

12

**DEMANDE DE BREVET EUROPEEN**

21 Numéro de dépôt: 85870076.8

51 Int. Cl.<sup>4</sup>: **B 03 D 1/00**

22 Date de dépôt: 29.05.85

30 Priorité: 18.12.84 LU 85689

43 Date de publication de la demande:  
25.06.86 Bulletin 86/26

84 Etats contractants désignés:  
BE DE FR GB LU NL

71 Demandeur: **CIMENTS PORTLAND LIEGEOIS C.P.L.**  
rue de l'Ecluse, 40  
B-4480 Oupeye (Haccourt)(BE)

72 Inventeur: **Menschaert, Marc**  
Dansaertlaan, 164  
B-1720 Dilbeek(BE)

72 Inventeur: **Panou, Georges**  
Avenue Louise, 213  
B-1050 Bruxelles(BE)

74 Mandataire: **Schmitz, Yvon et al,**  
Bureau Gevers S.A. 7, rue de Livourne Bte 1  
B-1050 Bruxelles(BE)

54 **Réactif et procédé de flottation permettant de récupérer le charbon contenu dans les matières charbonneuses.**

57 Réactif de flottation permettant de récupérer le charbon contenu dans les matières charbonneuses, comprenant, à titre de collecteur, au moins une amine comportant au moins 6 atomes de carbone, telle qu'une amine tertiaire comportant de 10 à 36 atomes de carbone à radicaux hydrocarbonés aliphatiques, cycliques saturés ou aromatiques, ainsi qu'un agent moussant.

La présente invention est relative à un réactif de flottation permettant de récupérer le charbon contenu dans les matières charbonneuses, et plus particulièrement dans les schistes de terrils.

5 Les terrils contiennent d'une manière générale entre 20 et 30% de charbon, ce charbon étant principalement concentré dans les fines granulométries. La flottation est le procédé le plus performant pour récupérer la fraction comprise entre 0 et 2 mm, mais le charbon contenu dans les terrils est oxydé, ce  
10 qui diminue son aptitude à flotter naturellement, c'est-à-dire sans addition de collecteurs ainsi que le font les charbons nouvellement extraits. Pour pallier cet inconvénient, on utilise divers réactifs de flottation, ces réactifs étant composés d'un collecteur et d'un agent moussant, ces deux composants s'avérant essentiels pour  
15 la flottation et la récupération du charbon des matières charbonneuses.

Les collecteurs ordinairement utilisés à cet effet sont le kérozène, le gasoil, les hexanols et la cyclohexanone. Le principal inconvénient de ces collecteurs est leur manque de rendement dans la récupération du charbon.

20 Un des buts essentiels de la présente invention consiste, par conséquent, à remédier à l'inconvénient précité, et à présenter un réactif de flottation permettant de récupérer plus de charbon oxydé que les réactifs utilisés jusqu'à présent.

25 A cet effet, suivant l'invention, le réactif de flottation comprend, à titre de collecteur, au moins une amine comportant au moins six atomes de carbone, ainsi qu'un agent moussant.

Suivant une forme de réalisation particulièrement

avantageuse de l'invention, l'amine est une amine tertiaire à radicaux hydrocarbonés aliphatiques, cycliques saturés ou aromatiques comportant de 10 à 36 atomes de carbone, la série allant de la tributylamine à la tridécylamine et leurs isomères, en particulier la triisooctylamine convenant bien à cet effet.

Suivant une autre forme de réalisation particulièrement avantageuse de l'invention, l'agent moussant est choisi dans le groupe formé par les alcools aliphatiques, l'huile de pin et les mélanges d'au moins deux de ces composants, le 4-méthyl-2-pentanol, le 2-éthyl-hexanol-1, le 1-isopropoxypropanol-2 et les mélanges d'au moins deux de ces composants s'avérant particulièrement intéressants.

La présente invention concerne également un procédé de flottation permettant de récupérer le charbon contenu dans les matières charbonneuses. Ce procédé est caractérisé par le fait que l'on mélange la matière charbonneuse avec de l'eau, on ajoute audit mélange le réactif précité et l'on récupère la matière flottée chargée de matière charbonneuse riche en charbon, les quantités en poids de collecteur et d'agent moussant étant respectivement de l'ordre de 200 gr à 1 kg et de 100 gr à 400 gr par tonne de matière charbonneuse traitée.

D'autres détails et particularités de l'invention ressortiront de la description donnée ci-après à titre d'exemple non limitatif de quelques formes de réalisation particulières de l'invention.

Comme on l'a déjà signalé précédemment, la présente invention concerne un réactif de flottation d'un meilleur rendement que les réactifs utilisés actuellement, c'est-à-dire permettant de récupérer plus de charbon oxydé. A cet effet, le réactif de flottation de l'invention comprend, comme collecteur, une amine comportant au moins 6 atomes de carbone, de préférence une amine tertiaire comportant de 10 à 36 atomes de carbone à radicaux hydrocarbonés aliphatiques, cycliques saturés ou aromatiques, la série

allant de la tributylamine à la tridécylamine et leurs isomères, en particulier la triisooctylamine convenant particulièrement bien à cet effet. Le collecteur peut également comprendre un mélange d'amines ou comprendre, en mélange avec l'amine, un collecteur usuel, c'est-à-dire du kérosène, du gasoil, un hexanol, une cyclohexanone ou un mélange d'au moins deux de ces composants, la quantité en poids d'amine, dans ce cas, constituant de 20 à 60% du poids total du collecteur.

Comme on l'a déjà précisé, le réactif de flottation suivant l'invention comprend également un agent moussant, cet agent moussant étant de préférence un alcool aliphatique, de l'huile de pin ou un mélange d'au moins deux de ces composants, les propanols, pentanols et hexanols à titre d'alcools aliphatiques convenant particulièrement bien à cet effet. Des exemples spécifiques de tels alcools sont, par exemple, le 4-méthyl-2-pentanol ou méthylisobutylcarbinol, le 2-éthylhexanol-1, le 1-isopropoxypropanol-2 et les mélanges d'au moins deux de ces composants, ces exemples étant bien entendu donnés à titre non limitatifs. En fait, l'amine de par les propriétés de sa partie polaire (N :) s'adsorbe sur le charbon oxydé, la partie hydrocarbonée de l'amine, hydrophobe, entourant les grains de charbon, en empêchant ceux-ci d'être hydrophiles (le charbon oxydé étant plus hydrophile qu'hydrophobe) et en permettant ainsi d'améliorer l'action de l'agent moussant favorisant la formation d'écume contenant les grains de charbon.

Le réactif de flottation de l'invention peut comprendre, en outre, des agents activants et/ou déprimants ou autres, tels que  $\text{CaCl}_2$ , silicate de Na,  $\text{CuSO}_4$ , etc.

Le procédé de concentration de charbon par flottation de l'invention comprend le mélange de la matière charbonneuse granuleuse avec de l'eau, les granules de matière charbonneuse ayant une taille de l'ordre de 0 à 2 mm et de préférence de 0 à 1 mm, l'addition audit mélange du réactif de flottation de l'invention

et la récupération de la matière flottée chargée de matière charbonneuse riche en charbon, le collecteur et l'agent moussant du réactif étant de préférence ajoutés séparément. Des quantités pondérales de collecteur et d'agent moussant respectivement de l'ordre de  
 5 200 gr à 1 kg et de 100 gr à 400 gr par tonne de matière charbonneuse granuleuse traitée permettent d'obtenir une très bonne récupération de charbon.

On donne ci-après sept exemples pour illustrer plus concrètement le réactif et le procédé de flottation de l'invention, le sixième exemple étant donné à titre de comparaison.  
 10

EXEMPLE 1.

On introduit dans une cellule de flottation de type Fagergren, et d'une capacité de 1000 ml, 200 gr de schiste de terril (0-1 mm) et 800 ml d'eau distillée. On ajoute ensuite  
 15 80 mg de triisooctylamine (soit 400 gr/tonne de schiste). Après mélange sans admission d'air durant cinq minutes, on ajoute 0,05 ml (c'est-à-dire environ 200 gr/tonne de schiste) d'un mélange à parts égales de 2-éthylhexanol-1 et de 1-isopropoxypropanol-2 qui constitue l'agent moussant. Le pH du liquide est de 5,8. On  
 20 agite encore cinq minutes puis on ouvre l'admission d'air. La mousse qui se forme à la surface est raclée et récupérée jusqu'à ce qu'elle ne soit plus minéralisée, c'est-à-dire chargée de matière charbonneuse riche en charbon. On arrête alors l'expérience, on sèche et pèse la matière restant dans la cellule et la matière flottée, et  
 25 on détermine leurs teneurs en cendres par calcination à 800°C.

On peut alors calculer la fraction de matière combustible effectivement récupérée

$$(\text{"récupération"} = \frac{\text{quantité de charbon dans le flottant}}{\text{quantité de charbon dans l'alimentation}})$$

30 Les résultats sont les suivants :

	% en poids	Teneur en cendres, % en poids	Récupération de combustible, %
5 Matière Flottée ("Flottant")	29,1	26,5	63,5
Résidu ("Coulant")	70,9	86,9	
10 Schiste brut ("Alimentation")	100,0	66,3	

**EXEMPLE 2.**

15 Les conditions expérimentales sont les mêmes que dans l'exemple 1, sauf que le liquide est amené à un pH de 10 par addition de  $\text{Ca(OH)}_2$ .  
Les résultats sont les suivants :

	Rendement pondéral	Teneur en cendres, % en poids	Récupération de combusti- ble, %
20 Flottant	27,27	22,9	66,8
25 Coulant	72,73	85,6	
Alimentation	100,00	68,5	

**EXEMPLE 3.**

30 Les conditions expérimentales sont les mêmes que dans l'exemple 1, sauf que le liquide est à pH 7 et que l'agent moussant est le méthylisobutylcarbinol (4-méthyl-pentanol-2) à raison de 200 gr/tonne de schiste.

Les résultats sont les suivants :

	Rendement pondéral	Teneurs en cendres, % en poids	Récupération de combusti- ble, %	
5				
	Flottant	30,84	28,9	66,6
	Coulant	69,16	84,1	
10	Alimentation	100,00	67,1	

**EXEMPLE 4.**

15 Les conditions expérimentales sont les mêmes que dans l'exemple 1, sauf que le collecteur est un mélange de triisooctylamine (200 gr/tonne de schiste) et de gasoil (500 gr/tonne de schiste) et que le moussant est le méthyl isobutyl carbinol (200 gr/tonne de schiste).

Les résultats sont les suivants :

	Rendement pondéral	Teneur en cendres, % en poids	Récupération de combusti- ble, %	
20				
	Flottant	35,55	23,2	81,3
	Coulant	64,45	90,3	
25	Alimentation	100,00	66,4	

**EXEMPLE 5.**

30 Les conditions expérimentales sont les mêmes que dans l'exemple 1, sauf que le collecteur est constitué de tri-n-butylamine (200 gr/tonne de schiste).

Les résultats sont les suivants :

	Rendement pondéral	Teneur en cendres	Récupération de combustible, %
5 Flottant	31,05	29,4	65,2
Coulant	68,95	83,1	
Alimentation	100,00	66,4	

#### EXEMPLE 6.

10 Cet exemple décrit par comparaison une flottation effectuée avec un collecteur conventionnel.

Les conditions expérimentales sont les mêmes que pour l'exemple 1, sauf que le collecteur est le gasoil (500 gr/tonne de schiste) et que le moussant est le méthyl isobutyl carbinol (4-méthyl-pentanol-2).

15 Les résultats sont les suivants :

	Rendement pondéral	Teneur en cendres, % en poids	Récupération de combustible. %
20 Flottant	27,02	29,25	62,07
Coulant	72,98	83,99	
Alimentation	100,00	69,20	

#### EXEMPLE 7.

25 Cet exemple décrit les résultats obtenus en installation semi-pilote de flottation. L'installation comprend 8 cellules SALA, de capacité nominale de 40 kg/h; quatre cellules fonctionnent en dégrossisseuses, deux en finisseuses et deux en cellules d'épuisement. En outre, l'installation comporte un conditionneur double  
30 et un système d'alimentation en réactifs à chaque étage de l'installa-

tion. Le collecteur est constitué de triisooctylamine (200 gr/t) et de gasoil (500 gr/t); il est introduit dans le conditionneur à raison de 150 gr/t d'amine et 500 gr/t de gasoil; le reliquat, soit 50 gr/t d'amine est introduit dans la première cellule d'épuisement. Le moussant (méthylisobutylcarbinol, à raison de 100 gr/t de schiste) est introduit en tête des cellules dégrossisseuses.

L'installation a fonctionné 8 heures en régime, et a donc traité 320 kg de schistes de terril (granulométrie 100% < 1 mm).

Les résultats sont les suivants :

	Rendement pondéral	Teneur en cendres	Récupération de combustible
Flottant	36,1	28,2	79,8
Coulant	63,9	89,7	
Alimentation	100,0	67,5	

Il est bien entendu que la présente invention n'est en aucune façon limitée aux formes de réalisation décrites et que bien des modifications peuvent y être apportées sans sortir du cadre du présent brevet.

### REVENDEICATIONS.

1. Réactif de flottation permettant de récupérer le charbon contenu dans les matières charbonneuses, caractérisé en ce qu'il comprend, à titre de collecteur, au moins une amine comportant au moins 6 atomes de carbone, ainsi qu'un agent moussant.
2. Réactif suivant la revendication 1, caractérisé en ce que l'amine est une amine tertiaire comportant de 10 à 36 atomes de carbone à radicaux hydrocarbonés aliphatiques, cycliques saturés ou aromatiques.
3. Réactif suivant la revendication 2, caractérisé en ce que l'amine tertiaire est choisie dans le groupe comprenant la tributylamine, la tridécylamine, la triisooctylamine et les mélanges d'au moins deux de ces amines.
4. Réactif suivant l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que le collecteur comprend, en mélange avec l'amine, un composé choisi dans le groupe formé par le kérozène, le gasoil, les hexanols, la cyclohexanone et les mélanges d'au moins deux de ces composants.
5. Réactif suivant la revendication 4, caractérisé en ce que la quantité en poids d'amine constitue de 20 à 60% du poids total du collecteur.
6. Réactif suivant l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que l'agent moussant est choisi dans le groupe formé par les alcools aliphatiques, l'huile de pin et les mélanges d'au moins deux de ces composants.
7. Réactif suivant la revendication 6, caractérisé en ce que l'agent moussant est choisi dans le groupe formé par le 4-méthyl-2-pentanol, la 2-éthylhexanol-1, le 1-isopropoxypropanol-2 et les mélanges d'au moins deux de ces composants.
8. Réactif suivant l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisé en ce qu'il comprend un activant et/ou un déprimant.

9. Procédé de flottation permettant de récupérer le charbon contenu dans les matières charbonneuses, caractérisé en ce qu'il comprend le mélange de la matière charbonneuse granuleuse avec de l'eau, l'addition audit mélange du réactif suivant l'une  
5 quelconque des revendications 1 à 8, et la récupération de la matière flottée chargée de matière charbonneuse riche en charbon.

10. Procédé suivant la revendication 9, caractérisé en ce que le collecteur et l'agent moussant sont ajoutés séparément.

10 11. Procédé suivant l'une ou l'autre des revendications 9 et 10, caractérisé en ce que les quantités en poids de collecteur et d'agent moussant sont respectivement de l'ordre de 200 gr à 1 kg et de 100 gr à 400 gr/tonne de matière charbonneuse traitée.

15 12. Procédé suivant l'une quelconque des revendications 9 à 11, caractérisé en ce que les granules de matière charbonneuse ont une taille de l'ordre de 0 à 2 mm.

20 13. Procédé suivant la revendication 12, caractérisé en ce que la taille des granules de matière charbonneuse est de l'ordre de 0 à 1 mm.

25

30