

Application de la digestion acide sulfurique (H₂SO₄) à l'extraction du lithium à partir de la pegmatite à spodumène de Manono (RDC)

[Application of sulfuric acid (H₂SO₄) digestion to the lithium extraction from Manono's spodumene pegmatite (DRC)]

Muliangala Mbalaba Franics¹, Chungu Mwana Mwamba Yannick¹, Nkulu Wa Ngoie Guy^{1,2}, Ngenda Banka Richard¹,
and Kabongo Mwadianvita Hervé¹

¹Département de Métallurgie et Matériaux, Faculté Polytechnique, Université de Lubumbashi, Lubumbashi, Haut Katanga, RD Congo

²Département d'Etudes Métallurgiques (EMT, HYDRO, GCM), Laboratoire hydrométallurgique, Générale des Carrières et des Mines, Likasi, Haut Katanga, RD Congo

Copyright © 2020 ISSR Journals. This is an open access article distributed under the *Creative Commons Attribution License*, which permits unrestricted use, distribution, and reproduction in any medium, provided the original work is properly cited.

ABSTRACT: In this article we examine the sulfuric acid (H₂SO₄) digestion's results followed by water leaching in the lithium extraction from Manono's spodumene pegmatite (DRC). A pretreatment has been developed allowing the transformation of α-spodumene into less dense, more brittle and more reactive β-spodumene. The analysis of spodumene by ICP-MS and ED-XRF showed that our sample consists mainly of oxides of Li, Si, Al and K with an average LiO₂ content of 3.5%. And binocular microscopy examination revealed the presence of spodumene as the main mineral species associated with quartz, lepidolite and muscovite. The reaction's temperature (175, 200, 250 and 300°C) was studied for the digestion of calcined spodumene at temperatures ranging between 750 and 900°C. For each temperature, the reaction time (30, 60, 120 and 180 minutes) and the ore/acid ratio (1: 1, 5: 4, 3: 2 and 7: 4) were considered. A Taguchi approach was used to optimize the conditions and the experimental variables. And the MINITAB software was used for this purpose. The experimental conditions show that the degree of lithium extraction during sulfuric acid (H₂SO₄) digestion is significantly influenced by the ore/acid ratio, the temperature and reaction time. The results show that 90% of lithium in the sample calcined at 900°C was extracted with an ore/acid ratio of 3: 2, a reaction temperature of 250°C and a reaction time of 180 minutes.

KEYWORDS: Lithium, pegmatite, spodumene, calcination, sulfuric acid (H₂SO₄) digestion.

RESUME: Dans cet article nous examinons les résultats d'une digestion acide sulfurique (H₂SO₄) suivie de la lixiviation à l'eau dans l'extraction du lithium à partir de la pegmatite à spodumène de Manono (RDC). Un prétraitement (calcination) a été développé permettant la transformation du α-spodumène en β-spodumène moins dense, plus friable et plus réactive. L'analyse du spodumène par ICP-MS et ED-XRF a montré que notre échantillon est constitué en majeure partie d'oxydes de Li, Si, Al et K avec une teneur moyenne en Li₂O de 3.5%. Et l'examen par microscopie à vision binoculaire a relevé la présence du spodumène comme principale espèce minérale associée au quartz, lépidolite et à la muscovite. La température de la réaction (175, 200, 250 et 300°C) a été étudiée pour la digestion du spodumène calciné à des températures comprises entre 750 et 900 °C. Pour chaque température, le temps de réaction (30, 60, 120 et 180 min) et le ratio minéral/acide (1: 1, 5: 4, 3: 2 et 7: 4) ont été étudiés. Une approche de Taguchi a été utilisée pour optimiser les conditions et les variables expérimentales. Et à cet effet, le logiciel MINITAB a été utilisé. Les conditions expérimentales montrent que le degré d'extraction du lithium lors de la digestion acide sulfurique est significativement influencé par le ratio minéral/acide, la température et le temps de réaction. Notons que 90 % de lithium sur l'échantillon calciné à 900 °C ont été extraits avec un ratio minéral/acide de 3: 2, une température de réaction de 250 °C et un temps de réaction de 180 minutes.

MOTS-CLEFS: Lithium, pegmatite, spodumène, calcination, digestion acide sulfurique (H₂SO₄).

1 INTRODUCTION

Le développement des véhicules électriques est considéré comme crucial pour les préoccupations environnementales. Aujourd'hui, le lithium ion est la technologie pour permettre une mobilité durable dans les décennies à venir [8]. Dans la nature, le lithium est présent dans une variété d'aluminosilicates et de saumures continentales [12]. Les minéraux de lithium d'importance économique sont principalement des pegmatites, qui comprennent le spodumène ($\text{LiAlSi}_2\text{O}_6$), la pétalite ($\text{LiAlSi}_4\text{O}_{10}$), le lépidolite [$\text{K}(\text{Li}, \text{Al})_3(\text{Si}, \text{Al})_4\text{O}_{10}(\text{F}, \text{OH})_2$], avec une présence de lithium comprise entre 1.37 et 3.6% de Li [5], [16], [18].

En République Démocratique du Congo (RDC), des gisements de spodumène (3.5% Li_2O) dont les réserves sont estimées à 6.6 millions de tonnes de lithium par la société AVZ Minerals [10] se trouvent à Kitotolo dans la région de Manono et selon les archives, ces gisements de Manono ont été exploités pour sa teneur en étain entre 1919 et 1980 avec une production en moyenne de 180000 tonnes de concentré de cassitérite [4]. Actuellement, ces gisements contiennent des quantités importantes de lithium et constituent un grand réservoir de lithium au monde. Dans un rapport effectué l'an 2018, un expert minier du secteur (M. Léonide Mupepele) signale dans son analyse que contrairement à la plupart des gisements où le lithium est extrait des saumures (lacs salés), le lithium congolais se présente sous forme d'une espèce minérale: le spodumène que l'on retrouve associé à la cassitérite et la colombo-tantalite dans une roche métamorphique d'origine magmatique appelée, pegmatite [10].

Les solutions technologiques pour la valorisation des minéraux de lithium s'avèrent nécessaires, y compris la concentration physique et le traitement métallurgique, afin de permettre la production concurrentielle de produits à base de lithium sous forme de carbonate et d'hydroxyde [8]. Depuis des nombreuses années, des procédés de récupération de lithium à partir de minéraux de roche ont été développés et parfois appliqués à une échelle relativement faible [1].

Le traitement des minéraux de lithium repose sur le grillage chimique du concentré avec utilisation d'acide sulfurique (H_2SO_4), d'acide chlorhydrique (HCl), de calcaire et de chaux, les sels de sodium et/ou de potassium et sulfate de calcium avec l'hydroxyde de calcium [16]. Les silicates à base de lithium sont très réfractaires aux attaques chimiques, le procédé métallurgique comprend toujours une première étape de calcination pour favoriser la réactivité. Ensuite, les étapes hydrométallurgiques utilisant la digestion acide et la lixiviation permettent la formation de composés solubles du lithium [2].

La digestion des minéraux de lithium avec l'acide sulfurique donne un rendement élevé en Li et une consommation d'énergie favorable par rapport à d'autres procédés [7], [13]. De plus l'acide sulfurique est moins cher et plus facile à manipuler que l'acide chlorhydrique [16].

Le procédé alcalin et d'autres procédés nécessitent relativement beaucoup d'énergie et donnent un rendement en lithium sensiblement inférieur à celui obtenu dans le procédé avec l'acide sulfurique [20]. De plus, le coût de production (OPEX) par le procédé alcalin est environ 20% supérieur à celui du procédé acide d'une part, et d'autre part; les coûts en capital (CAPEX) et environnementaux doivent être pris en compte dans le processus acide, en raison de l'émission du soufre [17].

La demande accrue du lithium sur le marché mondial actuel dans l'utilisation des piles au lithium dans les véhicules électriques et hybrides et, en tant que matières premières des dispositifs de stockage d'énergie et les procédés classiques développés dans l'industrie du lithium, nous a poussés à initier un travail sur le lithium de la RDC dans une étude dont l'intitulé est l'application de la digestion acide sulfurique (H_2SO_4) à l'extraction du lithium à partir de la pegmatite à spodumène de Manono.

Au cours de cette étude, il sera question d'optimiser les paramètres de travail au cours de nos expériences et appliquer un plan d'expérience (Méthode de Tagguchi) afin de simplifier le protocole expérimental et mettre en évidence les effets de facteurs sur la réponse, qui peut être une variable dans un procédé ou même la mesure de la qualité d'un produit.

2 MATÉRIELS ET MÉTHODES

2.1 MATÉRIELS

Les minerais utilisés proviennent des dépôts de Kitotolo dans le territoire de Manono au Tanganyika en République Démocratique du Congo (RDC). Ils ont été prélevés par maillage sur quelques roches non indexées suivant les coordonnées géologiques N 245° / 81° SE pour l'échantillon AR 10 et N 252° / 92° SE pour l'échantillon CD 2'.

L'échantillonnage par quartage a été effectué sur les deux échantillons et l'opération s'est répétée plusieurs fois jusqu'à l'obtention d'un échantillon secondaire représentatif d'environ 7 kg sur lequel une prise de 100 g a été effectuée pour caractérisation chimique.

2.2 INSTRUMENTATION

Au cours de nos essais les appareils suivants ont été utilisés: le S2 PUMA pour la Spectrométrie de Fluorescence X à Dispersion d'Énergie (ED-XRF), le Perkin Elmer Optima 8300 DV pour la Spectrométrie des Masses couplée à l'ICP (ICP-MS), le WILD HEERBURGG pour la microscopie à vision binoculaire, une balance ADAM PGL 2002 pour les mesures différentes de masse.

2.3 METHODES

Les caractéristiques qualitatives et quantitatives des échantillons ont été déterminées en effectuant une analyse minéralogique donnant la composition des minerais en différentes espèces minérales, une analyse chimique donnant la composition des minerais en différents éléments chimiques, ainsi qu'une analyse chimique des différentes tranches granulométriques pour connaître la distribution des éléments valorisables dans les différentes tranches granulométriques. En outre, une procédure expérimentale permettant le déroulement de nos essais sera présentée dans ce paragraphe.

2.3.1 ANALYSE MINÉRALOGIQUE

Sur un minerai prélevé et pulvérisé après échantillonnage, nous avons effectué une observation par microscopie à vision binoculaire pour identifier les espèces minérales majeures présentes dans l'échantillon. L'appareillage utilisé est un microscope de marque WILD HEERBURGG.

2.3.2 ANALYSE CHIMIQUE

L'analyse chimique des différents éléments présents dans l'échantillon a été réalisée par spectrométrie de Fluorescence X à Dispersion d'Énergie (EDXRF) au S2 PUMA et par Spectrométrie des Masses couplée à l'Inductively Coupled Plasma (ICP-MS) au Perkin Elmer Optima 8300 DV.

2.3.3 ANALYSE GRANULOMÉTRIQUE

1000 g de minerai sec concassé à – 212 µm ont été utilisés pour effectuer la distribution granulométrique et pour y parvenir, nous avons utilisé une série des 6 tamis Tyler dont l'ouverture des mailles est comprise entre 38 µm et 212 µm placés sur un Ro-Tap modèle B.

Notons qu'au cours de ces essais, une balance a été utilisée pour déterminer les masses (g) des différentes tranches granulométriques.

2.3.4 MODE OPÉRATOIRE

Le spodumène finement broyé a été calciné dans un four électrique de laboratoire à des températures comprises entre 750 et 900 °C pendant 2 heures avec une régulation de température exacte. Cette calcination consiste en la transformation sous l'effet des températures élevées de la phase α-spodumène en β-spodumène qui est plus réactive aux attaques acide et basique. Peser ensuite 100 g de spodumène calciné, finement broyé à – 75 µm puis les placer sur une nacelle en verre pyrex. Sur la nacelle, contenant le spodumène calciné on ajoute une quantité d'acide sulfurique concentré (H₂SO₄) suivant des ratios minerai/acide définis (1: 1, 5: 4, 3: 2 et 7: 4) et mélanger intimement de sorte à obtenir une pâte. Les températures de digestion sont comprises entre 175 et 300 °C. Le mélange minerai/acide est introduit dans un four de laboratoire jusqu'à ce que la température fixée soit atteinte suivant un intervalle de temps (30 à 180 minutes). Le grillé obtenu est ainsi refroidi, puis mis en solution dans 250 ml d'eau pendant une heure.

3 PRESENTATION ET ANALYSE DES RESULTATS

3.1 ANALYSE MINÉRALOGIQUE DE L'ÉCHANTILLON

L'examen par microscopie à vision binoculaire de l'échantillon pulvérisé a révélé la présence du spodumène en majeure partie. Les résultats y afférant sont consignés dans le tableau 1 ci-après. De plus, l'observation effectuée au microscope binoculaire WILD HEERBURGG a montré la présence des minéraux associés tels que, le lépidolite, la muscovite, le quartz et l'alumine.

Tableau 1. Composition Minéralogique de l'échantillon étudié

Espèces Minérales	Formule chimique
Spodumène	LiAlSi ₂ O ₆
Lépidolite	K (Li, Al) ₃ (Si, Al) ₄ O ₁₀ (F, OH) ₂
Muscovite	KAl ₂ (AlSi ₃ O ₁₀) (OH, F) ₂
Quartz	SiO ₂
Alumine	Al ₂ O ₃

3.2 ANALYSE CHIMIQUE

L'analyse chimique de notre échantillon effectuée par Spectrométrie de Masses couplée à l'ICP (ICP-MS) au Perkin Elmer Optima 8300 DV et par Spectrométrie de Fluorescence X à Dispersion d'Énergie (ED-XRF) au S2 PUMA a révélé la présence d'éléments suivants, présentés dans le tableau 2 ci-après.

Tableau 2. Composition chimique du Spodumène (Analyses par ICP-MS et ED-XRF)

Eléments	ICP-MS	ED-XRF
Al ₂ O ₃	-	21.54
CaO	-	0.10
Cs ₂ O	-	0.02
Fe ₂ O ₃	-	1.54
K ₂ O	-	4.78
Li ₂ O	3.5	-
MgO	-	1.63
MnO	-	0.12
P ₂ O ₅	-	0.19
SiO ₂	-	66.43
Ta ₂ O ₅	-	0.01
TiO ₂	-	0.03
Rb ₂ O	-	0.09
ZnO	-	0.02

Les résultats de la XRF et de l'ICP-MS ont montré que Li₂O (3.5%), Al₂O₃ (21.54%), K₂O (4.78%) et SiO₂ (66.43%) sont des oxydes majeurs.

3.3 DISTRIBUTION GRANULOMÉTRIQUE

Les résultats de l'analyse granulométrique effectuée sur le minerai de Manono au moyen d'une série de tamis TYLER sur Ro-Tap Modèle B sont présentés dans le tableau 3 ci-après.

Tableau 3. Analyse granulométrique du minerai de Manono

Fractions (µm)	Poids		Refus cumulé (%)	Passants cumulé (%)
	Gramme	%		
[+150]	0.03	0.00	0.00	100.00
[-150; +106]	0.38	0.04	0.04	99.96
[-106; +75]	11.60	1.16	1.20	98.80
[-75; +53]	272.98	27.30	28.50	71.50
[-53; +45]	339.91	33.99	62.49	37.51
[-45; +38]	129.92	12.99	75.48	24.52
[-38]	245.18	24.52	100.00	0.00
Alimentation	1000	100.00		

Il ressort des résultats obtenus du tableau 3 que la majeure partie de l'alimentation, soit 33,99% se trouve dans la fraction comprise entre les particules dont la granulométrie est inférieure à 53 µm et supérieure à 45 µm.

3.4 ESSAI PRELIMINAIRE DE LA DIGESTION ACIDE SULFURIQUE

Cette série d'essais d'orientation a été effectuée dans le but de vérifier la nécessité ou non de calciner le minerai. Les résultats obtenus à l'issue de ces essais sont présentés dans le tableau 4 ci-après.

Tableau 4. Résultats des essais de digestion sur le minerai non calciné

Essai	Rapport M/A	T° de digestion (°C)	Temps (h)	Rendement Li (%)
1	3: 2	250	4	12.21
2	5: 4	200	1	5.93
3	1: 1	300	2	8.37
4	7: 4	175	3	6.72

Il ressort de l'analyse de résultats présentés dans le tableau 4 ci-dessus que les rendements de solubilisation du lithium sont médiocres. Ces faibles rendements pourraient trouver justification dans la forme du minéral étudié. En effet Ellestad et Leute 1950 ont démontré que la phase α-spodumène se solubilise peu dans l'acide sulfurique contrairement à la phase β-spodumène [19]. De ce fait, pour augmenter la solubilisation du lithium contenu dans notre minerai, il s'avère nécessaire de changer par calcination la phase α la moins soluble de notre minéral en phase β plus soluble.

3.5 EFFET DE LA CALCINATION

Le nombre d'essai effectué ici pour ressortir la température de calcination nécessaire est fonction de la plage de températures prise pour réaliser ces essais.

Le traitement thermique conduit à la transformation polymorphique de phase α-spodumène (monoclinique) en β-spodumène (tétragonale), phase moins dense, plus friable et réactive [17]. Cette transformation structurale est effectuée à des températures élevées permettant les réactions d'échange d'ions [14], [15], [17].

La transformation de la phase α-spodumène en β-spodumène est édictée par la différence de masse obtenue à la fin de l'expérimentation et est calculée par l'expression (1) suivante [14]:

$$\Delta m = (m^0 - m^T) * 100/m^0 \quad (1)$$

Avec m⁰ et m^T, respectivement la masse initiale et la masse à la température T pendant le temps de la calcination.

Les résultats obtenus lors de ces essais entre 750 et 900 °C pendant 2 heures sont présentés dans le tableau 5 ci-après.

Tableau 5. Résultats de la calcination

N° Essai	Température (°C)	masse initiale (g)	masse après (g)	Δm (g)	Δm (%)
1	750	500	470	30	6
2	800	500	455	45	9
3	850	500	440	60	12
4	900	500	380	120	24

Au travers des résultats consignés dans le tableau 5 ci-dessus, nous remarquons que la transformation de la phase α-spodumène en phase β-spodumène est proportionnelle à l'évolution de la température de calcination c'est-à-dire plus cette dernière est grande, plus pondérée est la transformation des phases.

La masse, grandeur étant liée à la densité permet d'analyser le phénomène se déroulant lors de cette calcination et pour ce faire, Ellestad et Leute 1950 ont relevé le fait que la densité du β-spodumène est significativement inférieure à celle du α-spodumène [17], [19]. De ces résultats, on peut voir clairement que la température de 900 °C fait ressortir une grande différence de poids et traduit la transformation de phase du minerai.

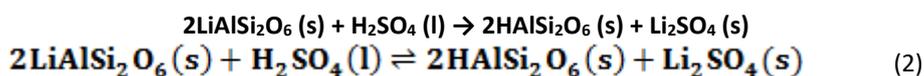
3.6 EFFET DE LA DIGESTION ACIDE SULFURIQUE (H₂SO₄)

Sur chaque plage de température de calcination, une série d'essais suivant une approche de Taguchi a été effectuée en faisant varier trois paramètres lors de cette digestion dont: le ratio minéral/acide, la température et le temps. Pour ce faire, le plan factoriel de Taguchi combinant 4 facteurs à 4 niveaux est repris dans le tableau 6 ci-après.

Tableau 6. Différents facteurs et niveaux

Facteurs		Niveaux			
		1	2	3	4
A	Température de calcination (°C)	750	800	850	900
B	Rapport minéral/acide	7: 4	3: 2	5: 4	1: 1
C	Température de digestion (°C)	175	200	250	300
D	Temps de digestion (minutes)	30	60	120	180

Le procédé repose sur la réactivité du β – Spodumène à l'acide sulfurique. L'acide est mis en contact avec le produit chauffé à des températures fixées. L'excès d'acide doit être d'au moins 30 % pour garantir la disponibilité des protons après des réactions avec des impuretés telles que le potassium ou le sodium. En fonction de la teneur du lithium dans le minéral, l'excès d'acide peut atteindre 140 % [3]. La phase β-spodumène réagit facilement à l'acide sulfurique (H₂SO₄) selon la réaction (2) ci-après [16]:



L'effet de la digestion est étudié dans le but d'améliorer la diffusion de l'acide sulfurique et favoriser la substitution des ions H⁺ par Li⁺ [19].

Les résultats obtenus à l'issue du traitement statistique effectué avec le logiciel MINITAB dans le but d'optimiser les conditions expérimentales et effectuer l'étude d'interaction de différents facteurs sont présentés dans le tableau 7 ci-après.

Tableau 7. Conditions optimales obtenues à partir de l'expérience de Taguchi

N° Essai	Température de calcination (°C)	Rapport M / A	Température de digestion (°C)	Temps de digestion (min)	Rdt Li (%)
1	750	7: 4	175	30	31.52
2		3: 2	200	60	37.95
3		5: 4	250	120	43.89
4		1: 1	300	180	47.13
5	800	3: 2	175	120	34.54
6		7: 4	200	180	37.70
7		1: 1	250	30	35.61
8		5: 4	300	60	8.64
9	850	5: 4	175	180	14.60
10		1: 1	200	120	26.06
11		7: 4	250	60	35.22
12		3: 2	300	30	32.85
13	900	1: 1	175	60	47.45
14		5: 4	200	30	70.36
15		3: 2	250	180	91.67
16		7: 2	300	120	82.46

Il ressort du tableau 7 que les meilleures solubilisations en lithium sont obtenues aux essais 14, 15 et 16 où le minéral a été calciné à une température de 900° C et le résultat obtenu a conduit à un rendement supérieur 70 % Li. D'après le premier critère d'optimisation, l'analyse statistique du Ratio S/B est employée pour déterminer l'influence de chaque facteur et les

interactions relatives des facteurs sur les réponses du système étudié. La figure 1 illustre les effets des facteurs contrôlés sur les réponses retenues.

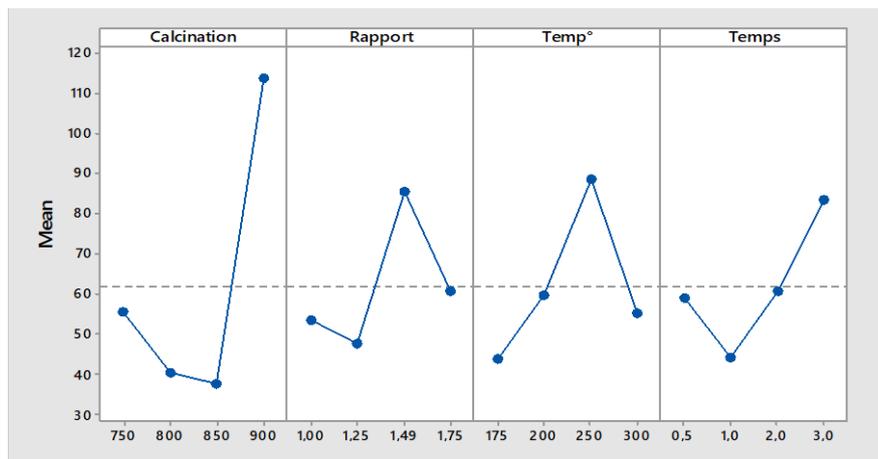


Fig. 1. Effets des facteurs contrôlés sur les réponses obtenues

Selon l'approche de Taguchi, la valeur la plus élevée de la métrique fonctionnelle Signal-Bruit (S/B) représente la meilleure performance de la réponse (rendement de récupération du lithium) du système étudié [21]. Il ressort de la figure 1 que l'optimum du rendement de récupération du lithium correspond aux niveaux A4B2C3D4 (les lettres représentent les facteurs ou paramètres et les indices représentent les niveaux (tableau 6)).

3.6.1 INFLUENCE DE LA TEMPERATURE ET DU TEMPS DE DIGESTION

Le rendement de récupération de lithium est étroitement lié à la température ainsi qu'au temps de digestion; Il se trouve que pour des températures trop élevées supérieures à 250 °C, la diffusion n'est pas significativement améliorée puisque l'acide sulfurique est partiellement vaporisé [11]. Cet effet est observable sur les essais 8, 12 et 16 à 300 °C du tableau 7.

L'extraction optimale a été observée à la température de 250 °C et une durée de 180 minutes avec un rendement de 91.67 %. Garrett 2004 a rapporté des résultats similaires avec un pourcentage acide qui avoisine 50% sous une température de digestion de 250 °C sur un spodumène canadien [9], [6], [Garrett, 2004]. L'évolution de la solubilisation du lithium ainsi observée lors de nos essais à 900 °C à l'aide du logiciel MINITAB, nous a permis de ressortir un diagramme de surface en combinant les facteurs deux à deux.

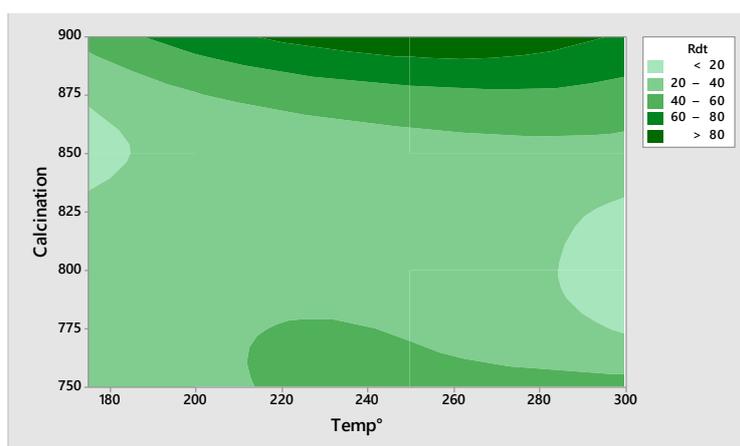


Fig. 2. Effet combiné des températures de calcination et de digestion sur le rendement d'extraction

Sur la figure 2 ci-haut, nous pouvons lire clairement que le rendement est significativement influencé par la température de calcination qui commence légèrement en dessous de 900 °C jusqu'à des températures bien au-dessus et une température de digestion qui avoisine 250 °C.

3.6.2 INFLUENCE DU RAPPORT MINERAI/ACIDE

Il ressort du tableau 7 qu'une légère augmentation du rendement est observée en jouant sur un excès d'acide mais cette approche semble insuffisante car l'acide réagirait avec les impuretés [9], [11]. Cette observation est faite sur les essais 4,7 et 13 du tableau 7. Nous avons ressorti un diagramme en surface combinant le rapport minéral/acide et la température de digestion.

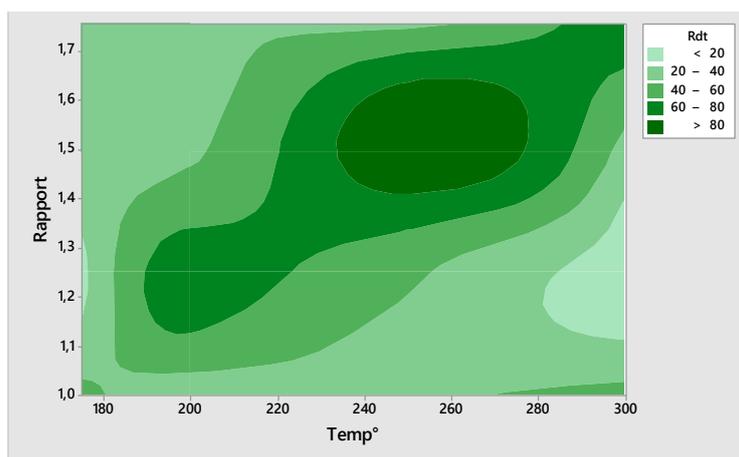


Fig. 3. Effet de la température de digestion et du rapport minéral/acide sur le rendement d'extraction

En observant cette figure, il ressort clairement que la meilleure température est voisine de 250 °C avec un rapport Minéral/Acide légèrement supérieure à 3: 2; c'est la zone en vert foncé sur le graphique. Il est à noter qu'au-delà de la température de 250 °C; le rendement connaît une baisse sensible qui s'explique par une perte significative en acide qui s'accompagne d'un dégagement important de gaz.

3.7 EFFET DE LA LIXIVIATION À L'EAU (H2O)

Après l'optimisation de divers paramètres lors de la digestion acide sulfurique (H₂SO₄), une lixiviation à l'eau a été effectuée et les solutions obtenues après lixiviation ont été analysées par Spectrométrie des Masses associée à l'Inductively Coupled Plasma (ICP-MS). Les résultats obtenus à l'issue de ces essais sont présentés dans le tableau 8 ci-après.

Tableau 8. Conditions expérimentales et résultats obtenus après lixiviation à l'eau

Conditions opératoires				concentration (g/L)		
T° calcination	Rapport M/A	T° digest. (°C)	Temps (min)	Li+	Al ³⁺	Fe (tot)
900	1: 1	175	60	0.23	0.36	1.26
	5: 4	200	30	0.34	0.55	1.25
	3: 2	250	180	0.42	1.32	1.53
	7: 4	300	120	0.36	0.18	1.23

4 CONCLUSION

Au cours de ce travail, un procédé comprenant la digestion acide sulfurique (H₂SO₄) suivie d'une lixiviation à l'eau a été utilisé pour extraire le lithium de la pegmatite à spodumène de manono. Après caractérisation de notre échantillon, des essais préliminaires de digestion ont été effectués dans le but de vérifier la nécessité ou non de calciner le minéral. La méthode expérimentale de Taguchi a été utilisée au cours des essais de calcination et digestion acide sulfurique et, 4 facteurs ont été pris à 4 niveaux en vue d'optimiser les conditions expérimentales et mettre en évidence les effets de facteurs sur la réponse, qui peut être une variable dans un procédé ou même la mesure de la qualité d'un produit.

A l'issu des essais de digestion acide sulfurique sur un échantillon calciné à 900°C, 90 % de lithium ont été extrait dans les conditions optimales suivantes: Ratio minerais-acide 3: 2, température de digestion 250°C et temps de digestion 3 heures (180 minutes). Sur base de ces conditions optimales, nous avons obtenus après lixiviation à l'eau (H₂O) une concentration de 0,42 g/L de lithium. Et l'application du plan factoriel de Taguchi nous a révélé que l'essai 15 s'avère le mieux pour affirmer les conditions expérimentales optimales retenues. Notons également que cette extraction n'est pas sélective pour le lithium en ce qui concerne des impuretés telles que le fer et l'aluminium qui accompagnent l'extraction de celui-ci.

Cette étude préliminaire fait office de guide indispensable aux recherches à venir d'un procédé d'extraction du lithium à partir de la pegmatite à spodumène de la région de Manono et est intéressant. Notons par ailleurs qu'il existe très peu de travaux ou des données publiées, en particulier sur la lixiviation chimique et le traitement de la pegmatite à spodumène de Manono. Une étude économique s'avère nécessaire avant le développement industriel de cette voie.

REMERCIEMENTS

L'auteur remercie le Responsable du laboratoire hydrométallurgique du département d'Etudes Métallurgiques de la Gécamines (EMT/HYDRO/GCM), le responsable du Laboratoire de Métallographie de la faculté Polytechnique de l'Université de Lubumbashi et son assistant, d'avoir permis l'accès aux laboratoires pour les analyses et différents essais sur la digestion du spodumène de Manono.

REFERENCES

- [1] Carlos A. Nogueira, 1996. Extração de lítio de recursos nacionais provas de acesso a assistente de investigação. LNETI.
- [2] Carlos A. Nogueira, Fernanda Margarido, Nathalia Viecceli, Fernando O. Durao, Carlos Guimarães, 2014. Comparison of processes for lithium recovery from Lepidolite by H₂SO₄ Digestion or HCl Leaching. Proceedings of the International Conference on Mining, Material and Metallurgical Engineering.
- [3] Colin Dessemond, Francis Lajoie-Leroux, Gervais Soucy, Nicolas Laroche, Jean-François Magnan, 2019. Spodumene: The Lithium Market, Resources and Processes. Minerals.
- [4] CRCS, 1950. Comptes Rendus du Congrès Scientifique réalisé par la commission minière et métallurgique du Katanga.
- [5] Dinh, Thi Thu Hien, 2015. Processing of Vietnamese lithium ores to produce LiCl. Albert-Ludwigs-Universität, Freiburg im Breisgau, Germany.
- [6] Donald E. Garrett, 2004. Lithium, in: Handbook of lithium and natural calcium chloride. Their deposits, processing, uses and properties. pp. 1–235.
- [7] Fathi Habashi, 1997. Alkali Metals, in: Handbook of Extractive Metallurgy. Willey-VCH, Quebec, Canada, pp. 2029–2051.
- [8] Fernanda Margarido, Nathalia Viecceli, F. Durao, Carlos Guimarães, C.A. Nogueira, 2014. Mineralo-metallurgical processes for lithium recovery from pegmatitic ores. Comunicações Geológicas 795–798.
- [9] Francis Lajoie-Leroux, Colin Dessemond, Gervais Soucy, Nicolas Laroche, Jean-François Magnan, 2018. Impact of the impurities on lithium extraction from β-spodumene in the Sulfuric acid process. Minerals Engineering.
- [10] G&G SARL, n.d deskeco [WWW Document]. Deskeco. URL www.deskeco.com (accessed 9.2.19).
- [11] Hui Guo, Ge Kuang, Haidong Wang, Haizho Wang, Xiaokang Zhao, 2017. Investigation of Enhanced Leaching of Lithium from α-Spodumene Using Hydrofluoric and Sulfuric Acid. Minerals.
- [12] Jaeryeong Lee, 2015. Extraction of Lithium from Lepidolite using mixed grinding with sodium sulfide followed by water leaching. Minerals 737–743.
- [13] Jan Kondàs, Jitka Jandová, 2006. Lithium extraction from zinnwaldite waste after gravity dressing of Sn-W ores. Acta Metallurgica Slovaca 197–202.
- [14] L.I. Barbosa, G. Valente, R.P. Orosco, J.A. Gonzalez, 2013. Lithium extraction from β-spodumene through chlorination with chlorine gas. Minerals Engineering 29–34.
- [15] N. P. Kotsupalo, V. P. Isupov, A. D. Ryabtsev, 2009. Prospects for the use of lithium-bearing minerals. Theoretical foundations of Chemical Engineering 800–809.
- [16] Onias Sitando, Philip Crouse, 2011. Processing Zimbabwean petalite to obtain lithium carbonate. International Journal of Mineral Processing 45–50.
- [17] Paulo Braga, Silvia França, Reiner Neumann, Mario Rodriguez, Gustavo Rosales, 2019. Alkaline process for extracting lithium from Spodumene. Hydroprocess 2–3.
- [18] Renata Marcincakova, Jana Kadukova, Anna Mrazikova, 2015. Bioleaching of lithium from lepidolite by the mixture of rhodotorula rubra and acidithiobacillus ferrooxidans. Inzynieria Mineralna 85–88.
- [19] Reuben B. Ellestad, Leute Karl Milne, 1950. Method of extracting lithium values from spodumene ores. United States Patent Application 2 109.
- [20] Ulrich Wietelmann, Richard J. Bauer, 2003. Lithium and lithium compounds. Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry.
- [21] WH Yang, YS Tamg, 1998. Design optimization of cutting parameters for turning operations based on the Taguchi method. Journal of materials processing technology 122–129.