

## Comportement à la flottation du minerai oxydé cuprocobaltifère de Kimpe en RD Congo par sulfuration superficielle

### [ Flotation behavior of the oxidized copper-cobalt-bearing ore from Kimpe in RD Congo by surface sulphidisation ]

*P. Sony<sup>1,2</sup>, O. Tshibangu<sup>1</sup>, G. Kasongo<sup>1</sup>, F. Manene<sup>1,2,3</sup>, P. Kalenga<sup>1</sup>, L. Zeka<sup>1,2,3</sup>, and A. Ilunga<sup>1</sup>*

<sup>1</sup>Département de Chimie Industrielle, Faculté Polytechnique, Université de Lubumbashi, B.P. 1825, Lubumbashi, RD Congo

<sup>2</sup>Centre de Recherche et d'Expertise ZEBRE - CreZ, RD Congo

<sup>3</sup>Section de Chimie et Métallurgie Appliquées, Institut Supérieur des Techniques Appliquées, B.P. 299, Kolwezi, 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:** The flotation by surface sulphidisation of the oxidized copper-cobalt-bearing ore from Kimpe (1.97% Cu; 0.66% Co) was studied in order to evaluate its behavior by the analysis of its most influential parameters and their possible interactions. Tests limited to a simple roughing were planned and carried out according to a factorial approach using the Taguchi method. The results were found on the basis of the Signal-to-Noise (S/N) analysis and the analysis of variance (ANOVA) by considering the experience plan of the orthogonal matrix L<sub>16</sub> (4<sup>5</sup>). The work consisted in studying the doses of the main collector potassium amyl xanthate (PAX), of the sulphiting (NaHS), of the dispersant (Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>) and of the mixture (Gasoil-Rinkalore 840) as well as the particle size of the former miner at float. The predictive model of Taguchi's analysis predicts recovery yields of 88.44% Cu and 84.90% Co under optimal copper recovery conditions and 88.70% Co and 86.00% Cu under optimal conditions cobalt recovery. The optimal relative levels of the parameters studied are: 300 g/t PAX, 200 g/t Mixture, 4000 g/t NaHS, 200 g/t Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> and a particle size of 20% +75 µm for Cu and 400 g/t PAX, 200 g/t Mixture, 4000 g/t NaHS, 300 g/t Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> and a particle size of 20% + 75 µm for cobalt. It also emerges from the results obtained that the dose of PAX and that of NaHS are the influencing parameters. In terms of parametric interactions, for the recovery of copper, the mixture and the dose of the dispersant are in interaction considered to be weak. While the dosing of the collector and the particle size are in strong interaction given the differences in parallelism noted. The interaction between the dose of silicate and the dose of sulphiting can be considered weak for the recovery of cobalt.

**KEYWORDS:** Flotation, Taguchi method, analysis of variance, copper-cobalt-bearing oxidized ore from Kimpe.

**RESUME:** La flottation par sulfuration superficielle du minerai oxydé cuprocobaltifère de Kimpe (1,97 % Cu; 0,66 % Co) a été étudiée afin d'évaluer son comportement par l'analyse de ses paramètres les plus influents et leurs interactions éventuelles. Des essais limités à un simple ébauchage ont été planifiés et réalisés suivant une approche factorielle en utilisant la méthode de Taguchi. Les résultats ont été évalués sur base de l'analyse du ratio Signal-Bruit (S/B) et l'analyse de la variance (ANOVA) en considérant le plan d'expérience de matrice orthogonale L<sub>16</sub> (4<sup>5</sup>). Le travail a consisté à étudier les doses du collecteur principal amyl xanthate de potassium (PAX), du sulfurant (NaHS), du dispersant (Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>) et de la mixture (Gasoil-Rinkalore 840) ainsi que la granulométrie de l'échantillon du minerai à flotter. Le modèle prédictif de l'analyse de Taguchi prévoit les rendements de récupération de 88,44 % Cu et 84,90 % Co dans les conditions optimales de récupération cuivre et de 88,70 % Co et 86,00 % Cu dans les conditions optimales de récupération du cobalt. Les niveaux optimaux relatifs des paramètres étudiés sont: 300 g/t PAX, 200 g/t Mixture, 4000 g/t NaHS, 200 g/t Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> et une granulométrie de 20 % +75 µm pour le Cu et 400 g/t PAX, 200 g/t Mixture, 4000 g/t NaHS, 300 g/t Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> et une granulométrie de 20 % +75 µm pour le cobalt. Il ressort aussi des résultats

obtenus que la dose de PAX et celle de NaHS sont les paramètres influents. En termes d'interactions paramétriques, pour la récupération du cuivre, la mixture et la dose de dispersant sont en interaction considérée comme faible. Tandis que le dosage de collecteur et la granulométrie sont en forte interaction étant donnée les écarts au parallélisme remarquables. L'interaction entre la dose de silicate et la dose de sulfurant peut-être considérée comme faible pour la récupération du cobalt.

**MOTS-CLEFS:** Flottation, méthode de Taguchi, Analyse de la variance, minerai oxydé cuprocobaltifère de Kimpe.

## 1 INTRODUCTION

Lorsque la teneur des minerais en minéraux utiles est faible, il est de fois indispensable, dans le traitement des minerais, de concentrer ces minéraux, et ce, pour des raisons à la fois techniques et économiques. Cette concentration est obtenue par l'utilisation de méthodes de séparation physique qui ne donnent lieu à aucune transformation chimique des minéraux contenus dans le minerai. La concentration est réalisée en tirant parti de différences de propriétés physiques ou physico-chimiques existant entre les différents minéraux composant les minerais [1].

Au Katanga, c'est la technique de flottation à la mousse qui est utilisée dans le traitement des minerais cuprocobaltifères. Cette technique met à profit les propriétés de surface des grains minéraux maintenus en suspension dans l'eau au moyen d'une agitation mécanique ou pneumatique. Pour obtenir la séparation, seuls les minéraux utiles sont rendus hydrophobes et aérophiles par changement de leurs propriétés de surface au moyen des réactifs spécifiques appelés collecteurs. Les concentrés sont recueillis sous forme de mousse, agrégat de bulles d'air et de grains de minéraux utiles [1], [2], [3], [4].

A la différence des minerais sulfurés qui possèdent une flottabilité naturelle et qui sont plus facilement traités par flottation, les oxydés flottent difficilement et leur flottation est moins performante que celle des sulfures. En effet, les oxydés sont moins hydrophobes que les sulfures. La flottation des oxydés est améliorée si on recourt à la sulfuration superficielle. Cette technique permet de recouvrir sélectivement la surface des minéraux utiles par un film de sulfure et d'utiliser alors les collecteurs des sulfures principalement les xanthates. L'agent sulfurant le plus utilisé est le sulfhydrate de sodium.

En exploitation industrielle, la flottation à la mousse est beaucoup influencée par les caractéristiques intrinsèques des minerais. L'un des principaux défis auxquels est confrontée la flottation est le fait que ces caractéristiques intrinsèques changent au fur et à mesure de l'exploitation d'un gisement. Cela nécessite chaque fois, d'une part, une nouvelle caractérisation du minerai et, d'autre part, une optimisation des paramètres de flottation afin de maintenir ou même améliorer les performances des concentrateurs [5]. Ainsi, un concentrateur, comme toute autre usine chimique, est en perpétuel développement de son procédé.

Les tests d'optimisation sont généralement réalisés au laboratoire avant d'appliquer les résultats au niveau industriel. Pour y arriver, on est souvent amené à réaliser plusieurs tests et plusieurs approches peuvent être appliquées pour établir une relation de cause à effet entre certains paramètres (appelés facteurs) qui sont supposés influencer le comportement du phénomène et d'autres (appelés réponses) qui caractérisent le résultat du phénomène [6].

Il y a d'abord l'approche univariable où l'on étudie chaque paramètre de manière individuelle. Cette méthode demande cependant beaucoup de ressources pour espérer une bonne quantité d'informations sur le phénomène. Lorsque plusieurs facteurs sont à considérer, la meilleure stratégie d'investigation est l'établissement d'un plan d'expérience, de sorte que des conclusions valides, fiables peuvent être établies de façon efficace et économique [7]. En conséquence, la méthode de Taguchi s'est vite avérée un moyen efficace quant à ce [8]. Il s'agit d'une technique bien acceptée qui a été largement utilisée pour la conception des produits et l'optimisation des procédés dans la fabrication et l'ingénierie à travers le monde [9], [10], [11], [12], [13], [14]. Elle fournit une méthodologie systématique et efficace simplifiée pour l'optimisation des procédés. Le plus grand avantage de cette méthode est l'économie d'effort dans la conduite d'expériences, le gain en temps, la réduction des coûts et l'énumération des facteurs importants.

Le concentrateur de la Société Iverland Mining Congo est confronté aux mêmes problèmes décrits ci-dessus. Il traite le minerai oxydé cuprocobaltifère de Kimpe se trouvant dans l'arc cuprifère du Grand Katanga en RD Congo. Ainsi, ce travail porte sur le comportement de ce minerai à la flottation par sulfuration superficielle à l'aide du sulfhydrate de sodium comme agent sulfurant et l'amylxanthate de potassium (PAX) comme collecteur, et ce, par l'analyse des paramètres les plus influents et de leurs interactions éventuelles selon l'approche de Taguchi couplée à l'analyse de la variance (ANOVA).

## 2 MATÉRIEL ET MÉTHODES

### 2.1 ECHANTILLON DE MINERAI DE KIMPE

L'échantillon de minerai étudié provient de la mine à ciel ouvert de Kimpe où une quantité de 34 kg de minerai y a été prélevée par les Géologues de la Société Iverland Mining Congo pour réaliser l'ensemble des tests. La caractérisation chimique de cet échantillon a été effectuée pour les métaux contenus par la spectroscopie d'émission atomique à plasma à couplage inductif (ICP-AES) au laboratoire d'analyse minérale de l'Office Congolais de Contrôle (OCC). Elle a montré que l'échantillon est effectivement cuprocobaltifère et contient 1,97 % Cu et 0,66 % Co (Tableau 1). De plus, au regard de la partie oxydée soluble dans l'acide seul (Acide soluble) pour laquelle les proportions peuvent s'évaluer à 90 % Cu et 85 % Co, nous pouvons affirmer que cet échantillon est principalement sous forme oxydée.

L'analyse minéralogique, essentiellement qualitative, a été réalisée à l'aide du microscope binoculaire sur section polie au Laboratoire du Bureau d'Etudes Métallurgiques de la Gécamines (EMT). Les résultats ont montré que le cuivre et le cobalt sont principalement sous forme de malachite, azurite, cuprite et hétérogénite. Il y a aussi des traces de chalcosine ( $\text{Cu}_2\text{S}$ ), bornite ( $\text{Cu}_5\text{FeS}_4$ ) et carrollite ( $\text{CuCo}_2\text{S}_4$ ). La gangue est constituée quant à elle de quartz, dolomie et de la limonite.

Tableau 1. Composition chimique de l'échantillon du minerai de Kimpe (en %)

Cu <sub>t</sub>	Cu <sub>As</sub>	Co <sub>t</sub>	Co <sub>As</sub>	Mn	Al	Fe	MgO <sub>sol</sub>	CaO <sub>sol</sub>	SiO <sub>2</sub>
1,97	1,8	0,66	0,56	0,22	0,64	0,21	0,39	0,056	39,5

t: total; As: Acide Soluble; Sol: Soluble

### 2.2 OBTENTION DE LA DIMENSION COMPATIBLE À LA FLOTTATION

L'échantillon de minerai tel que reçu était constitué des particules grossières avec 40 et 60 % de refus respectivement au tamis de 2000  $\mu\text{m}$  et de 75  $\mu\text{m}$ . L'analyse des particules supérieures à 2000 indiquent qu'elles contiennent environ 40 % de Cu et Co. Ce qui montre qu'il y a une grande quantité de Cu et Co qui se trouve sous forme de gros grains. La flottation ne pouvant se réaliser avec de gros grains, l'échantillon a été réduit en deux étapes.

La première étape a consisté à réduire l'échantillon à des dimensions inférieures à 2000  $\mu\text{m}$  par concassage dans un petit concasseur de laboratoire. La seconde étape a consisté à réduire les dimensions par broyage humide dans un petit broyeur de laboratoire en prenant chaque fois 500 g de minerai sous forme de pulpe de 30 % de densité solide et une charge de 7 kg des boulets. Pour cette deuxième étape, nous avons broyé à différents temps tout en déterminant les refus sur le tamis de 75  $\mu\text{m}$  afin de tracer la courbe donnant la corrélation entre la granulométrie et le temps de broyage (Figure 1).

Sur base de l'équation de cette courbe, nous avons déterminé les temps nécessaires (Tableau 2) pour avoir respectivement 15, 20, 25 et 30 % de refus sur le tamis de 75  $\mu\text{m}$ . Sur le tableau 2, nous donnons également les proportions de Cu et Co dans lesdits refus. Ces proportions diminuent plus la granulométrie devient fine. Ce qui est logique.

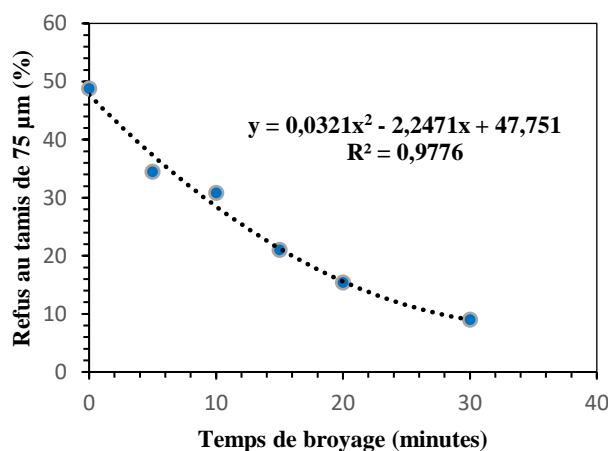


Fig. 1. Courbe de broyabilité de l'échantillon prétraité

Tableau 2. Résultats de broyage à différents temps

Temps de broyage (en minutes)	Refus sur 75 µm (en %)	Proportion Cu (en %)	Proportion Co (en %)
9,1	30	26,3	37,2
12,3	25	20,5	30,5
16,0	20	15,3	20,9
20,7	15	9,3	14,4

### 2.3 TESTS DE LA FLOTTATION À LA MOUSSE

Les tests de flottation ont été réalisés dans des cellules de 1,5 L de capacité sur une machine de laboratoire de marque Denver. Tous les tests ont été limités à un simple ébauchage et au pH naturel de la pulpe. Le temps de flottation était maintenu à 12 minutes, en référence aux recommandations de Bouchard [15] qui stipulent que pour un minerai de cuivre dont on dispose peu ou pas de données de flottation, le temps approximatif de l'ébauchage varie autour de 13 minutes. L'ajout des réactifs et la récupération des fractions flottées ont été réalisés selon la figure 2.

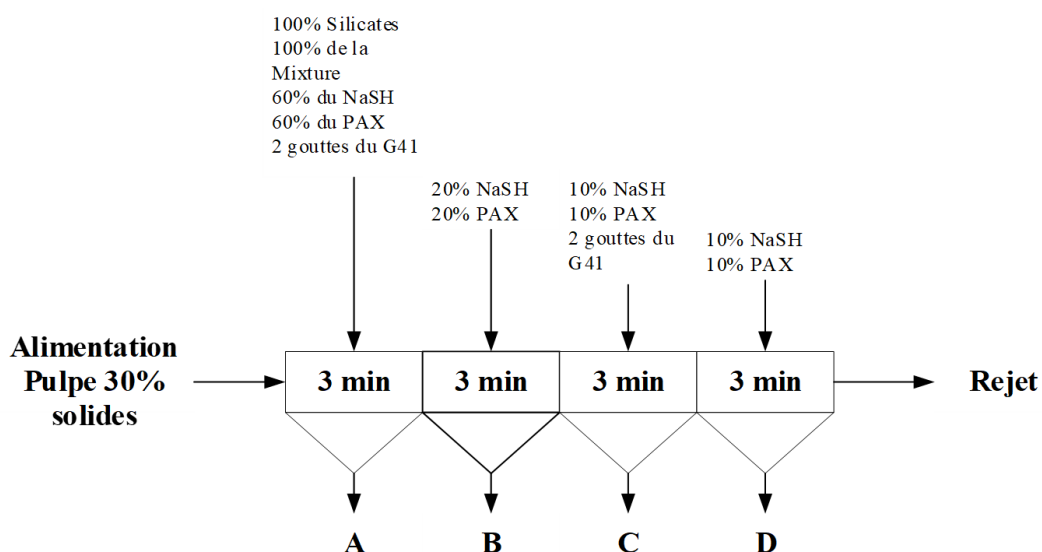


Fig. 2. Schéma de la procédure expérimentale des tests de flottation

Les paramètres étudiés sont (Tableau 3): la dose de collecteur (PAX), la dose de la mixture, la dose de sulfurant (NaHS), la dose de dispersant (Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>) et la granulométrie de l'alimentation. Ces paramètres sont considérés comme les plus influents et leurs niveaux ont été choisis sur base des tests antérieurs sur les minerais cuprocobaltifères [16], [3], [17]. Il s'agit d'une matrice orthogonale L<sub>16</sub> (4<sup>5</sup>).

Tableau 3. Paramètres étudiés et niveaux soumis à l'essai

Codes	Réactifs	Niveaux			
		1	2	3	4
A	PAX (g/t)	200	300	400	500
B	Mixture (g/t)	100	150	200	250
C	NaHS (g/t)	2000	3000	4000	5000
D	Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> (g/t)	100	200	300	400
E	%+75 µm	30	25	20	15

Les calculs relatifs au plan de Taguchi ont été réalisés à l'aide du logiciel de statistique Minitab 18.0 de Minitab Inc.

La méthode de Taguchi prend en compte la dispersion des résultats en intégrant à l'analyse une information supplémentaire comme caractéristique de performance: le ratio signal/bruit (S/B). Le terme signal représente la valeur désirée du résultat (moyenne) alors que le terme bruit représente les valeurs non désirées du résultat ou la dispersion du résultat autour de la moyenne [5].

Le plus grand ratio S/B correspond à la meilleure performance. Par conséquent, le niveau optimum d'un paramètre est celui qui a le plus grand ratio S/B. Dans notre cas de maximiser la grandeur d'intérêt ou réponse (la récupération du cuivre et la récupération du cobalt), sur les trois caractéristiques de performance dans l'analyse du ratio S/B généralement données dans la littérature [18], celle qui convient est « le maximum est le meilleur »:

$$\theta = S/B = -10 \log \left( \frac{1}{n} \sum \frac{1}{Y_i^2} \right) \quad (1)$$

Où S/B est la caractéristique de performance exprimée en décibel (dB), n le nombre de répétition de la performance pour la combinaison expérimentale et  $Y_i$  la valeur de la performance de  $i^{\text{ème}}$  expérience.

Dans la méthode de Taguchi, l'expérience (ou l'essai) correspondant aux conditions optimales trouvées peut ou ne pas être faite durant la phase d'expérimentation, la valeur de la performance de l'expérience peut être prédite par l'utilisation de la fonction de prédiction représentée par la relation (2):

$$Y_{opt} = \frac{T}{n} + \left( A_i - \frac{T}{n} \right) + \left( B_j - \frac{T}{n} \right) + \dots \quad (2)$$

Où n est le nombre total d'essais, T la somme de toutes les réponses et  $A_i, B_j, \dots$  la moyenne des réponses du niveau i, j, ...

Dans la philosophie de Taguchi, l'influence des paramètres sur la flottabilité du minerai est analysable au moyen de la valeur de ( $\Delta$ ) qui permet d'évaluer la taille ou l'étendue de l'effet d'un facteur sur la réponse (récupération). Elle est calculée par la différence entre le maximum et le minimum des valeurs moyennes marginales d'un facteur, la grande différence équivaut à plus d'effet sur la flottabilité du cuivre et du cobalt. C'est une notion purement statistique utilisée en ingénierie [9], [10], [19], [20].

L'interaction entre paramètres contrôlés est visualisée par les droites d'ajustement. Ces droites doivent être parallèles entre elles pour justifier l'absence d'interaction [21] et, dans ce cas d'espèce, l'absence d'interaction sous-entend une dépendance linéaire entre paramètres contrôlés. En d'autres termes, le passage d'un niveau à l'autre d'un paramètre donné imprime une certaine variation de la métrique fonctionnelle signal-bruit, s'il n'y a pas d'interaction entre deux ou plusieurs paramètres et la même variation de la métrique fonctionnelle sera enregistrée lors du passage d'un niveau à un autre d'un autre paramètre [10].

L'approche de Taguchi est souvent couplée à l'Analyse de la Variance (ANOVA). Le but de la théorie de l'ANOVA est d'étudier la variabilité d'un produit en fonction d'un ensemble de facteurs de production dont on peut contrôler systématiquement les modes d'intervention et dont on souhaite dissocier la part revenant à chaque facteur [22].

L'ANOVA est basée sur un test statistique appelé F-test, du nom de Ronald Aylmer Fisher, initiateur de la méthode. Ce test permet de déterminer la significativité des différents paramètres d'un procédé sur la réponse du système à partir des différents éléments notamment: la somme des carrés des écarts des facteurs (SCEp), la sommes des carrés des résidus (SCEr), les degrés de liberté des paramètres, des résidus et les estimateurs de variances ou les carrés moyens [23]. Le taux de contribution de chaque paramètre peut être estimé et cela permet de spécifier les plus influents des paramètres [5].

### 3 RÉSULTATS ET DISCUSSION

Les résultats sont donnés dans le tableau 4. Ils montrent globalement que le Cu et le Co présentent un comportement similaire par le fait que les fortes (faibles) récupérations du Cu corrélaient bien avec les fortes (faibles) récupérations du Co. Les fortes récupérations de 84,67 % Cu et 86,2 % Co ont été obtenues au test 3 alors que les faibles récupérations de 63,33 % Cu et 67,45 % Co ont été obtenues au test 15.

Tableau 4. Matrice d'expérimentation et Rendements de récupération des métaux Cu et Co

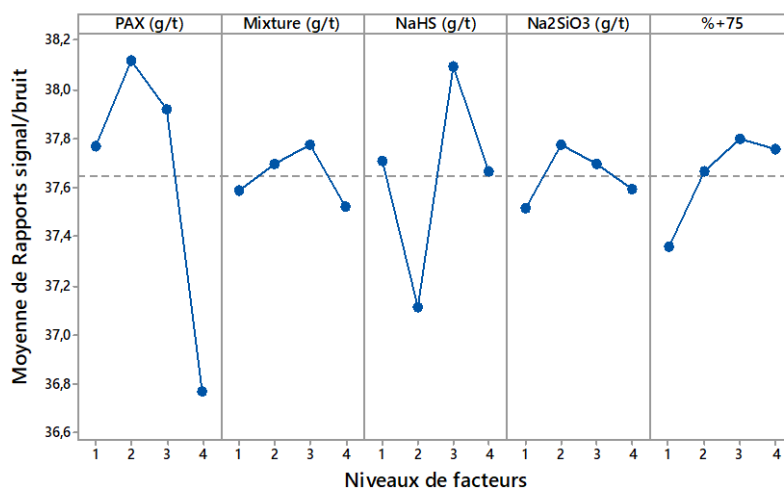
N° de l'Essai	Paramètres et leurs niveaux					Rendement de Récupérations ou Réponses	
	PAX (g/t)	Mixture (g/t)	NaHS (g/t)	Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> (g/t)	%+75	Cu	Co
1	200	100	2000	100	30	73,80	72,13
2	200	150	3000	200	25	74,52	70,44
3	200	200	4000	300	20	84,67	86,20
4	200	250	5000	400	15	77,04	74,80
5	300	100	3000	300	15	76,66	75,64
6	300	150	2000	400	20	82,52	78,66
7	300	200	5000	100	25	80,98	77,03
8	300	250	4000	200	30	82,14	80,44
9	400	100	4000	400	25	82,12	81,36
10	400	150	5000	300	30	77,26	75,54
11	400	200	2000	200	15	82,80	81,82
12	400	250	3000	100	20	73,16	74,84
13	500	100	5000	200	20	70,98	73,60
14	500	150	4000	100	15	72,89	80,11
15	500	200	3000	400	30	63,33	67,45
16	500	250	2000	300	25	69,03	71,09

### 3.1 ANALYSE DU RATIO SIGNAL-BRUIT (S/B)

Les valeurs moyennes (et Figures 3 et 4) des rapports S/B associés aux différents niveaux de variation d'un paramètre ont été calculées à partir de la relation (2). Les lettres représentent les paramètres tandis que les indices représentent les niveaux. La combinaison des paramètres offrant la récupération optimale du cuivre est A<sub>2</sub>B<sub>3</sub>C<sub>3</sub>D<sub>2</sub>E<sub>3</sub> correspondant aux doses de 300 g/t PAX (A), 200 g/t mixture (B), 4000 g/t NaHS (C), 200 g/t Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> (D) et une granulométrie de 20 % de refus au tamis de 75 µm (E). La paramétrisation robuste qui donne un optimum de récupération du cobalt dans le concentré est A<sub>3</sub>B<sub>3</sub>C<sub>3</sub>D<sub>3</sub>E<sub>3</sub> correspondant aux doses de 400 g/t PAX, 200 g/t mixture, 4000 g/t NaHS, 300 g/t Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> et une granulométrie de 20 % de refus au tamis de 75 µm (d<sub>80</sub>=75 µm). La paramétrisation optimale du cuivre est similaire à celle du cobalt sauf pour la dose de PAX et Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>. Les valeurs calculées des tailles (Δ) liées à la récupération du cuivre et du cobalt montrent que les paramètres les plus significatifs sont la dose de PAX et celle de NaHS.

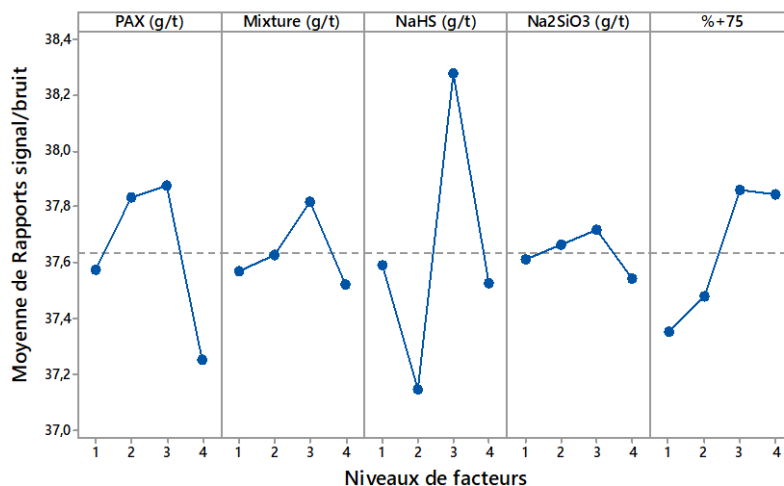
Tableau 5. Niveaux optimums des paramètres de la flottation du Cu et du Co

Critères		Paramètres				
		PAX (g/t)	Mixture (g/t)	NaHS (g/t)	Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> (g/t)	%+75
Cu	Ratio S/B attendu sous conditions optimales	A <sub>3</sub> =400 g/t	B <sub>3</sub> =200 g/t	C <sub>3</sub> =4000 g/t	D <sub>3</sub> =300 g/t	E <sub>3</sub> =20%
	Influence des paramètres (Δ)	0,62	0,29	1,13	0,26	0,51
	Interaction entre Paramètres, Ajustement linéaire	37,86-0,0915y	37,62+0,007y	37,4+0,0935	37,67-0,013y	37,17+0,1855y
Co	Ratio S/B attendu sous conditions optimales	A <sub>2</sub> =300 g/t	B <sub>3</sub> =200 g/t	C <sub>3</sub> =4000 g/t	D <sub>2</sub> =200 g/t	E <sub>3</sub> =20 %
	Influence des paramètres (Δ)	1,35	0,26	0,98	0,26	0,44
	Interaction entre Paramètres, Ajustement linéaire	38,45-0,3202y	37,68-0,0123y	37,43+0,0871y	37,61+0,0156y	37,32+0,1325y



Signal-to-noise: Larger is better

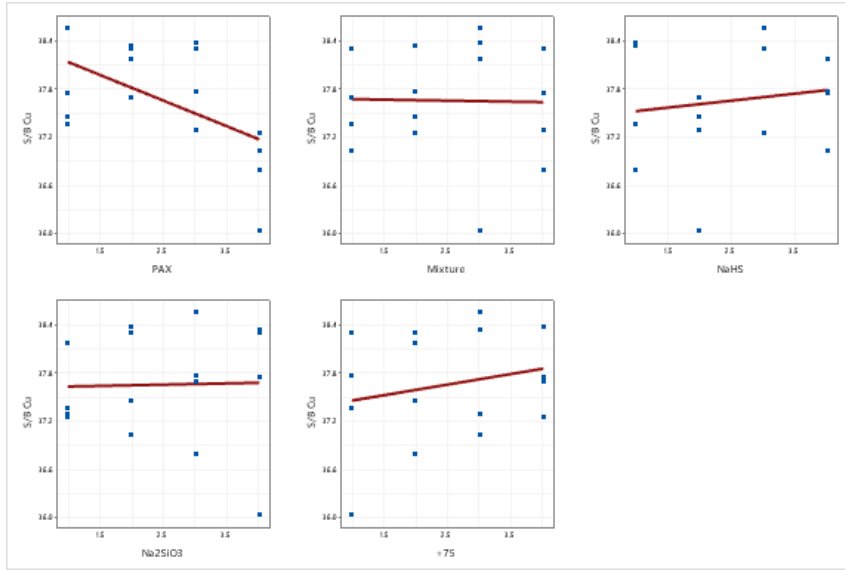
Fig. 3. Effets principaux de facteurs contrôlables sur la performance statistique S/B pour la récupération du cuivre



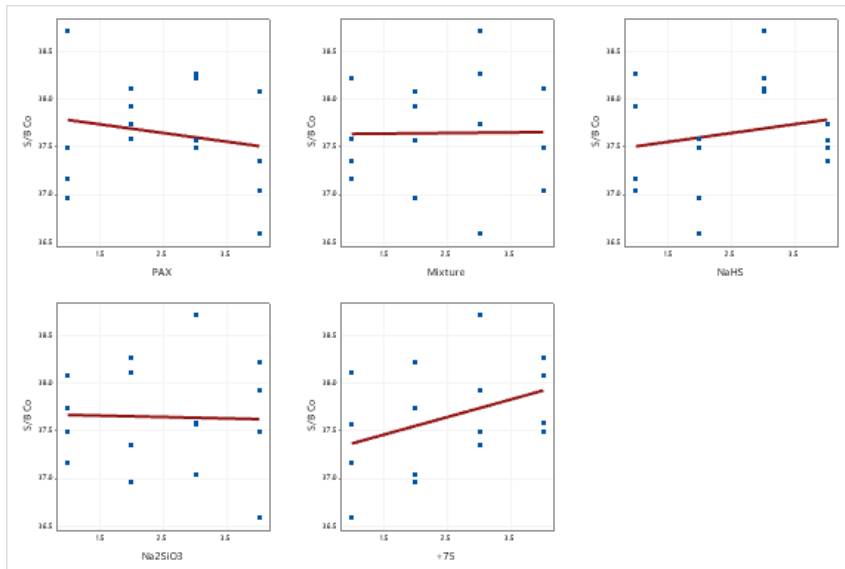
Signal-to-noise: Larger is better

Fig. 4. Effets principaux de facteurs contrôlables sur la performance statistique S/B pour la récupération du cobalt

L'observation des droites d'ajustement linéaire données aux Figures 5 et 6 montre quels paramètres sont en interaction. Compte tenu des écarts au parallélisme en accord avec Bernard [21], la dose de la mixture et celle du dispersant sont en faible interaction tandis que la dose collecteur et la granulométrie sont en forte interaction, et ce, pour le Cu et le Co.



**Fig. 5. Interactions des paramètres contrôlés sur la récupération du cuivre**



**Fig. 6. Interactions des paramètres contrôlés sur la récupération du cobalt**

La prise en compte des interactions dans les méthodes des plans d'expériences, plus spécifiquement dans un plan d'expériences orthogonal, n'est pas suffisante pour justifier le comportement du minerai à la flottation. En effet, la limitation ou l'insuffisance de cette méthode est qu'elle ne permet pas d'affirmer ou non si cette interaction est de nature à affecter les rendements de récupération obtenus. Seule la méthode de l'analyse de la variance pourra donner ces informations [10].

### 3.2 RÉSULTATS DE L'ANALYSE DE VARIANCE

Le terme de comparaison utilisé pour déterminer la significativité d'un facteur est la variance résiduelle. En effet, le seuil de signification (ou risque de première espèce) de 5 % est utilisé dans tous les tests d'homogénéité.

Le degré de liberté de la variation résiduelle vaut zéro, ceci rend difficile l'analyse de la signification de tous les facteurs simultanément. De ce fait, les paramètres manifestant une influence faible sur le pourcentage de variabilité expliquée par le modèle ( $R^2$  proche de zéro) ont été groupés et assimilés au résidu (à l'erreur). Il s'agit de la dose de la mixture et de la dose de silicate pour le rendement de récupération du cuivre et de la dose de silicate seule pour la récupération du cobalt (Tableaux 6 et 7).



Tableau 6. Analyse de la variance du rendement de récupération du cuivre

Sources	Degré de Liberté	Somme des carrés	Carré Moyen	F	p-valeur	Somme pure	Contribution (%)
PAX (g/t)	3	313,85	104,618	22,37	0,001	299,819	57,42
Mixture (g/t)	3	15,55	5,184	-	-		
NaHS (g/t)	3	147,74	49,246	10,53	0,008	133,709	25,61
Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> (g/t)	3	12,51	4,17	-	-		
%R+75	3	32,5	10,833	2,32	0,175	18,469	3,54
Erreur	0	0					
<b>Erreur groupée</b>	<b>(6)</b>	<b>(28,06)</b>	<b>(4,677)</b>				<b>(13,44)</b>
Total	15	522,16					100

$F(3,6)_{\alpha=0,95}=9,277$

Tableau 7. Analyse de la variance du rendement de la récupération du cobalt

Sources	Degré de liberté	Somme des Carrés	Carré Moyen	F	p-valeur	Somme pure	Contribution (%)
PAX (g/t)	3	70,85	23,62	13,09	0,031	65,43	18,09
Mixture (g/t)	3	18,95	6,32	3,5	0,165	13,54	3,74
NaHS (g/t)	3	207,06	69,02	38,26	0,007	201,65	55,75
Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> (g/t)	3	5,41	1,80	-	-		
%R+75	3	59,45	19,82	10,99	0,04	54,04	14,94
Erreur	0	0					
<b>Erreur groupée</b>	<b>(3)</b>	<b>(5,41)</b>	<b>(1,80)</b>				<b>(7,48)</b>
Total	15	361,71					100

$F(3,3)_{\alpha=0,95}=4,757$

L'analyse de la variance de la flottation du cuivre montre que la statistique ( $F=9,277$ ) calculée, est, pour la dose de PAX ( $F=22,37$ ) et la dose de NaHS ( $F=10,833$ ), supérieure au F critique lue dans les tables de Fisher-Snedecor à un niveau de confiance  $\alpha=0,95$  (Tableau 6). Ces deux paramètres sont donc statistiquement significatifs sur la récupération du cuivre dans le concentré. En effet, par ordre d'importance, les probabilités critique ou p-valeur respectivement de 0,001 et 0,008 pour la dose de PAX et la dose de NaHS permettent de juger la dose de PAX comme paramètre le plus significatif, parce qu'ayant la plus petite probabilité critique. En termes de degré de contribution sur la variabilité des résultats, la dose de PAX contribue à 57,42 %, la dose de NaHS à 25,61 % et la granulométrie à 3,54 % sur la récupération du cuivre.

Pour la récupération du cobalt, trois facteurs sont statistiquement significatifs (Tableau 7). Il s'agit de la dose de PAX ( $F=13,09$ ), la dose de NaHS ( $F=38,26$ ) et la granulométrie ( $F=10,99$ ) car leurs statistiques F excèdent la valeur des tables au seuil  $\alpha=0,95$  ( $F=4,757$ ). Les p-valeurs dans les trois cas valent respectivement 0,031; 0,007 et 0,04; valeurs inférieures au seuil critique de rejet (0,05) d'un paramètre. Les paramètres les plus influents sont par ordre décroissant: doses de NaHS, dose de PAX et la granulométrie. Les contributions des paramètres sur la récupération du cobalt sont: 55,75 %; 18,09 %; 14,94 % et 3,74 % respectivement pour la dose de NaHS, la dose de PAX, la granulométrie et la dose de la mixture.

Ces résultats confirment l'importance des effets ressortis par le ( $\Delta$ ), caractéristique de l'influence des facteurs dans la méthode de Taguchi. Pour la récupération du cuivre, les paramètres influant selon la méthode de Taguchi et statistiquement significatif au sens de l'analyse de la variance sont donc la dose de PAX et celle de NaHS. Tandis que dans le cas de la récupération du cobalt, nous avons trois paramètres à considérer: la dose de PAX, la dose de NaHS et la granulométrie de l'alimentation.

Le modèle prédictif (équation 2 et Tableau 8) appliqué dans les conditions optimales de la flottation du cuivre ( $A_2B_3C_3D_2E_3$ ) donne un rendement de récupération de 88,44 % avec un ratio signal-bruit de 38,98 dB. Pour le cobalt, la paramétrisation optimale étant:  $A_3B_3C_3D_3E_2$ , le modèle prédictif donne un rendement de récupération de 88,70 % et le ratio signal-bruit de 39,01 %.

Tableau 8. Performances optimales prédites

Données	Modèle prédictif	
	Cu	Co
Conditions optimales	$A_2B_3C_3D_2E_2$	$A_3B_3C_3D_3E_2$
Rdt de récupération Cu	88,44	86,00
S/B associé pour le Cu	38,98	39,01
Rdt de récupération Co	84,90	88,70
S/B associé pour le Cu	38,59	38,70

Dans les conditions optimales de flottation du cobalt, le modèle prédictif donne un rendement de récupération de 84,90 % Cu (S/B=38,59 dB), la différence notée avec son optimum dans la paramétrisation optimale du cuivre est d'environ 2,75 %. D'autre part, la paramétrisation optimale du cobalt donne un rendement de récupération de 86,00 % (S/B=38,70) dans le modèle prédictif du cuivre. Ce qui équivaut à une différence de 4,28 % du rendement dans les conditions optimales de récupération du cobalt.

#### 4 CONCLUSION

Des tests de laboratoire ont été menés pour étudier le comportement du minerai oxydé cuprocobaltifère de Kimpe (1,97 % Cu; 0,66 % Co) par analyse des paramètres les plus influents et leurs interactions éventuelles à la flottation par sulfuration superficielle. La méthode de Taguchi a été utilisée pour l'évaluation statistique des résultats de la flottation d'un échantillon du minerai de la mine de Kimpe conjointement avec l'analyse de la variance.

Les niveaux optimaux des paramètres sont de 300 g/t PAX, 200 g/t mixture, 4000 g/t NaHS, 200 g/t  $Na_2SiO_3$  et un  $d_{80}$  de 75  $\mu m$  pour la flottation du cuivre et de 400 g/t KAX, 200 g/t mixture, 4000 g/t NaHS, 300 g/t  $Na_2SiO_3$  et un  $d_{80}$  de 75  $\mu m$  pour la flottation du cobalt. Ce modèle prédictif de l'analyse de Taguchi prévoit 88,44 % Cu et 84,90 % Co aux niveaux optimaux de la récupération du cuivre et 88,70 % Co et 86,00 % Cu dans les conditions optimales de récupération du cobalt. Ceci implique un compromis à prendre selon qu'il faille privilégier la récupération du cuivre ou celle du cobalt.

La dose de PAX et celle de NaHS sont les deux paramètres influents selon la méthode de Taguchi et statistiquement significatifs au sens de l'analyse de la variance avec 57,42 % et 25,61 % de contribution sur la variabilité totale autour de la moyenne dans la flottation du cuivre. Pour le cobalt, la dose de PAX, la dose de NaHS et la granulométrie de l'alimentation sont les paramètres influents selon la méthode de Taguchi et statistiquement significatif au sens de l'analyse de la variance avec respectivement 18,09 %, 55,75 % et 14,94 % de contribution sur la variabilité totale autour de la moyenne dans la flottation du cobalt. La contribution de la mixture (3,74) a été jugée statistiquement non significative suivant l'ANOVA.

La dose de PAX et la granulométrie sont en forte interaction étant donnée les écarts au parallélisme à la fois pour la récupération du cuivre et celle du cobalt. L'interaction faible a été identifiée pour la dose de mixture et celle de  $Na_2SiO_3$  sur la récupération du cuivre. Par contre, la dose de  $Na_2SiO_3$  et celle de NaHS sont en interaction faible pour la récupération du cobalt.

#### REMERCIEMENTS

Nous remercions les responsables de la Société Iverland Mining Congo pour leur collaboration dans l'élaboration de ce travail.

**REFERENCES**

- [1] Zeka, L., 2015. Lixiviation du cobalt trivalent de l'hétérogénite d'un minerai oxydé cuprocobaltifère du Katanga par le fer ferreux provenant de l'oxydation chimique et bactérienne de la pyrite-arsénopyrite. Thèse de doctorat. Université de Lubumbashi. 310p.
- [2] Kanda, J.-M., 2013. Etude de la flottabilité de la malachite à l'aide de l'amylxanthate de potassium et des acides gras. Cas d'étude: Flottation du minerai oxydé de Kamfundwa au Katanga en RD Congo. Thèse de doctorat. Université de Liège. 200p.
- [3] Shengo, L.M., 2013. Etude du recyclage de l'eau résiduaire dans la flottation des minerais oxydés du gisement de Luiswishi. Thèse de doctorat. Université de Liège. 187p.
- [4] Kitobo, W., 2009. Dépollution et valorisation des rejets miniers sulfurés du Katanga. Cas des tailings de l'Ancien Concentrateur de Kipushi. Thèse de doctorat. Université de Liège. 254p.
- [5] Masiya, T., Nheta, W., 2014. Flotation of Nickel-Copper Sulphide Ore: Optimisation of Process Parameters Using Taguchi Method. Proceedings of the International Conference on Mining, Material and Metallurgical Engineering, Prague, Paper No 11.
- [6] Perrin, R., Scharff, J.P., 1993. Chimie Industrielle. 2ème édition, Paris Masson, 1143p. ISBN 2-225-84037-7.
- [7] Goupy, J., Creighon, L., 2006. Introduction aux plans d'expérience, 3ème édition, Dunod, Paris, 324p. ISBN 2-10049-744-8.
- [8] Ilyas S., Bhatti H.N., Bhatti I.A., Sheikh M.A., Ghauri M.A., 2010. Bioleaching of metal ions from low grade sulphide ore: Process optimization by using orthogonal experimental array design. African Journal of Biotechnology, 9, 2801-2810.
- [9] Mbuya, B.I., Tshimombo, A.M., 2017. Evaluation statistique et étude de la lixiviation du rejet de flottation d'un minerai cuprocobaltifère: Apports de la méthode de Taguchi et Analyse de la variance. Congo science, 5, 1-11.
- [10] Nkulu, N., 2012. Biolixiviation de la carrolite-Application aux minerais polymétalliques de l'Arc Cuprifère du Katanga. Cas de minerais de la mine de Kamoya, Kambove en RDC. Thèse de doctorat. Université de Liège, 222p.
- [11] Rao, S.R., Padmanabhan, G., Kumar, K.C., 2012. Multiresponse Optimization of Electrochemical Machining of Al-B4C Composites Using Grey Relational Analysis (October 15, 2012). The IUP Journal of Mechanical Engineering, 5, 58-67.
- [12] Sapakal, S.V., Telsang, M., 2012. Parametric optimization of MIG welding using Taguchi design method. International Journal of Advanced Engineering Research and Studies.1.
- [13] Gopalsamy, B., Mondal, B., Ghosh, S., 2009. Taguchi method and ANOVA: An Approach for process parameters optimisation of Hard Machining while machining hardened steel. Journal of scientific and industrial research, 68, 686-695.
- [14] Kamaruddin, M., Kroetsch, T., Basrur, P.K., Hansen, P.J., and King, W. A., 2004. Immunolocalization of heat shock protein 70 in bovine spermatozoa. Andrologia, 36, 327-334. <https://doi.org/10.1111/j.1439-0272.2004.00629.x>.
- [15] Bouchard, S., 2001. Traitement du minerai: flottation. Méthodes physiques. Edition le griffon d'argile, Québec, 373 p. ISBN 2-89443-156-2.
- [16] Kime, M.B., Kashona, J., Mwamba, J., 2015. Laboratory evaluation of the flotation response of a copper cobalt Oxide ore to gasoil-rinkalore mixtures. International Journal of Environmental, Chemical, Ecological, Geological and Geophysical Engineering, 9, 252-258.
- [17] Kongolo, K., Kipoka, M., Minanga, K., Mpoyo, M., 2003. Improving the efficiency of copper-cobalt ores flotation by combination of sulphidisers. Minerals engineering, 16, 1023-1026.
- [18] Kivak, T., 2014. Optimization of surface roughness and flank wear using the Taguchi method in milling of Hadfield steel with PVD and CVD coated inserts. Measurement, 50,19-28.
- [19] Demirci, M.T., Samanci A., Tarakçioğlu N., Asiltürk I., 2011. Optimisation of fatigue life parameters with Taguchi method. 6th International Advanced Technologies Symposium (IATS'11), Elazığ, Turkey, pp. 453- 456.
- [20] Hvalec, M., Goršek, A., Glavič, P., 2004. Experimental design of crystallization processes using Taguchi method. Acta Chimica Slovenica, 51, 245-256 [21]. Bernard, C., 2005. Modèle d'analyse de variance avec Statistica. Génistat conseils Inc, 124p.
- [21] Veysseyre, R., 2006. Aide-mémoire Statistique et probabilités pour l'ingénieur, 2ème édition. Dunod, Paris, 489p. ISBN 2-10049-994-7.
- [22] Niedoba, T., Pięta, P., 2016. Applications of ANOVA in mineral processing. Mining Science, 23. 43-54. <https://doi.org/10.5277/msc162304>.