

Récupération de tantale et d'étain d'un minerai namibien par une table densimétrique à air

Ing. J-A. GÉRÔME
Ir C. CHARLIER
GRAMME – Liège

Le métal étudié dans ce travail est le tantale. Il est intéressant pour sa haute résistance à la température, sa capacité à résister à la corrosion et sa grande permittivité. Ce matériau se trouve sur terre en très faibles concentrations. Ce travail vise à enrichir la concentration de tantale via une séparation gravimétrique par voie sèche. Les conclusions se porteront sur l'utilisation possible ou non de cette méthode dans l'exploitation de gisements en Namibie.

Mots clés : tantale, niobium, étain, concentration, séparation sèche, Namibie, enrichissement.

The metal studied in this work is tantalum. It is interesting for its high temperature resistance, its strong resistance against corrosion and its high permittivity. This material is found on earth at very low concentration. This work aims at enriching the concentration of tantalum via a dry gravimetric separation. The conclusions will contain the possible use of this method in the exploitation of deposits in Namibia.

Key words: tantalum, niobium, tin concentration, dry separation, Namibia, enrichment.

1. Introduction

1.1. Présentation de la société et localisation de la mine

Dauremas Mineral Development (DMD) est une petite société basée à Windhoek (Namibie) qui possède plusieurs licences d'exploration minière. Cette société est intéressée par deux minéraux, à savoir le tantale et l'étain. Jusqu'à présent un important travail a été réalisé sur un site appelé De Rust. Ce site est situé sur le côté nord de la plus haute montagne de Namibie appelé le Brandberg.

1.2. Situation de la société et but du travail

Tous les forages et les analyses nécessaires ont été réalisés. Le lit d'une rivière asséchée se situe à 700 mètres du site, l'eau est donc facilement accessible en la pompant. Tout le process, basé sur la disponibilité de l'eau, a été défini. Dauremas Mineral Development possède d'autres sites riches en tantale cependant pour ceux-ci l'eau n'est pas accessible et cela coûterait très cher de l'amener au site. Dans ce contexte DMD voudrait déterminer le meilleur procédé pour récupérer le tantale et l'étain sans utiliser d'eau.

Ainsi, une table de séparation densimétrique à air est un équipement qui peut être utilisé. Pour déterminer si ce type de table peut être employé efficacement, une table densimétrique de laboratoire est testée afin d'obtenir la meilleure récupération possible en cernant les meilleurs paramètres de fonctionnement, tout en déterminant la meilleure dimension des grains pour atteindre la plus haute concentration de tantale et d'étain. Les échantillons de minerai qui sont utilisés pour les tests proviennent du site De Rust, ils contiennent en moyenne 175 ppm de tantale et 410 ppm d'étain. Pour être vendu le tantale doit être séparé des minéraux légers pour obtenir un minerai avec une concentration en tantale de 300000 ppm (30%).

2. Tantale

2.1. Histoire

Dans le tableau périodique, le tantale (Ta) occupe la 73^{ième} position. Il a été découvert en Suède par un chimiste du nom d'Anders Gustaf Ekenberg. Beaucoup de scientifiques de cette période pensaient qu'Ekenberg n'avait pas trouvé un nouvel élément mais un allotrope du niobium. Le niobium a été découvert un an auparavant et c'est un élément chimique similaire au Tantale.

En 1809 un chimiste anglais, William Hyde Wollaston, compara le tantale et le niobium et conclut que même si les deux éléments avaient une densité différente, ils étaient identiques.

En 1844, Heinrich Rose détermina que les éléments avaient un état de valence différent, qui est +3 et +5 pour le niobium et seulement +5 pour le tantale. Il a aussi découvert que la tantalite était composée de niobium et d'un mélange de niobium et de tantale.

C'est finalement en 1866 que Marginac mit au point le procédé pour séparer les deux éléments.

2.2. Propriétés

Le tantale est un métal rare très recherché qui a un très haut point de fusion (3017°C), une haute température d'ébullition (5458°C), il est très dur et a une très bonne résistance aux attaques chimiques en dessous de 150°C. Egalement ductile, gris-bleu et très bon conducteur de chaleur et d'électricité.

Le tantale peut être trouvé sous deux phases cristallines, alpha et beta.

La phase beta devient alpha à la température de 750-775°C. La majeure partie du tantale sur terre est sous la phase alpha.

2.3. Ressources

Le tantale présente de fort lien chimique avec le niobium et ils sont régulièrement trouvés ensemble sur terre. Le tantale et le niobium sont la plupart du temps liés avec l'oxygène et d'autres métaux tels que le Fer, le manganèse et l'étain, cela donne ainsi des oxydes pour former des tantalates, des niobates, des hydroxides, des silicates et des borates. Il y a 70 différentes compositions chimiques de minéraux de tantale sur terre. Les minerais les plus souvent minés sont la tantalite, la microlite et la wodginite. En Afrique le minerai de tantale que l'on peut trouver est le coltan qui est une abréviation de columbite-tantalite. C'est le minerai qui abordé dans ce travail.

Dans la plupart des cas la concentration en Ta₂O₅ estimé dans un minerai est comprise entre 0,01% (100 ppm) et 1% (10 000 ppm). La concentration moyenne dans les mines est plus proche des 100 ppm.

Concernant le gisement à De Rust en Namibie, des analyses ont été réalisées au centre *Terre et Pierre* de Tournai. Cela permet de dire que la gangue du minerai est principalement composée de Quartz (SiO₂) et d'albite (Na Al Si₃ O₈). La densité de la tantalite présente dans le minerai est l'une des plus importantes, entre 6,76 et 7,95 t/m³, ainsi que celle de la cassitérite (étain-SnO₂) avec une densité de 6,99 t/m³. Ces densités sont 2 fois plus grandes que la densité du Quartz qui est de 2,65 t/m³. Cette différence est très intéressante car c'est sur cette différence qu'est basée la séparation étudiée dans ce travail.

Une autre analyse réalisée par le CTP a révélé que le minerai doit être broyé à 250 µm pour que la plupart des minéraux recherchés (Columbite, Tantalite et Cassitérite) soient libérés des autres (Quartz, Albite, etc).

2.4. Ressources estimées

Le tableau suivant propose une revue des quantités connues de tantale dans le monde.

Source	Tons of tantalum	Percentage
South America	142500	40%
Australia	72500	21%
China and Southeast Asia	36500	10%
Russia and Middle East	34500	10%
Central Africa	31500	9%
Other Africa	23500	7%
North America	6000	2%
Europe	2500	1%
Total	349500	

Ressource probable de tantale. Source : TIC

Ces ressources de tantale (349500 tonnes) représentent 150 ans d'exploitation minière à la plus haute vitesse d'exploitation jamais enregistrée qui était de 2330 tonnes en 2001.

2.5. Domaines d'utilisation du tantale

Le tantale est utilisé dans beaucoup de domaines. La majorité du tantale est transformée dans l'industrie électronique pour environ 52% (condensateurs de petite taille), 21% est utilisé pour les superalliages, le traitement de surface utilise 11%, 10% pour les carbides et 6% est utilisé dans l'industrie chimique. Les avantages principaux du tantale sont sa haute température de fusion et sa haute résistance à la corrosion.

2.6. Prix du tantale

Le prix de référence du tantale est donné sous sa forme Ta₂O₅. Pour être vendable, le produit doit avoir une concentration de minimum 30% en poids de Ta₂O₅.

En 2000 il y a eu une forte augmentation du prix du tantale. Le prix a atteint le record de 695 EUR/kg. Entre 2005 et 2009 le prix du tantale obtenu lors des contrats était de 120 EUR/kg et de 80 EUR/kg sur le marché ouvert.

A présent le prix sur le marché ouvert est de l'ordre de 115 EUR/kg.

3. Procédé de séparation par gravitation

La séparation qui est testée dans ce travail entre les minéraux lourds recherchés (tantale ; niobium et étain) qui ont une haute masse spécifique comprise entre 6 et 7 t/m³ et les minéraux légers (Quartz, Albite and Mica) de faible masse spécifique comprise entre 2 et 3 t/m³ est basée sur la théorie d'Archimède.

3.1. Stratification

Le procédé de stratification s'appuie sur le mouvement de l'air. Afin d'obtenir ce phénomène, de l'air est insufflé par un ventilateur sur un mélange de différentes particules. En fonction de leur densité relative à l'air et aussi de la vitesse de l'air les particules vont soit s'élever soit chuter. Afin d'illustrer ce phénomène imaginons un mélange de deux particules différentes sur une table qui possède de minuscule trous et en dessous de celle-ci se trouve un ventilateur à l'arrêt.

Le ventilateur est alors mis en route et sa vitesse est contrôlée afin d'obtenir des couches différentes entre les particules lourdes qui restent sur la surface de la table et les particules légères qui se trouvent au-dessus et qui ne sont plus en contact avec la table. Ce phénomène est appelé stratification.

Le contrôle du débit d'air est très important pour le procédé de stratification. Il doit être maîtrisé. Si le débit d'air est trop faible les particules légères ne peuvent pas s'élever suffisamment et la séparation ne peut être faite. Dans l'autre cas si le débit d'air est trop important la plupart des particules s'élèvent et les matériaux sont remélangés.

La différence de densité entre les particules est la clé de la séparation, si cette différence n'est pas assez importante, la séparation est difficile à réaliser et la plus grande surface de table possible serait nécessaire. Plus la différence de densité est importante moins la surface de la table doit être importante.

Quand le phénomène de stratification est réalisé correctement, les particules les plus lourdes sont en contact avec la table et les particules légères sont au-dessus. Si la table présente une inclinaison et possède un système de vibration alors l'action de la vibration va permettre de faire avancer les particules lourdes en contact avec

la table vers le côté supérieur de la table. Pendant ce temps les particules légères vont tomber vers le côté inférieur de la table grâce à la gravité et l'inclinaison de la table. Le mouvement d'avancée est qualifié de séparation horizontale tandis que le phénomène de stratification est une séparation verticale. Sur le côté de la table se trouve des zones de déchargements afin de récupérer le lourd sur la partie haute de la table et le léger sur la partie basse. Entre les deux se trouvent les particules intermédiaires qui sont composés des grosses particules du léger et des petites particules du lourd.

Figure 4 represents a top view of the ideal situation in the operation of a gravity table.

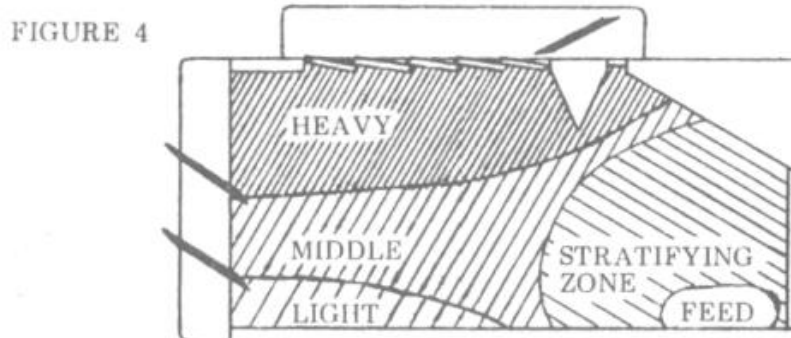


Figure 1 : Schéma d'une table densimétrique courante

La figure précédente est une représentation idéale de la répartition de la matière sur la table. En pratique, cette situation n'est pas aussi précise. La zone de stratification n'est pas aussi clairement définie mais elle doit se situer entre 0,6 et 1,8 m² en dessous de l'alimentateur. Cette surface de stratification dépend de la séparation à réaliser et du débit d'alimentation. Cette surface de doit pas dépasser 1/3 de la surface totale de la table. Le contrôle de cette surface ne peut être assuré que par observation, plus l'utilisateur sera expérimenté meilleur sera l'appréhension de cette surface.

La séparation horizontale induite par le mouvement vibratoire commence dès que la matière arrive sur la table, il est donc important que le phénomène de stratification soit réalisé le plus rapidement possible afin de ne pas retrouver des particules légères qui n'aurait pas eu le temps de s'élever de la fraction lourde. Afin d'avoir une stratification rapide la meilleure solution est d'utiliser un débit d'air plus grand à l'endroit d'alimentation de la matière plutôt qu'à l'endroit de déchargement se trouvant à la fin de la table.

Dans beaucoup de cas, il est difficile de faire la distinction entre la fraction lourde et la fraction légère. Pour vérifier que la séparation a été réalisée correctement, une

série de test est nécessaire en mesurant la densité des matériaux obtenus aux endroits de déchargement.

Aux déchargements se trouvent trois produits différents :

- la fraction lourde qui est généralement le produit désiré,
- la fraction légère qui est généralement le produit à éliminer,
- entre les deux il s'agit d'un mélange qui est composé de petites particules de lourd et de grosses particules de léger.

4. Méthode d'analyse

Pour mesurer la quantité de tantale et d'étain contenu dans le minerai avant et après traitement afin d'observer l'enrichissement du contenu, un instrument facile à utiliser est l'analyseur portable XRF. Les avantages de cet outil est qu'il peut être directement utilisé sur site, il est non destructeur et il permet de déterminer les éléments présents dans le minerai ainsi que leur concentration en mesurant du rayonnement fluorescent Xray émit par les éléments excités. C'est une analyse quantitative et qualitative.

Le bombardement induit une ionisation des métaux du minerai. Les atomes sont excités et des électrons sont éjectés sous forme de photons. Vu le déficit en électrons sur les couches inférieures, l'atome devient un ion plutôt instable. Afin de retrouver sa stabilité, des électrons des couches supérieures vont changer d'orbite et remplir les trous créés. A cause de cette transition une énergie est émise sous forme de radiation. C'est cette énergie qui est mesurée.

La taille idéale des grains doit être inférieure à 50 μm afin de réaliser une bonne analyse avec le XRF.

5. Préparation des échantillons

Les échantillons proviennent de la mine « De Rust ». Pour les tests 3 tailles de grains différentes ont dû être tamisées pour obtenir une fraction entre 1 mm et 500 μm , une autre entre 500 μm et 300 μm et la dernière en dessous de 300 μm . Le but est de trouver la meilleure taille pour la séparation.

6. Présentation de la table densimétrique à air

6.1. Présentation de la table

Sur la plupart des tables densimétrique, les différentes matières quittent la table du même côté mais à des niveaux différents. Pour rappel la figure précédente met en évidence (points 1 et 2) les différentes sorties de la matière. Toute la matière quitte la table du côté gauche.

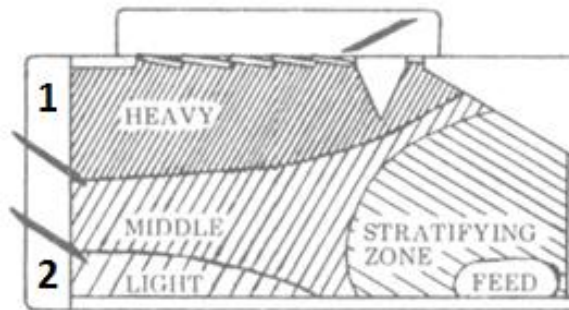


Figure 2 : Schéma d'une table densimétrique courante

Contrairement aux tables densimétriques courantes, sur la table utilisée lors de ce travail, les particules légères quittent la table d'un côté de la table tandis que les particules lourdes la quittent de l'autre côté. Il n'y a pas de sortie pour le produit mélangé. La table possède trois paramètres différents : le débit d'air, la vitesse de vibration et l'inclinaison de la table. Cette table a été choisie pour réaliser les tests car son prix était très compétitif par rapport à d'autres fabricants.

Débit d'air

L'air, dont le débit a été indiqué comme le paramètre le plus important, qui est utilisé pour permettre la fluidisation de la matière est soufflé par un ventilateur situé sous la table. Le ventilateur est équipé d'un variateur de fréquence afin d'ajuster l'intensité du débit, ce paramètre varie de 1845 à 6000 sur le variateur.

Vitesse de vibration

Le mouvement de vibration est réalisé grâce à un excentrique.

À une vitesse trop élevée le mouvement induira un mouvement de toute la matière vers la sortie plutôt dédiée au produit lourd tandis qu'une vitesse trop faible induira un mouvement de toute la matière vers la sortie dédiée au léger. Ce paramètre varie entre 1200 tr/min et 1800 tr/min. Durant les tests ce paramètre a été limité à 1600 tr/min dû à la forte vibration engendrée sur le sol du bâtiment.

Inclinaison

Sur cette table l'inclinaison varie entre 8° et 12° et se modifie manuellement. Une trop forte inclinaison engendre le mouvement de toute la matière vers le déchargement de la fraction légère tandis qu'une trop faible inclinaison engendre le mouvement de toute la matière vers le déchargement de la fraction lourde.

6.2. Alimentateur

L'alimentation est contrôlée par une vis sans fin qui est commandée par une commande externe. Afin de déterminer les meilleurs paramètres, les tests doivent être réalisés au débit minimum de 50 kg/h. Sur site, une fois ces paramètres définis, le débit est augmenté jusqu'à la production recherchée. Cette augmentation de débit engendre une perte d'efficacité, il faut alors choisir un bon compromis entre production et efficacité.

7. Plan des tests

Selon la méthode Taguchi de planification, nous avons trois facteurs différents avec le même nombre de niveaux, c'est-à-dire :

- La vitesse de vibration à trois niveaux : 1200, 1400 et 1600 tr/min.
- Le débit d'air à trois niveaux : 1845, 4000 et 6000. Ces niveaux ont été déterminés afin de limiter le nombre de tests et seront ajustés en fonction des observations obtenues durant les tests.
- L'inclinaison de la table à trois niveaux : 8° , 10° et 12° .

Le tableau orthogonal suivant est utilisé pour couvrir toutes les paires de combinaisons possibles. Au lieu de $3*3*3=27$ tests seulement neuf tests sont réalisés pour les trois dimensions de grain.

	Facteur 1	Facteur 2	Facteur 3
Tests	Inclinaison	Débit d'air	Vitesse de vibration
1	8°	1845	1200
2	8°	4000	1400
3	8°	6000	1600
4	10°	1845	1400
5	10°	4000	1600
6	10°	6000	1200
7	12°	1845	1600
8	12°	4000	1200
9	12°	6000	1400

8. Test sur la dimension de grain fin ($0 < x < 300\mu\text{m}$)

8.1. Plan des tests et données mesurées

Pendant le test numéro 2 (8°, 4000, 1400 tr/min du précédent tableau), toute la matière semblait partir par la sortie d'air. Les niveaux de débit d'air ont donc été ajustés. Le tableau reste le même pour les colonnes facteur 1 et facteur 3 mais pour le facteur 2, il faut remplacer 4000 par 2400 et 6000 par 3000.

Avant chaque test et sur chaque lot de matière, un échantillon est obtenu grâce à un diviseur échantillonneur et analysé par XRF.

Les résultats seront présentés selon les données recueillies suivantes :

- Concentration de tantale dans la fraction lourde en partie par million (ppm).
- Pourcentage en poids de la matière récupérée dans la fraction lourde sur la matière introduite au total.
- Pourcentage en poids du tantale récupéré dans la fraction lourde sur la quantité totale mesurée de tantale introduite au total.
- Un ratio entre ces 2 pourcentages pour mettre en évidence l'obtention du plus de tantale possible en poids dans le moins de matière possible. Ce ratio est bien sûr lié à la concentration.

$$\text{Ratio} = \frac{\% \text{ en poids de tantale récupéré dans la fraction lourde}}{\% \text{ en poids de matière récupéré dans la fraction lourde}}$$

Ce ratio doit être le plus grand possible et permettra de déterminer le meilleur test réalisé.

8.2. Tableau des résultats

Tests	Conc. en tantale (ppm)	Quantité de matière introduite sur la table (kg)	Quantité de tantale introduit sur la table (g)	Concentration en tantale dans la fraction lourde (ppm)	% poids de matière récupérée dans la fraction lourde	% poids de tantale récupéré dans la fraction lourde	Ratio (% poids Ta/% poids de matière)
1	201	42,80	8,60	187	24,24	22,55	93,03
2	151	7,27	1,10	131	34,81	30,20	86,75
3	159	9,17	1,46	103	22,95	14,86	64,78
4	181	21,07	3,81	192	91,17	96,71	106,08
5	166	16,07	2,67	171	89,76	92,47	103,01
6	181	20,15	3,65	367	2,02	4,11	202,76
7	161	8,49	1,37	151	87,20	81,78	93,79
8	192	18,99	3,65	235	12,22	14,95	122,40
9	171	14,04	2,40	176	28,04	28,86	102,92

8.3. Analyse des neuf premiers tests

Le meilleur résultat est obtenu pour le test numéro 6, le ratio est le plus élevé (202,76) de même que la concentration de tantale (367 ppm). La concentration en tantale est deux fois plus élevée que l'initiale cependant celle-ci reste très faible et fort loin de la concentration recherchée pour vendre le produit qui est de 300000 ppm. De plus seulement 4% du tantale en poids est récupéré.

Selon la méthode Taguchi, il est possible de déterminer les meilleurs paramètres. Le ratio pondéral est le paramètre le plus important car il traduit une grande quantité de tantale dans le moins de matière possible. Le minéral le plus recherché pour ce travail est le tantale, les résultats obtenus pour l'étain et le niobium suivent ceux obtenus pour le tantale et sont présentés dans la conclusion du travail pour le meilleur test obtenu. Pour cette raison la manipulation des résultats est réalisée en fonction du ratio obtenu dans la fraction lourde. Le tableau suivant résume les résultats des ratios obtenus pour les différents tests.

	Facteur 1	Facteur 2	Facteur 3	Résultat
Tests	Inclinaison	Débit d'air	Vitesse de vibration	Ratio du % poids fraction lourde
1	8°	1845	1200	93,03
2	8°	2400	1400	86,75
3	8°	3000	1600	64,78
4	10°	1845	1400	106,80

	Facteur 1	Facteur 2	Facteur 3	Résultat
Tests	Inclinaison	Débit d'air	Vitesse de vibration	Ratio du % poids fraction lourde
5	10°	2400	1600	103,01
6	10°	3000	1200	202,76
7	12°	1845	1600	93,79
8	12°	2400	1200	122,40
9	12°	3000	1400	102,92

Grâce à ces résultats, la première analyse qui peut être réalisée est de calculer la moyenne des résultats pour chaque facteur en fonction de son niveau.

Moyenne du ratio du % poids fraction lourde			
Facteurs	Inclinaison	Débit d'air	Vitesse de vibration
Niveau 1	81,52	97,63	139,40
Niveau 2	137,28	104,05	98,59
Niveau 3	106,37	123,49	87,19

Par exemple la cellule qui est surlignée en gris est calculée suivant la formule suivante et en utilisant les données surlignées en gris dans la colonne résultat du le tableau précédent :

$$\frac{86,75 + 103,01 + 122,40}{3} = 104,05$$

Ces résultats ont été obtenus en paramétrant le débit d'air à son niveau 2 (2400 surligné en gris colonne débit d'air)

La même moyenne est réalisée pour chaque facteur à chaque niveau différent pour remplir le tableau. Ce tableau peut être transformé en graphique (figure 3) pour être plus facilement interprété.

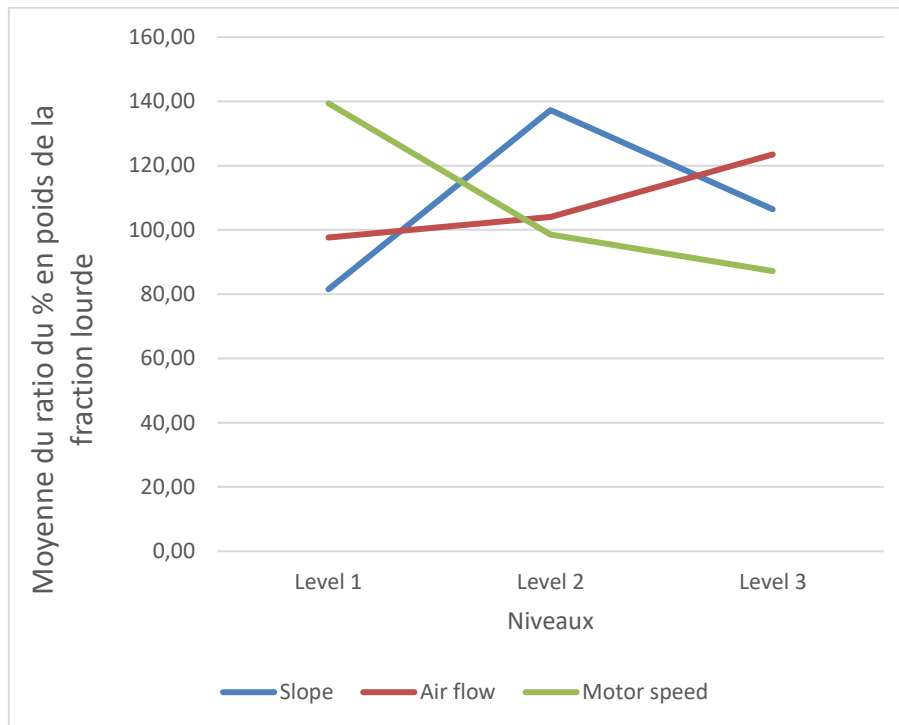


Figure 3 : Évolution du ratio du pourcentage en poids en fonction des niveaux pour chaque facteur

Chaque courbe est indépendante et doit être traitée comme telle.

La meilleure inclinaison semble être à 10°, le meilleur débit d'air au niveau 3 (3000) et la vitesse de vibration à 1200 tr/min (niveau 1).

Selon la méthode Taguchi, le meilleur résultat doit être obtenu en utilisant ces paramètres là (10°, 3000, 1200 tr/min). Le test numéro 6 a été réalisé selon ces paramètres.

Le débit d'air maximum avait été fixé à 3000 étant donné que toute la matière semblait sortir par la cheminée d'extraction de la table. Étant donné les résultats obtenus sur le graphique qui révèlent que plus le débit d'air est important meilleur est le résultat obtenu, quatre tests supplémentaires sont réalisés afin de valider la méthode à des débits d'air correspondants aux valeurs de 4500 et 6000.

8.4. Tests supplémentaires pour la dimension de grain fin

Pour ces tests, l'inclinaison de la table, étant celle où les meilleurs résultats sont obtenus, est de 10°.

La vitesse de vibration de 1200 tr/min a permis d'obtenir le meilleur ratio (202,76) et la meilleure concentration en tantale (367 ppm) au test numéro 6 cependant seulement 4.11% en poids de tantale a été récupéré. Afin d'essayer d'obtenir un meilleur pourcentage de récupération dans la fraction lourde, deux tests supplémentaires sont réalisés à 1400 tr/min et 1600 tr/min. Ces deux tests permettront de valider ou non la méthode Taguchi concernant la meilleure vitesse de vibration qui serait de 1200 tr/min.

Si le meilleur résultat obtenu est à une vitesse de vibration de 1400 tr/min, un test final sera réalisé à 1200 tr/min et au meilleur paramètre de débit d'air obtenu.

En résumé, les tableaux suivants présentent les tests supplémentaires et les résultats obtenus.

Tests	Inclinaison	Débit d'air	Vitesse de vibration
10	10°	4500	1400
11	10°	6000	1600
12	10°	4500	1600
13	10°	6000	1400

T	Conc. initial en tantale (ppm)	Quantité de matière introduite sur la table (kg)	Quantité de tantale introduit sur la table (g)	Conc. en tantale dans la fraction lourde (ppm)	% poids matière récupérée fraction lourde	% poids tantale récupérée fraction lourde	Ratio (%poids Ta/% poids matière)
10	188	8,07	1,52	271	4,56	6,57	144,15
11	188	7,28	1,37	764	1,19	4,85	406,38
12	188	7,16	1,35	168	7,96	7,11	89,36
13	188	7,46	1,40	578	1,03	3,17	307,45

Ces résultats sont concluants, le ratio et la concentration de tantale obtenus augmente de 367 ppm (résultat obtenu au test numéro 6) à 578 ppm pour le test numéro 13 et plus du double pour le test numéro 11 qui atteint une concentration de tantale dans la fraction lourde de 764 ppm.

Le ratio suit aussi les mêmes conclusions pour augmenter de 202,76 à 406,38 au test numéro 11. Ce ratio est le plus important car il permet de comparer les tests étant donné que la concentration initiale de tantale n'est pas la même pour tous les tests. Il est aussi très important car il met en évidence l'objectif principal qui est de récupérer le plus de tantale dans le moins de matière possible.

8.5. Validation des analyses XRF par comparaison des densités

Le test consiste à comparer le poids des matières récupérées dans la fraction lourde au poids des matières récupérées dans la fraction légère. Afin de réaliser ce test, un tube gradué est utilisé pour mesurer le même volume de matière à l'aide d'une balance précise au centième près.

Le test est réalisé pour les matières obtenues au test numéro 11.

Le poids de la matière légère est de 12,58 g pour 10 ml et le poids de la fraction lourde est de 14,44 g pour le même volume. Le poids de la fraction lourde est 15% plus grande que la fraction légère ce qui confirme les résultats obtenu avec le XRF qui est que les particules les plus lourdes (Tantale, niobium et étain) sont dans la partie lourde en plus grande concentration.

8.6. Analyses des résultats des tests supplémentaires pour la dimension de grain fin

Ces résultats confirment en partie la théorie de la méthode Taguchi. L'augmentation du débit d'air à 6000 permet d'augmenter la concentration de tantale et le ratio pour deux tests (11 et 13).

Cependant une augmentation du débit d'air à 4500 a diminué le ratio de 202,67 pour le test 6 à 114,15 pour le test numéro 10 et 89,36 pour le test numéro 12. Ces résultats peuvent être expliqués par le fait que pour le test numéro 6 le débit d'air réglé à 3000 et la vitesse de vibration à 1200 tr/min engendrent seulement le mouvement des très lourdes particules dans la fraction lourde et donc seulement 2,02% en poids de la matière introduite sur la table sont récupérés dans la fraction lourde. Tandis que les tests réalisés à 1400 tr/min (10 et 12) à un débit d'air plus élevé permettent d'obtenir une meilleure fluidisation de la matière mais qui n'est pas suffisante et qui est masquée par le fait qu'une plus haute vitesse de vibration induit que plus de matière arrive dans la fraction lourde pour atteindre 4,56% en poids pour le test 10 et 7,96% en poids de matière récupérée pour le test 12 ce qui dilue la concentration en tantale.

Le meilleur résultat obtenu à un débit d'air de 6000 peut être expliqué par le fait que la fluidisation de la matière est nettement meilleure que les tests réalisés à un débit d'air de 3000 et 4500 mais une grande partie des particules légères sort par la bouche de sortie d'air de la table. Il est connu que plus la vitesse de vibration est importante plus la quantité de matière récupérée dans la fraction lourde est importante et cette matière est principalement constituée de particules lourdes (Tantale, niobium et étain). C'est pour cette raison qu'il y a un peu plus de matière dans la fraction lourde avec une vitesse de vibration de 1600 tr/min (1,19% en poids de matière) pour le test numéro 11 que pour le test numéro 13 qui récupère 1,03% en poids de la matière à une vitesse de vibration de 1400 tr/min.

Le test à 1200 tr/min et à un débit d'air de 6000 n'est pas réalisé à cause de la diminution de matière présente dans la fraction lourde expliquée au paragraphe précédent.

La méthode Taguchi est donc validée pour les débits d'air mais pas pour la vitesse de vibration car la concentration de tantale obtenu dépend, comme prévu dans la théorie, principalement du paramètre de débit d'air. Même si la méthode n'est pas totalement validée elle a permis d'augmenter fortement la concentration en quelques tests.

9. Tests sur la dimension de grain moyen ($300 \mu\text{m} < x < 500 \mu\text{m}$)

Comme la matière est plus lourde que les grains fins et que les tests ont été réalisés avant les tests complémentaires pour le grain fin, le débit d'air de ce plan de test a été augmenté jusqu'à une valeur de 5000 et non 6000 car les résultats pour les tests complémentaires sur le grain fin n'étaient pas encore disponibles.

9.1. Plan des tests et données mesurées

Il s'agit donc du même tableau présenté au paragraphe 7, il faut remplacer 4000 par 3500 et 6000 par 5000 en ce qui concerne le facteur 2. Les autres sont les mêmes.

A cause des résultats surprenants obtenus avec le XRF, en plus des données développées au chapitre 8.1 « Plans des tests et données mesurées », les données recueillies dans la fraction légère sont aussi analysées. Elles se présentent de la même manière que celle présentée au paragraphe 8.1.

9.2. Tableaux des résultats

Ci-dessous le tableau des résultats obtenus pour la dimension de grain moyen.

	Conc ini- tiale en tan- tale (ppm)	Quantité de matière intro- duite sur la table (kg)	Quantité de tantale intro- duit sur la table (g)	Conc. en tantale frac- tion lourde (ppm)	% poids de matière récupé- rée fraction lourde	% poids de tantale récupé- ré fraction lourde	Ratio fraction lourde (% poids Ta/% poids matière)	Conc. en tantale frac- tion légère (ppm)	% poids de matière récupé- rée fraction légère	% poids tantale récupé- ré frac- tion légère	Ratio fraction légère (% poids Ta/% poids matière)
1	142	15,15	2,15	105	92,81	68,63	73,94	328	4,44	10,26	230,99
2	142	15,36	2,18	127	84,32	75,41	89,44	309	12,64	27,51	217,61
3	111	7,75	0,86	122	25,81	28,37	109,91	111	75,66	75,66	100
4	115	14,56	1,67	114	98,75	97,89	99,13	297	2,20	5,69	258,26
5	151	9,79	1,48	90	90,88	54,16	59,60	324	8,89	19,07	214,57
6	142	10,01	1,42	166	12,64	14,77	116,90	130	84,05	76,95	91,55
7	118	7,94	0,94	104	96,46	85,02	88,14	329	2,95	8,21	278,81
8	111	9,58	1,06	85	58,13	44,51	76,58	138	36,65	45,57	124,32
9	106	8,98	0,95	347	2,66	8,72	327,36	113	91,54	97,59	106,60

9.3. Analyse des neuf premiers tests

Les résultats obtenus avec le XRF sont vraiment surprenants. Le seul test concluant et logique est le test numéro 9 avec une concentration de tantale dans la fraction lourde de 347 ppm et un ratio de 327,36.

Concernant les autres tests, étrangement, les plus hautes concentrations de tantale sont observées dans la fraction légère. Ces résultats sont étranges mais peuvent être expliqués par le fait que les grains ont une dimension entre 300 μm et 500 μm et que pour avoir une bonne analyse avec le XRF il faut que les grains aient une dimension de 50 μm . Pour le grain fin ce problème n'est pas apparu car la plupart des grains avaient une dimension proche des 50 μm tandis que pour les grains moyens on s'en éloigne fortement et l'analyse XRF n'est plus suffisamment correcte. Malheureusement, aucune méthode de broyage n'est disponible dans le laboratoire pendant ce travail. Tous les échantillons sont stockés dans des petits sachets en plastique et pourront être broyés et analysés dans le futur pour avoir une meilleure analyse par XRF ou pour réaliser une analyse chimique.

L'analyse visuelle est beaucoup plus concluante, pour le test numéro 2 et une différence forte se présente entre la fraction lourde et la fraction légère. Dans la fraction

lourde les grains sont beaucoup plus distants et consistants tandis que la matière recueillie dans la fraction légère est beaucoup plus volatile et les grains moins distincts.

Ces résultats visuels semblent être liés à une plus grande concentration de tantale obtenu dans les fractions légères par mesure avec le XRF. C'est pourquoi les analyses par la méthode Taguchi seront basées sur les résultats obtenus dans la fraction légère.

Selon la même technique développée pour les grains fins on obtient le graphique suivant :

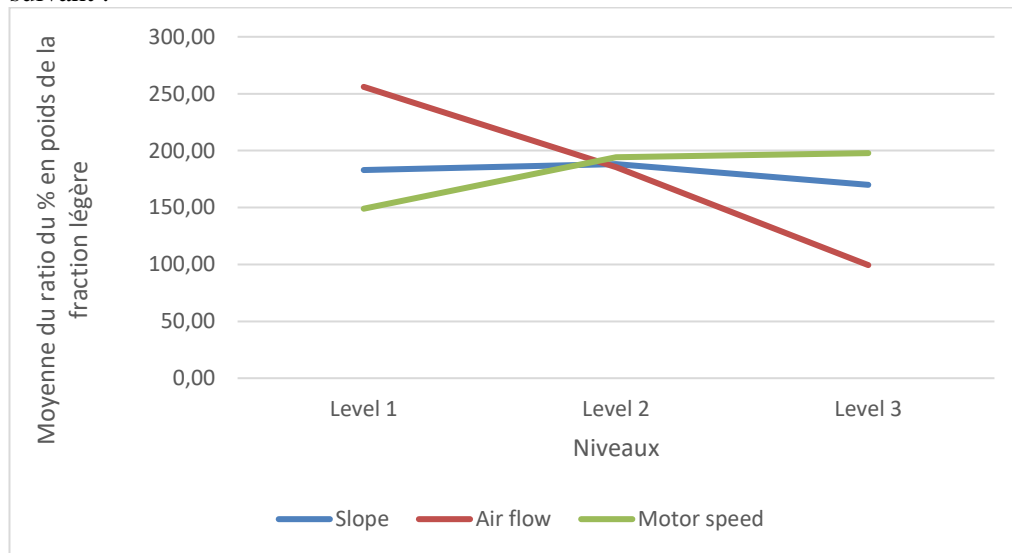


Figure 4 : Évolution du ratio du pourcentage en poids en fonction des niveaux pour chaque facteur

Chaque courbe est indépendante et doit être traitée comme telle.

La meilleure inclinaison semble être 8° et 10° , le meilleur débit d'air au niveau 1 (1845) et la vitesse de vibration à 1600 tr/min (niveau 3).

Suivant la méthode Taguchi, le meilleur résultat doit être obtenu en utilisant ces paramètres là (8° ou 10° , 1845, 1600 tr/min). Ces deux combinaisons de paramètres n'ont pas encore été testées et sont donc mises en place.

Un autre critère est le pourcentage en poids de matière récupérée dans la fraction légère combiné avec une bonne observation visuelle de séparation. La plupart des tests qui donnent un haut ratio du pourcentage en poids dans la fraction légère donnent aussi un faible pourcentage en poids de matière récupérée dans la fraction légère comme on peut le voir sur le tableau suivant :

Tests	Ratio fraction légère (%poids Ta/% poids de matière)	% poids de matière récupérée dans la fraction légère
1	230,99	4,44
2	217,61	12,64
4	258,26	2,20
5	214,57	8,89
7	278,81	2,95

Les tests numéro 1, 4 et 7 récupèrent seulement entre 2 et 4,5% en poids de la matière injectée sur la table. Tandis que les tests numéro 2 et 5 récupèrent 12,65% et 8,89% en poids de la matière injectée sur la table. Le tableau suivant rappelle les combinaisons de paramètres utilisés pour ces deux derniers tests.

	Facteur 1	Facteur 2	Facteur 3
Tests	Inclinaison	Débit d'air	Vitesse de vibration
2	8°	3500	1400
5	10°	3500	1600

Compte tenu de ces observations, un test supplémentaire est à réaliser. Le but est d'obtenir le même résultat visuel que pour les tests 2 et 5 mais en essayant d'augmenter le pourcentage de matière récupérée dans la fraction légère. Pour cela on peut essayer d'augmenter l'inclinaison ou de diminuer la vitesse de vibration mais la combinaison 12°, 3500 et 1200 tr/min a été réalisée lors du test numéro 8 et a donné un piètre résultat, les paramètres ne seront donc pas modifiés ensemble lors des deux tests. En plus des deux tests complémentaires définis par la méthode Taguchi, le troisième test complémentaire se fait à une inclinaison de 12°, 3500 et 1600 tr/min. Si l'inclinaison de la table augmente cela engendrera que plus de matière se retrouvera dans la fraction légère.

Un autre test qui pourrait être réalisé dans le futur aurait la combinaison suivante : 8°, 3500 et 1200 tr/min

9.4. Tests supplémentaires pour la dimension de grain moyen

Le tableau suivant présente les résultats des tests complémentaires. Les résultats présentent seulement les données recueillies dans la fraction légère comme développé pour le premier test pour cette dimension de grain.

Tests	Inclinaison	Débit d'air	Vitesse de vibration	Ratio fraction légère (%poids Ta/% poids de matière)	% poids de matière récupérée fraction légère
10	8°	1845	1600	199,28	0,22
11	10°	1845	1600	207,97	0,57
12	12°	3500	1600	97,38	62,53

9.5. Analyses des résultats des tests supplémentaires pour la dimension de grain moyen

Aucun des tests complémentaires n'est vraiment concluant, les 2 premiers tests (10 et 11) ne donnent pas un mauvais ratio comparé au test numéro 9 cependant ce ratio est plus bas que pour le test numéro 1 (230,99) et le test numéro 7 (278,81), de plus la séparation n'est pas concluante car seulement 0,22% et 0,57% en poids de la matière injectée, est récupérée pour ces tests.

Concernant le test numéro 12, l'effet recherché est obtenu car 62,53% de la matière injectée est récupérée dans la fraction légère cependant l'observation visuelle n'est pas bonne, il semble que la séparation est loin d'être optimale car trop de matière est récupérée du côté de la fraction légère.

En conclusion la meilleure séparation obtenue basée sur l'observation visuelle et le pourcentage en poids de matière récupérée dans la fraction légère pour cette dimension de grain est obtenue lors des tests numéro 2 et 5. Le tableau suivant rappelle les combinaisons utilisées pour ces tests et le pourcentage de matière récupérée dans la fraction légère.

	Facteur 1	Facteur 2	Facteur 3	Résultats
Tests	Inclinaison	Débit d'air	Vitesse de vibration	% poids de matière récupéré fraction légère
2	8°	3500	1400	12,64
5	10°	3500	1600	8,89

Afin de valider les résultats obtenus lors de ces 2 tests, un test de comparaison densimétrique est réalisé.

9.6. Validation des observations visuelles par comparaison densimétrique

Le test est réalisé avec les matières récupérées dans la fraction lourde et la fraction légère du test numéro 2.

La masse de la matière dans la fraction légère est de 16,99 g pour un volume de 25 ml tandis que la matière récupérée dans la fraction lourde présente une masse de 34,06 g pour le même volume.

Ce résultat valide les observations visuelles et renforce l'idée que l'analyse XRF n'est pas considérée comme suffisamment correcte pour cette dimension de grain. Afin d'obtenir un résultat correct avec l'analyseur XRF il faudra broyer les particules afin d'atteindre 50 μm .

10. Test sur la dimension de grain épais ($500 \mu\text{m} < x < 1 \text{ mm}$)

Pour cette dimension de grain, le plan de test développé au paragraphe 7 « Plan des tests » est respecté.

10.1. Tableaux des résultats

Comme attendu les résultats obtenus avec le XRF sont aussi surprenants que ceux obtenus pour le grain de dimension moyenne. Dans ce sens les résultats présentés ci-après suivent le même principe que pour le grain moyen.

Ci-dessous se trouvent les résultats obtenus pour le grain épais dans les fractions lourde et légère.

	Conc ini- tial en tan- tale s t (ppm)	Quantité de matière intro- duite sur la table (kg)	Quantité de tantale intro- duit sur la table (g)	Conc. de tantale frac- tion lourde (ppm)	% poids de matière récupé- rée fraction lourde	% poids de tantale récupé- ré fraction lourde	Ratio fraction lourde (% poids Ta/% poids de matière)	Conc. de tantale frac- tion légère (ppm)	% poids de matière récupé- rée fraction légère	% poids de tantale récupé- ré fraction légère	Ratio fraction légère (%poids Ta/% poids de matière)
1	148	10,23	1,46	139	99,87	97,08	97,20	332	0,08	0,18	232,17
2	148	10,06	1,44	81	64,85	36,74	56,64	199	33,75	46,97	139,16
3	148	10,04	1,44	103	24,63	17,74	72,03	149	70,57	73,53	104,20
4	148	10,61	1,52	126	98,73	86,99	88,11	371	1,21	3,13	259,44
5	125	10,61	1,47	95	90,65	61,95	68,35	331	9,27	22,06	238,13
6	148	10,03	1,43	149	50,30	52,41	104,20	169	41,82	49,42	118,18
7	148	9,21	1,32	129	95,21	85,89	90,21	371	4,57	11,87	259,44
8	148	10,55	1,51	108	52,79	39,87	75,52	177	46,28	57,28	123,78
9	125	10,03	1,39	120	7,01	6,05	86,33	126	81,75	74,11	90,65

10.2. Analyse des neuf premiers tests

Les résultats obtenus avec le XRF ne sont donc pas logiques. Il n'y a pas de test concluant et logique étant donné que les concentrations en tantale mesurées dans la fraction lourde sont plus basses que les concentrations initiales en tantale. Cela peut s'expliquer par le fait que la matière récupérée dans la fraction légère contient plus de grains de tantale libérés qui sont plus facilement détectés par le XRF et que dans la fraction lourde il y a certainement une meilleure concentration en tantale mais que les grains ne sont pas libérés et donc non détectés convenablement par le XRF. De plus la dimension de la matière est située entre 500 μm et 1 mm et pour avoir une bonne analyse XRF cette dimension doit être de 50 μm . Les analyses par XRF ne sont donc pas suffisamment correctes.

Comme pour les grains moyens, une analyse par observation visuelle est envisagée. La différence de couleur et « texture » est très marquée pour le test numéro 5.

Les résultats visuels concluants sont aussi liés à une haute concentration en tantale dans la matière récupérée dans la fraction légère. L'analyse par la méthode Taguchi est donc basée sur les résultats obtenus pour la fraction légère. Le graphique suivant reprend les analyses selon Taguchi.

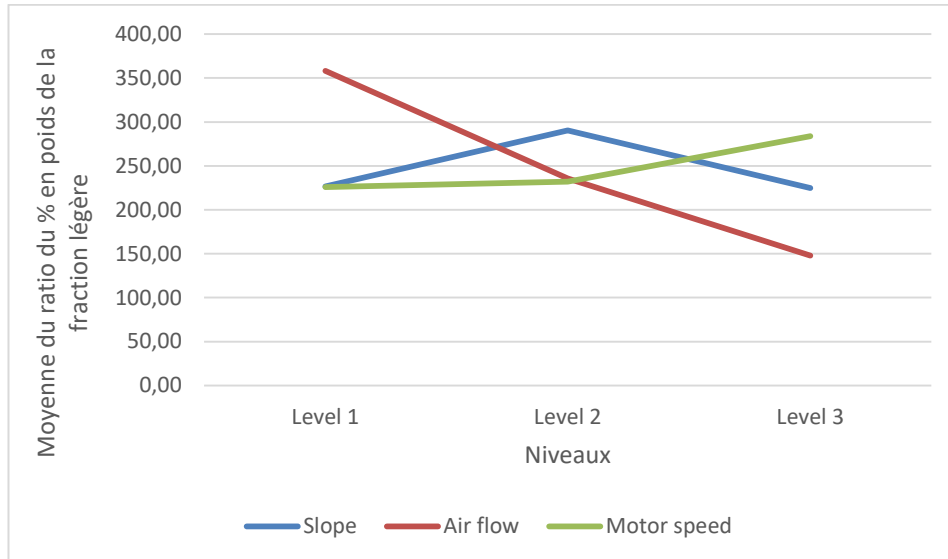


Figure 5 : Évolution du ratio du pourcentage en poids en fonction des niveaux pour chaque facteur

Chaque courbe est indépendante et doit être traitée comme telle.

La meilleure inclinaison semble être 10° , le meilleur débit d'air au niveau 1 (1845) et la vitesse de vibration à 1600 tr/min (niveau 3).

Selon la méthode Taguchi, le meilleur résultat doit être obtenu en utilisant ces paramètres là (10° , 1845, 1600 tr/min). Cette combinaison de paramètre n'a pas encore été testée et doit être mise en place.

Comme pour le grain moyen, un autre critère est le pourcentage en poids de matière récupérée dans la fraction légère combiné avec une bonne observation visuelle de séparation. La plupart des tests qui donnent un haut ratio du pourcentage en poids dans la fraction légère donnent aussi un faible pourcentage en poids de matière récupéré dans la fraction légère comme on peut le voir sur le tableau suivant.

Tests	Ratio fraction légère (% poids Ta/% poids de matière)	% poids de matière récupérée fraction légère
1	232,17	0,08
4	259,44	1,21
5	238,13	9,27
7	259,44	4,57

Les tests numéros 1 et 4 permettent de récupérer seulement 0,08% et 1,21% en poids de la matière injectée sur la table. Tandis que les tests numéro 5 et 7 récupèrent 9,27% et 4,57% en poids de la matière injectée. La quantité matière récupérée dans la fraction légère au test numéro 5 est deux fois plus grande que celle récupérée au test numéro 7. Même si le ratio est meilleur pour le test numéro 7, le test numéro 5 semble être le meilleur car le pourcentage en poids de matière récupérée est plus important. Le tableau suivant rappelle les combinaisons de paramètres utilisées pour ces deux tests.

	Facteur 1	Facteur 2	Facteur 3
Tests	Inclinaison	Débit d'air	Vitesse de vibration
5	10°	4000	1600

Le seul test complémentaire qui est réalisé avec la combinaison suivante 10°, 1845 et 1600 tr/min a pour but d'augmenter le ratio et de valider la méthode Taguchi.

10.3. Test supplémentaire pour la dimension de grain épais

Le tableau qui suit présente le résultat obtenu pour le test complémentaire. Le résultat analysé est le ratio entre le pourcentage en poids de tantale récupéré et le pourcentage en poids de matière récupérée dans la fraction légère.

Tests	Inclinaison	Débit d'air	Vitesse de vibration	Ratio (% en poids Ta / % en poids Matière)
10	10°	1845	1600	271,65

10.4. Analyses des résultats du test supplémentaire pour la dimension de grain épais

Le test complémentaire est concluant, le ratio augmente de 259,44 à 271,65. Ce résultat confirme que pour cette dimension de grain la méthode Taguchi reste efficace. Cependant ce résultat n'est pas vraiment intéressant car seulement 0,24% de la matière injectée sur la table est récupérée dans la fraction légère.

En conclusion la meilleure séparation, basée sur les observations visuelles et sur le rapport des pourcentages en poids obtenu dans la fraction légère pour la dimension de grain épais, est obtenue au test numéro 5 ! Le tableau suivant rappelle la combinaison de paramètres utilisée et le résultat obtenu.

Tests	Inclinaison	Débit d'air	Vitesse de vibration	% poids de matière récupérée fraction légère
5	10°	4000	1600	9,27

Pour valider les observations visuelles, un test de densité est de nouveau réalisé.

10.5. Validation des observations visuelles par comparaison densimétrique

La comparaison densimétrique est réalisée sur la matière récupérée au test numéro 5.

La masse de la matière récupérée dans la fraction légère est de 15,75 g pour 25 ml tandis que la masse de la matière récupérée dans la fraction lourde est de 33 g pour le même volume. C'est-à-dire 2,1 fois plus lourde que pour la fraction légère. Ce résultat confirme les observations et la théorie comme de quoi une bonne séparation est réalisée et que les analyses par XRF ne sont pas correctes pour cette dimension de grain. La matière doit absolument être broyée à 50 μm ou s'en rapproché pour effectuer une analyse par XRF.

11. Conclusion

11.1. Conclusion pour le grain fin

Le tableau suivant rappelle les meilleurs tests réalisés pour la dimension de grain la plus fine et présente les résultats obtenus pour le tantale et l'étain.

Dimension des grains	Tantale			Etain		
	Conc. initiale (ppm)	Conc. fraction lourde (ppm)	% poids tantale récup. fraction lourde	Conc. initiale (ppm)	Conc. fraction lourde (ppm)	% poids étain récupéré fraction lourde
x<300 μm	188	764	4,85	648	9736	17,95

La concentration de tantale augmente plus de quatre fois mais reste faible. Cette concentration est très loin de la concentration recherchée pour qu'il puisse être vendu. De plus seulement 4,85% en poids du tantale injecté sur la table sont récu-

pérés dans la fraction lourde. Pour la fraction légère l'utilisation d'une table densimétrique à air ne semble pas être une bonne solution à première vue. La concentration pourrait certainement augmenter un peu plus si l'on retraitait la matière récupérée dans la fraction lourde et réaliser une nouvelle campagne de tests afin de redéfinir les meilleurs paramètres pour obtenir une bonne séparation lors de ce retraitement.

Cependant même si la concentration de tantale augmenterait via cette technique, au maximum seulement 4,85% en poids de tantale pourront être récupérés ce qui engendre une énorme perte de tantale et donc une solution non viable économiquement. Cela serait intéressant d'utiliser un séparateur d'air à la bouche de sortie d'air de l'unité afin de savoir si l'on peut obtenir une meilleure récupération du tantale car cette sortie représente la perte de 52,4% en poids du tantale injecté dans l'unité.

11.2. Conclusion pour le grain moyen et épais

Le tableau suivant rappelle les meilleurs tests réalisés pour le grain de dimensions moyenne et épaisse. Les analyses réalisées par XRF n'étant pas concluantes, la conclusion est alors basée sur les résultats obtenus par les observations visuelles et le pourcentage de matière récupérée dans la fraction légère. Les observations visuelles sont confirmées par les tests de comparaison densimétrique qui ont été réalisés dans les paragraphes précédents.

Dimension des grains	% poids de matière récupérée fraction légère	Rapport masse entre fraction lourde et fraction légère pour le même volume
300<x<500µm	12,64	2,01
500<x<1000µm	9,27	2,55

En accord avec ces résultats, nous pouvons dire certainement qu'il y a bien une séparation entre les matières lourdes et légères et que les matières légères se retrouvent bien dans la fraction légère. Ces résultats mettent en évidence le fait qu'il semble être possible d'éliminer à peu près 10% de matière légère qui ne contient pas les éléments ciblés. Si l'idée d'une présence faible de grains de tantale dans la fraction légère se confirme, ce type d'unité pourrait être utilisé en début de processus afin d'éliminer des quantités significatives de matière stérile. Cependant les échantillons obtenus doivent être broyés et réanalysés au XRF ou par une méthode chimique afin de valider cette théorie. Si ces analyses révèlent qu'il reste une petite quantité de tantale et d'étain dans la fraction légère, un processus de retraitement pourrait être mis en place pour optimiser la récupération.

Les grains de tantale et d'étain ne sont pas totalement libérés pour les dimensions de grains moyens et épais ce qui rend la séparation par stratification difficile. Ef-

fectivement il se peut que les grains contenant différents éléments en proportions différentes aient la même densité mais pas la même taille. Ce qui engendre que l'on récupère dans la partie légère les petits grains impurs et les très petits grains purs de tantale et qui ont une faible masse.

En conclusion, même si l'utilisation d'une technique de concentration densimétrique par voie sèche donne des résultats, ceux-ci restent actuellement limités. L'utilisation de ce type d'unité serait justifiée dans le cas où les analyses plus précises révèlent une très faible concentration de tantale dans la fraction légère pour les grains de dimension moyenne et épaisse dans le but d'éliminer 10% de la matière non recherchée.

12. Sources

Seules les sources les plus utilisées sont mentionnées.

- [1] AGULYANSKY, A., *Chemistry of Tantalum and Niobium Fluoride Compounds*, Israel, Fluortech Ltd, 2004.
- [2] TAGGART, A., *Handbook of Mineral Dressing*, New York, John Wiley & Sons, 1967.
- [3] ELSEVIER (page consultée le 5 février 2016), *Hydrometallurgy*,
<http://sourcedb.ipe.cas.cn/zw/lwlb/200909/P020090909608577123244.pdf>
- [4] TANTALUM-NIOBIUM INTERNATIONAL STUDY CENTER (T.I.C) (site consulté le 14 mars 2016), *About Tantalum*, <http://tanb.org/tantalum>
- [5] AMERICAN INSTITUTE OF CHEMICAL ENGINEERS (document consulté le 15 février 2016), *Introduction to Fluidization*,
<http://www.aiche.org/sites/default/files/cep/20141121.pdf>
- [6] CHAUVEAU, J.-C. & CHASSAING, J.-P. (document consulté le 21 mars 2016), *Introduction à la méthode des plans d'expériences par la méthode Taguchi*,
http://www.iufmrese.cict.fr/contrib/asserv/introTaguchi_CNED.pdf
- [7] ENGINEERING STATISTICS HANDBOOK (page consultée le 25 février 2016), *Three-level, mixed level and fractional factorial designs*,
<http://www.itl.nist.gov/div898/handbook/pri/section3/pri33a.htm>
- [8] AMETEK (page consultée le 12 avril 2016), *Principe de fonctionnement d'un spectromètre ED-XRF*,
<http://representatives.spectro.com/spectro-france/products/xrf/principe>