

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
COURBEVOIE

①1 N° de publication :
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

3 055 896

②1 N° d'enregistrement national : **16 58425**

⑤1 Int Cl⁸ : C 02 F 1/56 (2017.01), C 02 F 9/04, 103/10

⑫

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

⑫② Date de dépôt : 09.09.16.

③③ Priorité :

④③ Date de mise à la disposition du public de la
demande : 16.03.18 Bulletin 18/11.

⑤⑥ Liste des documents cités dans le rapport de
recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du
présent fascicule*

⑥⑥ Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

Demande(s) d'extension :

⑦① Demandeur(s) : SNF SAS Société par actions simpli-
fiée — FR.

⑦② Inventeur(s) : FAVERO CEDRICK et TIZZOTI MOR-
GAN.

⑦③ Titulaire(s) : SNF SAS Société par actions simplifiée.

⑦④ Mandataire(s) : LAVOIX.

⑤④ PROCÉDE DE TRAITEMENT D'EFFLUENTS AQUEUX.

⑤⑦ L'invention concerne le traitement de résidus miniers sous la forme d'effluents aqueux comprenant des particules solides. Le procédé de l'invention permet de séparer tout ou partie de l'eau d'un effluent aqueux comprenant des particules solides. Ce procédé comprend (a) l'addition dans l'effluent d'au moins un polymère naturel modifié anionique choisi parmi les gommes de guar anioniques et/ou les amidons anioniques, puis (b) l'addition d'au moins un polymère naturel modifié cationique choisi parmi les amidons cationiques et/ou les dextrans cationiques et/ou les chitosans cationiques.

L'invention concerne également une composition comprenant un effluent aqueux comprenant des particules solides traitées par un polymère naturel modifié anionique et un polymère naturel modifié cationique. De préférence, elle concerne une composition comprenant un effluent aqueux comprenant des particules solides, d'au moins un polymère naturel modifié anionique choisi parmi les gommes de guar anioniques et/ou les amidons anioniques, et au moins un polymère naturel modifié cationique choisi parmi les amidons cationiques et/ou les dextrans cationiques et/ou les chitosans cationiques.

FR 3 055 896 - A1



PROCEDE DE TRAITEMENT D'EFFLUENTS AQUEUXDESCRIPTION

5

L'invention concerne le traitement de résidus miniers sous la forme d'effluents aqueux comprenant des particules solides. Le procédé de l'invention permet de séparer tout ou partie de l'eau d'un effluent aqueux comprenant des particules solides. Ce procédé comprend (a) l'addition dans l'effluent d'au moins un polymère naturel modifié anionique, puis (b) l'addition d'au moins un polymère naturel modifié cationique.

10

L'invention concerne également une composition comprenant un effluent aqueux comprenant des particules solides traitées par deux polymères naturels modifiés de charges opposées. De préférence, elle concerne une composition comprenant un effluent aqueux comprenant des particules solides, au moins un polymère naturel modifié anionique, et au moins un polymère naturel modifié cationique.

15

20

De nombreuses méthodes d'extraction minière produisent des résidus sous la forme d'effluents aqueux comprenant des particules solides. Par exemple, la production d'hydrocarbures à partir de sables bitumineux ou pétrolifères conduit à de tels résidus miniers. Ainsi, la gestion des résidus miniers constitue un défi de taille pour l'industrie minière, notamment depuis le début de l'exploitation des sables pétrolifères. Il incombe donc aux exploitants de déterminer la façon d'éliminer ces sous-produits de manière sécuritaire et efficace. Le défi est d'autant plus considérable du fait de l'importance de la taille des exploitations de sables pétrolifères.

25

30

De manière générale, l'exploitation minière produit également de tels résidus ou matériaux de rebut, notamment lors de l'extraction de minerais pour la production de charbon, de diamant, de phosphate ou de différents métaux, par exemple aluminium, platine, fer, or, cuivre, argent, etc. De tels résidus peuvent également résulter de la transformation de minerais ou encore de procédés industriels ou de lavage.

35

Les résidus miniers peuvent prendre différentes formes, notamment de boues. En général, il s'agit de suspensions de particules solides dans de l'eau.

Généralement, les résidus miniers des sables pétrolifères se composent donc d'eau, d'argile, de sable et d'hydrocarbures résiduels provenant du processus d'extraction.

Les pratiques courantes de l'industrie consistaient jusqu'à présent à pomper les résidus dans de vastes bassins de décantation. Par la suite, la matière la plus lourde, principalement du sable, se dépose au fond, tandis que l'eau monte à la surface et peut être recyclée. La couche intermédiaire, connue sous le nom de résidus fins mûrs (MFT ou *mature fine tailings*), est généralement composée à 70 % d'eau et à 30 % de particules d'argile fines. Naturellement, la couche de résidus fins mûrs pourrait prendre des siècles à se solidifier. Le développement continu de l'exploitation minière a nécessité la création d'un nombre croissant de bassins de décantation toujours plus importants.

Ainsi, les boues minérales produites par des procédés de traitement physiques ou chimiques des sables bitumineux sont stockées dans des bassins à ciel ouvert, des étangs, des barrages de rétention ou des remblais sous forme semi-liquide. Ces grands volumes de boue stockée créent par conséquent un véritable danger, en particulier en cas de rupture des digues.

Notamment du fait des impératifs techniques, environnementaux ou réglementaires, il est désormais nécessaire de trouver un moyen d'accélérer ou d'améliorer l'efficacité de la transformation des résidus fins mûrs en un dépôt ferme pouvant ensuite être réhabilité.

La remise en état des sols suite à l'exploitation minière est rendue obligatoire par la législation environnementale.

L'accélération du traitement des résidus miniers est également nécessaire, notamment en augmentant la vitesse de sédimentation des résidus afin de recycler l'eau efficacement ainsi que pour réduire le volume de résidus.

De manière générale, la séparation et le recyclage de tout ou partie de l'eau présente au sein des effluents aqueux miniers constituent des buts essentiels lors de l'exploitation minière. Ainsi, les procédés de traitement d'effluents aqueux comprenant des particules solides ont comme but essentiel d'améliorer le rendement de séparation de l'eau, notamment dans le but de recycler l'eau séparée ainsi que de permettre la manipulation aisée du résidu final. L'augmentation de ce rendement net de séparation de l'eau (NWR ou *net water release*) constitue un but important des procédés de traitement des effluents aqueux comprenant des particules solides.

On connaît des méthodes de traitement physique de ces résidus miniers, par exemple la centrifugation, la filtration, l'électrophorèse et l'électrocoagulation.

5 D'autre part, des procédés chimiques émergent. On connaît par exemple des procédés impliquant l'addition de produits chimiques, tels que le silicate de sodium, des agents de floculation organiques, des agents de coagulation inorganiques, des agents d'oxydation, des agents de réduction ou encore du dioxyde de carbone. On connaît également l'utilisation de polymères synthétiques comme agents de coagulation ou de floculation, pour séparer les solides du liquide.

10

Ainsi, même s'il existe des techniques de traitement de résidus miniers, ces techniques ne permettent pas d'apporter une solution totalement efficace aux problèmes rencontrés, notamment d'un point de vue technique, environnemental ou d'ordre public.

15

Il est donc nécessaire de pouvoir disposer de méthodes qui permettent d'apporter des solutions à tout ou partie des problèmes des méthodes de l'état de la technique.

Ainsi, l'invention fournit un procédé de traitement d'un effluent aqueux comprenant des particules solides, comprenant

20

- (a) l'addition dans l'effluent d'au moins un polymère naturel modifié anionique, puis
- (b) l'addition d'au moins un polymère naturel modifié cationique.

25

Selon un aspect préféré de l'invention le polymère naturel modifié anionique est un polysaccharide naturel modifié anionique et le polymère naturel modifié cationique est un polysaccharide naturel modifié cationique.

De manière préférée, l'invention fournit un procédé de traitement d'un effluent aqueux comprenant des particules solides, comprenant

30

- (a) l'addition dans l'effluent d'au moins un polysaccharide naturel modifié anionique choisi parmi les gommés de guar anioniques et/ou les amidons anioniques et/ou les dextrans anioniques, puis
- (b) l'addition d'au moins un polysaccharide naturel modifié cationique choisi parmi les amidons cationiques et/ou les dextrans cationiques et/ou les chitosans cationiques.

35

Le procédé de traitement selon l'invention comprend donc :

:

4

- (a) le traitement des particules solides comprises dans l'effluent au moyen d'un polymère naturel modifié anionique ;
- (b) le traitement des particules obtenues à l'issue de l'étape (a) au moyen d'un polymère naturel modifié cationique.

5

De préférence, le procédé selon l'invention est tel que le polymère naturel modifié anionique est un polysaccharide naturel modifié anionique, de préférence choisi parmi les gommes de guar anioniques et/ou les amidons anioniques.

10

De manière avantageuse, le procédé selon l'invention est tel que le polymère naturel modifié cationique est un polysaccharide naturel modifié cationique, de préférence choisi parmi les amidons cationiques et/ou les dextrans cationiques et/ou les chitosans cationiques.

De préférence, le procédé de traitement selon l'invention comprend :

15

- (a) le traitement des particules solides comprises dans l'effluent au moyen d'un polymère naturel modifié anionique choisi parmi les gommes de guar anioniques et/ou les amidons anioniques
- (b) le traitement des particules obtenues à l'issue de l'étape (a) au moyen d'un polymère naturel modifié cationique choisi parmi les amidons cationiques et/ou les dextrans cationiques et/ou les chitosans cationiques.

20

Selon l'invention, l'effluent est avantageusement un effluent d'extraction minière, provenant des mines de charbon, des mines de diamant, des mines de phosphate, des mines de métal comme l'aluminium, le platine, le fer, l'or, le cuivre, argent, etc.....

25

L'effluent peut également être un effluent d'extraction minière de sable bitumineux ou de sable pétrolifère.

30

De préférence l'effluent est un effluent d'extraction minière de sable bitumineux ou de sable pétrolifère. Outre les particules solides, l'effluent comprend de l'eau. Il peut comprendre du sable, de l'argile et de l'eau ou bien du sable, de l'argile, de l'eau et du bitume résiduel.

35

Généralement, l'effluent aqueux selon l'invention comprend de 5 à 70 % en masse, de préférence de 20 à 50 % en masse, plus préférentiellement de 30 à 40 % en masse, de particules solides, notamment des particules minérales notamment choisies parmi argile et sable ou leurs mélanges.

L'effluent traité selon le procédé de l'invention peut comprendre différents résidus. Ces résidus peuvent être des résidus frais ou des résidus fins. De préférence, il s'agit d'un

:

effluent comprenant des résidus fins mûrs (RFM ou MFT pour *mature fine tailings*) ou d'un effluent comprenant des résidus fins frais (RFF ou FFT pour *fresh fine tailings*), en particulier il s'agit d'un effluent comprenant des résidus fins mûrs (RFM ou MFT pour *mature fine tailings*), et plus particulièrement il s'agit d'un effluent comprenant des résidus fins mûrs (RFM ou MFT pour *mature fine tailings*) comprenant une quantité d'argiles allant de 5 à 70 % en masse.

De manière générale, l'effluent aqueux issu de l'exploitation minière de sables bitumineux et traité selon l'invention, peut également comprendre du bitume résiduel. Le bitume résiduel est alors présent en faible quantité, généralement en une quantité inférieure à 5 % en masse d'effluent aqueux.

Les polymères naturels modifiés anioniques et polymères naturels modifiés cationiques selon l'invention sont des polymères semi-biosourcés. Par polymères semi-biosourcés nous désignons tous les polymères semi-naturels. Les polymères semi-naturels sont obtenus par la modification chimique ou enzymatique de polymères naturels issus de la biomasse. Comme polymères chimiquement modifiés nous pouvons citer par exemple les polysaccharides chimiquement modifiés comme par exemple les amidons anioniques, les gommes de guar anioniques, les amidons cationiques, les dextrans cationiques. Les différentes réactions chimiques permettant d'obtenir ces polysaccharides modifiés sont connues de l'homme de l'art. Ces réactions sont décrites dans le document Ian Cumpstey, "Chemical Modification of Polysaccharides," ISBN Organic Chemistry, vol. 2013.

Selon l'invention, le polymère naturel modifié anionique est employé comme agent de traitement primaire, et le polymère naturel modifié cationique est employé comme agent de traitement secondaire.

De manière préférée pour le procédé selon l'invention, le polymère naturel modifié anionique est ajouté en une quantité en masse allant de 10 à 10 000 ppm par rapport à la quantité de particules solides comprises dans l'effluent aqueux. D'un point de vue pratique, il est ajouté en une quantité allant de 10 à 10 000 g par tonne de particules solides comprises dans l'effluent aqueux.

De manière également préférée, le polymère naturel modifié anionique a une masse moléculaire allant de 3 à 50 millions g/mol. De même, la masse moléculaire du polymère naturel modifié anionique peut aller de 5 à 30 millions g/mol.

Le degré de substitution correspond au nombre moyen de groupe hydroxyle substitué par unité monomérique (ose ou monosaccharide). Une technique d'analyse préférée selon l'invention pour déterminer le degré de substitution est la résonance magnétique nucléaire (RMN) ¹H, ¹³C, ²D, ou par le dosage de l'anionicité ou de la cationicité apportée par la substitution par exemple par titration colloïdale.

De manière préférée, le polymère naturel modifié anionique a un degré de substitution compris entre 0,01 et 3, préférentiellement entre 0,1 et 2, plus préférentiellement entre 0,2 et 0,7.

De manière également préférée, le polymère naturel modifié anionique a une densité de charge comprise entre 0,1 et 15 meq/g, plus préférentiellement entre 0,2 et 10 meq/g.

La densité de charge anionique est calculée à partir du degré de substitution du polymère naturel modifié anionique.

La densité de charge est calculée selon la formule suivante :

Densité de charge = (degré de substitution/ Masse molaire moyenne en nombre du monomère) x1000

De manière préférée, pour le procédé de l'invention, le polymère naturel modifié anionique est une gomme de guar anionique.

De manière préférée, pour le procédé selon l'invention, le polymère naturel modifié cationique est ajouté en une quantité en masse allant de 50 à 1 000 ppm par rapport à la quantité de particules solides comprises dans l'effluent aqueux. D'un point de vue pratique, il est ajouté en une quantité allant de 50 à 1 000 g par tonne de particules solides comprises dans l'effluent aqueux.

De manière également préférée, le polymère naturel modifié cationique a une masse moléculaire allant de 100 000 à 50 millions g/mol. De même, la masse moléculaire du polymère naturel modifié cationique peut aller de 500 000 à 2 millions g/mol.

De manière préférée, le polymère naturel modifié cationique a un degré de substitution compris entre 0,1 et 3, préférentiellement entre 0,2 et 2,5 plus préférentiellement entre 0,3 et 2.

De manière également préférée, le polymère naturel modifié cationique a une densité de charge comprise entre 0,5 et 10 meq/g, plus préférentiellement entre 1 et 6 meq/g.

5 De manière préférée pour le procédé de l'invention, le polymère naturel modifié cationique est un amidon cationique ou un dextran cationique.

Plus préférentiellement pour le procédé de l'invention, le polymère naturel modifié cationique est un amidon cationique.

10 Ainsi, et de manière préférée, pour le procédé de l'invention, le polymère naturel modifié anionique est une gomme de guar anionique et le polymère naturel modifié cationique est un amidon cationique.

15 Selon un mode de réalisation de l'invention, le ratio massique entre le polymère naturel modifié anionique et le polymère naturel modifié cationique est compris entre 15:1 et 5:1.

Lors de leur addition dans l'effluent aqueux, le polymère naturel modifié cationique et le polymère naturel modifié anionique peuvent, indépendamment, être utilisés sous forme liquide, sous forme solide, sous forme d'une suspension, sous forme d'une poudre ou
20 sous forme d'une dispersion dans de l'huile ou dans une saumure. Lorsque la forme solide est utilisée, la dissolution partielle ou totale dans l'eau de cette dernière peut se faire à l'aide d'une unité de préparation de polymère comme le Polymer Slicing Unit (Unité de tranchage de polymère - PSU) divulgué dans le document EP 2 203 245. De manière préférée, ils sont ajoutés sous la forme d'une solution aqueuse ou d'une dispersion
25 aqueuse.

De manière avantageuse, le polymère naturel modifié anionique et le polymère naturel modifié cationique peuvent être ajoutés à l'effluent aqueux lors de son transport, notamment dans les conduites de transport de l'effluent vers des lieux de dépôt utilisés
30 pour la déshydratation et la solidification du résidu de traitement.

Les lieux de dépôt peuvent être à l'air libre. Il peut s'agir de terrains non-délimités ou de zones fermées, par exemple un bassin ou une cellule. Les étapes de traitement selon le procédé de l'invention puis d'épandage de l'effluent traité peuvent être renouvelées en un même lieu conduisant alors à la superposition de couches de résidus traités. L'épandage
35 peut également être réalisé de manière continue pour former un amas de résidu traité dont l'eau s'extrait.

L'utilisation d'unités de traitement mécanique peut être associée au procédé selon l'invention. De telles unités de traitement mécanique sont notamment des dispositifs de centrifugation, de pressage ou de filtration de l'effluent traité. On peut citer un
5 épaisseur, une centrifugeuse ou un hydrocyclone.

Le polymère naturel modifié anionique et le polymère naturel modifié cationique peuvent indépendamment être ajoutés en plusieurs fois, notamment de manière alternée ou de manière séquencée. Préférentiellement, le polymère naturel modifié cationique est ajouté
10 en une seule fois.

Le polymère naturel modifié anionique et le polymère naturel modifié cationique peuvent être ajoutés dans une conduite transportant l'effluent vers une unité de traitement mécanique ou dans l'effluent sortant d'une telle unité lors de son transport vers un lieu de dépôt ou vers une autre unité de traitement mécanique. Le polymère naturel modifié
15 anionique et le polymère naturel modifié cationique peuvent être ajoutés dans une conduite transportant l'effluent vers une zone de dépôt.

Outre l'addition dans l'effluent d'au moins un polymère naturel modifié anionique, puis l'addition d'au moins un polymère naturel modifié cationique, le procédé selon l'invention peut également comprendre la séparation de toute ou partie de l'eau du mélange comprenant des particules solides, au moins un polymère naturel modifié anionique et au
20 moins un polymère naturel modifié cationique.

De manière préférée au cours du procédé selon l'invention, la séparation de toute ou
25 partie de l'eau est mise en œuvre à partir du mélange comprenant les particules solides traitées par au moins polymère naturel modifié anionique et par au moins un polymère naturel modifié cationique.

La séparation de l'eau peut, notamment, être réalisée par épandage, par centrifugation, par pressage ou par filtration. La séparation de l'eau est préférentiellement réalisée par
30 épandage.

De manière particulièrement avantageuse, la séparation de l'eau permet d'éliminer au moins 20 % en masse de l'eau comprise dans l'effluent. De préférence, elle permet d'éliminer au moins 30 % en masse d'eau comprise dans l'effluent. De manière plus
35 préférée, elle permet d'éliminer au moins 50 % en masse, voire au moins 60 % en masse, de l'eau comprise dans l'effluent. La quantité d'eau éliminée est mesurée 24 h après la

mise en œuvre du procédé selon l'invention. Selon l'invention, la mesure de la quantité d'eau éliminée est effectuée par évaluation de la libération nette d'eau (NWR ou *net water release*) de l'effluent de départ, 24 h après traitement selon le procédé.

5 L'invention concerne également une composition comprenant un effluent aqueux comprenant des particules solides, au moins d'un polymère naturel modifié anionique choisi parmi les gommages de guar anioniques et/ou les amidons anioniques.

10 L'invention concerne également une composition comprenant un effluent aqueux comprenant des particules solides, au moins un polymère naturel modifié anionique choisi parmi les gommages de guar anioniques et/ou les amidons anioniques et au moins un polymère naturel modifié cationique choisi parmi les amidons cationiques et/ou les dextrans cationiques et/ou les chitosans cationiques.

15 L'invention concerne également l'utilisation, pour traiter un effluent aqueux comprenant des particules solides, d'au moins un polymère naturel modifié cationique, de préférence polysaccharide naturel cationique, de préférence choisi parmi les dextrans cationiques et/ou les amidons cationiques et/ou les chitosans cationiques pour traiter les particules
20 solides préalablement traitées par un polymère naturel modifié anionique, de préférence polysaccharide naturel anionique, de préférence choisi parmi les gommages de guar anioniques et/ou les amidons anioniques.

25 L'invention concerne également l'utilisation d'au moins un polymère naturel modifié anionique, de préférence polysaccharide naturel modifié anionique, de préférence choisi parmi les gommages de guar anioniques et/ou les amidons anioniques, puis d'au moins un polymère naturel modifié cationique, de préférence polysaccharide naturel modifié cationique, de préférence choisi parmi les amidons cationiques et/ou les dextrans cationiques et/ou les chitosans cationiques pour traiter de manière successive les
30 particules solides contenues dans un effluent aqueux.

Exemples

35 **Exemple 1** : Traitement d'un échantillon de MFT (29,8 % en masse d'extrait sec) avec différents polymères anioniques.

Pour chaque test, le volume approprié de solution de polymère anionique à 0,4 % en masse est ajouté dans 200 g de MFT puis le tout est mélangé manuellement jusqu'à ce qu'on observe une floculation et une libération d'eau optimum. Les dosages en polymères anioniques sont exprimés en g/Tonne sèche de MFT. Les résultats sont récapitulés dans le tableau 1 ci-dessous :

5

Polymère modifié anionique	Dosage en polymère modifié anionique	LNE 24h
Polyacrylamide anionique	4000	Floculation impossible
Biolam P – Hydroxypropyl guar	4200	16,0 %
Gomme de guar anionique 1	4000	18,5 %
Gomme de guar anionique 2	3800	22,4 %
Kelco KELZAN AP – Gomme xanthane	Floculation impossible	
Flocon SG 2693 – Gomme xanthane	Floculation impossible	
Blanose 7H9 – Carboxyméthyle cellulose	Prise en masse, mais pas d'eau relarguée	
Blanose 9H4F – Carboxyméthyle cellulose	Floculation impossible	
Blanose 7H4X – Carboxyméthyle cellulose	Prise en masse, mais pas d'eau relarguée	
Blanose 7M65 – Carboxyméthyle cellulose	Prise en masse, mais pas d'eau relarguée	
Blanose 9M31F – Carboxyméthyle cellulose	Floculation impossible	
HV150 – Alginate de sodium	Floculation impossible	
Tackidex C062 – Amidon anionique	Floculation impossible	
Naiaclear 900 AFAP – Amidon anionique	Floculation impossible	
EMES KM2NV – Amidon anionique	Floculation impossible	
VECTOR A180 – Amidon anionique	Floculation impossible	

Tableau 1

LNE = Libération Nette de l'Eau. Elle correspond à la quantité totale d'eau récupérée pendant le test de floculation moins la quantité d'eau indument ajoutée lors de l'incorporation de la solution aqueuse polymérique et de la solution de dispersant dans la suspension.

10

Ces résultats montrent que seuls les dérivés de guar constituent des polymères biosourcés modifiés anioniques capables de flocculer les MFT.

- 5 **Exemple 2** : Traitement d'un échantillon de MFT (29,8 % en masse d'extrait sec) avec un traitement dual 100% biosourcé : ajout d'un polymère naturel modifié anionique de gomme de guar 2, puis ajout d'un polymère naturel modifié cationique d'amidon 1 (densité de charge = 1,5 meq/g)
- 10 Pour chaque test, différents volumes de polymère naturel modifié anionique à 0,4 % en masse sont ajoutés dans 200 g de MFT. Le mélange est ensuite agité manuellement pendant 1 min. Puis, différents volumes de solution de polymère naturel modifié cationique à 0,4 % en masse sont ajoutés à leur tour et le tout est mélangé jusqu'à obtenir le meilleur résultat de LNE. Les dosages en polymères sont exprimés en g/Tonne sèche
- 15 de MFT. Les résultats sont récapitulés dans le tableau 2 ci-dessous :

Dosage guar anionique 2	Dosage amidon cationique 1	LNE 24h
4000	0	21,6 %
4000	160	24,0 %
4000	240	25,5 %
4000	320	27,0 %
4000	400	28,2 %
4000	480	29,8 %
4000	560	30,2 %
3600	0	8,8 %
3600	160	16,6 %
3600	320	23,9 %
3600	480	24,4 %

Tableau 2

Ces résultats montrent qu'il est possible de traiter les MFT à l'aide d'un traitement duo 100 % biosourcé composé d'un polymère naturel modifié anionique tel que la gomme de guar anionique et d'un polymère naturel modifié cationique tel que l'amidon cationique.

5 **Exemple 3 : Traitement d'un échantillon de MFT (44,2 % en masse d'extrait sec) avec un traitement duo 100% biosourcé : ajout d'un polymère naturel modifié anionique de gomme de guar, puis ajout d'un polymère cationique.**

10 Pour chaque test, différents volumes de solution de gomme de guar anionique 2 à 0,4 % en masse sont ajoutés dans 200 g de MFT. Le mélange est ensuite agité manuellement pendant 1 min. Puis, différents volumes de solution de polymère cationique à 0,4 % en masse sont ajoutés à leur tour et le mélange ainsi obtenu est mélangé jusqu'à obtenir le meilleur résultat de LNE. 3 différents polymères cationiques sont testés : un synthétique, le polyDADMAC (polydiallyldimethylammonium chloride) de faible masse molaire, et deux biosourcés, l'amidon cationique 1, (densité de charge= 1,5 meq/g) et un dextran cationique (densité de charge = 3 meq/g, poids moléculaire = 2,5 millions). Les dosages en polymères sont exprimés en g/Tonne sèche de MFT. Les résultats sont récapitulés dans le tableau 3 ci-dessous :

Dosage guar anionique 2	Dosage polymère cationique	LNE 24h
5430	0	0,9 %
4980	PolyDADMAC : 226	4,8 %
4525	PolyDADMAC : 452	11,8 %
4525	PolyDADMAC : 905	11,7 %
5430	Amidon cationique 1 : 226	3,0 %
5430	Amidon cationique 1 : 452	10,3 %
4980	Amidon cationique 1 : 905	15,0 %
4980	Dextran cationique : 226	4,5 %
4980	Dextran cationique : 452	11,0 %
4525	Dextran cationique : 905	17,3 %

Tableau 3

Ces résultats montrent qu'un traitement duo d'un polymère naturel modifié anionique tel que la gomme de guar anionique et d'un polymère naturel modifié cationique tel que l'amidon cationique ou un dextran cationique conduit à de meilleurs résultats comparé à un traitement utilisant un polymère synthétique cationique traditionnel. En effet pour le traitement duo biosourcé on observe une augmentation constante de la LNE avec l'augmentation du dosage en polymère naturel modifié cationique. En revanche lors de l'utilisation du polymère traditionnel nous observons un maximum limité pour la LNE.

5

10

REVENDEICATIONS

1. Procédé de traitement d'un effluent aqueux comprenant des particules solides, comprenant :
 - 5 (a) l'addition dans l'effluent d'au moins un polymère naturel modifié anionique, puis
 - (b) l'addition d'au moins un polymère naturel modifié cationique.

2. Procédé selon la revendication 1 pour lequel le polymère naturel modifié anionique est un polysaccharide naturel modifié anionique et le polymère naturel modifié cationique est un polysaccharide naturel modifié cationique
10

3. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, comprenant :
 - 15 a) l'addition dans l'effluent d'au moins un polymère naturel modifié anionique choisi parmi les gommes de guar anioniques et/ou les amidons anioniques et/ou les dextrans anioniques, puis
 - b) l'addition d'au moins un polymère naturel modifié cationique choisi parmi les amidons cationiques et/ou les dextrans cationiques et/ou les chitosans cationiques.

- 20 4. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes pour lequel l'effluent est :
 - Un effluent d'extraction minière provenant des mines de charbon, des mines de diamant, des mines de phosphate, des mines de métal comme l'aluminium, le platine, le fer, l'or, le cuivre, argent ; ou
 - 25 - Un effluent d'extraction minière de sable bitumineux ou de sable pétrolifère ;
ou
 - Un effluent comprenant de 5 à 70 % en masse, de préférence de 20 à 50 % en masse, plus préférentiellement de 30 à 40 % en masse, de particules solides ;
ou
 - 30 - Un effluent comprenant du sable, de l'argile et de l'eau ; ou
 - Un effluent comprenant du sable, de l'argile, de l'eau et du bitume résiduel ; ou
 - Un effluent comprenant des résidus frais ; ou
 - Un effluent comprenant des résidus fins ; ou
 - Un effluent comprenant des résidus fins frais (RFF ou FFT pour fresh fine tailings) ; ou
 - 35

- Un effluent comprenant des résidus fins mûrs (RFM ou MFT pour mature fine tailings).

- 5
5. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes pour lequel le polymère naturel modifié anionique est une gomme de guar anionique.
- 10
6. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes pour lequel le polymère naturel modifié anionique est ajouté en quantité en masse allant de 10 à 10 000ppm par rapport à la quantité de particules solides comprises dans l'effluent aqueux.
- 15
7. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes pour lequel le polymère naturel modifié anionique a une masse moléculaire allant de 3 à 50 millions g/mol, de préférence de 5 à 30 millions g/mol.
- 20
8. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes pour lequel le polymère naturel modifié anionique a un degré de substitution compris entre 0,01 et 3, préférentiellement entre 0,1 et 2, plus préférentiellement entre 0,2 et 0,7.
- 25
9. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes pour lequel le polymère naturel modifié anionique a une densité de charge comprise entre 0,1 et 15 meq/g, plus préférentiellement entre 0,2 et 10 meq/g.
- 30
10. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes pour lequel le polymère naturel modifié cationique est un amidon cationique.
- 35
11. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes pour lequel le polymère naturel modifié cationique est ajouté en quantité de masse allant de 50 à 1 000ppm par rapport à la quantité de particules solides comprises dans l'effluent aqueux.
12. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes pour lequel le polymère naturel modifié cationique a une masse moléculaire allant de 100 000 à 50 millions g/mol, de préférence de 500 000 à 2 millions g/mol.

13. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes pour lequel le polymère naturel modifié cationique a un degré de substitution compris entre 0, 1 et 3, préférentiellement entre 0,2 et 2, 5, plus préférentiellement entre 0,3 et 2.
- 5 14. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes pour lequel le polymère naturel modifié cationique a une densité de charge comprise entre 0,5 et 10 meq/g, plus préférentiellement entre 1 et 6 meq/g.
- 10 15. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes pour lequel le ratio massique entre le polymère naturel modifié anionique et le polymère naturel modifié cationique est compris entre 15 :1 et 5 :1.
- 15 16. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes comprenant également la séparation de tout ou partie de l'eau du mélange de particules solides traitées par un polymère naturel modifié anionique et un polymère naturel modifié cationique.
- 20 17. Procédé selon la revendication 16 pour lequel au moins 20%, de préférence au moins 30%, plus préférentiellement au moins 50%, encore plus préférentiellement au moins 60%, en masse de l'eau est séparée.
- 25 18. Utilisation pour traiter un effluent aqueux comprenant des particules solides, d'au moins un polymère naturel modifié cationique choisi parmi les dextran cationiques et/ou les amidons cationiques pour traiter les particules solides préalablement traitées par un polymère naturel modifié anionique choisi parmi les gommes de guar anioniques et/ou les amidons anioniques.
- 30 19. Utilisation d'au moins un polymère naturel modifié anionique choisi parmi les gommes de guar anioniques et/ou les amidons anioniques, puis d'au moins un polysaccharide naturel modifié cationique choisi parmi les amidons cationiques et/ou les dextran cationiques et/ou les chitosans cationiques pour traiter de manière successive des particules solides contenues dans un effluent aqueux.
- 35 20. Composition comprenant un effluent aqueux comprenant des particules solides, au moins un polymère naturel modifié anionique choisi parmi les gommes de guar anioniques et/ou les amidons anioniques et au moins un polysaccharide naturel

17

modifié cationique choisi parmi les amidons cationiques et/ou les dextrans cationiques et/ou les chitosans cationiques.

5



**RAPPORT DE RECHERCHE
PRÉLIMINAIRE**

établi sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la recherche

N° d'enregistrement
national

FA 830041
FR 1658425

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
X	US 5 433 865 A (LAURENT EDWARD L [US]) 18 juillet 1995 (1995-07-18) * colonne 1, ligne 5 - ligne 30 * * colonne 3, ligne 15 - colonne 9, ligne 43 * * revendications 1-20 * -----	1-20	C02F1/56 C02F9/04 C02F103/10
X	GB 2 082 163 A (KURITA WATER IND LTD) 3 mars 1982 (1982-03-03) * page 1, ligne 5 - page 2, ligne 37 * * page 2, ligne 42 - page 3, ligne 60 * * exemples 1-22 * -----	1-20	
X	US 2015/315056 A1 (CROWTHER-ALWYN LAURA [FR] ET AL) 5 novembre 2015 (2015-11-05) * alinéa [0001] - alinéa [0002] * * alinéa [0006] - alinéa [0021] * * alinéa [0048] * -----	1-20	
A	US 2015/151990 A1 (BARA BARRY [CA] ET AL) 4 juin 2015 (2015-06-04) * le document en entier * -----	1-20	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC) C02F B01D
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
14 février 2017		Zsigmond, Zoltán	
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS		T : théorie ou principe à la base de l'invention	
X : particulièrement pertinent à lui seul		E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure	
Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un		à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date	
autre document de la même catégorie		de dépôt ou qu'à une date postérieure.	
A : arrière-plan technologique		D : cité dans la demande	
O : divulgation non-écrite		L : cité pour d'autres raisons	
P : document intercalaire		& : membre de la même famille, document correspondant	

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 1658425 FA 830041**

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche préliminaire visé ci-dessus.

Les dits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du **14-02-2017**

Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets, ni de l'Administration française

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
US 5433865	A	18-07-1995	CA 2145939 A1	01-10-1995
			US 5433865 A	18-07-1995

GB 2082163	A	03-03-1982	DE 3131411 A1	24-06-1982
			GB 2082163 A	03-03-1982
			US 4382864 A	10-05-1983

US 2015315056	A1	05-11-2015	CN 105228958 A	06-01-2016
			EP 2925681 A1	07-10-2015
			FR 2998563 A1	30-05-2014
			JP 2016501718 A	21-01-2016
			US 2015315056 A1	05-11-2015
			WO 2014083283 A1	05-06-2014

US 2015151990	A1	04-06-2015	CA 2871758 A1	12-05-2015
			US 2015151990 A1	04-06-2015
