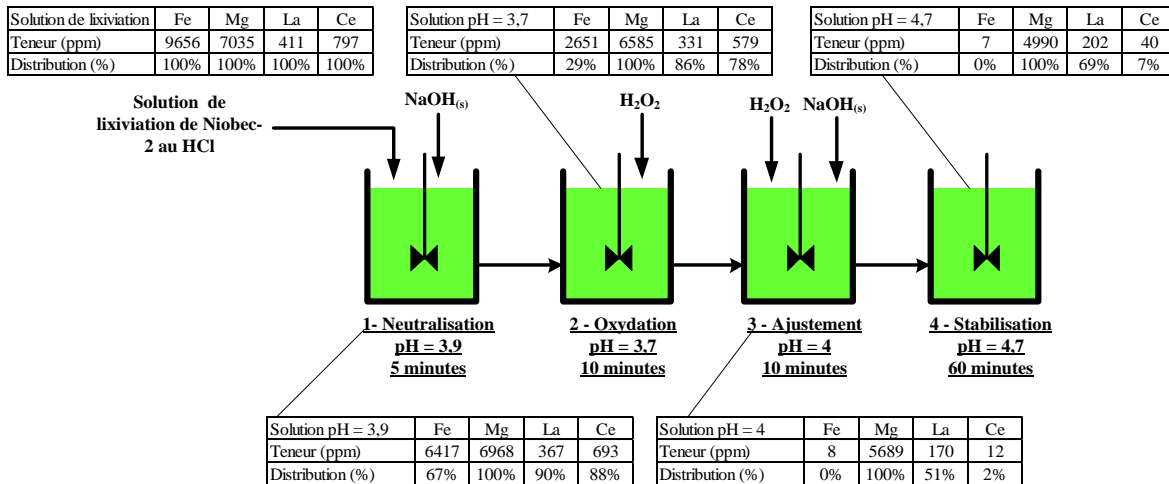


Figure 5.17 : Purification d'une solution de lixiviation au HCl du minerai Niobec-2

Les résultats montrent d'abord qu'une neutralisation seule, comme à l'étape 1, sans oxydation du fer ferreux en fer ferrique ne permet de précipiter qu'un tiers du fer présent à un pH de 3,9. Lors de l'expérience, l'ajout de peroxyde d'hydrogène comme oxydant, à l'étape 2, cause une baisse du pH jusqu'à des valeurs de 1,8 ce qui s'explique par la consommation d'ions OH⁻ lors de la formation des hydroxydes de fer ferrique Fe(OH)₃. Le pH tend ensuite à remonter jusqu'à l'atteinte d'un équilibre. Une valeur de potentiel

d'oxydo-réduction de 600 mV, telle que mesurée par une sonde, est suggérée dans la littérature afin de contrôler cet ajout (Dreisinger *et al.*, 2014). L'étape 3 (ajustement) montre qu'un ajout excessif de ce réactif peut avoir pour conséquence d'oxyder le cérium trivalent en Ce^{4+} , ce qui entraîne alors sa précipitation, comme dans le cas de la lixiviation d'hydroxydes à la sous-section 5.3.

L'utilisation d'un oxydant fort présente aussi un autre inconvénient en milieu HCl, puisqu'il est possible pour le peroxyde d'hydrogène d'oxyder les ions chlorure en chlore gazeux (Turgeon *et al.*, 2015). Le bouillonnement observé lors de l'ajout de H_2O_2 témoigne de cette réaction. Le chlore, un gaz toxique, doit être capté, ce qui complique la conception des réacteurs où s'effectue la réaction d'oxydation. Il serait donc recommandé d'identifier un oxydant moins puissant et de mieux contrôler l'ajout.

Enfin, l'étape 4 à la figure 5.17 montre que la stabilisation de la valeur de pH et des espèces présentes en solution peut prendre plus d'une heure, ce qui peut représenter un volume de réacteur important. Bien que pratiquement tout le fer soit précipité lors de cet essai, la récupération de seulement 69 % des TR est faible. Ceci s'explique par un ajout excédentaire de NaOH.

Étant donné la tendance des carbonates à consommer de larges quantités d'acide, il est probable qu'un minerai carbonaté passe par une étape de pré-concentration avant la mise en solution et la purification. Des expériences utilisant un concentré généré par un laboratoire externe lixivié au HCl sont donc présentées ici, afin d'évaluer les approches par neutralisation et par précipitation d'oxalates. La figure 5.18 présente les résultats d'une purification par neutralisation, réalisée sur une solution générée par la lixiviation d'un des concentrés obtenus d'un laboratoire externe.

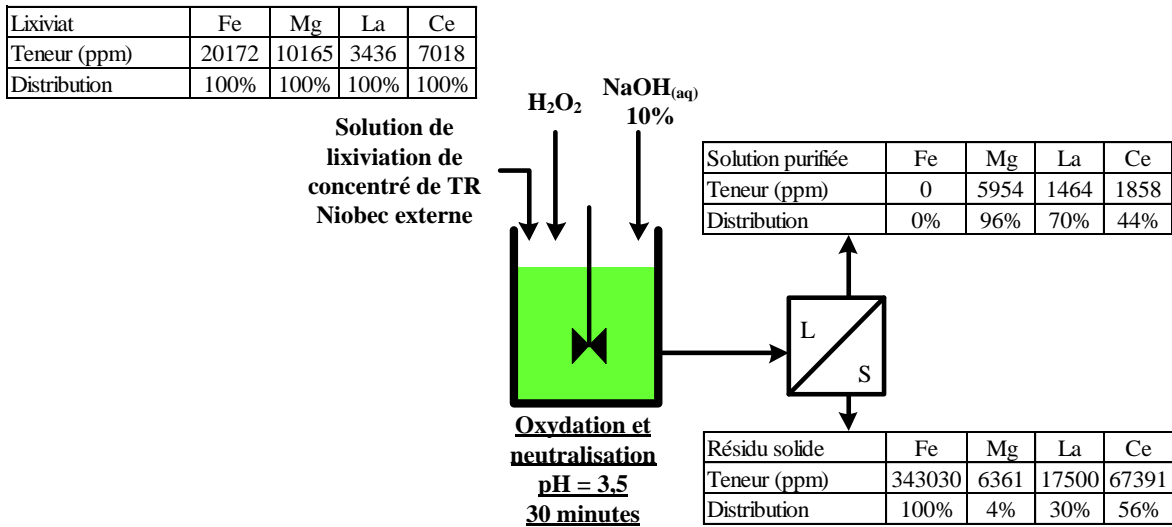


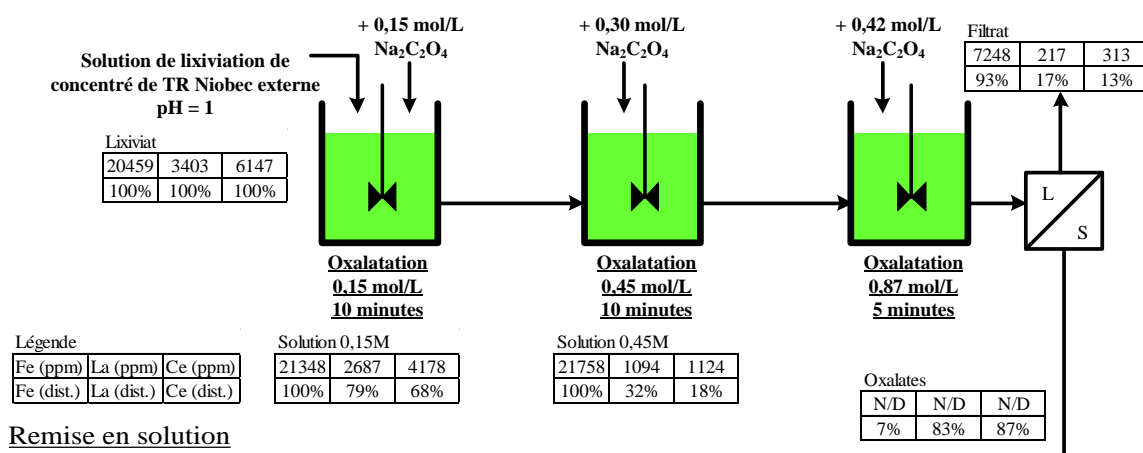
Figure 5.18 : Purification par neutralisation d'une solution de lixiviation de concentré Niobec

Tel qu'attendu, la teneur en La et en Ce du lixiviât est beaucoup plus élevée, soit presque 10 fois celle obtenue lorsqu'un minerai brut est utilisé. La teneur en Fe demeure tout de même supérieure, ce qui indique encore un besoin de purification de la solution avant l'extraction par solvant. Les résultats montrent que l'approche par oxydation-neutralisation fonctionne de manière analogue aux cas précédents; le fer est précipité vers une phase solide, mais une portion significative des TR, surtout le Ce, se retrouve dans le résidu solide. Il apparaît évident qu'un ajout trop élevé de peroxyde d'hydrogène est survenu, ce qui explique les pertes de Ce. La précipitation d'une portion significative du La et des autres TR mesurées est probablement attribuable à un manque de contrôle de la base ajoutée et à un temps de stabilisation trop court. Encore une fois, il est recommandé de trouver un moyen de mieux doser l'oxydant et possiblement d'en trouver un moins puissant. Une fois cet aspect couvert, des méthodes permettant d'atteindre un pH précis devraient être investiguées, à la suite de quoi, une évaluation de la cinétique de ces réactions pourrait être effectuée. Cependant, en comparaison avec le procédé avec pré-traitement au NaOH, mentionné à la sous-section 5.3, il apparaît aussi que l'oxydation-neutralisation à partir d'une solution peut amener des pertes en TR et nécessiter un temps de séjour prolongé, ce qui pourrait le rendre moins attrayant.

5.4.2 Précipitation sélective des TR par ajout d'ions oxalates

Le lixiviat de concentré traité par oxydation-neutralisation ci-dessus peut également être purifié par la formation sélective d'oxalates de TR. Cette approche est schématisée avec les teneurs et distributions obtenues à la figure 5.19. Les teneurs de solution proviennent d'analyse MP-AES effectuées sur des échantillons prélevés par une seringue et filtrés. La teneur du calcinat est mesurée par XRF.

Oxalation



Remise en solution

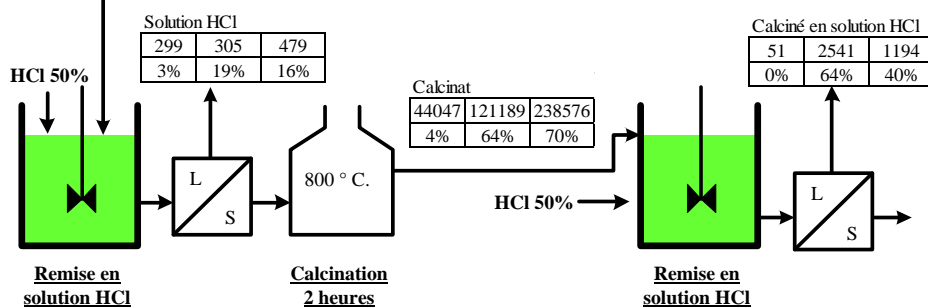


Figure 5.19 : Purification d'un lixiviat de concentré Niobec par l'approche oxalate

L'ajout d'oxalate de sodium ($\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$) permet effectivement de précipiter sélectivement les TR dès l'ajout d'une quantité équivalente à 0,15 mol/L. Une concentration de 0,45 mol/L permet de précipiter 68 % du La et 82 % du Ce, puisque seulement 32 % et 18 % de ces éléments demeurent en solution.

Une analyse non affichée sur la figure 5.19 montrait qu'une concentration de 0,87 mol/L permettait un taux de précipitation de 98 % des TR. Cependant, il semble qu'un problème soit survenu lors de la première séparation solide-liquide, effectuée par centrifugation, puisque 17 % du La se retrouve dans le filtrat, au lieu de 2 %. De plus, il apparaît probable que l'ajout de 0,87 mol/L soit trop élevé, puisqu'une portion du fer (7 %) se retrouve dans le solide composé d'oxalates. Il est également possible que la réaction de re-dissolution des oxalates de fer n'ait pas eu le temps d'atteindre l'équilibre.

Les étapes de remise en solution, pour leur part, permettent de voir que l'utilisation de HCl concentré et chaud ne permet de dissoudre qu'environ un quart des oxalates formés à l'étape précédente (19 % sur 83 % pour le lanthane par exemple). Une calcination de 2 heures à 800 °C, visant à transformer les oxalates en oxydes, est donc effectuée. Celle-ci est efficace, puisque tout le La de ce calcinat se retrouve dans la solution de HCl finale. Il semble même que le fer puisse être rejeté à cette étape et demeure dans le solide récupéré. Enfin, une partie du cérium a possiblement été oxydée pour former du CeO₂ lors de la calcination, puisqu'une fraction présente dans le calcinat se retrouve dans le solide final, ce qui est attendu en présence de cet oxyde très peu soluble.

Bref, la purification d'une solution de lixiviation au HCl produite à partir d'un concentré de TR carbonaté, comme celui de Niobec, peut être faite par l'approche oxydation-neutralisation ou celle basée sur la formation d'oxalates de TR. Bien que les résultats des expériences réalisées à l'Université Laval montrent des pertes de TR significatives, il est probable que celles-ci soient liées à des problèmes de séparation solide-liquide ou de dosage des réactifs.

L'approche par pré-traitement au NaOH semble cependant offrir plusieurs avantages, dont un taux de récupération élevé et la possibilité de séquestrer le fer et le thorium dans un résidu solide, avec peu de pertes de TR (moins de 5 %), à un pH moins acide (>2) et dans un temps de réaction plutôt court (moins d'une heure). En combinant cette récupération de 95 % en mise en solution, à la récupération projetée de 77 % en flottation, une récupération de 73 % des TR semblerait possible. Une purification par oxydation-neutralisation est

envisageable si la solution obtenue en lixiviant le solide traité au NaOH contient encore trop d'impuretés. Enfin, les TR en solution peuvent être précipitées sous forme solide en augmentant le pH ou par l'ajout d'ions oxalate. La remise en solution du solide obtenu, qui doit être calciné dans le cas des oxalates, permet d'obtenir une solution concentrée qui pourrait alimenter un circuit d'extraction par solvants.

5.5 Conclusions sur la valorisation du minerai de TR Niobec

Le minerai provenant du gisement de TR de la mine Niobec est largement composé de carbonates, qui consomment de grandes quantités d'acide quand le minerai est soumis à une lixiviation directe et qui peuvent aussi générer de grandes quantités de gypse lors de l'utilisation d'acide sulfurique et ainsi amener des pertes de TR par substitution du Ca. La séparation des minéraux de TR, la bastnaésite et la monazite, vers un concentré est donc importante. La flottation directe permet d'obtenir une teneur de 4,4 % TR avec une récupération de 92 %. Bien qu'il reste à valider le comportement aux étapes de nettoyage, ce résultat rend probable l'obtention d'un concentré de TR avec une récupération acceptable. Des analyses granulo-chimiques des produits de flottation permettraient également de mieux cerner les processus dictant la vitesse de flottation.

Les essais démontrent ensuite que la lixiviation atmosphérique directe de ce concentré par un acide fort comme le HCl ou le H₂SO₄ ne permet pas de faire passer plus de 50 % des TR en solution, ce qui représente des pertes inacceptables. Ce comportement est associé à la monazite, un phosphate de TR plus réfractaire à la lixiviation acide. Un traitement par une solution de soude caustique concentrée chaude peut transformer la monazite et la bastnaésite en hydroxydes de TR qui se dissolvent sélectivement dans une solution de HCl faible, en laissant plus de 99 % du fer sous forme solide. Cette méthode permet de mettre plus de 95 % du lanthane en solution et représente une piste de recherche très intéressante, étant donné que les différentes opérations peuvent s'effectuer dans des réacteurs agités plus conventionnels que les fours rotatifs utilisés pour la cuisson acide. L'utilisation d'un ébauchage de flottation, suivie de ce procédé d'extraction permettrait de récupérer 78% de la valeur initialement présente dans la matériel, soit 250 \$ sur 320 \$ par tonne. Enfin, si une

purification supplémentaire de la solution est nécessaire, la précipitation des impuretés par oxydation-neutralisation fonctionne pour séparer le fer et le thorium. Bien que l'ajout d'ions oxalate permette de séparer les TR de la majorité des contaminants, le fait que le thorium soit systématiquement précipité avec les TR rend cette option moins intéressante, notamment en raison des risques radiologiques liés à cet élément sous sa forme concentrée.

6 Conclusion

Les procédés utilisés pour valoriser les terres rares sont multiples et débutent généralement par le traitement d'un minerai pour générer un concentré. Cette opération est suivie d'opérations hydrométallurgiques de mise en solution et de purification visant à obtenir une solution prête à la séparation des différents éléments de TR, essentielle à leur valorisation, puisque les éléments sont utilisés individuellement pour la plupart. Peu d'usines de TR sont présentement en opération et la majorité se retrouvent en Chine, à l'exception d'une en Australie et d'une en Russie. L'information disponible sur les procédés est donc souvent fragmentaire. Le premier objectif de ce mémoire était donc de colliger l'information disponible, ce que fait au chapitre 2. Il y apparaît que la flottation est le procédé de séparation minérale le plus utilisé. Bien que les acides gras puissent servir de collecteur, leur manque de sélectivité rend les acides hydroxamiques plus attrayants, bien que ceux-ci soient coûteux et exigent des dosages élevés. Malgré le fait que la séparation magnétique et gravimétrique soit possible pour certains minerais avec des tailles de grains supérieures à 0,5 mm, ces méthodes sont peu utilisées étant donnée la taille des minéraux de TR exploités industriellement.

Une fois le concentré de TR isolé, les deux principales voies identifiées pour la mise en solution sont la lixiviation à l'acide sulfurique et celle à l'acide chlorhydrique, chacune présentant des avantages et des inconvénients aux niveaux économiques, environnementaux et quant à leur capacité d'extraction des TR. Après l'obtention de la solution de TR, il faut séparer le fer et le thorium, puis concentrer les TR avant l'étape de séparation liquide-liquide des TR. L'approche par oxydation du fer et neutralisation et l'approche par précipitation sélective à l'oxalate sont généralement utilisées à cet effet. La séparation du thorium des TR n'est pas accomplie par la précipitation en oxalates.

Les différentes méthodes expérimentales, décrites au chapitre 3, ont été appliquées aux minerais provenant de deux gisements québécois. Les deux minerais ont d'abord été caractérisés. Les TR du minerai Soutex-2 sont contenues principalement dans l'allanite, un silicate. La gangue est majoritairement composée d'autres silicates sans valeur. Le minerai

Niobec 2 est pour sa part un carbonate et les TR proviennent presque exclusivement de la bastnaésite et de la monazite, les deux minéraux les plus communs dans la littérature sur les TR. Les deux minerais présentent cependant une similitude au niveau de l'analyse granulochimique, puisque les teneurs en TR de la fraction de moins de 20 µm sont généralement de 2 à 2,5 fois plus élevées que la teneur du minerai.

Le chapitre 4 démontre qu'aucune des méthodes de concentration employées (séparation magnétique, gravimétrique ou par flottation) ne permet d'obtenir une séparation satisfaisante des minéraux de TR contenus dans le minerai Soutex-2. L'application d'une lixiviation directe apparaît être une option plus prometteuse pour ce minerai, ce qui s'apparente au cas du projet Foxtrot de Search Minerals (Dreisinger *et al.*, 2014) qui propose aussi de traiter le tout-venant plutôt que de produire un concentré de minéraux de TR. Ainsi, plus de 80 % des TR légères et des SEG peuvent être mis en solution avec une lixiviation atmosphérique à l'acide sulfurique du minerai, à un dosage relativement modeste de 200 kg/t. La mise en solution des TR lourdes est cependant plus faible, ce qui s'explique probablement par l'existence d'une phase porteuse difficilement lixiviable. La lixiviation peut être décrite par un modèle d'ordre 1, comptant trois cinétiques différentes (lente, intermédiaire et rapide), attribuées aux minéraux présents dans le minerai. La purification de la solution peut s'effectuer par oxydation-neutralisation ou par l'approche oxalate. Les performances observées sont cependant plus faibles que celles répertoriées dans la littérature, avec des pertes de TR de plus de 20 %, et même plus élevées lorsque le cérium est oxydé sous sa forme Ce^{4+} qui tend alors à précipiter avec le fer.

Le chapitre 5 confirme d'abord que, comme dans le cas du minerai Soutex-2, les méthodes de séparation magnétique et gravimétrique employées ne permettent pas de concentrer les minéraux de TR du minerai Niobec. La faible taille des grains de TR et la faible différence de masse volumique et de susceptibilité magnétique avec la gangue expliquent probablement ceci. La flottation avec un dosage élevé d'acide hydroxamique, à une température de 50 °C, avec le silicate de sodium et de la gomme de guar comme déprimants, permet de récupérer 92 % des TR dans un concentré titrant 4,4 % TR ou 88 % dans un concentré à 6,2 % TR. Ce résultat est mieux que ce qui est rapporté par des centres

de recherche ayant évalué le minerai. La cinétique de flottation des TR est d'ordre 1, alors que la gangue suit une cinétique d'ordre 0, ce qui indique possiblement un problème d'entraînement. Les carbonates qui composent la gangue sont des consommateurs d'acide, ce qui rend la production d'un concentré plus attrayante d'un point de vue économique pour le minerai carbonate Niobec que pour le minerai Soutex-2, peu réactif à l'acide.

L'objectif de développement d'une expertise générale dans le domaine des TR est atteint. En plus de connaître les opérations de base impliquées de la mine jusqu'à la séparation des TR, les travaux ont permis d'identifier lesquelles de ces opérations sont souhaitables dans certains contextes, ce qui peut grandement accélérer des travaux futurs. Il apparaît notamment que la présence d'une gangue carbonatée favorisera la production d'un concentré, alors que pour des silicates, une lixiviation directe du tout-venant serait à considérer. L'identification des minéraux présents est également importante et ces travaux ont permis d'identifier lesquels sont plus facilement lixiviés comme l'allanite et lesquels requièrent un traitement caustique ou une cuisson acide pour passer en solution comme la monazite et la bastnaésite. Les méthodes de laboratoire pour faire de tels essais ont également été développées et démontrées, ce qui remplit un autre des objectifs fixés.

La mise en solution des TR du minerai Niobec est plus difficile que pour le minerai Soutex-2. Des dosages élevés d'acide chlorhydrique ou sulfurique permettent seulement d'atteindre respectivement des rendements de l'ordre de 40 % et de 60 %. La monazite, réfractaire aux acides aux conditions atmosphériques, explique en bonne partie ce résultat. L'approche testée pour contourner ceci sans avoir recours à la cuisson acide est un traitement du minerai ou du concentré solide sec dans une solution concentrée de NaOH 50 %, à une température de 150 °C, suivi d'une séparation solide-liquide. La lixiviation du solide obtenu à l'acide chlorhydrique jusqu'à un pH de 3 permet de mettre plus de 95 % du lanthane en solution. De plus, avec un ajout de peroxyde visant à oxyder le fer ferreux en fer ferrique, plus de 99,9 % du fer peut être séquestré dans le résidu de lixiviation, ce qui évite d'avoir à éliminer celui-ci lors de la purification. Des pertes de Ce peuvent cependant survenir si le dosage d'oxydant n'est pas bien contrôlé. Les méthodes de purification de la solution appliquées au minerai Soutex-2 fonctionnent de manière analogue pour le minerai

Niobec, bien qu'il apparaisse que le peroxyde puisse oxyder le Cl⁻ en chlore gazeux en milieu HCl. La calcination des oxalates de TR se montre nécessaire à leur remise en solution. La distribution du Th et des autres TR lors de ces opérations reste à confirmer en raison de problèmes d'analyse.

Les méthodes d'analyse posent un défi aux travaux, ce qui se manifeste notamment par l'existence de biais lors de certaines analyses. L'analyse par ICP-MS est pour le moment la seule qui puisse quantifier avec précision les TR lourdes, surtout dans les solides. Bien que reconnues comme généralement précises, ces analyses sont toutefois sujettes à des changements de calibrage lors de l'analyse. L'utilisation du rhodium comme standard interne pourrait aussi biaiser les analyses. La répétabilité semble également discutable. Bien que le nombre d'éléments analysés soit limité, le MP-AES permet d'en analyser suffisamment et avec assez de précision pour être utilisé dans des travaux d'évaluation de procédés hydrométallurgiques de traitement des TR. Le dosage du thorium en solution est particulièrement problématique, ce qui est embêtant puisque le thorium est un incontournable du de l'exploitation des TR. Enfin, le XRF présente un excellent potentiel pour le travail en traitement de minerais. Bien que le La, le Ce et le Nd soient les principales TR qui puissent être déterminées avec précision, ces teneurs donnent une bonne idée de la récupération globale de TR, surtout lorsque les minéraux porteurs de TR en contiennent des teneurs similaires, comme c'est le cas avec le minerai de TR Niobec. Malgré ces difficultés d'analyse, la réconciliation des données par bilan de matière n'est pas problématique et les estimés de réconciliation facilitent l'interprétation objective des résultats d'essais hydrométallurgiques. La réconciliation par bilan de matière est donc un outil indispensable à la validation des données expérimentales.

La poursuite des travaux devrait d'abord viser à améliorer les techniques d'analyse des TR lourdes et du Th par MP-AES et par XRF, les deux outils principaux disponibles au département de génie des mines, de la métallurgie et des matériaux. L'utilisation de l'ICP-MS du département de chimie peut également s'avérer utile à des fins de validation.

Le faible taux de lixiviation des TR lourdes du minerai Soutex-2 devrait également être étudié, afin d'identifier le minéral responsable et les moyens possibles pour le solubiliser. Une approche par plan d'expérience est recommandée à cet effet. Le développement de méthodes plus précises d'oxydation à l'échelle du laboratoire devrait aussi être une priorité, afin de minimiser les pertes de Ce. Enfin, une étude approfondie de l'effet des conditions de précipitation et de la cinétique de ce procédé devrait être réalisée, afin d'atteindre des rendements plus près de ceux cités dans la littérature. La faible teneur du minerai Soutex-2 rend l'utilisation de méthodes peu coûteuses et efficaces particulièrement importante.

Le minerai du gisement Niobec a une teneur plus élevée que le minerai Soutex-2, mais la présence de carbonates rend la séparation de la gangue avant l'étape de lixiviation importante. Une optimisation des conditions de flottation à partir de celles de l'essai 33 (pH, % solides, déprimants et dosage de collecteur), en utilisant un plan factoriel, est donc particulièrement importante. Le succès obtenu par le traitement au NaOH suivi d'une lixiviation au HCl dilué rend ce procédé particulièrement attrayant. Il serait d'abord important d'identifier le comportement du Th et des TR lourdes lors de la lixiviation. Une évaluation de la cinétique de la conversion au NaOH et de la lixiviation au HCl subséquente devrait ensuite être réalisée, afin de déterminer les tailles d'équipement requis pour ces opérations.

Les méthodes et procédés développés lors des travaux de maîtrise bénéficieront assurément aux deux projets ayant fourni du minerai. Bien que les moyens utilisés pour y arriver soient différents, tous deux sont susceptibles de pouvoir alimenter un circuit d'extraction par solvant menant à la séparation et à la valorisation des TR. Le prix des TR demeure évidemment un facteur important dans le choix de développer ce marché et pour l'obtention de financement. Les procédés proposés pour obtenir une solution purifiée à partir de chacun des matériaux (flottation-traitement caustique-lixiviation au HCl pour Niobec-2 et lixiviation-purification par neutralisation pour Soutex-2) permettent tous deux de récupérer 78% de la valeur présente initialement dans une solution purifiée. Ceci correspond à 87\$ par tonne traitée pour la matériel Soutex-2 et 250\$ par tonne traitée, pour Niobec-2.

Enfin, la complexité des opérations envisagées pour la valorisation des TR souligne l'importance de l'expertise technique développée dans le cadre de ce projet. Cette connaissance remplit assurément l'objectif de développement et d'éducation établi au début du projet. Plusieurs méthodes d'analyse ont été adaptées aux besoins et permettront à l'Université Laval de poursuivre la recherche ou d'agir comme consultants pour des projets en développement. En plus des minerais de TR, les connaissances en flottation de minerais carbonatés peuvent se révéler utiles dans tout projet où des carbonates sont impliqués. L'hydrométallurgie représente à ce jour l'unique méthode industrielle de séparer et de valoriser les TR. Afin de se positionner sur le marché mondial des TR, il est primordial qu'une expertise dans ce domaine continue d'être développée, notamment par des projets comme celui-ci.

Bibliographie

- Anthony, J. W., Bideaux, R. A., Bladh, K. W., et Nichols, M. C. (2001). Handbook of Mineralogy. *Mineralogical Society of America*, 1-4(Chantilly, VA 20151-1110, USA. <http://www.handbookofmineralogy.org/>).
- Barthelmy, D. (2014). Webmineral Mineralogy Database. <http://www.webmineral.com/>.
- Belzile, E., Marchand, R., et Bouajila, A. (2015). Geomega Ni 43-101 Technical Report Montviel Rare Earth Project. *Geomega News Release*, 1-186.
- Bouchaud, B., Balmain, J., Bonnet, G., et Pedraza, F. (2012). Ph-Distribution of Cerium Species in Aqueous Systems. *Journal of Rare Earths*, 30(6), 559-562. doi: [http://dx.doi.org/10.1016/S1002-0721\(12\)60091-X](http://dx.doi.org/10.1016/S1002-0721(12)60091-X)
- Boulanger, J.-F., Bazin, C., et Turgeon, K. (2016). Literature Review of the Concentration of Rare Earth Elements (Ree) through Flotation Processes. *Rapport Technique pour CanMET mining*, <http://reechromite.ca/en/rare-earth-elements/publications/>, 1-68.
- Boulanger, J.-F., Bazin, C., Turgeon, K., et Whitty-Léveillé, L. (2016). Direct Extraction of Rare Earth Elements from a Silicate Ore. *International Mineral Processing Congress 2016, Quebec, Canada, Paper 638*, 1-11.
- Boulanger, J. F. (2016). Phone Conversation with Flottec Personnel. 1.
- Bradley, K., Mina, C., et Mackie, S. (2016). Literature Review and Gaps Analysis of Rare Earth Element (Ree) Metallurgical Extraction Methods. *Rapport Technique pour CanMET mining*, <http://reechromite.ca/en/rare-earth-elements/publications/>, 1-48.
- Bradley, K., Verbaan, N., Notzl, H., Marsh, D., et Goode, J. (2014). The Caustic Crack Route for Processing Concentrate from the Avalon Nechalacho Deposit. *COM 2014 - Conference of Metallurgists Proceedings*, 1-14.
- Bulatovic, S. M. (2007). *Handbook of Flotation Reagents: Chemistry, Theory and Practice: Volume 1: Flotation of Sulfide Ores* : Elsevier Science.
- Card, T.-L. (2010). Gravity Amenability Test Procedure for Cvd Applications. *General Operating Guidelines and Basic Laboratory Test Procedures for a KC-MD3 Knelson Concentrator*, 1-4.
- Chan, T. N. (1992). A New Beneficiation Process for Treatment of Supergene Monazite Ore. *Rare Earths Resources, Science, Technology and Applications*, 77-94.
- Cheng, T.-W., HOLTHAM, P. N., et TRAN, T. (1993). Froth Flotation of Monazite and Xenotime. *Minerals Engineering*, 6(4), 341-351.
- Chi, R., et Xu, Z. (1999). A Solution Chemistry Approach to the Study of Rare Earth Element Precipitation by Oxalic Acid. *Metallurgical and Materials Transactions B*, 30(2), 189-195. doi: 10.1007/s11663-999-0047-0
- Chi, R., Xu, Z., Yu, J., et He, Z. (2013). *Resources and Exploitation of Rare Earth Ore in China*. Paper presented at the Conference of Metallurgists (COM) 2013 Rare Earths Symposium Proceedings.
- Ciuculescu, T., Foo, B., Gowans, R., Hawton, K., Jacobs, C., et Spooner, J. (2013). Technical Report Disclosing the Results of the Feasibility Study on the Nechalacho Rare Earth Elements Project. *Avalon News Release*, 1-307.
- Cox, J. J., Ciuculescu, T., Altman, K., et Hwozdyk, L. (2012). Technical Report on the Eco Ridge Mine Project, Elliot Lake, Ontario, Canada, Ni 43-101 Report. *Pele Mountain Resources News Release*, 1-259.

- Crouthamel, C. E., et Martin, D. S. (1951). Jr. Solubility of the Rare Earth Oxalates and Complex Ion Formation in Oxalate Solution. *Journal of American Chemical Society*, 73, 569–573.
- Dahlberg, P. S., Noble, A. C., Pickarts, J. T., Rose, W. L., et Jaacks, J. A. (2014). Bear Lodge Project Canadian Ni 43-101 Pre-Feasibility Study Report on the Reserves and Development of the Bull Hill Mine, Wyoming. *Rare Element Resources Release*, 1-516.
- Dobbins, M., Dunn, P., et Sherrell, I. (2009). Recent Advances in Magnetic Separator Designs and Applications. *The 7th International Heavy Minerals Conference*, 63-70.
- Dreisinger, D., Verbaan, N., et Johnson, M. (2014). The Processing of Rees from Search Minerals Foxtrot Resource - an Update. *COM 2014 - Conference of Metallurgists Proceedings*, 1-13.
- Ferron, C. J., Bulatovic, S. M., et Salter, R. S. (1991). Beneficiation of Rare Earth Oxide Minerals *Materials Science Forum*, 70-72, 251-270 doi: 10.4028/www.scientific.net/MSF.70-72.251
- Gambogi, J. (2017). Rare Earths. *USGS Mineral Commodity Summary 2017*, 1-206.
- Goode, J. R. (2016). Where Did That Earbud Come From? Current Rare Earth Production Facilities. *Canadian Mineral Processors (CMP) Conference*, 349-367.
- Gowans, R. M., Lewis, W. J., Shoemaker, S., Spooner, J., et Zalnieriunas, R. V. (2014). Quest Rare Minerals Ltd. Ni 43-101 Technical Report on the Preliminary Economic Assessment (Pea) for the Strange Lake Property. *Quest Rare Minerals Ltd News Release*, 1-258.
- Grammatikopoulos, T., Mercer, W., Gunning, C., et Prout, S. (2011). Quantitative Characterization of the Ree Minerals by Qemscan from the Nechalacho Heavy Rare Earth Deposit, Thor Lake Project, Nwt, Canada. *SGS Minerals Services Technical Paper 2011-07*, 1-11.
- Guan, J., Yu, B., et Qi, D. (2013). Flotation Flowsheet Development for Avalon Rare Metal's Nechalacho Deposit. *Conference of Metallurgists (COM) 2013 Rare Earths Symposium Proceedings*, 115-132.
- Gupta, C. K., et Krishnamurthy, N. (2005). Extractive Metallurgy of Rare Earths. 508.
- Habashi, F. (1985). The Recovery of the Lanthanides from Phosphate Rock. *Journal of Chemical Technology and Biotechnology. Chemical Technology*, 35(1), 5-14. doi: 10.1002/jctb.5040350103
- Hedrick, J. B., Sinha, S. P., et Kosynkin, V. D. (1997). Loparite, a Rare-Earth Ore (Ce, Na, Sr, Ca)(Ti, Nb, Ta, Fe+3)O₃. *Journal of Alloys and Compounds*, 250(1–2), 467-470. doi: [http://dx.doi.org/10.1016/S0925-8388\(96\)02824-1](http://dx.doi.org/10.1016/S0925-8388(96)02824-1)
- Hodouin, D., et Everell, M. D. (1980). A Hierarchical Procedure for Adjustment and Material Balancing of Mineral Processes Data. *International Journal of Mineral Processing*, 7(2), 91-116. doi: [http://dx.doi.org/10.1016/0301-7516\(80\)90002-2](http://dx.doi.org/10.1016/0301-7516(80)90002-2)
- Info-RE. (2016). Re Information of Rare Earth Weekly Digest. Retrieved 2016-10-14, from www.info-re.com
- Jordens, A., Cheng, Y. P., et Waters, K. E. (2013). A Review of the Beneficiation of Rare Earth Element Bearing Minerals. *Minerals Engineering*, 41, 97-114. doi: 10.1016/j.mineng.2012.10.017

- Jordens, A., Marion, C., Kuzmina, O., et Waters, K. E. (2014). Physicochemical Aspects of Allanite Flotation. *Journal of Rare Earths*, 32(5), 476-486. doi: 10.1016/s1002-0721(14)60096-x
- Jordens, A., McCarthy, S., et Waters, K. E. (2014a). The Effect of Activating Ions on the Adsorption of a Benzohydroxamic Acid Collector onto a Rare Earth Silicate. *COM 2014 - Conference of Metallurgists Proceedings*, 1-12.
- Jordens, A., McCarthy, S., et Waters, K. E. (2014b). The Effect of Activating Ions on the Adsorption of a Benzohydroxamic Acid Collector onto a Rare Earth Silicate. *COM 2014 - Conference of Metallurgists Proceedings*, 1-12.
- Knelson. (2003). Knelson Semi-Continuous Brochure. <http://www.multitechwa.com/file/Knelson%20Semi-Continuous%20Brochure.pdf>, 1-8.
- Koppalkar. (2009). Effect of Operating Variables in Knelson Concentrators - a Pilotscale Study. *Thesis, McGill University*, 1-167.
- Krishnamurthy, N., et Gupta, C. K. (2015). *Extractive Metallurgy of Rare Earths, Second Edition* : CRC Press.
- Li, L. Z., et Yang, X. (2014). China's Rare Earth Ore Deposits and Beneficiation. *ERES2014: 1st European Rare Earth Resources Conference*, 26-36.
- Magdalinović, N. (1989). A Procedure for Rapid Determination of the Bond Work Index. *International Journal of Mineral Processing*, 27(1), 125-132. doi: [http://dx.doi.org/10.1016/0301-7516\(89\)90010-0](http://dx.doi.org/10.1016/0301-7516(89)90010-0)
- Marsh, D. (2013). Avalon's Nechalacho Project Metallurgical Process Optimization Yielding Improved Ree Recoveries. *Avalon News Release*, 1-3.
- Moldoveanu, G. A., et Papangelakis, V. G. (2012). Recovery of Rare Earth Elements Adsorbed on Clay Minerals: I. Desorption Mechanism. *Hydrometallurgy*, 117-118, 71-78. doi: 10.1016/j.hydromet.2012.02.007
- Moldoveanu, G. A., et Papangelakis, V. G. (2013). Recovery of Rare Earth Elements Adsorbed on Clay Minerals: II. Leaching with Ammonium Sulfate. *Hydrometallurgy*, 131-132, 158-166. doi: 10.1016/j.hydromet.2012.10.011
- Nanthakumar, B., Grimm, D., et Pawlik, M. (2009). Anionic Flotation of High-Iron Phosphate Ores—Control of Process Water Chemistry and Depression of Iron Minerals by Starch and Guar Gum. *International Journal of Mineral Processing*, 92(1-2), 49-57. doi: 10.1016/j.minpro.2009.02.003
- Negeri, T., et Boisclair, M. (2016). Flotation-Magnetic Separation Hybrid Process for Concentration of Rare Earth Minerals Contained in a Carbonatite Ore. *International Mineral Processing Congress 2016 - Rare Earths Symposium*, 1-14.
- Negeri, T., Bouajila, A., Boisclair, M., et Langeroudi, E. G. (2014). Advances in Process Development for Concentration of Rare Earths and Niobium for Geomega's Montviel Carbonaceous Ore. *COM 2014 - Conference of Metallurgists Proceedings*, 1-16.
- Powell, M. J. D. (1964). An Efficient Method for Finding the Minimum of a Function of Several Variables without Calculating Derivatives. *The Computer Journal*, 7(2), 155-162. doi: 10.1093/comjnl/7.2.155
- Pradip. (1981). The Surface Properties and Flotation of Rare-Earth Minerals. 225.
- Pradip, et Fuerstenau, D. W. (1985). Adsorption of Hydroxamate Collectors on Semisoluble Minerals Part II: Effect of Temperature on Adsorption. *Colloids and Surfaces*, 15, 137-146. doi: [http://dx.doi.org/10.1016/0166-6622\(85\)80061-5](http://dx.doi.org/10.1016/0166-6622(85)80061-5)

- Pradip, et Fuerstenau, D. W. (1991). The Role of Inorganic and Organic Reagents in the Flotation Separation of Rare-Earth Ores. *International Journal of Mineral Processing*, 32(1-2), 1-22. doi: [http://dx.doi.org/10.1016/0301-7516\(91\)90016-C](http://dx.doi.org/10.1016/0301-7516(91)90016-C)
- Sauber, M. E., et Zinck, J. (2017). Update of Canadian Rare Earths Projects and Technology Trends. *Canadian Mineral Processors (CMP) Conference 2017*, 374-389.
- Saucier, G., Noreau, C., Casgrain, P., Côté, P., Larochelle, É., et Bilodeau, M. (2013). Matamec, Ni-43-101 Report Feasibility Study for the Kipawa Project. *Matamec News Release*, 1-763.
- Savassi, O. N., Alexander, D. J., Franzidis, J. P., et Manlapig, E. V. (1998). An Empirical Model for Entrainment in Industrial Flotation Plants. *Minerals Engineering*, 11(3), 243-256. doi: [http://dx.doi.org/10.1016/S0892-6875\(98\)00003-X](http://dx.doi.org/10.1016/S0892-6875(98)00003-X)
- Schüler, D. D., Buchert, D. M., Liu, R., Dittrich, S., et Merz, C. (2011). Study on Rare Earths and Their Recycling. *Oko Institute - Final Report for The Greens/EFA Group in the European Parliament*, 1-162.
- Senanayake, G., Jayasekera, S., Bandara, A. M. T. S., Koenigsberger, E., Koenigsberger, L., et Kyle, J. (2016). Rare Earth Metal Ion Solubility in Sulphate-Phosphate Solutions of Ph Range -0.5 to 5.0 Relevant to Processing Fluorapatite Rich Concentrates: Effect of Calcium, Aluminium, Iron and Sodium Ions and Temperature up to 80°C. *Minerals Engineering*, 98, 169-176. doi: 10.1016/j.mineng.2016.07.022
- Srivastava, R. M., Gauthier, J., Cox, J. J., et Krutzmann, H. (2013). Technical Report on the Foxtrot Project in Labrador, Newfoundland and Labrador, Canada, Ni 43-101 Report. 1-203.
- Turgeon, K., Boulanger, J.-F., Whitty-Léveillé, L., et C., B. (2015). Oxydation Du Cérium (Iii) En Cérium (Iv) Et Récupération Du Ce(Iv): Résultats Préliminaires. *Rapport d'avancement FRQNT 2015-4*, 1-8.
- USGS. (2017). Rare Earths, January 2017. *U.S. Geological Survey, Mineral Commodity Summaries*. from https://minerals.usgs.gov/minerals/pubs/commodity/rare_earths/
- Webmineral. (2017). Dolomite Mineral Data. 2017, from <http://www.webmineral.com/data/Dolomite.shtml#.WbQe6lGQzIU>
- Whitty-Léveillé, L. (2016). Développement D'une Méthode D'analyse Des Éléments De Terres Rares (Etr) Par Icp-Ms/Ms (Mémoire De Maîtrise). *Université Laval*, 1-79.
- Wills, B. A., et Finch, J. A. (2016). Chapter 10 - Gravity Concentration *Wills' Mineral Processing Technology (Eighth Edition)* (pp. 223-244). Boston: Butterworth-Heinemann.
- Wischow, P., et Horner, D. E. (1962). Recovery of Strontium and Rare Earths from Purex Wastes by Solvent Extraction. *Oak Ridge National Laboratory for the U.S. Atomic Energy Commission*, 1-50.
- Wu, C. (2008). Bayan Obo Controversy: Carbonatites Versus Iron Oxide-Cu-Au-(Ree-U). *Resource Geology*, 58(4), 348-354. doi: 10.1111/j.1751-3928.2008.00069.x
- Xia, L., Hart, B., Chelgani, S. C., et Douglas, K. (2014). Hydroxamate Collectors for Rare Earth Minerals Flotation. *COM 2014 - Conference of Metallurgists Proceedings*, 1-9.
- Xu, Y., Liu, H., Cui, J., Meng, Z., et Zhao, W. (2012). Investigation of Techniques for Clean Smelting and Resource Comprehensive Recycle of Baotou Rare Earth

- Concentrates. *Conference of Metallurgists (COM) 2012 Rare Earths Symposium Proceedings*, 111-117.
- Zhang, J., et Edwards, C. (2012a). Mineral Decomposition and Leaching Processes for Treating Rare Earth Ore Concentrates. *Conference of Metallurgists (COM) 2012 Rare Earths Symposium Proceedings*, 95-102.
- Zhang, J., et Edwards, C. (2012b). A Review of Rare Earth Mineral Processing Technology. *44th Annual Canadian Mineral Processors Operators Conference*, 79-102.
- Zhang, J., Zhao, B., et Schreiner, B. (2016). *Separation Hydrometallurgy of Rare Earth Elements* : Springer International Publishing.
- Zhu, Z., Pranolo, Y., et Cheng, C. Y. (2015). Separation of Uranium and Thorium from Rare Earths for Rare Earth Production – a Review. *Minerals Engineering*, 77(Supplement C), 185-196. doi: <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2015.03.012>
- Zuñiga, H. G. (1935). The Efficiency Obtained by Flotation Is an Exponential Function of Time. *Boletin Minero Soc. Nac. Minera*, 47, 83-86.

ANNEXE A

Données pour la réconciliation de l'analyse granulo-chimique Soutex-2

Données brutes et ajustées pour l'analyse granulo-chimique de l'échantillon Soutex-2

Classe	Masse (%)		La	La	Ce	Ce	Pr	Pr	Nd	Nd
	Brut	Ajusté	Brut	Ajusté	Brut	Ajusté	Brut	Ajusté	Brut	Ajusté
Tête	100	100	1254	1202	2720	2798	291	277	1004	1001
+152	1,2	1,2	1071	1048	1133	1109	233	228	795	778
-152/+104	13,9	14,1	620	653	1200	1262	147	155	535	563
-104/+75	25,3	25,9	857	930	1816	1964	198	215	722	782
-75/+53	23,5	23,8	1083	1126	2438	2526	249	259	945	981
-53/+37	11,1	11,2	1182	1239	2795	2924	272	285	947	992
-37/+20	9,0	9,2	710	759	1716	1832	159	169	584	624
-20	16,0	14,6	2462	2604	6515	6853	567	600	2003	2113

	Sm	Sm	Eu	Eu	Gd	Gd	Tb	Tb	Dy	Dy	Ho	Ho
	Brut	Ajusté	Brut	Ajusté	Brut	Ajusté	Brut	Ajusté	Brut	Ajusté	Brut	Ajusté
Tête	153	160	11	13	119	127	12	15	64	66	11	12
+152	118	116	25	24	92	90	23	22	47	46	20	20
-152/+104	87	92	10	11	75	79	12	12	47	49	11	11
-104/+75	125	135	11	11	105	113	13	14	59	64	11	12
-75/+53	158	164	12	12	125	130	15	16	70	72	12	13
-53/+37	162	170	12	12	126	132	15	15	71	75	12	13
-37/+20	97	103	7	8	68	73	8	9	35	38	6	6
-20	284	298	20	21	216	227	21	22	84	89	13	14

	Er	Er	Tm	Tm	Yb	Yb	Lu	Lu	Y	Y
	Brut	Ajusté	Brut	Ajusté	Brut	Ajusté	Brut	Ajusté	Brut	Ajusté
Tête	26	30	3,0	3,9	16,6	19,1	2,2	3,3	230	231
+152	29	29	16,0	15,4	24,5	24,0	16,6	16,1	130	128
-152/+104	24	25	5,1	5,0	16,6	17,4	4,7	4,7	172	181
-104/+75	28	30	3,8	3,7	19,3	20,8	3,1	3,2	216	234
-75/+53	31	32	3,9	3,7	18,5	19,1	3,2	3,1	247	256
-53/+37	29	31	3,6	3,6	19,1	19,9	2,7	2,8	237	249
-37/+20	16	17	1,9	2,0	10,1	10,8	1,5	1,5	124	132
-20	35	37	3,9	3,9	20,8	21,8	3,1	3,2	273	288

Modèle d'erreur utilisé pour la réconciliation de l'analyse granulo-chimique de l'échantillon Soutex-2

Classe (μm)	Masse	Erreur relative (%)														
		La	Ce	Pr	Nd	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu	Y
Tête	0	10	10	10	10	10	10	10	25	10	15	15	25	15	50	10
+152	25	5	5	5	5	5	5	5	10	5	5	5	25	5	25	5
-152/+104	10	5	5	5	5	5	5	5	10	5	5	5	25	5	25	5
-104/+75	10	5	5	5	5	5	5	5	10	5	5	5	25	5	25	5
-75/+53	10	5	5	5	5	5	5	5	10	5	5	5	25	5	25	5
-53/+37	10	5	5	5	5	5	5	5	10	5	5	5	25	5	25	5
-37/+20	10	5	5	5	5	5	5	5	10	5	5	5	25	5	25	5
-20	20	5	5	5	5	5	5	5	10	5	5	5	25	5	25	5

ANNEXE B

Données détaillées des essais de lixiviation du minerai Soutex-2

Résultats de l'essai de lixiviation n°1 du minerai Soutex-2

	Alimentation			Lixiviat			Résidu de lixiviation			% en solution
	Mesure	Estimé	Résidu*	Mesure	Estimé	Résidu*	Mesure	Estimé	Résidu*	%
Masse (g)	100,0	100,0	0,01	-	-	-	92,9	92,9	0,0	7,1%
Volume (mL)	-	-	-	278,70	282,3	-0,2	-	-	-	
La (ppm)	1253,6	1184,0	0,4	353,2	368,8	-0,3	152,7	153,7	0,0	87,9%
Ce (ppm)	2719,8	2673,5	0,1	837,9	850,3	-0,1	293,0	293,5	0,0	89,8%
Pr (ppm)	291,3	276,6	0,3	82,8	86,1	-0,3	35,8	36,0	0,0	87,9%
Nd (ppm)	1004,3	961,9	0,3	287,8	297,6	-0,2	130,2	130,9	0,0	87,4%
Sm (ppm)	153,1	149,5	0,2	44,9	45,8	-0,1	21,7	21,8	0,0	86,5%
Eu (ppm)	11,5	10,4	0,6	2,7	2,9	-0,4	2,3	2,3	-0,1	79,3%
Gd (ppm)	118,9	124,6	-0,3	40,0	38,2	0,3	18,1	18,0	0,0	86,6%
Tb (ppm)	11,8	13,0	-0,7	4,1	3,7	0,6	2,8	2,7	0,1	80,4%
Dy (ppm)	63,5	62,2	0,1	17,9	18,2	-0,1	11,6	11,6	0,0	82,6%
Ho (ppm)	10,6	10,4	0,1	2,9	2,9	-0,1	2,3	2,3	0,0	79,3%
Er (ppm)	26,5	26,2	0,1	7,4	7,5	-0,1	5,4	5,4	0,0	80,7%
Tm (ppm)	3,0	3,2	-0,3	0,8	0,8	0,2	1,0	1,0	0,1	70,6%
Yb (ppm)	16,6	15,9	0,3	4,3	4,5	-0,2	3,6	3,6	-0,1	79,0%
Lu (ppm)	2,2	2,3	-0,1	0,5	0,5	0,1	0,9	0,9	0,1	64,6%
Th (ppm)	304,6	337,1	-0,4	125,2	109,7	0,4	29,7	29,4	0,0	91,9%
U (ppm)	3,9	4,9	-0,9	1,9	1,2	1,2	1,9	1,7	0,4	68,4%

* Résidu réduit = (Mesure - Estimé) / Écart-type de mesure

Résultats de l'essai de lixiviation n° 2 du minerai Soutex-2

	Alimentation			Lixiviat			Résidu de lixiviation			% en solution
	Mesure	Estimé	Résidu*	Mesure	Estimé	Résidu*	Mesure	Estimé	Résidu*	%
Masse (g)	105,9	105,9	-0,02	-	-	-	99,2	99,2	0,1	6,3%
Volume (mL)	-	-	-	464,10	459,0	0,3	-	-	-	
La (ppm)	1253,6	1209,4	0,2	248,9	256,4	-0,2	104,4	104,7	0,0	91,9%
Ce (ppm)	2719,8	2770,1	-0,1	600,4	589,8	0,1	228,5	228,1	0,0	92,3%
Pr (ppm)	291,3	283,1	0,2	57,3	58,7	-0,2	30,5	30,6	0,0	89,9%
Nd (ppm)	1004,3	1000,3	0,0	202,2	202,9	0,0	128,8	128,9	0,0	87,9%
Sm (ppm)	153,1	156,5	-0,1	28,5	28,0	0,1	37,9	37,7	0,0	77,5%
Eu (ppm)	11,5	12,0	-0,3	2,0	1,9	0,2	4,0	4,0	0,1	69,1%
Gd (ppm)	118,9	126,0	-0,4	22,3	21,2	0,3	37,1	36,5	0,1	72,9%
Tb (ppm)	11,8	13,7	-1,0	2,2	1,9	0,8	6,4	5,9	0,5	59,8%
Dy (ppm)	63,5	65,7	-0,2	7,3	7,2	0,1	37,7	37,0	0,1	47,3%
Ho (ppm)	10,6	11,0	-0,3	1,2	1,2	0,1	6,4	6,3	0,1	46,5%
Er (ppm)	26,5	28,2	-0,4	3,0	2,9	0,2	17,3	16,7	0,3	44,7%
Tm (ppm)	3,0	3,2	-0,4	0,3	0,3	0,2	2,1	2,0	0,2	42,0%
Yb (ppm)	16,6	18,2	-0,6	1,6	1,6	0,3	13,0	12,1	0,5	37,7%
Lu (ppm)	2,2	2,4	-0,5	0,2	0,2	0,2	1,5	1,5	0,3	42,5%
Th (ppm)	921,8	462,5	1,7	85,5	102,6	-0,7	18,8	19,0	0,0	96,2%
U (ppm)	11,9	8,2	1,0	1,1	1,3	-0,4	2,7	2,9	-0,2	66,7%

* Résidu réduit = (Mesure - Estimé) / Écart-type de mesure

Résultats de l'essai de lixiviation n° 3 du minerai Soutex-2

	Alimentation			Lixiviat			Résidu de lixiviation			% en solution
	Mesure	Estimé	Résidu*	Mesure	Estimé	Résidu*	Mesure	Estimé	Résidu*	%
Masse (g)	106,2	106,2	-0,05	-	-	-	100,7	100,6	0,1	5,2%
Volume (mL)	-	-	-	376,60	355,7	1,4	-	-	-	
La (ppm)	1253,6	1340,6	-0,5	350,6	327,8	0,4	259,6	256,1	0,1	81,9%
Ce (ppm)	2719,8	2831,9	-0,3	851,0	703,9	0,6	504,3	500,6	0,0	83,2%
Pr (ppm)	291,3	306,0	-0,3	78,0	74,4	0,3	60,4	59,8	0,1	81,5%
Nd (ppm)	1004,3	1083,0	-0,5	278,4	258,1	0,5	234,7	230,6	0,1	79,8%
Sm (ppm)	153,1	167,0	-0,6	39,4	36,3	0,5	49,3	47,9	0,2	72,8%
Eu (ppm)	11,5	11,7	-0,1	2,2	2,2	0,1	4,5	4,5	0,0	63,6%
Gd (ppm)	118,9	132,5	-0,8	30,3	27,3	0,6	45,0	43,2	0,3	69,1%
Tb (ppm)	11,8	14,1	-1,3	2,9	2,5	1,1	7,0	6,2	0,7	58,4%
Dy (ppm)	63,5	69,9	-0,7	11,4	10,7	0,4	38,2	36,0	0,4	51,2%
Ho (ppm)	10,6	11,5	-0,6	1,8	1,7	0,3	6,7	6,3	0,4	48,2%
Er (ppm)	26,5	29,5	-0,8	4,6	4,3	0,4	17,4	16,1	0,5	48,2%
Tm (ppm)	3,0	3,3	-0,6	0,4	0,4	0,3	2,2	2,0	0,4	42,3%
Yb (ppm)	16,6	18,1	-0,6	2,5	2,4	0,3	11,3	10,6	0,4	44,4%
Lu (ppm)	2,2	2,4	-0,5	0,3	0,3	0,2	1,6	1,5	0,4	40,0%
Th (ppm)	921,8	555,2	1,3	133,2	158,9	-0,6	24,1	24,3	0,0	95,8%
U (ppm)	11,9	8,8	0,9	1,6	1,8	-0,4	2,6	2,8	-0,2	70,0%

* Résidu réduit = (Mesure - Estimé) / Écart-type de mesure

Résultats de l'essai de lixiviation n° 4 du minerai Soutex-2

	Alimentation			Lixiviat			Résidu de lixiviation			% en solution
	Mesure	Estimé	Résidu*	Mesure	Estimé	Résidu*	Mesure	Estimé	Résidu*	%
Masse (g)	97,8	97,8	0,00	-	-	-	95,9	95,8	0,0	2,0%
Volume (mL)	-	-	-	495,00	497,2	-0,1	-	-	-	
La (ppm)	1253,6	1150,9	0,5	121,6	126,5	-0,3	502,1	518,2	-0,2	55,9%
Ce (ppm)	2719,8	2712,1	0,0	345,9	346,5	0,0	968,9	969,9	0,0	65,0%
Pr (ppm)	291,3	270,2	0,5	28,7	29,7	-0,2	118,2	121,6	-0,2	55,9%
Nd (ppm)	1004,3	965,3	0,3	100,4	102,4	-0,1	446,0	453,6	-0,1	53,9%
Sm (ppm)	153,1	148,4	0,2	14,4	14,6	-0,1	74,6	75,7	-0,1	50,0%
Eu (ppm)	11,5	10,6	0,5	0,8	0,8	-0,2	6,2	6,5	-0,3	40,5%
Gd (ppm)	118,9	122,9	-0,2	11,4	11,2	0,1	68,4	67,1	0,1	46,5%
Tb (ppm)	11,8	13,3	-0,8	1,1	1,1	0,4	8,8	8,0	0,6	40,8%
Dy (ppm)	63,5	65,1	-0,2	4,3	4,3	0,1	45,0	44,2	0,1	33,5%
Ho (ppm)	10,6	10,7	-0,1	0,6	0,6	0,0	7,7	7,6	0,0	29,9%
Er (ppm)	26,5	27,7	-0,3	1,7	1,7	0,1	20,3	19,6	0,2	30,6%
Tm (ppm)	3,0	3,1	-0,1	0,2	0,2	0,0	2,4	2,3	0,1	26,9%
Yb (ppm)	16,6	17,0	-0,2	1,0	0,9	0,0	12,6	12,4	0,1	28,4%
Lu (ppm)	2,2	2,2	-0,1	0,1	0,1	0,0	1,7	1,7	0,0	24,8%
Th (ppm)	921,8	408,5	1,9	50,0	57,7	-0,5	110,1	117,3	-0,2	71,8%
U (ppm)	11,9	7,7	1,2	0,7	0,7	-0,3	3,6	4,0	-0,4	49,1%

* Résidu réduit = (Mesure - Estimé) / Écart-type de mesure

Résultats de l'essai de lixiviation n° 5 du minerai Soutex-2

	Alimentation			Lixiviat			Résidu de lixiviation			% en solution
	Mesure	Estimé	Résidu*	Mesure	Estimé	Résidu*	Mesure	Estimé	Résidu*	%
Masse (g)	97,3	97,3	0,00	-	-	-	95,9	95,8	0,0	1,5%
Volume (mL)	-	-	-	507,00	507,8	-0,1	-	-	-	
La (ppm)	1253,6	1146,4	0,6	119,5	124,6	-0,3	487,7	503,7	-0,2	56,7%
Ce (ppm)	2719,8	2730,5	0,0	344,1	343,2	0,0	954,8	953,5	0,0	65,6%
Pr (ppm)	291,3	271,7	0,4	28,7	29,7	-0,2	115,4	118,4	-0,2	57,1%
Nd (ppm)	1004,3	968,7	0,2	101,0	102,9	-0,1	431,7	438,2	-0,1	55,4%
Sm (ppm)	153,1	152,6	0,0	14,8	14,9	0,0	76,0	76,1	0,0	50,9%
Eu (ppm)	11,5	11,1	0,2	0,9	0,9	-0,1	6,5	6,6	-0,1	40,9%
Gd (ppm)	118,9	122,6	-0,2	11,2	11,0	0,1	67,4	66,2	0,1	46,8%
Tb (ppm)	11,8	13,2	-0,8	1,1	1,0	0,4	8,8	8,0	0,6	39,9%
Dy (ppm)	63,5	64,7	-0,1	4,1	4,1	0,0	44,6	44,0	0,1	33,1%
Ho (ppm)	10,6	11,1	-0,3	0,7	0,7	0,1	8,1	7,8	0,2	30,8%
Er (ppm)	26,5	27,7	-0,3	1,6	1,6	0,1	20,4	19,7	0,2	30,1%
Tm (ppm)	3,0	3,1	-0,1	0,2	0,2	0,0	2,3	2,3	0,0	27,4%
Yb (ppm)	16,6	18,1	-0,6	0,9	0,9	0,2	14,6	13,5	0,5	26,7%
Lu (ppm)	2,2	2,3	-0,3	0,1	0,1	0,1	1,9	1,8	0,3	24,4%
Th (ppm)	921,8	405,1	1,9	49,7	57,5	-0,5	100,3	106,4	-0,2	74,1%
U (ppm)	11,9	7,7	1,2	0,7	0,7	-0,3	3,5	3,9	-0,3	50,4%

* Résidu réduit = (Mesure - Estimé) / Écart-type de mesure

Résultats de l'essai de lixiviation n° 6 du minerai Soutex-2

	Alimentation			Lixiviat			Résidu de lixiviation			% en solution
	Mesure	Estimé	Résidu*	Mesure	Estimé	Résidu*	Mesure	Estimé	Résidu*	%
Masse (g)	98,6	98,6	0,00	-	-	-	94,0	94,0	0,0	4,7%
Volume (mL)	-	-	-	513,50	511,7	0,1	-	-	-	
La (ppm)	1253,6	1397,6	-0,8	237,2	210,4	0,8	330,1	320,5	0,2	78,1%
Ce (ppm)	2719,8	3084,4	-0,9	553,7	475,3	0,9	669,3	648,3	0,2	80,0%
Pr (ppm)	291,3	321,2	-0,7	53,7	48,5	0,7	74,9	73,1	0,2	78,3%
Nd (ppm)	1004,3	1113,5	-0,7	189,0	168,9	0,7	255,1	248,4	0,2	78,7%
Sm (ppm)	153,1	160,2	-0,3	25,5	24,5	0,3	35,1	34,8	0,1	79,3%
Eu (ppm)	11,5	12,7	-0,7	1,6	1,5	0,5	5,6	5,3	0,3	60,2%
Gd (ppm)	118,9	117,9	0,1	17,1	17,2	0,0	30,0	30,0	0,0	75,7%
Tb (ppm)	11,8	12,2	-0,2	1,7	1,7	0,2	3,6	3,5	0,1	72,3%
Dy (ppm)	63,5	59,1	0,5	8,1	8,4	-0,3	15,9	16,2	-0,1	73,9%
Ho (ppm)	10,6	9,8	0,5	1,2	1,3	-0,3	3,1	3,2	-0,1	68,9%
Er (ppm)	26,5	23,4	0,8	2,7	2,9	-0,4	8,7	9,0	-0,2	63,4%
Tm (ppm)	3,0	2,9	0,2	0,4	0,4	-0,1	1,0	1,0	-0,1	67,2%
Yb (ppm)	16,6	14,1	1,0	1,6	1,8	-0,5	5,0	5,2	-0,3	64,9%
Lu (ppm)	2,2	1,8	1,3	0,2	0,2	-0,5	0,8	0,8	-0,4	54,9%
Th (ppm)	921,8	453,5	1,7	64,5	76,4	-0,6	58,1	59,8	-0,1	87,4%
U (ppm)	11,9	13,6	-0,5	2,5	2,1	0,5	2,7	2,7	0,1	81,4%

* Résidu réduit = (Mesure - Estimé) / Écart-type de mesure

Résultats de l'essai de lixiviation n° 7 du minerai Soutex-2

	Alimentation			Lixiviat			Résidu de lixiviation			% en solution
	Mesure	Estimé	Résidu*	Mesure	Estimé	Résidu*	Mesure	Estimé	Résidu*	%
Masse (g)	98,2	98,2	0,05	-	-	-	93,8	93,9	-0,1	4,4%
Volume (mL)	-	-	-	513,50	525,5	-0,8	-	-	-	
La (ppm)	1253,6	1243,0	0,1	221,4	223,2	-0,1	50,9	50,9	0,0	96,1%
Ce (ppm)	2719,8	2820,3	-0,2	526,0	505,8	0,3	118,8	118,6	0,0	96,0%
Pr (ppm)	291,3	287,0	0,1	49,9	50,5	-0,1	17,3	17,4	0,0	94,2%
Nd (ppm)	1004,3	1014,0	-0,1	177,3	175,7	0,1	77,1	77,1	0,0	92,7%
Sm (ppm)	153,1	147,8	0,2	23,4	24,1	-0,2	19,8	19,9	0,0	87,1%
Eu (ppm)	11,5	10,0	0,8	1,4	1,5	-0,5	2,2	2,3	-0,2	78,2%
Gd (ppm)	118,9	105,1	0,8	14,4	15,5	-0,5	22,6	23,0	-0,1	79,1%
Tb (ppm)	11,8	11,7	0,1	1,5	1,5	0,0	4,0	4,0	0,0	67,6%
Dy (ppm)	63,5	53,5	1,1	5,8	6,3	-0,5	19,9	20,9	-0,3	62,7%
Ho (ppm)	10,6	9,6	0,6	0,9	1,0	-0,3	4,4	4,5	-0,2	54,9%
Er (ppm)	26,5	22,0	1,1	2,1	2,3	-0,5	9,7	10,3	-0,4	55,3%
Tm (ppm)	3,0	2,4	1,5	0,2	0,2	-0,5	1,1	1,2	-0,5	50,5%
Yb (ppm)	16,6	11,3	2,1	1,0	1,1	-0,7	5,1	5,6	-0,6	52,7%
Lu (ppm)	2,2	1,7	1,6	0,1	0,1	-0,5	0,9	1,0	-0,6	42,0%
Th (ppm)	921,8	540,0	1,4	61,2	70,2	-0,5	160,7	171,8	-0,2	69,6%
U (ppm)	11,9	15,3	-1,0	2,3	1,6	1,0	8,7	7,0	0,7	56,5%

* Résidu réduit = (Mesure - Estimé) / Écart-type de mesure

Résultats de l'essai de lixiviation n° 8 du minerai Soutex-2

	Alimentation			Lixiviat			Résidu de lixiviation			% en solution
	Mesure	Estimé	Résidu*	Mesure	Estimé	Résidu*	Mesure	Estimé	Résidu*	%
Masse (g)	100,3	100,3	0,02	-	-	-	93,6	93,6	0,0	0,1%
Volume (mL)	-	-	-	513,00	519,8	-0,5	-	-	-	
La (ppm)	1253,6	1247,2	0,0	232,9	234,0	0,0	36,2	36,2	0,0	0,1%
Ce (ppm)	2719,8	2810,7	-0,2	546,7	527,7	0,2	80,5	80,4	0,0	5,0%
Pr (ppm)	291,3	288,4	0,1	52,7	53,2	-0,1	13,3	13,3	0,0	0,5%
Nd (ppm)	1004,3	1004,5	0,0	183,3	183,2	0,0	58,4	58,4	0,0	0,0%
Sm (ppm)	153,1	155,0	-0,1	26,5	26,3	0,1	20,3	20,3	0,0	0,7%
Eu (ppm)	11,5	10,9	0,4	1,7	1,7	-0,3	2,0	2,1	-0,1	12,3%
Gd (ppm)	118,9	106,4	0,7	16,1	17,3	-0,5	17,5	17,8	-0,1	49,7%
Tb (ppm)	11,8	11,5	0,2	1,7	1,7	-0,1	2,9	2,9	0,0	3,6%
Dy (ppm)	63,5	57,4	0,6	7,0	7,4	-0,4	20,0	20,6	-0,2	41,1%
Ho (ppm)	10,6	9,5	0,7	1,1	1,2	-0,4	3,4	3,5	-0,2	44,0%
Er (ppm)	26,5	23,2	0,8	2,5	2,7	-0,4	9,7	10,1	-0,3	70,0%
Tm (ppm)	3,0	2,6	1,0	0,3	0,3	-0,4	1,2	1,3	-0,4	91,4%
Yb (ppm)	16,6	15,4	0,5	1,5	1,5	-0,2	7,8	8,0	-0,2	23,8%
Lu (ppm)	2,2	2,2	0,0	0,3	0,3	0,0	0,9	0,9	0,0	0,0%
Th (ppm)	921,8	516,3	1,5	64,8	75,2	-0,5	128,3	135,6	-0,2	215,0%
U (ppm)	11,9	15,8	-1,1	2,8	1,7	1,3	10,1	7,5	0,9	117,6%

* Résidu réduit = (Mesure - Estimé) / Écart-type de mesure

Résultats de l'essai de lixiviation n° 10 du minerai Soutex-2

	Alimentation			Lixiviat			Résidu de lixiviation			% en solution
	Mesure	Estimé	Résidu*	Mesure	Estimé	Résidu*	Mesure	Estimé	Résidu*	%
Masse (g)	100,6	100,6	0,02	-	-	-	95,0	95,0	0,0	5,5%
Volume (mL)	-	-	-	520,00	526,0	-0,4	-	-	-	
La (ppm)	1253,6	1122,6	0,7	152,4	162,5	-0,4	282,4	288,7	-0,1	75,7%
Ce (ppm)	2719,8	2676,9	0,1	403,1	408,0	-0,1	572,7	574,5	0,0	79,7%
Pr (ppm)	291,3	264,1	0,6	37,7	40,1	-0,4	56,5	57,5	-0,1	79,4%
Nd (ppm)	1004,3	948,7	0,4	132,8	137,9	-0,3	237,8	240,8	-0,1	76,0%
Sm (ppm)	153,1	145,0	0,4	17,6	18,2	-0,2	51,8	52,6	-0,1	65,7%
Eu (ppm)	11,5	10,0	0,8	1,0	1,1	-0,4	4,3	4,5	-0,3	57,1%
Gd (ppm)	118,9	117,3	0,1	13,0	13,1	-0,1	51,4	51,7	0,0	58,4%
Tb (ppm)	11,8	12,6	-0,5	1,2	1,1	0,2	7,5	7,1	0,3	46,5%
Dy (ppm)	63,5	62,5	0,1	4,2	4,2	0,0	42,6	43,0	-0,1	35,1%
Ho (ppm)	10,6	10,2	0,2	0,6	0,6	-0,1	7,2	7,4	-0,1	32,1%
Er (ppm)	26,5	26,7	0,0	1,5	1,5	0,0	20,1	20,1	0,0	28,9%
Tm (ppm)	3,0	2,9	0,3	0,1	0,1	-0,1	2,2	2,3	-0,2	25,1%
Yb (ppm)	16,6	16,9	-0,1	0,8	0,8	0,0	13,7	13,4	0,1	25,1%
Lu (ppm)	2,2	2,2	0,1	0,1	0,1	0,0	1,7	1,7	-0,1	26,9%
Th (ppm)	304,6	240,9	0,7	25,0	27,2	-0,3	98,0	104,2	-0,2	59,1%
U (ppm)	3,9	4,1	-0,2	0,5	0,4	0,1	1,9	1,9	0,1	56,3%

* Résidu réduit = (Mesure - Estimé) / Écart-type de mesure

Résultats de l'essai de lixiviation n° 11 du minerai Soutex-2

	Alimentation			Lixiviat			Résidu de lixiviation			% en solution
	Mesure	Estimé	Résidu*	Mesure	Estimé	Résidu*	Mesure	Estimé	Résidu*	%
Masse (g)	99,2	99,2	0,05	-	-	-	93,6	93,6	-0,1	5,6%
Volume (mL)	-	-	-	537,90	551,0	-0,9	-	-	-	
La (ppm)	1253,6	1087,3	0,9	166,5	182,8	-0,7	75,6	76,2	-0,1	93,4%
Ce (ppm)	2719,8	2509,3	0,5	397,9	422,9	-0,4	169,0	169,8	0,0	93,6%
Pr (ppm)	291,3	241,1	1,1	35,3	39,3	-0,8	23,6	24,0	-0,1	90,6%
Nd (ppm)	1004,3	902,2	0,7	133,4	143,4	-0,5	110,6	111,8	-0,1	88,3%
Sm (ppm)	153,1	139,0	0,6	17,6	18,7	-0,4	36,6	37,4	-0,1	74,6%
Eu (ppm)	11,5	9,7	1,0	1,0	1,1	-0,5	3,7	3,9	-0,3	62,1%
Gd (ppm)	118,9	105,8	0,7	11,8	12,5	-0,4	37,3	38,6	-0,2	65,6%
Tb (ppm)	11,8	11,8	0,0	1,1	1,1	0,0	6,2	6,2	0,0	50,0%
Dy (ppm)	63,5	60,5	0,3	4,5	4,6	-0,1	36,2	37,2	-0,2	42,0%
Ho (ppm)	10,6	9,7	0,6	0,6	0,6	-0,2	6,4	6,7	-0,3	34,7%
Er (ppm)	26,5	25,3	0,3	1,5	1,5	-0,1	17,3	17,7	-0,2	33,9%
Tm (ppm)	3,0	2,8	0,4	0,1	0,1	-0,1	2,1	2,2	-0,3	28,0%
Yb (ppm)	16,6	16,5	0,0	0,9	0,9	0,0	12,2	12,2	0,0	29,9%
Lu (ppm)	2,2	2,0	0,7	0,1	0,1	-0,2	1,4	1,5	-0,4	28,9%
Th (ppm)	304,6	269,3	0,4	39,5	42,8	-0,3	30,0	33,6	-0,1	88,2%
U (ppm)	3,9	4,3	-0,4	0,7	0,7	0,4	0,7	0,7	0,1	84,2%

* Résidu réduit = (Mesure - Estimé) / Écart-type de mesure

Résultats de l'essai de lixiviation n° 13 du minerai Soutex-2

	Alimentation			Lixiviat			Résidu de lixiviation			% en solution
	Mesure	Estimé	Résidu*	Mesure	Estimé	Résidu*	Mesure	Estimé	Résidu*	%
Masse (g)	98,8	98,8	0,05	-	-	-	92,9	92,9	-0,1	5,9%
Volume (mL)	-	-	-	537,90	550,3	-0,8	-	-	-	
La (ppm)	1253,6	1075,8	0,9	163,6	180,4	-0,7	74,2	74,8	-0,1	93,5%
Ce (ppm)	2719,8	2581,3	0,3	418,4	436,7	-0,3	157,0	157,5	0,0	94,3%
Pr (ppm)	291,3	244,5	1,1	36,4	40,4	-0,7	20,3	20,5	-0,1	92,1%
Nd (ppm)	1004,3	942,3	0,4	144,4	151,5	-0,3	103,6	104,2	0,0	89,6%
Sm (ppm)	153,1	146,2	0,3	20,3	20,9	-0,2	31,2	31,4	-0,1	79,8%
Eu (ppm)	11,5	10,2	0,7	1,1	1,1	-0,4	4,1	4,3	-0,2	60,6%
Gd (ppm)	118,9	105,7	0,7	13,5	14,5	-0,5	26,0	26,6	-0,2	76,3%
Tb (ppm)	11,8	11,6	0,1	1,3	1,3	-0,1	4,6	4,7	0,0	62,2%
Dy (ppm)	63,5	57,6	0,6	5,2	5,4	-0,3	28,3	29,5	-0,3	51,9%
Ho (ppm)	10,6	9,6	0,6	0,8	0,8	-0,3	5,0	5,2	-0,3	48,8%
Er (ppm)	26,5	23,9	0,6	2,0	2,1	-0,3	12,5	13,0	-0,3	48,8%
Tm (ppm)	3,0	2,9	0,4	0,2	0,2	-0,2	1,7	1,8	-0,2	42,3%
Yb (ppm)	16,6	14,8	0,7	1,1	1,2	-0,3	8,4	8,8	-0,3	43,9%
Lu (ppm)	2,2	2,0	0,7	0,2	0,2	-0,3	1,1	1,2	-0,3	44,0%
Th (ppm)	304,6	330,0	-0,3	47,4	44,0	0,2	92,4	90,2	0,1	74,3%
U (ppm)	3,9	4,2	-0,3	0,5	0,5	0,2	1,8	1,7	0,1	61,1%

* Résidu réduit = (Mesure - Estimé) / Écart-type de mesure

Résultats de l'essai de lixiviation n° 14 du minerai Soutex-2

	Alimentation			Lixiviat			Résidu de lixiviation			% en solution
	Mesure	Estimé	Résidu*	Mesure	Estimé	Résidu*	Mesure	Estimé	Résidu*	%
Masse (g)	99,2	99,2	-0,06	-	-	-	95,1	95,0	0,1	4,2%
Volume (mL)	-	-	-	517,90	499,5	1,2	-	-	-	
La (ppm)	1253,6	1381,9	-0,7	246,0	221,1	0,7	287,0	280,5	0,1	80,6%
Ce (ppm)	2719,8	3144,1	-1,0	639,5	521,4	1,2	558,9	541,8	0,2	83,5%
Pr (ppm)	291,3	313,2	-0,5	53,9	50,1	0,5	64,5	63,4	0,1	80,6%
Nd (ppm)	1004,3	1141,3	-0,9	205,7	176,8	0,9	272,0	262,4	0,2	78,0%
Sm (ppm)	153,1	173,3	-0,9	27,9	24,5	0,8	54,5	52,1	0,3	71,2%
Eu (ppm)	11,5	12,0	-0,3	1,4	1,4	0,2	5,4	5,3	0,1	57,7%
Gd (ppm)	118,9	130,6	-0,7	18,2	16,8	0,5	49,9	47,9	0,3	64,9%
Tb (ppm)	11,8	13,6	-1,0	1,6	1,5	0,7	7,2	6,5	0,6	54,0%
Dy (ppm)	63,5	64,7	-0,1	5,5	5,5	0,1	39,2	38,8	0,1	42,6%
Ho (ppm)	10,6	10,7	-0,1	0,8	0,8	0,0	7,0	7,0	0,0	37,2%
Er (ppm)	26,5	26,5	0,0	1,9	1,9	0,0	17,9	17,9	0,0	35,4%
Tm (ppm)	3,0	3,2	-0,4	0,2	0,2	0,1	2,5	2,3	0,3	30,5%
Yb (ppm)	16,6	17,1	-0,2	1,0	1,0	0,1	12,7	12,4	0,1	30,5%
Lu (ppm)	2,2	2,3	-0,2	0,1	0,1	0,1	1,6	1,6	0,1	32,3%
Th (ppm)	304,6	377,8	-0,8	78,6	54,0	1,0	121,6	110,4	0,3	72,0%
U (ppm)	3,9	5,0	-1,0	0,7	0,5	0,9	10,2	2,6	2,5	49,8%

* Résidu réduit = (Mesure - Estimé) / Écart-type de mesure

Résultats de l'essai de lixiviation n° 15 du minerai Soutex-2

	Alimentation			Lixiviat			Résidu de lixiviation			% en solution
	Mesure	Estimé	Résidu*	Mesure	Estimé	Résidu*	Mesure	Estimé	Résidu*	%
Masse (g)	99,7	99,7	0,02	-	-	-	95,1	95,1	-0,1	4,6%
Volume (mL)	-	-	-	517,90	522,4	-0,3	-	-	-	
La (ppm)	1253,6	1137,9	0,6	190,5	204,5	-0,5	69,0	69,3	0,0	94,2%
Ce (ppm)	2719,8	2763,2	-0,1	505,0	497,2	0,1	165,7	165,6	0,0	94,3%
Pr (ppm)	291,3	267,9	0,5	44,0	46,8	-0,4	23,7	23,8	0,0	91,5%
Nd (ppm)	1004,3	891,0	0,8	138,3	149,6	-0,5	111,0	112,3	-0,1	88,0%
Sm (ppm)	153,1	139,6	0,6	18,9	20,0	-0,4	35,9	36,6	-0,1	75,0%
Eu (ppm)	11,5	5,0	3,7	0,1	0,1	-0,2	4,0	4,7	-1,2	75,2%
Gd (ppm)	118,9	103,9	0,8	12,0	12,8	-0,4	37,1	38,5	-0,3	64,6%
Tb (ppm)	11,8	13,4	-0,9	1,6	1,5	0,6	6,3	5,9	0,5	66,2%
Dy (ppm)	63,5	61,5	0,2	4,7	4,8	-0,1	37,6	38,3	-0,1	40,6%
Ho (ppm)	10,6	9,2	0,9	0,4	0,4	-0,2	6,7	7,2	-0,5	24,6%
Er (ppm)	26,5	24,8	0,4	1,4	1,4	-0,1	17,4	18,1	-0,3	30,2%
Tm (ppm)	3,0	3,1	-0,1	0,2	0,2	0,0	2,1	2,1	0,1	59,8%
Yb (ppm)	16,6	16,6	0,0	0,9	0,9	0,0	12,4	12,4	0,0	29,0%
Lu (ppm)	2,2	2,3	-0,1	0,1	0,1	0,0	1,6	1,6	0,1	59,8%
Th (ppm)	304,6	351,9	-0,5	78,6	62,1	0,7	28,4	28,0	0,0	91,8%
U (ppm)	3,9	4,3	-0,4	0,7	0,6	0,4	1,3	1,3	0,1	75,6%

* Résidu réduit = (Mesure - Estimé) / Écart-type de mesure

Résultats de l'essai de lixiviation n° 16 du minerai Soutex-2

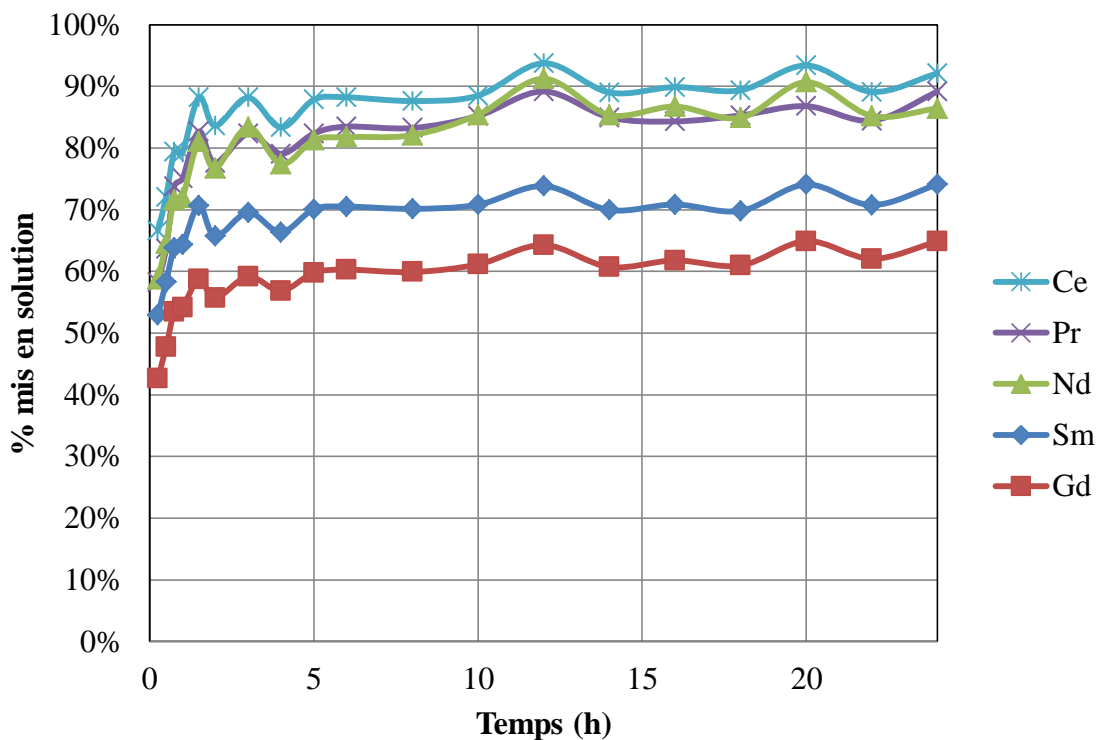
	Alimentation			Lixiviat			Résidu de lixiviation			% en solution
	Mesure	Estimé	Résidu*	Mesure	Estimé	Résidu*	Mesure	Estimé	Résidu*	%
Masse (g)	104,5	104,5	0,00	-	-	-	99,4	99,4	0,0	4,9%
Volume (mL)	-	-	-	537,90	540,4	-0,2	-	-	-	
La (ppm)	1253,6	1189,9	0,3	202,5	211,1	-0,3	102,7	103,1	0,0	91,8%
Ce (ppm)	2719,8	2765,6	-0,1	499,6	491,6	0,1	235,0	234,6	0,0	91,9%
Pr (ppm)	291,3	282,4	0,2	47,7	48,9	-0,2	30,9	31,0	0,0	89,6%
Nd (ppm)	1004,3	970,7	0,2	158,3	162,7	-0,2	135,5	136,1	0,0	86,7%
Sm (ppm)	153,1	150,0	0,1	21,3	21,6	-0,1	40,0	40,2	0,0	74,5%
Eu (ppm)	11,5	10,4	0,6	1,2	1,2	-0,3	4,1	4,2	-0,2	61,9%
Gd (ppm)	118,9	111,4	0,4	13,6	14,2	-0,3	39,4	40,2	-0,1	65,7%
Tb (ppm)	11,8	12,7	-0,5	1,3	1,3	0,3	6,8	6,5	0,3	51,5%
Dy (ppm)	63,5	64,2	-0,1	5,4	5,4	0,0	38,7	38,4	0,0	43,1%
Ho (ppm)	10,6	10,8	-0,1	0,8	0,8	0,1	7,1	7,0	0,1	38,7%
Er (ppm)	26,5	27,0	-0,1	1,9	1,9	0,0	18,3	18,1	0,1	36,3%
Tm (ppm)	3,0	3,1	-0,2	0,2	0,2	0,1	2,2	2,2	0,1	33,3%
Yb (ppm)	16,6	17,5	-0,4	1,1	1,1	0,1	12,9	12,4	0,3	32,5%
Lu (ppm)	2,2	2,3	-0,1	0,1	0,1	0,0	1,7	1,7	0,1	30,4%
Th (ppm)	921,8	339,6	2,1	52,2	61,8	-0,6	20,8	21,0	0,0	94,1%
U (ppm)	11,9	4,0	2,2	0,4	0,5	-0,4	1,6	1,7	-0,3	60,6%

* Résidu réduit = (Mesure - Estimé) / Écart-type de mesure

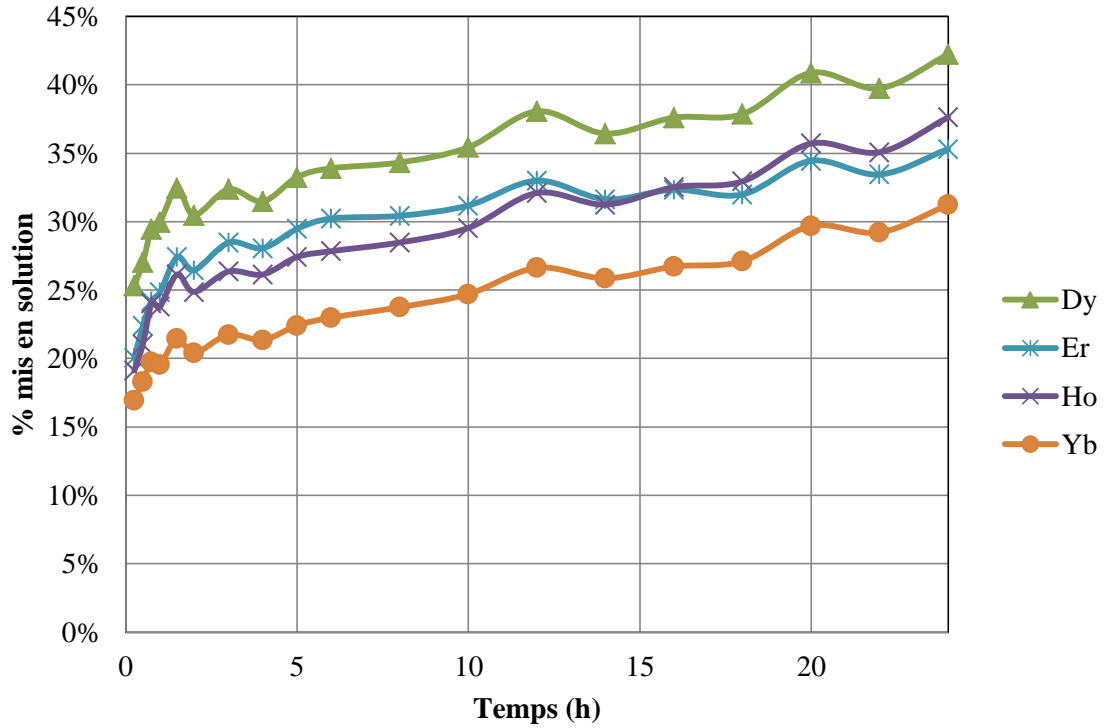
Résultats de l'essai de lixiviation n° 18 du minerai Soutex-2

	Alimentation			Lixiviat			Résidu de lixiviation			% en solution
	Mesure	Estimé	Résidu*	Mesure	Estimé	Résidu*	Mesure	Estimé	Résidu*	%
Masse (g)	99,7	99,7	0,01	-	-	-	95,1	95,1	0,0	4,6%
Volume (mL)	-	-	-	517,90	519,1	-0,1	-	-	-	
La (ppm)	1230,0	1220,2	0,1	205,2	206,7	0,0	151,1	151,3	0,0	88,2%
Ce (ppm)	3020,2	2958,6	0,1	497,7	506,4	-0,1	337,2	337,9	0,0	89,1%
Pr (ppm)	275,6	298,1	-0,5	54,8	50,2	0,6	39,1	38,7	0,1	87,6%
Nd (ppm)	1009,7	971,4	0,3	153,2	157,7	-0,2	156,5	157,4	0,0	84,5%
Sm (ppm)	155,6	148,2	0,3	20,8	21,4	-0,2	38,0	38,4	-0,1	75,3%
Eu (ppm)	10,6	11,1	-0,3	1,0	1,4	-0,4	3,9	4,0	-0,2	65,2%
Gd (ppm)	111,7	101,7	0,6	25,9	12,6	0,5	35,5	38,1	-0,5	69,7%
Tb (ppm)	14,0	14,6	-0,2	1,6	1,6	0,0	5,9	6,3	-0,5	60,1%
Dy (ppm)	67,0	58,5	0,8	4,6	4,8	-0,3	33,1	35,0	-0,4	42,9%
Ho (ppm)	11,4	9,3	1,2	0,4	0,4	-0,8	5,9	7,4	-1,7	50,6%
Er (ppm)	28,0	25,1	0,7	2,1	1,4	0,3	14,8	18,4	-1,6	49,6%
Tm (ppm)	3,2	3,1	0,3	0,2	0,2	0,0	2,0	2,1	-0,5	41,7%
Yb (ppm)	18,4	17,2	0,4	1,0	0,9	0,2	11,3	12,9	-0,9	41,4%
Lu (ppm)	2,3	2,3	0,1	0,1	0,1	0,0	1,5	1,6	-0,3	38,3%
Th (ppm)	304,6	436,3	-1,4	78,6	78,6	0,0	34,0	28,4	0,5	89,4%
U (ppm)	3,9	4,7	-0,7	0,7	0,7	0,0	1,5	1,3	0,4	63,5%

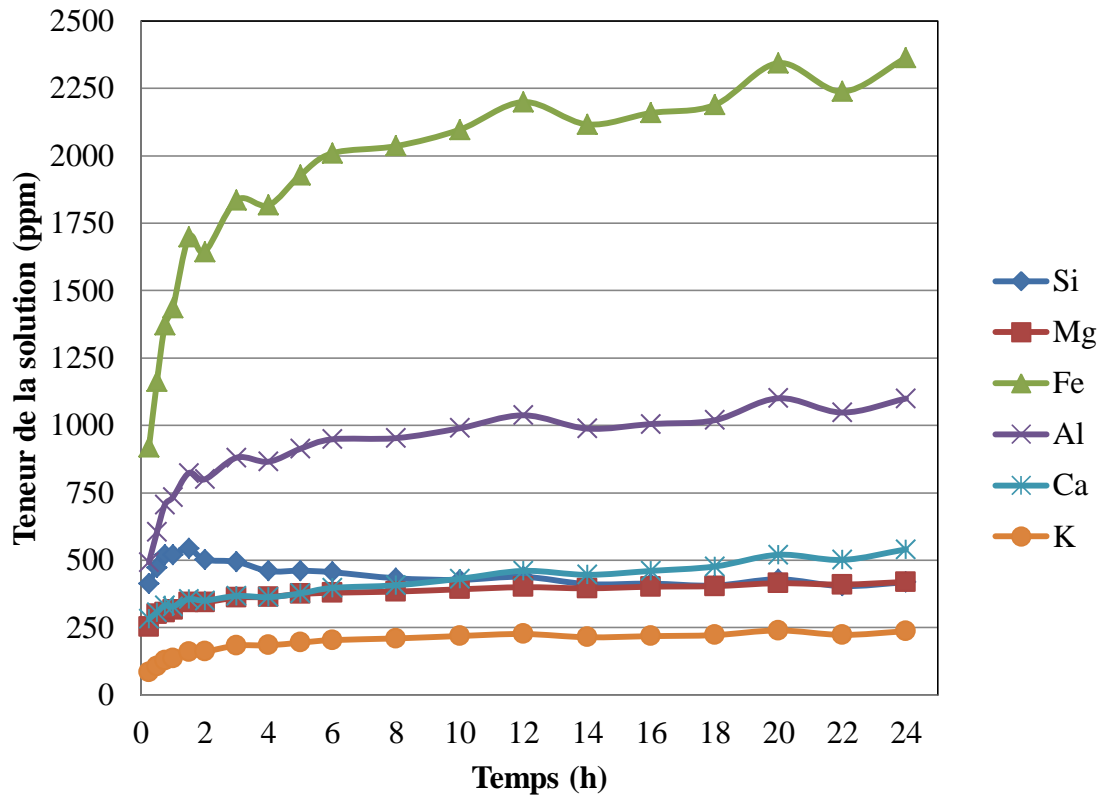
* Résidu réduit = (Mesure - Estimé) / Écart-type de mesure



Mise en solution des TR du minerai Soutex-2 durant l'essai n° 16 (1 de 2)



Mise en solution des TR du minerai Soutex-2 durant l'essai n° 16 (2 de 2)



Teneurs élémentaires en solution durant l'essai n° 16 sur le minerai Soutex-2

ANNEXE C

Données pour la réconciliation de l'analyse granulo-chimique Niobec-1

Données brutes et ajustées pour l'analyse granulo-chimique de l'échantillon Niobec-1 (1 de 2)

Classe		% poids	% poids	Y	Y	La	La	Ce	Ce	Pr	Pr	Nd	Nd	Sm	Sm	Eu	Eu
Tamis	Taille (um)	Brute	Ajust.	Brute	Ajust.	Brute	Ajust.	Brute	Ajust.	Brute	Ajust.	Brute	Ajust.	Brute	Ajust.	Brute	Ajust.
Tête	Tête	-	100%	83	72	3208	3028	6196	5897	722	696	2479	2311	278	260	60	55
+14 mailles	1200	6,8%	6,8%	72	72	2733	2742	5348	5363	622	624	2094	2102	236	237	52	52
+20 mailles	-1200/+853	10,2%	10,2%	68	69	2573	2585	5063	5084	687	689	2004	2015	225	226	49	50
+28 mailles	-853/+599	14,5%	14,4%	63	63	2311	2325	4549	4572	536	538	1807	1820	207	208	44	45
+35 mailles	-599/+422	14,4%	14,3%	62	62	2267	2280	4435	4457	524	526	1758	1770	205	206	43	43
+48 mailles	-422/+297	10,4%	10,3%	55	56	2261	2270	4477	4493	512	514	1729	1738	196	197	43	44
+65 mailles	-297/+211	8,1%	8,1%	67	68	2779	2789	5476	5495	635	636	2113	2122	240	241	53	53
+100 mailles	-211/+152	7,2%	7,2%	74	75	3086	3098	5981	6001	695	696	2338	2349	263	264	55	55
+150 mailles	-152/+104	5,4%	5,4%	65	66	2890	2898	5482	5494	637	638	2259	2266	248	248	51	51
+200 mailles	-104/+75	4,2%	4,2%	72	72	3223	3230	6056	6068	708	709	2502	2509	270	270	56	56
+270 mailles	-75/+53	4,0%	4,0%	80	81	3674	3683	6959	6974	819	820	2855	2864	316	317	64	64
+400 mailles	-53/+37	2,8%	2,8%	77	77	3553	3559	6707	6717	778	778	2713	2719	298	298	60	60
+635 mailles	-37/+20	5,1%	5,1%	71	71	3174	3183	6210	6225	719	721	2332	2339	272	273	58	58
-635 mailles	-20	7,0%	7,2%	138	140	7355	7423	14416	14532	1670	1680	5375	5431	593	599	123	125

Données brutes et ajustées pour l'analyse granulo-chimique de l'échantillon Niobec-1 (2 de 2)

Classe		Gd	Gd	Tb	Tb	Dy	Dy	Ho	Ho	Er	Er	Tm	Tm	Yb	Yb	Lu	Lu
Tamis	Taille (um)	Brute	Ajust.	Brute	Ajust.	Brute	Ajust.	Brute	Ajust.	Brute	Ajust.	Brute	Ajust.	Brute	Ajust.	Brute	Ajust.
Tête	Tête	196	176	15	13	30	26	4,0	3,6	12,5	11,0	1,2	0,9	3,9	3,5	0,9	0,8
+14 mailles	+1200	164	164	13	13	26	27	3,5	3,5	10,6	10,7	1,0	1,0	3,6	3,6	1,0	1,0
+20 mailles	-1200/+853	165	167	12	12	24	24	3,1	3,1	10,7	10,8	1,0	1,0	3,6	3,6	0,8	0,8
+28 mailles	-853/+599	138	140	11	11	22	22	3,3	3,3	9,5	9,6	0,9	0,9	2,7	2,7	0,7	0,7
+35 mailles	-599/+422	137	139	11	11	19	19	3,0	3,0	9,5	9,6	0,9	0,9	2,6	2,6	0,7	0,7
+48 mailles	-422/+297	126	126	10	10	19	19	2,7	2,7	8,1	8,2	0,9	0,9	3,1	3,1	0,7	0,7
+65 mailles	-297/+211	162	163	12	12	23	24	3,5	3,5	9,2	9,3	0,7	0,7	3,5	3,5	0,7	0,7
+100 mailles	-211/+152	184	185	13	13	26	26	3,5	3,5	11,2	11,3	0,7	0,7	3,4	3,4	0,8	0,8
+150 mailles	-152/+104	161	161	12	12	24	24	3,3	3,3	9,5	9,5	0,9	0,9	2,9	2,9	0,8	0,8
+200 mailles	-104/+75	174	175	13	13	26	26	3,4	3,4	9,8	9,8	0,8	0,8	3,6	3,6	0,9	0,9
+270 mailles	-75/+53	205	206	15	15	30	31	4,0	4,0	12,6	12,7	0,9	0,9	3,3	3,3	0,8	0,8
+400 mailles	-53/+37	196	197	15	15	29	29	3,7	3,7	11,7	11,7	1,0	1,0	3,7	3,7	0,9	0,9
+635 mailles	-37/+20	179	180	14	14	25	25	3,6	3,6	10,3	10,4	0,9	0,9	3,1	3,1	0,8	0,8
-635 mailles	-20	401	407	28	28	56	57	7,2	7,3	24,0	24,4	1,3	1,3	7,4	7,5	1,0	1,0

ANNEXE D

Données brutes et réconciliées des essais de flottation pour le minerai Niobec

Données brutes pour les expériences sans réconciliation des données

Expérience	Concentré 1		Rejet		Récupératio	Récupération
	Masse (g)	Teneur TR	Masse (g)	Teneur TR	massique	TR
1	154	1,42%	91	1,71%	82%	77%
2	238	1,27%	79	1,80%	84%	79%
3	88	1,38%	295	1,41%	41%	37%
4	55	1,56%	382	1,47%	24%	15%
5	20	1,74%	424	1,35%	15%	14%
6	96	1,30%	292	1,22%	42%	46%
7	32	2,27%	455	1,31%	9%	11%
11	50	1,22%	373	1,26%	26%	29%
14	14	1,55%	440	1,23%	12%	19%
15	82	1,27%	311	1,17%	38%	44%

Données brutes et réconciliées pour l'essai de flottation n° 8

	Masse		%TR		Récupération	Teneur TR
	Brute	Réconcilié	Brute	Réconcilié	TR cumul.	cumul. (%)
Alimentation	500	501	1,33%	1,39%	-	-
Concentré 1	59	59	2,19%	2,17%	18%	2,17%
Concentré 2	39	39	2,79%	2,77%	34%	2,41%
Concentré 3	5	5	3,34%	3,33%	36%	2,45%
Résidus	396	398	1,15%	1,11%	100%	1,39%

Données brutes et réconciliées pour l'essai de flottation n° 9

Flux	Masse (g)		Teneur en TR (%)		Récupération	Teneur TR
	Brute	Réconciliée	Brute	Réconciliée	TR cumul.	cumul. (%)
Alimentation	500	495	1,33%	1,32%	-	-
Concentré 1	45	45	1,69%	1,70%	12%	1,70%
Concentré 2	32	32	2,36%	2,36%	23%	1,97%
Concentré 3	5	5	2,36%	2,36%	25%	2,00%
Résidus	410	413	1,19%	1,19%	100%	1,32%

Données brutes et réconciliées pour l'essai de flottation n° 12

Flux	Masse (g)		Teneur en TR (%)		Récupération	Teneur TR
	Brute	Réconciliée	Brute	Réconciliée	TR cumul.	cumul. (%)
Alimentation	500	498	1,33%	1,38%	-	-
Concentré 1	53,5	54	1,51%	1,50%	12%	1,50%
Concentré 2	49,2	49	1,66%	1,65%	24%	1,57%
Concentré 3	67,1	67	1,74%	1,73%	40%	1,64%
Résidus	326,3	328	1,28%	1,25%	100%	1,38%

Données brutes et réconciliées pour l'essai de flottation n° 13

Flux	Masse (g)		Teneur en TR (%)		Récupération	Teneur TR
	Brute	Réconciliée	Brute	Réconciliée	TR cumul.	cumul. (%)
Alimentation	500	498	1,33%	1,33%	-	-
Concentré 1	43,8	44	1,88%	1,88%	12%	1,88%
Concentré 2	31,1	31	2,29%	2,29%	23%	2,05%
Concentré 3	22,2	22	2,46%	2,46%	31%	2,14%
Résidus	399,6	401	1,13%	1,13%	100%	1,33%

Données brutes et réconciliées pour l'essai de flottation n° 16

Flux	Masse (g)		Teneur en TR (%)		Récupération	Teneur TR
	Brute	Réconciliée	Brute	Réconciliée	TR cumul.	cumul. (%)
Alimentation	500	490	1,33%	1,38%	-	-
Concentré 1	77,8	78	1,47%	1,46%	17%	1,46%
Concentré 2	42	42	1,61%	1,60%	27%	1,51%
Concentré 3	26,4	26	2,11%	2,10%	35%	1,62%
Résidus	338,5	344	1,31%	1,28%	100%	1,38%

Données brutes et réconciliées pour l'essai de flottation n° 17

Flux	Masse (g)		Teneur en TR (%)		Récupération	Teneur TR
	Brute	Réconciliée	Brute	Réconciliée	TR cumul.	cumul. (%)
Alimentation	500	495	1,33%	1,40%	-	-
Concentré 1	93,37	93	1,65%	1,62%	22%	1,62%
Concentré 2	119,17	119	1,90%	1,87%	54%	1,76%
Concentré 3	101,54	102	1,70%	1,67%	78%	1,73%
Résidus	178,93	181	0,85%	0,84%	100%	1,40%

Données brutes et réconciliées pour l'essai de flottation n° 18

Flux	Masse (g)		Teneur en TR (%)		Récupération	Teneur TR
	Brute	Réconciliée	Brute	Réconciliée	TR cumul.	cumul. (%)
Alimentation	500	498	1,33%	1,43%	-	-
Concentré 1	74,03	74	1,65%	1,62%	17%	1,62%
Concentré 2	75,25	75	1,86%	1,83%	36%	1,73%
Concentré 3	131,35	131	1,95%	1,90%	71%	1,81%
Résidus	215,17	218	0,96%	0,94%	100%	1,43%

Données brutes et réconciliées pour l'essai de flottation n° 19

Flux	Masse (g)		Teneur en TR (%)		Récupération	Teneur TR
	Brute	Réconciliée	Brute	Réconciliée	TR cumul.	cumul. (%)
Alimentation	500	497	1,33%	1,38%	-	-
Concentré 1	99,02	99	1,51%	1,50%	22%	1,50%
Concentré 2	95,03	95	1,62%	1,61%	44%	1,55%
Concentré 3	199,62	200	1,43%	1,41%	85%	1,48%
Résidus	102,64	103	1,00%	1,00%	100%	1,38%

Données brutes et réconciliées pour l'essai de flottation n° 20

Flux	Masse (g)		Teneur en TR (%)		Récupération	Teneur TR
	Brute	Réconciliée	Brute	Réconciliée	TR cumul.	cumul. (%)
Alimentation	500	495	1,33%	1,44%	-	-
Concentré 1	92,25	92	1,63%	1,60%	21%	1,60%
Concentré 2	67,55	68	1,61%	1,59%	36%	1,60%
Concentré 3	117,77	118	1,73%	1,69%	64%	1,64%
Résidus	215,47	218	1,22%	1,18%	100%	1,44%

Données brutes et réconciliées pour l'essai de flottation n° 21

Flux	Masse (g)		Teneur en TR (%)		Récupération	Teneur TR
	Brute	Réconciliée	Brute	Réconciliée	TR cumul.	cumul. (%)
Alimentation	500	497	1,33%	1,22%	-	-
Concentré 1	104	104	1,00%	1,01%	17%	1,01%
Concentré 2	66	66	1,15%	1,16%	30%	1,07%
Concentré 3	27	27	2,80%	2,82%	43%	1,31%
Résidus	299	300	1,12%	1,16%	100%	1,22%

Données brutes et réconciliées pour l'essai de flottation n° 22

Flux	Masse (g)		Teneur en TR (%)		Récupération TR cumul.	Teneur TR cumul. (%)
	Brute	Réconciliée	Brute	Réconciliée		
Alimentation	500	493	1,33%	1,28%	-	-
Concentré 1	48	48	2,04%	2,05%	16%	2,05%
Concentré 2	49	49	2,23%	2,25%	33%	2,15%
Concentré 3	42	42	2,08%	2,09%	47%	2,13%
Résidus	352	353	0,92%	0,94%	100%	1,28%

Données brutes et réconciliées pour l'essai de flottation n° 23

Flux	Masse (g)		Teneur en TR (%)		Récupération TR cumul.	Teneur TR cumul. (%)
	Brute	Réconciliée	Brute	Réconciliée		
Alimentation	500	494	1,33%	1,12%	-	-
Concentré 1	179	176	0,62%	0,64%	20%	0,64%
Concentré 2	95	97	1,81%	1,89%	54%	1,08%
Concentré 3	4	4	1,16%	1,16%	54%	1,09%
Résidus	216	218	1,10%	1,16%	100%	1,12%

Données brutes et réconciliées pour l'essai de flottation n° 24

Flux	Masse (g)		Teneur en TR (%)		Récupération TR cumul.	Teneur TR cumul. (%)
	Brute	Réconciliée	Brute	Réconciliée		
Alimentation	500	492	1,33%	1,30%	-	-
Concentré 1	84	84	2,00%	2,02%	27%	2,02%
Concentré 2	34	34	1,33%	1,33%	34%	1,82%
Concentré 3	12	12	1,67%	1,67%	37%	1,81%
Résidus	359	362	1,09%	1,11%	100%	1,30%

Données brutes et réconciliées pour l'essai de flottation n° 25

Flux	Masse (g)		Teneur en TR (%)		Récupération TR cumul.	Teneur TR cumul. (%)
	Brute	Réconciliée	Brute	Réconciliée		
Alimentation	390	385	1,88%	1,75%	-	-
Concentré 1	68,5	69	2,22%	2,26%	23%	2,26%
Concentré 2	48,9	49	2,07%	2,09%	38%	2,19%
Concentré 3	18,7	19	2,46%	2,47%	45%	2,23%
Résidus	247,7	248	1,43%	1,48%	100%	1,75%

Données brutes et réconciliées pour l'essai de flottation n° 26

Flux	Masse (g)		Teneur en TR (%)		Récupération TR cumul.	Teneur TR cumul. (%)
	Brute	Réconciliée	Brute	Réconciliée		
Alimentation	500	491	1,33%	1,22%	-	-
Concentré 1	114,86	116	1,82%	1,87%	36%	1,87%
Concentré 2	77,11	78	1,65%	1,68%	58%	1,79%
Concentré 3	25,95	26	2,72%	2,74%	70%	1,91%
Résidus	273,24	271	0,65%	0,66%	100%	1,22%

Données brutes et réconciliées pour l'essai de flottation n° 27

Flux	Masse (g)		Teneur en TR (%)		Récupération TR cumul.	Teneur TR cumul. (%)
	Brute	Réconciliée	Brute	Réconciliée		
Alimentation	500	493	1,33%	1,34%	-	-
Concentré 1	100,1	100	2,23%	2,22%	34%	2,22%
Concentré 2	68,8	69	1,72%	1,72%	52%	2,02%
Concentré 3	46,01	46	1,45%	1,45%	62%	1,90%
Résidus	275,59	278	0,91%	0,91%	100%	1,34%

Données brutes et réconciliées pour l'essai de flottation n° 28

Flux	Masse (g)		Teneur en TR (%)		Récupération TR cumul.	Teneur TR cumul. (%)
	Brute	Réconciliée	Brute	Réconciliée		
Alimentation	500	494	1,33%	1,28%	-	-
Concentré 1	89	90	2,28%	2,31%	33%	2,31%
Concentré 2	69,2	69	1,65%	1,66%	51%	2,03%
Concentré 3	23,73	24	2,08%	2,09%	59%	2,03%
Résidus	311,46	311	0,82%	0,83%	100%	1,28%

Données brutes et réconciliées pour l'essai de flottation n° 29

Flux	Masse (g)		Teneur en TR (%)		Récupération TR cumul.	Teneur TR cumul. (%)
	Brute	Réconciliée	Brute	Réconciliée		
Alimentation	900	896	1,55%	1,51%	-	-
Concentré 1	116	116	1,81%	1,82%	16%	1,82%
Concentré 2	194	195	1,95%	1,97%	44%	1,91%
Concentré 3	192,8	193	2,12%	2,13%	74%	2,00%
Résidus	393	392	0,88%	0,88%	100%	1,51%

Données brutes et réconciliées pour l'essai de flottation n° 30

Flux	Masse (g)		Teneur en TR (%)		Récupération TR cumul.	Teneur TR cumul. (%)
	Brute	Réconciliée	Brute	Réconciliée		
Alimentation	1000	983	1,55%	1,49%	-	-
Concentré 1	207,4	208	1,48%	1,49%	21%	1,49%
Concentré 2	136,9	137	1,95%	1,96%	40%	1,68%
Concentré 3	307,6	310	1,67%	1,75%	77%	1,71%
Résidus	326,8	327	1,04%	1,05%	100%	1,49%

Données brutes et réconciliées pour l'essai de flottation n° 32

Flux	Masse (g)		Teneur en TR (%)		Récupération TR cumul.	Teneur TR cumul. (%)
	Brute	Réconciliée	Brute	Réconciliée		
Alimentation	560	561	1,55%	1,53%	-	-
Concentré 1	59,9	60	1,83%	1,83%	13%	1,83%
Concentré 2	91	91	1,41%	1,41%	28%	1,58%
Concentré 3	200,2	200	2,08%	2,12%	77%	1,89%
Résidus	209,9	209	0,93%	0,93%	100%	1,53%