



UNIVERSITE ABDERAHMANE MIRA - BEJAIA
FACULTE DE TECHNOLOGIE

DEPARTEMENT DES MINES ET GEOLOGIE

Mémoire de Master

En vue de l'obtention du Diplôme de Master en Mines et géologie

Option : Valorisation des Ressources Minières

Thème

*Influence des réactifs sur l'enrichissement du
minerai de phosphate de Djebel Onk par
flottation inverse étagée*

Soutenu le 28/06 /2014 devant le jury composé de:

Présidente: M^{me} F. BARKA

Examinatrices: M^{me} Z. BENKHODJA

M^{me} S. HAMOUDI

Encadreur: M^r A/N. BEZZI

Co-promoteur : M^r F. AIT MERZEG

Présenté par :

HAMDINI Djamel

Année Universitaire: 2013-2014

Remerciement

Je remercie tout d'abord Dieu le Tout Puissant de m'avoir donné le courage, la patience et la volonté pour effectuer ce travail.

*Le présent travail a été réalisé au Laboratoires de Technologie des Matériaux et du Génie des Procédés, de la Faculté de Technologie de l'Université Aberrahmane MIRA Bejaïa, Sous la direction de Monsieur **BEZZI A/Nacer**.*

*Je tiens à remercier mon Directeur de mémoire, **BEZZI A/Nacer** Professeur à l'Université de Béjaïa, de m'avoir accueilli dans son laboratoire et dans son équipe de recherche. Ses conseils et son intérêt pour mes travaux m'ont encouragé et ont été pour moi d'une aide inestimable.*

*Je désire aussi remercier mon Co-promoteur Monsieur **AIT MERZEG FARID** qui s'est toujours montré à l'écoute et très disponible tout au long de la réalisation de ce projet, ainsi que pour les nombreuses idées qui m'a donné pour l'amélioration de ce travail et le temps qu'il a bien voulu me consacrer.*

*Je remercie mon cher jury d'avoir assister et évaluer ce medeste travail, je commence par la présidente Madame **BARKA FATIHA** ainsi que Madame **BENKHODJA ZAHRA** et Madame **HAMOUDI SOUAD**.*

Dédicaces

*Je dédie ce travail à mes parents **AMAR** et **DEHBIA** qui se sont sacrifiés pour moi, en espérant un jour faire de même pour eux, et qui m'ont soutenu tout au long de mon étude, que Dieu les bénisse.*

*À mes frères **SAID**, **AHMED** et **HOCINE** ainsi que à mes chères soeurs **DALILA** et **HASSINA** à qui je souhaite tout le bonheur du monde.*

*À mes amis et en particulier à **M .HICHEM**, **G. MOUNIR**, **F. KHALED**, **I. SAID** et à tout ce qui m'ont soutenus de près ou de loin.*

*À ma chère copine **Z. IMEN***

.

Glossaire

GLOSSAIRE

Adhésion : L'adhésion est l'ensemble des phénomènes physico-chimiques qui se produisent lorsque l'on met en contact intime deux matériaux, dans le but de créer une résistance mécanique à la séparation.

Agrégat : Un agrégat est un objet (concret ou abstrait) résultant de la réunion d'un ensemble d'éléments distincts mais pas forcément de nature différente.

Attrition : Opération visant à détacher les particules fines qui adhèrent aux grosses particules et à nettoyer les particules de la couche de contaminants qui les enrobe par friction des particules les unes contre les autres.

Concentré : Produit obtenu à la sortie d'un procédé minéralurgique comportant la portion enrichie (minéraux de valeur ou substances contaminants).

Diffraction : Déviation que subit la direction de propagation des ondes (lumineuses ou rayons X) lorsque celles-ci rencontrent un obstacle ou une ouverture dont les dimensions sont du même ordre de grandeur que leur longueur d'onde (la diffraction des rayons X sert à identifier les minéraux).

Écume : Mousse blanchâtre qui se forme à la surface des liquides agités.

Flottation : Procédé minéralurgique qui exploite l'affinité des surfaces hydrophobes (naturelles ou stimulées) des particules pour les bulles d'air afin d'effectuer une séparation.

Gangue : Substance stérile associée au minerai ou qui entoure une pierre précieuse dans un gisement. Il s'agit donc des minéraux indésirables dont la valeur est négligeable.

Granulométrie : Mesure des dimensions des grains d'un mélange dont le résultat est présenté sous forme de répartition statistique (distribution).

Matrice : Ensemble des solides de nature minérale et/ou végétale constituant la portion naturelle d'un échantillon et sur lesquels peuvent se fixer des substances contaminants.

Minerai : Élément de terrain contenant des minéraux utiles en proportion appréciable, et qui demandent un traitement pour être utilisés par l'industrie.

Minéralogie : Branche de la géologie qui traite des minéraux, de leurs propriétés chimiques et physiques ainsi que de leur identification.

Minéralurgie : Ensemble des procédés par lesquels un minerai brut extrait d'une mine est séparé afin de le débarrasser des minéraux indésirables dont la valeur est négligeable.

Minéraux : Solides naturels homogènes, habituellement formé par des procédés inorganiques, dont la composition est définie et qui présentent un arrangement atomique ordonné.

Mousse : La mousse est un milieu complexe constitué d'un matériau solide ou liquide intimement mêlé à du gaz. On parle respectivement de mousses liquides et solides.

Polarité : Etat particulier d'un système où l'on peut distinguer deux pôles (électriques ou magnétiques).

Propriété hydrophobe : Propriété d'une surface de ne pas se laisser mouiller par l'eau.

Pulpe : Mélange solide/liquide dont la principale caractéristique est le pourcentage de solides qu'il contient.

Refus : Partie de l'échantillon qui n'est pas passée à travers les mailles du tamis, la partie des grains retenue dans un tamis.

Refus cumulé : C'est la somme de tous les refus, celui du tamis lui même plus tous les refus des tamis de maille plus grande. Il peut être exprimé en gramme ou en % de refus cumulés.

Rejet : Produit obtenu à la sortie d'un procédé minéralurgique comportant la portion appauvrie.

Tamisât : Partie de l'échantillon passé à travers les mailles du tamis.

Liste des tableaux

LISTE DES TABLEAUX

TABLEAU	TITRE	PAGE
Tableau I.1	Evaluation de la consommation du phosphate algérien de 1980 à 1998	12
Tableau II.1	Les collecteurs utilisés pour la flottation des phosphates	18
Tableau III. 1	Les pourcentages des passants (tamisât) cumulés et des refus cumulés	29
Tableau III.2	Analyses chimiques des éléments majeurs du phosphate beige de Kef Es	30
Tableau III.3	Composition minéralogique par DRX du minerai de phosphate brut	31
Tableau III.4	Position et identification des bandes observées par IR	35
Tableau IV.1	Essais d'attrition des deux classes fine et intermédiaire.	42
Tableau IV.2	Dosage des différents réactifs de flottation utilisée	43
Tableaux IV.3	Analyses pondérales des Produits de flottation de la classe fine de minerai de phosphate pour différents réactifs utilisés.	45
Tableaux IV.4	Analyses pondérales des Produits de flottation de la classe intermédiaire de minerai de phosphate pour différents réactifs utilisés	46
Tableaux IV.5	Analyses pondérales des Produits du deuxième étage de la classe fine de minerai de phosphate pour différents réactifs utilisés.	48
Tableaux IV.6	Analyses pondérales des Produits du deuxième étage de la classe intermédiaire de minerai de phosphate pour différents réactifs utilisés.	49
Tableaux IV.7	Analyses pondérales des Produits de première étage de la classe fine de minerai de phosphate pour différents réactifs utilisés	50

Tableaux IV.8	Analyses pondérales des Produits de première étage de la classe intermédiaire de minerai de phosphate pour différents réactifs utilisés	51
Tableaux IV.9	Analyses pondérales des Produits du deuxième étage de la classe fine de minerai de phosphate pour différents réactifs utilisés.	53
Tableaux IV.10	Tableaux V.10: Analyses pondérales des Produits du deuxième étage de la classe intermédiaire de minerai de phosphate pour différents réactifs utilisés.	54

Listes des figures

LISTES DES FIGURES

FIGURE	TITRE	PAGE
Figure I.1	Carte de la situation de Djebel Onk	08
Figure I.2	Carte de la situation de la wilaya de Tébessa	09
Figure II. 1	Le principe de la flottation	15
Figure II. 2	Angle de contact pour un systeme Solide-Liuide-Gaz	15
Figure II. 3	Mode d'action d'un collecteur à la surface du minéral	17
Figure II. 4	Classification des collecteurs	17
Figure II.5	Mode d'action d'un moussant	19
Figure II.6	Section transversale d'une cellule de flottation	20
Figure II.7	Colonne de flottation	21
Figure III.1	Histogramme des rendements pondéraux des fractions étudiées du phosphate brut	30
Figure III.2	Diffractogramme des rayons X du phosphate brut	32
Figure III.3	Diffractogramme des rayons X du phosphate brut et de la classe fine	33
Figure III.4	Diffractogramme des rayons X du phosphate brut et de la classe intermédiaire.	33
Figure III.5	Diffractogrammes des rayons X du phosphate brut et du rejet fine(< 40µm) et du rejet grossier (>500µm).	34
Figure III.6	Spectre infrarouge du phosphate brut	36
Figure III.7	Spectre infrarouge de phosphate de la classe intermédiaire	36
Figure III.8	Spectre infrarouge de phosphate de la classe fine	37
Figure III.9	Spectre infrarouge du rejet fin de phosphate (RF< 40µm).	37

Figure III.10	Spectre infrarouge du rejet grossier de phosphate (RG>500 μm).	38
Figure III.11	Micrographies au MEB des échantillons de phosphate brut, classe fine, et intermédiaire	39
Figure IV.1	Schéma de flottation inverse du minerai Kef Es Sennoun	44
Figure IV.2	Variation de taux de récupération en fonction des réactifs de la première flottation de la classe fine	46
Figure IV.3	Variation de taux de récupération en fonction des réactifs de la première flottation de la classe intermédiaire	47
Figure IV.4	Variation de taux de récupération en fonction des réactifs de deuxième étage de la flottation de la classe fine	48
Figure IV.5	Variation de taux de récupération en fonction des réactifs de deuxième étage de la flottation de la classe intermédiaire	49
Figure IV.6	Taux de récupération en P_2O_5 , en fonction des teneurs en P_2O_5 dans les concentrés de première étage de la classe fine	51
Figure IV.7	Taux de récupération en P_2O_5 , en fonction des teneurs en P_2O_5 dans les concentrés de première étage de la classe intermédiaire	52
Figure IV.8	Taux de récupération en P_2O_5 , en fonction des teneurs en P_2O_5 dans les concentrés du deuxième étage de la classe fine	54
Figure IV.9	Taux de récupération en P_2O_5 , en fonction des teneurs en P_2O_5 dans les concentrés du deuxième étage de la classe intermédiaire	55
Figure IV.10	Diffractionnogrammes des rayons X des produits de double flottation (coulant et flottant) obtenus avec le réactif R1 (classe fine)	57
Figure IV.11	Diffractionnogrammes des rayons X des produits de la double flottation (coulant et flottant) obtenus avec le réactif R1 (classe intermédiaire)	57
Figure IV.12	Diffractionnogrammes des rayons X des produits de la double flottation (coulant et flottant) obtenus avec le réactif R2 (classe Fine)	58
Figure IV.13	Diffractionnogrammes des rayons X des produits de la double flottation (coulant et flottant) obtenus avec le réactif R2 (classe intermédiaire)	58
Figure IV.14	Diffractionnogrammes des rayons X des produits de la double flottation (coulant et flottant) obtenus avec le réactif R3 (classe Fine)	59

Figure IV.15	Diffractogrammes des rayons X des produits de la double flottation (coulant et flottant) obtenus avec le réactif R3 (classe intermédiaire)	59
Figure IV.16	Diffractogrammes des rayons X des produits de la double flottation (coulant et flottant) obtenus avec le réactif R4 (classe Fine)	60
Figure IV.17	Diffractogrammes des rayons X des produits de la double flottation (coulant et flottant) obtenus avec le réactif R4 (classe intermédiaire)	60
Figure IV.18	Spectre infrarouge des produits de double flottation (coulant et flottant) obtenus à partir du R1 (classe fine)	62
Figure IV.19	Spectre infrarouge des produits de double flottation (coulant et flottant) obtenus à partir du R1 (classe intermédiaire)	62
Figure IV.20	Spectre infrarouge des produits de double flottation (coulant et flottant) obtenus à partir du R2 (classe fine)	63
Figure IV.21	Spectre infrarouge des produits de double flottation (coulant et flottant) obtenus à partir du R2 (classe intermédiaire)	63
Figure IV.22	Spectre infrarouge des produits de double flottation (coulant et flottant) obtenus à partir du R3 (classe fine)	64
Figure IV.23	Spectre infrarouge des produits de double flottation (coulant et flottant) obtenus à partir du R3 (classe intermédiaire)	64
Figure IV.24	Spectre infrarouge des produits de double flottation (coulant et flottant) obtenus à partir du R4 (classe fine)	65
Figure IV.25	Spectre infrarouge des produits de double flottation (coulant et flottant) obtenus à partir du R4 (classe intermédiaire)	65

Liste des abréviations

LISTE DES ABREVIATIONS

BPL	Bône Phosphate of Lime
FF	Fraction fine
FI	Fraction intermédiaire
LTMGP	Laboratoire de Technologie des Matériaux et du Génie des Procédés
PB	Phosphate brut
PN	Phosphates naturels
R	Réactif de flottation
TPL	Tri basic Phosphate of Lime

Sommaire

SOMMAIRE

INTRODUCTION GENERALE.....	1
 CHAPITRE I : GÉNÉRALITÉS SUR LES MINÉRAIS DE PHOSPHATE DE GISEMENT DE DJEBEL ONK	
I.1.Introduction.....	3
I.2.Généralités sur les phosphates.....	3
I.2.1. Origine des phosphates.....	3
I.2.2. Types de Phosphate.....	3
I.2.2.1. Phosphates en grains.....	4
I.2.2.2. Phosphate en débris.....	4
I.2.2.3 Phosphate en nodules.....	4
I.2.3 Classement des phosphates.....	5
I.2.4 Les domaines d'applications.....	5
I.2.4.1 La production des engrais.....	5
I.2.4.2. La fabrication de l'acide phosphorique.....	5
I.2.5 Les phosphates dans le monde.....	7
I.2.6. Les phosphates en Algérie.....	7
I.3 Aperçu sur le phosphate Djebel Onk.....	7
I.3.1 Historique.....	7
I.3.2. Situation géographique.....	8
I.3.3. Contexte géologique.....	9
I.3.3.1 Le gîte potentiel de Djebel Djemi Djema.....	10
I.3.3.2 Le gîte potentiel de kef Es Sennoun.....	10
I.3.3.3 Le gîte potentiel de Bled El Hadba.....	10
I.3.3.4 Le gîte potentiel de Djebel Onk Nord.....	11
I.3.3.5 Le gîte potentiel de Oued Bétita.....	11
I.3.4 Les moyens de production.....	11
I.3.5 Commercialisation.....	11
 CHAPITRE II : APERÇU SUR LA FLOTTATION DES ESPECES MINERALE ET LA FLOTTATION INVERSE DU SYSTEME PHOSPHATECARBONATES	
II.1.Introduction	13
II. 2 Définition	13
II.3 Principe de flottation	14
II. 4 Les différents types d'adjuvant chimique.....	16
II. 4.1 Les collecteur	16
II. 4.1.1 Principaux collecteurs.....	18
II. 4.1.2 Les propriétés des collecteurs.....	18
II. 4.2 Les moussants	18
II. 4.3 Modulateurs (regulateurs)	19
II. 4.3.1. Les activants.....	19
II. 4.3.2 Les deprimants.....	19
II. 4.3.3 le regulateur pH.....	19

II. 5 Les principaux équipements de flottation	20
II.5.1 Cellules de flottation.....	20
II. 5.2 Les colonnes de flottation.....	20
II.2. Techniques de flottation inverse des minerais de phosphate carbonate.....	22
II.2.1. Introduction.....	22
II.2.2. Caractéristiques des minerais de phosphate.....	23
II.2.3. Techniques de flottation inverse des minerais de phosphate carbonate...	23

CHAPITRE III : CARACTERISATION DU MINERAI DE PHOSPHATE DU GISEMENT DE KEF ES SENNOUN

III.1. Techniques expérimentales.....	27
III.1.1. Préparation mécanique.....	27
III.1.2. Analyse par diffraction à rayons X(DRX)	28
III.1.3 Analyse par infrarouge (IR)	28
III.1.4 Caractérisation de la texture poreuse par la théorie de B.E.T.....	28
III.1.5 Analyse par microscope électronique à balayage (MEB)	29
III.2. Caractérisation des échantillons du minerai de phosphate brut.....	29
III.2.1. Classement dimensionnel par tamisage.....	29
III.2.1.1. Analyse granulométrique.....	29
III.2.2. La composition chimique.....	30
III.2.3. Analyse minéralogique.....	31
III.2.3.1. Composition minéralogique du phosphate brut.....	31
III.2.3.2. Composition minéralogique des classes granulométrique.....	32
III.2.3.3. Composition minéralogique des rejets (grossiers >500 µm et fins <40 µm).....	34
III.2.4. Analyse par spectrométrie infrarouge (IR)	34
III.2.5. Observations au microscope électronique à balayage.....	38
III.2.6. Mesure de surface spécifique.....	40

CHAPITRE IV: ENRICHISSEMENT PAR FLOTTATION INVERSE DU MINERAI DE PHOSPHATE DE KEF ES SENNOUN

IV.1. Introduction.....	41
IV.2. Enrichissement du minerai de phosphate par flottation inverse.....	41
IV.2.1. Le protocole expérimental.....	41
IV.2.2. Essais d'attrition.....	41
IV.2.3. Réactifs de flottation.....	42
IV.2.4. le Procède de flottation invers.....	43
IV.3 Résultats des essais de la flottation inverse.....	45
IV.3.1. Optimisation des réactifs de flottation utilisés.....	45
IV.3.1.1. Influence des quantités sur les taux de récupération.....	45
IV.3.1.2. Influence des différents réactif sur la récupération en P ₂ O ₅	50
IV.3.2. Analyses minéralogiques des produits de flottation.....	56
IV.3.3 Analyse spectrométrie infrarouge (IR)	61
CONCLUSION GENERALE	66
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUE	

ANNEXES

Introduction générale

INTRODUCTION GENERALE

L'industrie minière qui se base sur l'extraction et traitement des différents minerais, influe abondamment sur le développement de l'économie nationale.

Parmi ces minerais les phosphates qui sont en général des dépôts sédimentaires sous formes d'apatite du fluor, de l'hydroxyle ou du chlore $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3 (\text{F}, \text{OH}, \text{Cl})_2$, occupent une place prépondérante.

Ils sont utilisés dans divers domaines, notamment dans l'industrie des engrais et de la fabrication de l'acide phosphorique qui constituent environ 80 à 90 % de la consommation mondiale des phosphates. La réaction de fabrication de l'acide phosphorique H_3PO_4 à partir des phosphates :



Les phosphates sont également utilisés dans plusieurs domaines tel que : l'industrie alimentaire, cosmétique, pharmaceutique, céramique etc....

Ainsi, le développement de procédés efficaces à l'enrichissement est indispensable, en vue de valoriser ces minerais qui devront être nécessairement exploités dans l'avenir pour subvenir aux besoins croissants de la fertilisation. Les procédés d'enrichissement des minerais à gangue principalement silicatée ou carbonatée, apparaissant comme les plus promoteurs sont la calcination et la flottation?

Cependant, le procédé de calcination revient excessivement cher en raison de la consommation élevée d'énergie. Ceci a conduit au développement de la technique de flottation qui occupe actuellement une place privilégiée dans l'industrie minière, en raison de sa façon de séparer aisément les carbonates et les éléments phosphatés.

Les principaux procédés utilisés sur les minerais sédimentaires sont basés sur la flottation des pulpes déschlammées comportant la dépression des particules phosphatées et la flottation des carbonates (flottation inverse).

L'Algérie avec les gisements de djebel Onk dispose de réserves importantes en phosphates. Notre étude, inscrite au laboratoire de technologie des matériaux et de génie des

procèdes (université de Bejaïa) consiste à étudier l'un des principaux gisements que renferme la région de djebel Onk. Il s'agit du gisement de Kef Es Sennoun.

La réalisation de cette étude à nécessité l'utilisation de plusieurs méthodes physicochimiques, permettant d'évaluer les caractéristiques minéralogique, chimique et la dimension des principaux minéraux existant dans ce minerai. La comparaison de ces caractéristiques permettra de vérifier si les opérations d'enrichissements appliquées au minerai de Kef Es Sennoun (phosphate beige) sont bien réussies.

Pour atteindre cet objectif, nous avons adopté le plan de travail suivant :

- Aperçu sur les minerais de phosphate de gisement de Djebel Onk ;
- Aperçu sur la flottation des espèces minérales ;
- Aperçu sur la flottation inverse du système phosphate-carbonates ;
- Caractérisation du minerai de phosphate du gisement de Kef Es Sennoun ;
- Enrichissement par flottation inverse du minerai de phosphate de Kef Es Sennoun.

Chapitre I

Chapitre I : Généralités sur les minerais de phosphate de gisement de Djebel Onk

I.1 Introduction

Le phosphore (P) est un élément qui est largement distribué dans la nature. Il est considéré, avec l'azote (N) et le potassium (K), comme un constituant fondamental de la vie des plantes et des animaux. Le phosphore a un rôle dans une série de fonctions du métabolisme de la plante et il est l'un des éléments nutritifs essentiels nécessaires pour la croissance et le développement des végétaux.

La découverte du phosphore remonte à 1669, par l'alchimiste hambourgeois Hennig Brandt (1669). C'est probablement le seul élément isolé initialement dans la matière organique animale, puis végétale.

Le phosphore provient de l'altération des roches, il est présent en quantités variables dans les minéraux silicatés, et surtout il entre dans la composition de près de 200 minéraux phosphatés, le principal minéral des sols est l'apatite. Il n'a été identifié dans l'apatite qu'en 1779 par Torben Bergman et Joseph Louis Proust.

Le phosphate naturel (PN) est un terme général qui décrit les assemblages minéraux naturels contenant une concentration élevée de minéraux phosphatés.

Le phosphate est le composant de ces roches ayant un intérêt agronomique. Plus le contenu en phosphate sous forme d'apatite est élevé, plus le potentiel économique du minerai est grand. Les facteurs qui sont importants dans la conversion chimique des PN en engrais (carbonates libres, fer (Fe), aluminium (Al), magnésium (Mg) et chlorure) ne sont souvent pas importants quand la roche doit être employée en application directe [01].

I.2. Généralités sur les phosphates

I.2.1. Origine des phosphates

Les gisements de phosphates se repartissent en deux grands groupes suivant leur origine géologique : ignée ou sédimentaire [02].

- **Les gisements de phosphates d'origine ignée**

Ils contiennent jusqu'à 37% de phosphate exprimé en P_2O_5 . On les rencontre dans des terrains très anciens ou ils peuvent constituer des couches atteignant plusieurs dizaines de mètres d'épaisseur.

Les apatites d'origine ignée $Ca (H_2PO_4)$ se caractérisent en usine par une attaque acide qui comporte quelques difficultés. Si leur richesse élevée en P_2O_5 permet d'obtenir aisément du superphosphate (20% P_2O_5) soluble dans l'eau, leur inconvénient c'est qu'ils exigent des précautions et des traitements en cours de fabrication et de murissement que les phosphates sédimentaires habituels ne réclament pas.

➤ **Les gisements de phosphates d'origine sédimentaire**

Ils fournissent plus de 85% de la production mondiale. Ils sont très répandus et se rencontrent dans des étages géologiques très variés, mais tous les gisements recensés ne sont pas nécessairement exploitables. Leur situation géologique, les travaux à entreprendre pour extraire le minerai et les opérations que ce dernier doit subir pour devenir marchand limitent leur exploitation à un nombre restreint de gisement.

La formation de ces gisements résulte de la précipitation de phosphates au fond des mers peu profondes.

I.2.2. Types de Phosphate

Différentes variétés des phosphates peuvent se répartir sous plusieurs formes :

I.2.2.1. Phosphates en grains

Ce sont les plus répandus. La taille des grains est variable : en moyenne de quelques millimètres. La forme est également variable, la couleur la plus répandue est le jaune ou le brun. Les grains peuvent être amorphes ou cristallisés [03].

I.2.2.2. Phosphate en débris

C'est le type de phosphate le plus frappant, mais relativement rare, il est formé de débris phosphaté : dents, écailles de poissons, etc. La structure initiale est aisément reconnaissable au microscope. Ces débris peuvent être soit amorphes, soit cristallisés, les grains sont emballés dans un ciment, plus au moins abondant : c'est la GANGUE : elle se présente sous différentes formes :

- De vase crayeuse.
- De calcite spathique.
- D'argiles, en pellicule à la surface des grains.

I.2.2.3. Phosphate en nodules

Le phosphate épigénie une partie de la roche dans laquelle il est inclus (exemple : la craie), on trouve ainsi des nodules de couleur jaune dans la craie de l'Artois. Au lessivage cette craie phosphatée a donné lieu à de petite concentration superficielle de sables phosphatés qui ont été exploités, vers l'utilisation du phosphate [03].

I.2.3 Classement des phosphates

La qualité d'un phosphate se mesure par sa teneur et sa richesse souvent exprimée en P_2O_5 , c'est à dire en anhydride phosphorique, mais cette teneur peut aussi être exprimée en phosphate tricalcique $(PO_4)_2Ca_3$ dont TPL (tri basic phosphate of lime) ou BPL (bonne phosphate of lime). La conversion des deux est donnée par la relation suivante [02]: $1TPL=1BPL=2,185 P_2O_5$.

Les phosphates ont des teneurs en P_2O_5 , variables selon leurs compositions granulométriques. Il existe pratiquement toujours une phase non phosphatée qui peut être de la silice (quartz...), de la calcite, de la dolomite, de l'argile, de la glauconie (silicate hydraté de potassium et de fer, reconnaissable à sa couleur verte), des oxydes de fer et de matières organiques.

I.2.4. Les domaines d'applications

Les phosphates présentent un domaine d'utilisation très varié à l'échelle industrielle : 80 à 90% de la production est utilisée dans les engrais et dans la fabrication de l'acide Phosphorique.

I.2.4.1. La production des engrais

L'appellation engrais est réservée aux matériaux fertilisants dont la fonction principale est d'apporter aux plantes des éléments directement utilisés à leur nutrition. Les principales sources de phosphate pour les engrais sont les roches phosphatées contenant jusqu'à 80% d'apatite souvent sous forme de fluor-apatite.

Le superphosphate est le nom des engrais contenant du phosphate monocalcique $Ca(H_2PO_4)_2$ préparé industriellement pour la solubilisation d'autre type de phosphate, qui existent naturellement, par l'acide sulfurique [02].

I.2.4.2. La fabrication de l'acide phosphorique

L'acide phosphorique est le produit de base de plusieurs réactions de nombreux produits :

- Il est combiné au carbonate de sodium naturel et donne du phosphate de sodium monobasique ou phosphate mono sodium (NaH_2PO_4) utilisé dans le traitement des eaux des chaudières.

- Il est encore utilisé comme matière première dans la fabrication d'une série de produits chimiques comprenant le pyrophosphate acide de sodium (NaH_2PO_4), tripolyphosphates de sodium (Na_3PO_3) et le metaphosphate de sodium (NaPO_3).
- Il est aussi considéré comme un produit de base du phosphore rouge utilisé dans la fabrication des allumettes [02].

Les phosphates ont d'autres domaines d'applications. Ils interviennent dans la biologie, l'écologie, l'alimentation et le secteur industriel:

- **Dans la biologie**

Ils sont fondamentaux pour le métabolisme et la photosynthèse, P_2O_5 constitue 28 de l'acide désoxyribonucléique (ADN).

Des tests sur les lave-vaisselles ont prouvé que les détergents phosphatés détruisent mieux la flore microbienne que ceux qui en sont dépourvus.

- **Dans l'écologie et l'hydraulique**

Le processus biologique de la croissance des algues, contribue de façon très importante à la diminution de l'effet de serre.

Les phosphates fixent le plomb en formant des sels de plomb et permettent son élimination de l'eau potable. Le plomb s'accumule dans l'organisme, d'où sa toxicité.

Il existe actuellement des stations d'épuration d'eaux résiduaires qui récupèrent les phosphates pour les utiliser comme engrais.

Les phosphates contribuent de façon significative à l'eutrophisation des lacs.

Dans les eaux superficielles plus de 45 des phosphates proviennent des engrais, le reste provient des déchets humain et animal.

Les phosphates sont une source de nourriture pour les organismes vivants, tels que les algues, qui servent à leur tour à alimenter les poissons. Ainsi nous pouvons les considérer comme un maillon de chaîne dans l'écosystème.

- **Dans l'alimentation**

Les phosphates sont présents dans les produits alimentaires, ils contribuent ainsi à la croissance humaine.

Ils maintiennent les protéines des viandes, de volailles, et les fruits de mer; ils améliorent également la couleur, la texture et la saveur dans certains aliments.

L'acide phosphorique donne aux boissons carbonatées de la saveur et de la stabilité pour le stockage.

- **Dans l'industrie**

Sur le plan industriel, nous retrouvons les phosphates essentiellement dans la fabrication des détergents (tensioactifs). Ils ont une fonction détersive et adoucissante (ils réagissent avec le calcium et le magnésium contenus dans l'eau) [03].

L'actualité des études sur les phosphates peut s'analyser en examinant les publications majeures qui ont jalonné les cinquante dernières années ce qui permet d'observer la situation des thèmes récurrents et de détecter les thèmes émergents [04].

I.2.5. Les phosphates dans le monde

Les gisements de phosphates minéraux sont abondants et assez bien répartis sur le globe terrestre, puisqu'on compte environ une trentaine de pays producteurs. Néanmoins l'Europe occidentale et l'Est de l'Asie en sont à peu près dépourvus.

Les trois principaux pays producteurs sont : les Etats Unis, l'ex URSS et le Maroc, qui présentent 68% de la production mondiale [05].

I.2.6. Les phosphates en Algérie

Les ressources de phosphates en Algérie sont localisées dans la région de Djebel Onk, située à 100 km Est de la wilaya de TEBESSA. D'autres gisements de faible intérêt économique aux ressources limitées ou épuisées, ont été exploités puis abandonnés, il s'agit du gisement de Kouif dont la production a atteint plus de 500 000 t/an au cours des années 50 et qui est devenu insignifiant après l'indépendance ainsi que celui de Mzarta près de Sétif [05].

I.3. Aperçu sur le phosphate de Djebel Onk

I.3.1. Historique

Les phosphates Algériens ont été découverts à BOUGHARI par PH.THOMAS en 1873. Dans la période (1907-1908) L.JOLEAU a découvert le gisement de Djebel Onk., Ce n'est qu'en 1931 que ces phosphates font l'objet d'une première concession par la compagnie des phosphates de Constantine qui était le principal producteur en Algérie suite à laquelle fût créée la société S.D.O en 1936.

De 1961 à 1963, des essais de prospection radio métrique aéroportée sont effectués au-dessus du gisement de Djebel Onk. En 1963, les études géologique et minière précédant l'exploitation du gisement de Djemi Djema sont réalisées par la société SERMI. Ce n'est qu'en mois de Février 1965 que débute l'exploitation de Djemi Djema à Bir El Ater.

En 1963, la fin de l'exploitation de la mine du KOUIF qui a débuté en 1894. De 1971 à 1974, les travaux de recherche et de prospection sur les phosphates dans l'Est de

l'Algérie qui ont été relancé par la SONAREM, sont suivis par une campagne de prospection et d'évaluation à district minier de Djebel Onk.

De 1985-1987, l'EN FERPHOS a confié à l'EREM (Etudes et Réalisation d'Ensembles Mécaniques) des travaux de recherche et d'évaluation des ressources en phosphate de tous les gisements potentiels de la région du Djebel-Onk, notamment le gisement de Kef Es Sennoun. En Novembre 1989, l'EN FERPHOS fait connaître son cahier des charges pour des études de développement du Complexe minier de Djebel Onk.

En Avril 1992, signature du contrat entre l'EN FERPHOS et le consultant BRGM/SOFREMINEs concernant le rassemblement des éléments techniques et économiques permettant d'arrêter un projet de développement de l'exploitation des gisements de phosphate de Djebel Onk. En 1993, BRGM a fourni un rapport d'expertise géologique de tous les gisements de Djebel Onk [01].

I.3.2. Situation géographique

La région du Djebel Onk est située au Nord-Ouest du Sahara Algérien. Précisément, à l'est du monts de Nemamcha appartenant à l'Atlas saharien, à une vingtaine de kilomètres de la frontière Algéro-Tunisienne.

La région appartient à la wilaya de Tébessa. Dont elle est éloigné d'environ 100 km, la localité la plus importante est la ville de Bir El Ater.



Figure I.1: Carte de la situation de Djebel Onk

Djebel Onk est un massif montagneux calcaire qui culmine à 1338 m et dont le flanc Nord descend en pente douce tandis que le flanc Sud plonge rapidement sous les dépôts du miocène et du quaternaire.

Au Sud se localisent les gisements de Djemi Djema et Kef Es Sennoun. Le gisement de Kef Es Sennoun est situé à environ 02 Km à l'Ouest du gisement de Djemi Djema. Plus au Sud se trouvent le gisement de Bled El Hadba et plus loin encore le gisement de Bettita.

Du Nord vers le Sud, les gisements sont traversés par un réseau enchevêtré d'Oueds comblés par des alluvions torrentiels du quaternaire tel que : Oued el Abiod et Oued El Bir.

Tarfaya représente les affleurements de la couche productive au niveau du flanc sud de Djebel Onk.

Les côtes topographiques varient de 720m au Sud-Ouest à 810m au Nord-est (dressant Nord) [01].

I.3.3. Contexte géologique

Le gisement de Djebel Onk est divisé en plusieurs gîtes : Djemi Djema, Kef Es Sennoun, Tarfaya, Djebel Onk Nord, Bled El Hadba, Betita et Margub Etir.

L'exploitation actuelle se fait sur la zone de Djebel Djemi Djema, divisée en deux parties très séparément (Zone I et Zone II).

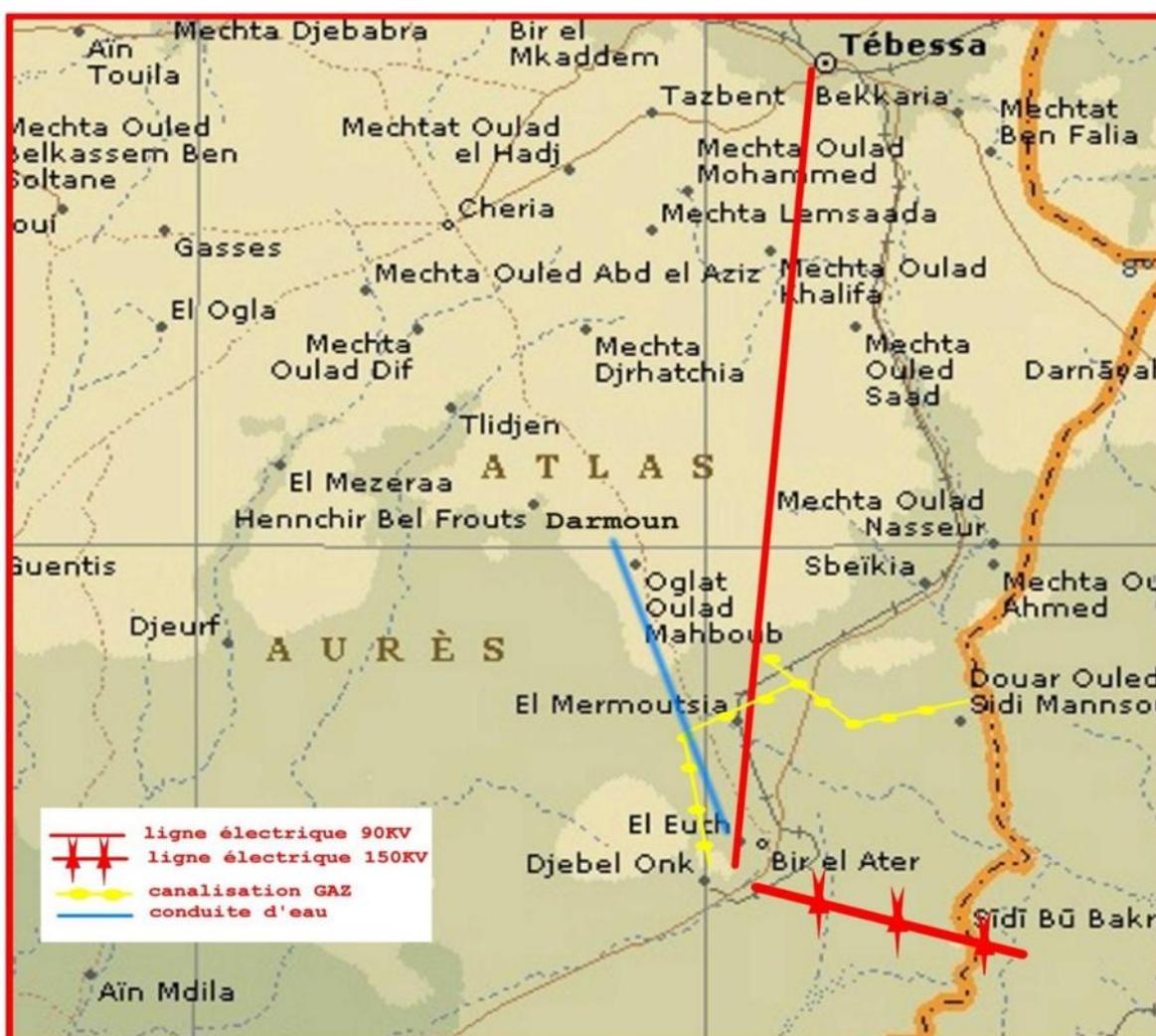


Figure I.2 : Carte de la situation de la wilaya de Tébessa.

I.3.3.1. Le gîte potentiel du gisement Djemi Djema

Le gisement de Djebel Djemi Djema exploité depuis 1965 est localisé à 4km de Bir El Ater. Ce gisement se distribue dans la partie sud de l'anticlinal de Djebel Onk (Djemi Djema Ouest et Djemi Djema Est).

➤ Djemi Djema Ouest

Carrière exploitant un niveau de phosphate de 25 à 28 m d'épaisseur sur 600 m de longueur : couche inférieure de 15 à 18 m d'épaisseur (25,50 à 26,60 % P_2O_5 - 55,7 à 58,1 % TPL), couche supérieure de 10 m d'épaisseur (22,58 % P_2O_5 , 49,35 % TPL).

- Réserves en phosphate du gisement : 83 millions de tonnes à 24,64 % P_2O_5 (52 Mt prouvées et 31 Mt probables)
- Ressources possibles du flanc sud de l'anticlinal de Djemi Djema : 109 Mt à 24-25 % P_2O_5 , (couche de phosphate verticale sous un taux de découverte de 4 à 6,5) [01].

➤ Djemi Djema Est

Couche anciennement exploitée : épaisseur de 25 à 29 m, potentiel total probable de 62 Mt de minerai à teneur en P_2O_5 variant entre 24,3 et 26,2 % [01].

I.2.3.2. Le gîte potentiel de Kef Es Sennoun

Le gisement de Kef Es Sennoun est situé à environ 02 Km à l'Ouest du gisement de Djemi Djema. Il s'étend sur une longueur de 2,7 Km et une largeur de 0,8 Km, ce qui correspond à une superficie de 2,1 km².

Le gisement de Kef Es Sennoun est situé sur le flanc méridional de l'anticlinal crétaqué de Djebel Onk.

Le gisement de Kef Es Sennoun est identique à celui de Djemi Djema, il se distingue de ce dernier par l'importance de la puissance de la couche phosphatée (couche productive) qui peut atteindre jusqu'à 43 m, et par des teneurs moyennes en P_2O_5 (25,05 à 27,94 %) de la couche productive plus riches comparativement à celles de Djemi Djema.

Les phosphates de la couche productive du gisement de Kef Es Sennoun titrent de 25,05 à 27,94 % en P_2O_5 (moyenne de 26,53%) et de 2 à 3% en MgO (moyenne de 2,61%). Le rapport moyen CaO/ P_2O_5 varie de 1,6 à 1,87 (moyenne = 1,73 %) [01].

I.3.3.3. Le gîte potentiel de Bled El Hadba

Situé à 14 Km Sud-est de Bir El Ater à 16 Km de la frontière algéro-tunisienne, il présente des caractéristiques moins favorables que celle des gîtes de Djemi Djema et Kef Es Sennoun qui différencie principalement dans les propriétés minéralogiques.

La couche de phospharénites aussi épaisse que sur le flanc Sud du Djebel Onk (30 m). Il est hétérogène et se caractérise par une importante variation de composition, à basses teneurs à P₂O₅ (14 à 19 %) et fortes teneurs en MgO (6 à 10%) [01].

I.3.3.4. Le gîte potentiel de Djebel Onk Nord

Situé à 14 Km de l'usine de traitement de Djemi Djema. Il se trouve sur la bordure Ouest de bassin phosphate de Djebel Onk, ne présente pas des caractéristiques aussi régulières et favorable que celle des gisements de Djemi Djema et Kef Es Sennoun.

Ce gisement se caractérise par une bonne teneur en P₂O₅ (23 à 26%), leur épaisseur maximale de la couche de phosphate est de 14 à 18 m.

I.3.3.5. Le gîte potentiel de Oued Bétita

Le gisement de Bétita est le plus éloigné des gisements étudiés. Il est situé à 45 Km au Sud-Est du centre minier du gisement de Djemi Djema. Ce gisement se caractérise par une teneur en P₂O₅ (25,5 à 27,5 %), l'épaisseur maximale de la couche de phosphate est de 35 à 45 m et moins de 1% MgO [01].

I.3.4. Les moyens de production

Les équipements de la carrière ont bénéficié au cours des 20 dernières années des programmes de renforcement et de renouvellement, ce qui a permis le maintien d'une capacité de production surdimensionnée.

L'installation de traitement de phosphate comprend :

- Une station de concassage criblage primaire de 1200t/h
- Une station de broyage-criblage à sec de 350t/h
- Deux ateliers de dépoussiérage pour la concentration du phosphate de 2000 t/h
- Une chaîne de débouillage, calcination, lavage et séchage de phosphate de 2000 t/h

En plus des structures d'appui à la production, il existe dans la région un puits de pétrole qui alimente la mise en l'huile brute pour les besoins de l'usine de calcination [6-7].

I.3.5. Commercialisation

Le phosphate calciné de Djebel Onk est destiné en priorité à l'exportation dans la mesure où sa teneur élevée en TPL permet de placer avantageusement sur le marché. Quant au phosphate dépoussiéré, il est entièrement destiné à l'industrie nationale.

L'évaluation de la consommation des phosphates au cours de la période 1980-1989 est indiquée dans le tableau I.1 :

Tableau I.1: Evaluation de la consommation du phosphate algérien de 1980 à 1998 [8].

Année	Commercialisation locale (en 10 ³ tonnes)	Exportation (en 10 ³ tonnes)	Totale (en 10 ³ tonnes)
1980	225,5	768,5	994
1982	242	730	945
1984	407	568	957
1986	318	873	1191
1988	495	877	1372
1990	314	770	1054
1992	280	1120	1094
1994	Nd	704	Nd
1996	Nd	10	Nd
1998	Nd	1159	Nd

Nd: non disponible

Sur le marché local, le phosphate est livré à un seul client (Asmidal-Annaba). Celui-ci consomme essentiellement du phosphate dépoussiéré et sa consommation a fluctué pendant la période précitée entre 1980 et 1988. Les produits exportés sont:

- Le phosphate calciné- lavé titrant 75-77 % TPL;
- Le phosphate débourbé – séché tirant 66-68 % TPL.
- Le phosphate calciné tirant 69-72% TPL.

Ces produits sont obtenus dans les usines de calcination et de dépoussiérage en combinant les opérations de traitement. Cette gamme rend moins difficile le placement du phosphate de Djebel Onk sur le marché européen, principal débouché actuel.

Chapitre II

Chapitre II : Aperçu sur la flottation des espèces minérale et la flottation inverse du système phosphate-carbonates

II.1. Aperçu sur la flottation des espèces minérale

II.1.1. Introduction

La flottation est une méthode de séparation de solides qui utilise des différences dans les propriétés des interfaces entre les solides, une solution aqueuse et un gaz (air). Dans un premier temps (1885), des huiles ont été utilisées pour séparer les particules minérales hydrophobes, qui restaient dans la masse huileuse, des particules minérales hydrophiles, qui restaient dans la phase aqueuse. Plus tard (1902-1904), on remplace l'huile par de l'air comme agent de lévigation (Technique permettant de séparer les constituants d'une poudre avec un courant liquide), ce qui réduit considérablement la consommation d'huile. Finalement, en 1921, on assiste à une véritable révolution dans le procédé de flottation avec la découverte des propriétés de collection de certains produits chimiques à base d'azote trivalent et de soufre divalent. Les xanthates (sont les sels et esters de l'« acide xanthique), d'utilisation très répandue actuellement, sont découverts un peu plus tard (1925). La flottation a d'abord été utilisée pour les sulfures, mais son application s'est étendue après aux minéraux non-métalliques (fluorite, phosphates, talc, charbon), aux oxydes (hématite, cassitérite) et aux minéraux oxydés (malaquite, azurite, cérusite, etc.) [09].

II.1.2. Définition

La flottation est une technique de séparation des solides qui exploite les propriétés physico-chimiques superficielles des particules minérales dans une solution aqueuse et dans l'air. Elle est la plus souple, la plus efficace et la plus employée des méthodes de séparation solide-solide.

Pour ce faire, on disperse des bulles d'air dans une suspension aqueuse de particules solides (pulpe) pour récupérer l'espèce minérale à séparer, rendue préalablement hydrophobe par un ajout de collecteur (surfactant).

L'ensemble (Eau-Bulles-Particules) hydrophobes est rassemblé sous forme d'une écume surnageante stabilisée par un moussant. La flottation peut en outre s'appliquer aux ions en solution et aux précipités organométalliques hydrophobes [09].

II.1.3. Principe de flottation

Les particules solides sont mises en suspension par agitation dans de l'eau après qu'un broyage en humide, plus ou moins poussé, ait libéré de la gangue l'espèce minérale valorisable.

Ce mélange solide-eau (ou pulpe) est conditionné avec un réactif chimique appelé collecteur, dont le rôle est de rendre hydrophobe la surface du minéral à flotter, afin de lui conférer une affinité plus grande pour la phase gazeuse que pour la phase liquide.

On obtient une action sélective du collecteur en faisant appel à des modificateurs, les déprimants et les activants, qui modifient son affinité pour certaines surfaces minérales. Il s'agit alors du procédé de flottation différentielle, permettant par exemple la séparation des sulfures, des silicates, des oxydes, des sels.

La pulpe ainsi conditionnée est introduite dans des réacteurs munis d'agitateurs aérés (cellules de flottation) ou d'injecteurs d'air (colonne de flottation) ou d'électrodes (électroflottation) générant des bulles d'air et les dispersants.

Les particules rendues hydrophobes se fixent à la surface des bulles qui constituent un vecteur de transport grâce à leur mouvement ascensionnel vers la surface libre de la pulpe. On obtient ainsi une mousse surnageante chargée en solides, appelée écume.

La taille des bulles (et en cela l'aire interface liquide-air) et la durée de vie de la mousse sont modulées par l'addition d'un moussant. Le liquide entraîné est drainé par gravité à l'intérieur de la mousse, laquelle est recueillie par débordement [10-11]. Le principe de la flottation est représenté dans la figure II.1.

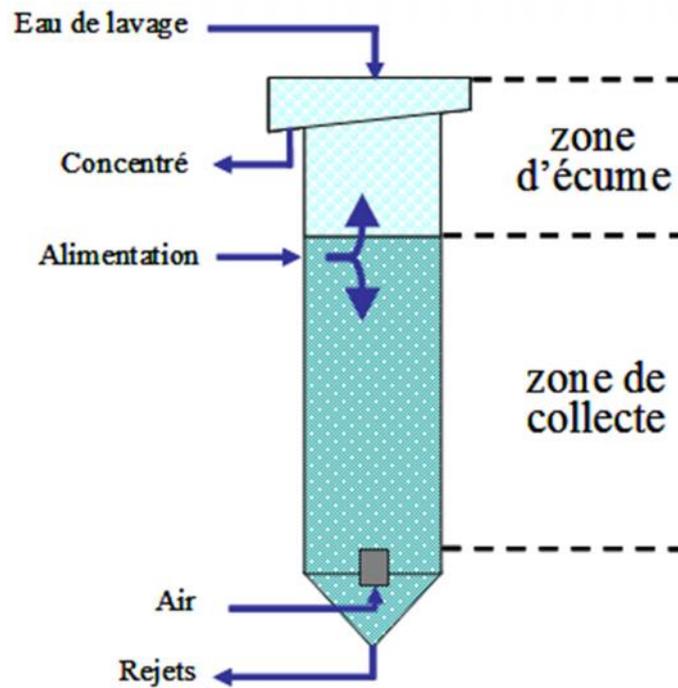


Figure II. 1: Le principe de la flottation

Lors de la flottation, on met en jeu trois interfaces : (a) solide / liquide, (b) liquide / gaz et (c) solide / gaz. Ce contact triphasé schématisé à la figure II.2, Les forces de tension développées conduisent à la formation d'un angle de contact entre la surface minérale et la surface de la bulle, suivant l'équation de Yong

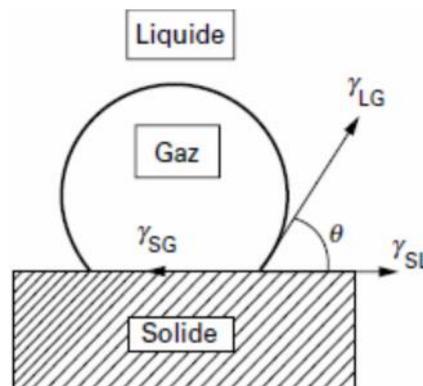


Figure II. 2 : Angle de contact pour un système Solide-Liuide-Gaz

Chapitre II Aperçu sur la flottation des espèces minérale et la flottation inverse du système phosphate-carbonates

Avec :

σ_{SG} : tension superficielle solide-gaz ;

σ_{LG} : tension superficielle liquide-gaz ;

σ_{SL} : tension superficielle solide-liquide.

À l'équilibre, on a : $\sigma_{SG} = \sigma_{SL} + \sigma_{LG} \cos \theta$

Où σ : Energie d'interface ;

θ : Angle de contact solide/bulle ;

G, S, L dénotent l'air(gaz), le solide et l'eau (liquide).

La force nécessaire pour briser l'interface solide bulle appelée travail d'adhésion, W_{SG} , est égale au travail requis pour séparer l'interface solide/air et produire deux autres interfaces séparées : air/eau et solide/eau :

$$W_{SG} = \sigma_{LG} + \sigma_{SL} + \sigma_{SG}$$

En combinant ces deux équations, on obtient:

$$W_{SG} = \sigma_{LG} (1 - \cos \theta)$$

On voit alors que plus l'angle est élevé, plus grand est le travail d'adhésion entre la particule et la bulle. La flottabilité d'un minéral augmente donc avec l'angle de contact. Des minéraux avec des valeurs d'angle de contact élevées sont appelés aérophiles. Malheureusement, la plus part des minéraux n'appartiennent pas à cette catégorie et il faut normalement les "conditionner" (ajout de réactifs surfactants) pour les rendre hydrophobes (aérophiles) [12].

II.1.4. Les différents types d'adjuvant chimique

II.1.4.1. Les collecteurs

Le collecteur est un agent tensioactif (surfactant), une molécule organique hétéropolaire constituée par au moins une chaîne hydrocarbonée et une tête polaire, qui peut comporter un ou plusieurs groupes qui salifient facilement ionisables [10]. Le collecteur a comme principal objectif de préparer la surface du minéral afin d'optimiser son attachement sur les bulles d'air. La figure II.3 montre comment se présente le collecteur à la surface du minéral [13].

Les collecteurs sont regroupés en deux catégories : les collecteurs polaires et les collecteurs non polaires. Puisque les collecteurs polaires sont très utilisés en flottation, nous nous y intéresserons plus particulièrement. Et ces derniers sont également classés selon leurs caractères ioniques ou non-ioniques. Les collecteurs polaires non-ioniques sont souvent très

Chapitre II Aperçu sur la flottation des espèces minérale et la flottation inverse du système phosphate-carbonates

peu solubles dans l'eau contrairement aux collecteurs ionique qui possèdent un très grand domaine d'application en flottation [12].

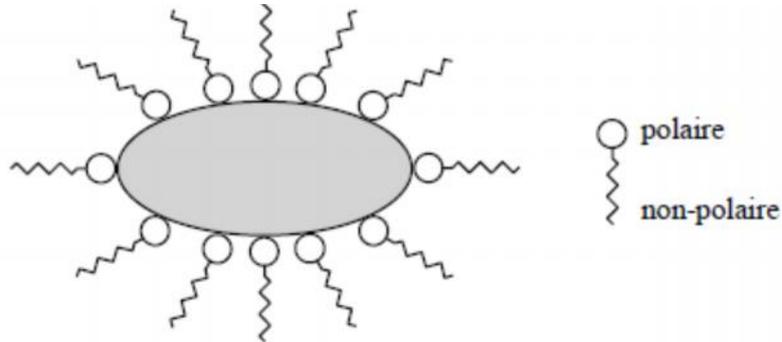


Figure II.3 : Mode d'action d'un collecteur à la surface du minéral [14].

Un collecteur ionique peut être de type cationique anionique, ce dernier étant le plus souvent utilisé en raison de sa sélectivité beaucoup plus intéressante (figure II.4) [15].

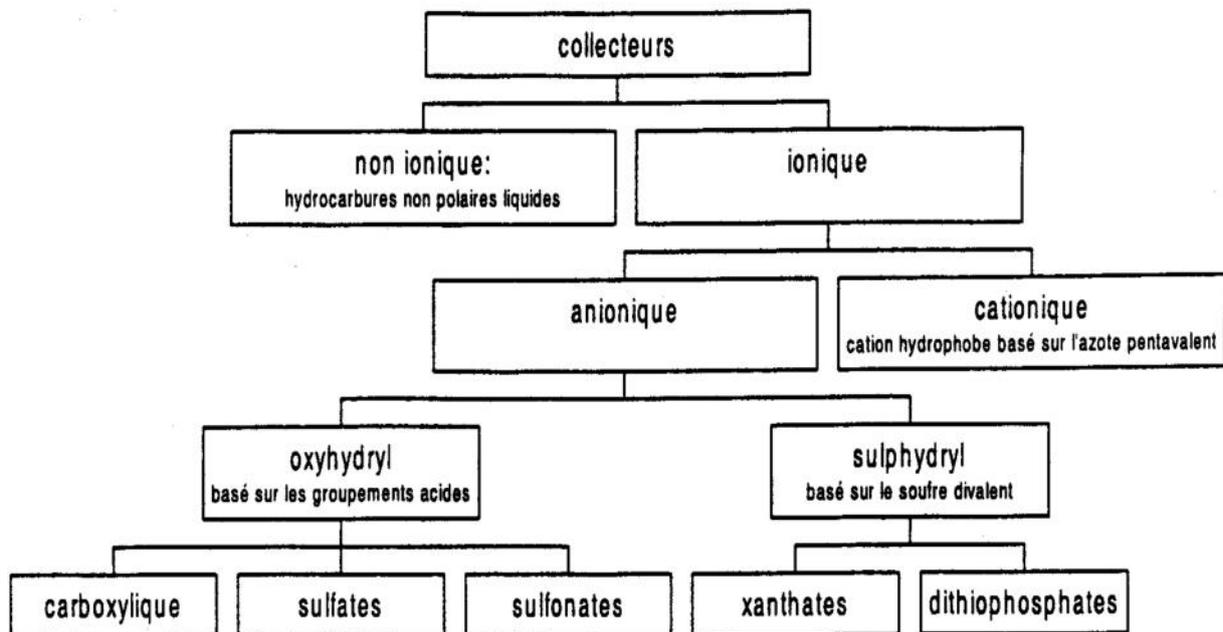


Figure II.4 : Classification des collecteurs [14].

II.1.4.1.1. Principaux collecteurs

Les principaux collecteurs sont illustrés dans le tableau II.1 :

Tableau II.1 : Les collecteurs utilisés pour la flottation des phosphates [16].

Minerai flottant	Propriété ionique	Collecteurs
Phosphate apatite	Anionique	Acide oléique, Acide gras Disodium dodccyl phosphate
	Cationique	Acetate d'amine
	Amphotère	Sacacorinate de sodium, Atrac 1562
Carbonate	Anionique	Acide gras, Sulfanate d'acide gras
	Amphotère	Acide aminopripionique Carboxyethyl imidazoline
Silicate	Anionique	Amines
	Cationique	Octylphenol ethoxylate
	Amphotère	Acide aminopripionique

II.1.4.1.2. Les propriétés des collecteurs:

- Une solubilité relative assez élevée qui dépend de la longueur des chaînes alkyles.
- Un pouvoir de réduction.
- Une acidité relativement faible et une décomposition facile en solution aqueuse.
- Ces produits donnent aussi des sels peu solubles avec la majeure partie des métaux de transition, et possèdent des groupements polaires suffisamment réactifs pour fixer un minerai au sein de l'eau [17].

II.1.4.2. Les moussants

Les moussants sont des ayant tensioactifs hétéropolaire de nature organique qui sont adsorbé sur l'interphase air-eau, les molécules des moussants comportent une tête polaire orienté vers de l'eau et une autre non polaire orienté vers la face gazeuse permettent de créer des mousses compactes. Souvent composés d'alcools, ils diminuent la tension de surface. Ils diminuent ainsi la coalescence, ce qui permet de contrôler la taille des bulles et de prolonger la durée de vie de la mousse. Ils augmentent ainsi la probabilité de collision entre les bulles et les particules tout en offrant un meilleur support aux particules récupérées dans la mousse.

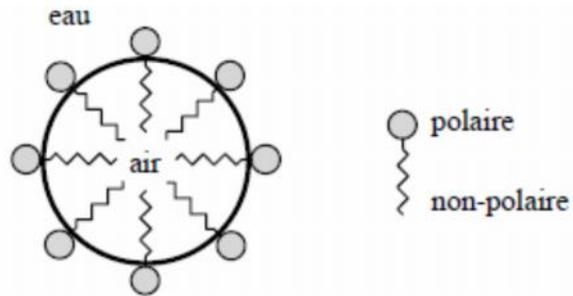


Figure II.5 : Mode d'action d'un moussant

II.1.4.3. Modulateurs (regulateurs)

Ils sont utilisés pour modifier l'action d'un collecteur, soit en intensifiant, soit en réduisant son effet hydrophobe sur la surface minérale, c'est-à-dire en faisant son action plus sélective. Ils se classifient en activateurs, déprimants et régulateurs de pH.

II.1.4.3.1. Les activateurs

Les activateurs sont généralement des sels solubles qui s'ionisent en milieu aqueux. Les ions en solution réagissent avec les surfaces pour favoriser l'adsorption du collecteur. Les activateurs sont utilisés lorsque les collecteurs et les moussants ne parviennent pas à accomplir la flottation adéquatement. Comme dans le cas des collecteurs et des déprimants, l'activité des activateurs varie en fonction du pH du milieu [18].

II.1.4.3.2. Les déprimants

Les déprimants sont des composés inorganiques dont l'action consiste habituellement à enduire les surfaces d'une façon sélective dans le but de les rendre plus hydrophiles et de diminuer leur affinité pour les collecteurs [18]. L'utilisation des déprimants augmente la sélectivité de la flottation en prévenant la flottation des particules indésirables. L'activité des déprimants varie en fonction du pH de la pulpe.

II.1.4.3.3. Le régulateur pH

Dans le cadre des applications minéralurgiques, le pH de la pulpe est pratiquement toujours une variable importante dont il faut tenir compte et qu'il faut contrôler. En effet, il est important de réaliser que la sélectivité et l'efficacité d'une séparation par flottation dépendent dans une large mesure du pH de la pulpe puisque les différents agents chimiques (collecteurs, etc...) ont une efficacité variable selon le pH. Il faut donc non seulement s'assurer d'utiliser les bons agents chimiques à des concentrations adéquates, mais en plus il faut s'assurer que le pH soit contrôlé et qu'il permette ainsi une performance optimale du procédé. En fait, il existe un équilibre très fragile entre les concentrations des différents

agents chimiques et le pH. Le plus souvent, la flottation se fait en milieu basique, car la plupart des collecteurs sont stables dans ces conditions et parce que cela minimise la corrosion des équipements. Les principaux produits utilisés afin de contrôler le pH sont la chaux hydratée, le carbonate de sodium, l'hydroxyde de sodium et l'ammoniac [18].

II.1.5. Les principaux équipements de flottation

II.1.5.1. Cellules de flottation

La flottation est réalisée dans des machines appelées cellules de flottation. Les objectifs principaux d'une telle machine sont :

- d'aérer la pulpe de façon aussi complète que possible
- d'assurer une dispersion homogène des solides dans la pulpe.

En général, une seule cellule ne suffit pas à produire un concentré adéquat soit parce qu'elle ne donne pas assez de temps de séjour aux particules, soit parce que plusieurs étapes différentes de flottation chacune avec des conditions d'opération particulières sont nécessaires pour effectuer la séparation requise.

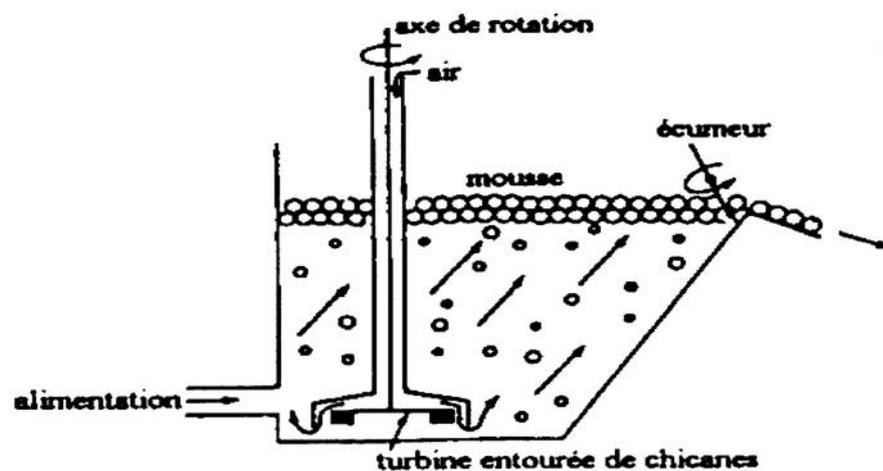


Figure II.6 : Section transversale d'une cellule de flottation

II.1.5.2 Les colonnes de flottation

Les colonnes de flottation (figure II.7) sont généralement constituées d'un tube de dimension variable placé verticalement. La pulpe est transférée à l'aide de pompes dans la colonne par un point d'alimentation situé en son tiers supérieur. L'entrée d'air est située sous la colonne et permet la production des bulles nécessaires à la flottation. L'agitation causée

Chapitre II Aperçu sur la flottation des espèces minérale et la flottation inverse du système phosphate-carbonates

par la formation des bulles d'air, provoque des collisions et permet aux particules accrochées sur les bulles de monter dans la colonne. Contrairement aux cellules, la pulpe dans la colonne n'est pas brassée par un agitateur mécanique. Les colonnes comportent également une zone de lavage. En fait, il s'agit d'un système d'eau externe. Celui-ci est mis en fonction dès que la mousse atteint le haut de la colonne. Ainsi, l'eau est distribuée par le haut de la colonne et s'écoule dans la mousse, entraînant plusieurs particules indésirables dans la pulpe.

Ce qu'on appelle le concentré, c'est-à-dire les particules hydrophobes sont récupérées dans le haut de la colonne tandis que le rejet (partie décontaminée) est pompé par le bas. Les colonnes possèdent au moins deux avantages par rapport aux cellules.

Premièrement, ces dernières ne possèdent pas de système de lavage; ainsi, la flottation parasitaire est augmentée et la pureté du concentré est de beaucoup diminuée.

Deuxièmement, la forme particulière de la colonne permet une augmentation des chances de collisions entre les bulles d'air et les particules grâce à sa hauteur, qui peut varier et atteindre une taille très appréciable de l'ordre de 10 mètres. La forme allongée de la colonne augmente significativement le temps alloué aux particules pour qu'elles puissent entrer en collision avec les bulles et ainsi, améliorer la flottation. Également, les colonnes ont l'avantage de minimiser le détachement des particules de la surface des bulles puisque la turbulence est beaucoup moindre que celle retrouvée dans les cellules [18].

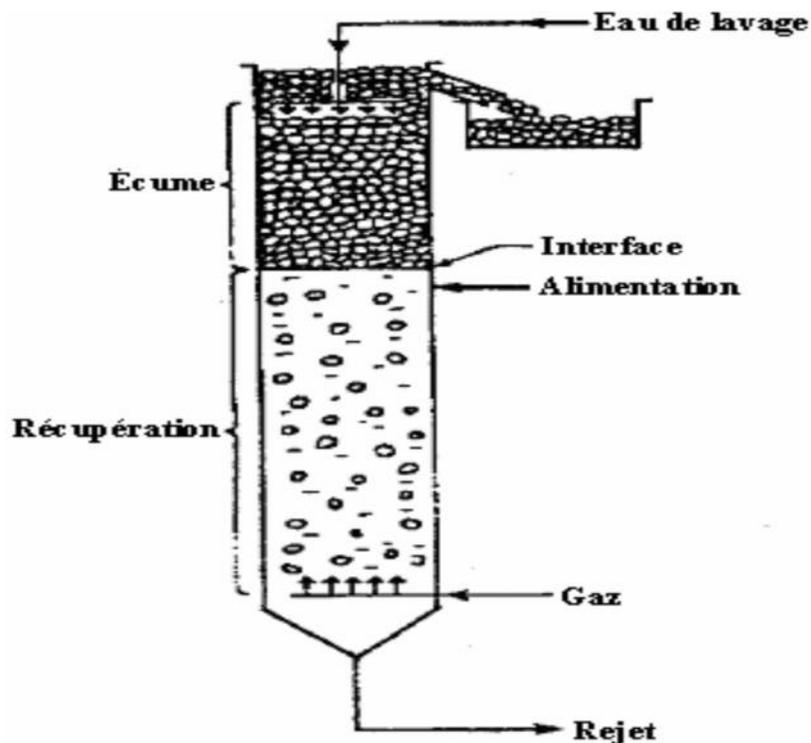


Figure II.7 : Colonne de flottation

II.2. Aperçu sur la flottation inverse du système phosphate-carbonates

II.2.1. Introduction

Diverses études ont été réalisées pour tenter de valoriser les minerais à gangue carbonatée par une voie autre que la calcination, technique grosse consommatrice d'énergie. Ceci a conduit à chercher le développement d'autres procédés, parmi lesquels la technique de Séparation carbonates-phosphates par flottation occupe une place privilégiée. La mise en oeuvre de ces méthodes dans la valorisation des minerais à gangue carbonatée, contrairement à ceux qui présentent une gangue siliceuse, n'a pas encore dépassé l'échelle laboratoire et semi industriel, à quelques exceptions près. De plus le minerai à gangue carbonatée a tendance à générer des ultrafines tout au long des opérations d'enrichissement.

Ainsi, la séparation carbonates-phosphate par flottation constitue la base d'un enrichissement techniquement et économiquement acceptable, est concrétisée par le dynamisme de la recherche mondiale dans ce domaine, qui a conduit ces dernières années à de nombreux procédés. Les méthodes de flottation sont basées soit sur la flottation directe du Phosphate avec dépression de la gangue carbonatée, soit sur la flottation inverse qui consiste à flotter les carbonates par un collecteur conventionnel (acide gras et dérivés), et à déprimer les particules phosphatées.

La plupart des procédés utilisés pour le traitement des minerais de phosphate sédimentaires à gangue carbonatée sont basés sur la flottation inverse de pulpes soigneusement deschlammées. Cette technique consiste en une flottation des carbonates par un collecteur conventionnel : acide gras et dérivés, associée à la dépression sélective des particules phosphatées, généralement par un électrolyte.

De nombreux procédés de séparation phosphate/carbonate par flottation à partir de minerai sédimentaire ont vu le jour depuis des dizaines d'années. Ces procédés dépendent des Caractéristiques minéralogiques et texturales des minerais sédimentaires qui sont très variables et défavorables pour une bonne sélectivité et une basse consommation des réactifs de flottation, notamment les déprimants acides de l'apatite et les collecteurs [18].

II.2.2. Caractéristiques des minerais de phosphate

- Présence fréquente d'endogangue carbonatée, associée aux particules phosphatées.
- Présence occasionnelle de particules phosphatées (pellets) recouvertes de pigments organiques ou d'une pellicule post-génétique de carbonate ou de silice.
- Présence de phosphate en remplissage de bioclastes à test calcitique non épigénisé en phosphate, ou son contraire : bioclaste calcitique partiellement épigénisé en phosphate au niveau de sa surface.
- Degré de substitution en général élevé des groupements PO_4^{3-} par les groupements CO_3^{2-} (associés à F^-), présence de Mg en substitution de Ca.
- Surface spécifiques faibles des particules phosphatées sédimentaires (5 à 20 m^2/g) des matrices carbonatées cryptocristallines pouvant être également associées à des argiles
- Présence occasionnelle d'un ciment phosphaté diffus dans la matrice carbonatée
- Tendance pour certaines particules phosphatées et certaines matrices argilocarbonatées à former de grandes quantités de schlamms lors d'un conditionnement à forte concentration en solides.
- Les apatites fortement substituées présentent des cristallites de petite dimension et corrélativement une microporosité et une surface interne élevées [18-21].

II.2.3. Techniques de flottation inverse des minerais de phosphate carbonate

La plupart des procédés utilisés pour le traitement des minerais de phosphate à gangue carbonatée font appel à la flottation inverse de pulpes soigneusement déschlammees. Elle consiste en une flottation des carbonates par un collecteur conventionnel : acides gras et dérivés, associée à la dispersion sélective des particules phosphatées, généralement par un électrolyte. Les méthodes les plus utilisées sont [18-21] :

- Dépression de l'apatite par H_3PO_4 à pH : 4,8-5, flottation des carbonates par des acides gras synthétiques en C_{10} - C_{16} . Ce procédé mis en œuvre à Kara-Tau (URSS) a été le seul évalué à l'échelle industrielle.
- Dépression de l'apatite par H_2SiF_6 à pH 6 à 7, flottation des carbonates par une émulsion aqueuse d'acides gras de synthèse et d'un moussant, stabilisée par la soude. La silice présente dans le minerai est flottée dans une seconde étape à l'aide d'un collecteur cationique ou séparée par flottation conventionnelle du phosphate avec du tall-oil et du fuel-oil comme collecteur. Ce procédé mis au point par l'USBM (USA) a

Chapitre II Aperçu sur la flottation des espèces minérale et la flottation inverse du système phosphate-carbonates

été évalué en atelier pilote continu sur plusieurs types de minerai, puis en pilote industriel par la compagnie Simplot à Conda (Idaho).

- Flottation de la dolomite par un acide gras sulfoné (sel de sodium de l'acide oléique sulfoné par exemple) après conditionnement en présence d'un déprimant conventionnel du phosphate en pulpe de pH 5,6 à 6. Cette étape de flottation est suivie de l'élimination de la silice par un collecteur cationique (procédé IMCC).
- Dépression de l'apatite par un sel alcalin de l'acide phosphorique et flottation des carbonates par un acide gras ou un savon d'acide gras.
- Dépression de l'apatite par un fluorure soluble, à pH 5,8-6 et flottation des carbonates par un acide gras ou un tall-oil.
- Flottation globale de l'apatite et des carbonates par des acides gras, conditionnant du concentré à forte concentration en solide par un déprimant de l'apatite (H_3PO_4 , $H_2PO_4^-$, HPO_4^{2-} , H_2SiF_6 , Mg_2SiF_6), et flottation des carbonates avec ou sans nouvelle addition d'acide gras.
- Dépression de l'apatite par une combinaison d'un sel métallique tel que le sulfate d'aluminium et d'un agent complexant tel que les tartrates alcalins, et flottation des carbonates par un acide gras ou une amine.
- Dépression de l'apatite par un fluorure soluble à pH 5,8-6 et flottation des carbonates par un acide gras ou du tall-oil.
- Dépression de l'apatite en pulpe alcaline pH supérieur à 10 et flottation de la calcite par un acide gras ou un sel d'acide gras.
- Dépression de l'apatite par des ions $H_2PO_4^-$, HPO_4^{2-} , associés avec Na_2SO_4 ou $(NH_4)_2SO_4$ à pH 6, si le minerai contient du gypse, flottation des carbonates par un acide gras avec addition d'une petite quantité d'alkyl sulfate.
- Flottation globale du phosphate et des carbonates par un acide gras, suivie d'une désorption du collecteur par conditionnement du concentré en milieu sulfurique. Le concentré est ensuite conditionné en présence d'un acide alkylphosphonique comme déprimant des particules phosphatées, les carbonates sont flottés par un acide gras (procédé TVA).
- Procédé Moudjil de double conditionnement, en pulpe alcaline de pH 10 puis en pulpe acide de pH 4,5, en utilisant l'oléate de sodium comme collecteur des carbonates. Ce procédé est particulièrement efficace pour la séparation de la dolomite.

Chapitre II Aperçu sur la flottation des espèces minérale et la flottation inverse du système phosphate-carbonates

- Flottation sélective des carbonates (calcite et dolomite) par un collecteur anionique : acide gras, sel d'acide gras, acide gras sulfoné, tall-oil, après dépression du phosphate par injection de CO₂ jusqu'à saturation de la suspension lors d'un conditionnement en pulpe épaisse (procédé IMCC).
- Flottation des carbonates en pulpe acide de pH 3,5 à 5,5, par un acide gras éventuellement un moussant, introduit sans conditionnement préalable (procédé MRI)
- Flottation des carbonates en pulpe acide par un mélange de collecteur anionique (ester phosphorique) et cationique (procédé CPG).
- Flottation des carbonates en pulpe acide par des acides gras synthétique (C₁₀-C₁₆), flottation de la dolomite par un acide gras sulfoné (sel de sodium de l'acide oléique par exemple), une amine, tall oil, etc...
- Dépression de l'apatite par H₃PO₄ à pH 4,8 à 5 (méthode proposée par L.D. Ratobylskaya, 1975) et appliquée au minerai de phosphate de Kara Tau, au Kazakhstan, H₂SiF₆ à pH 6 à 7 (procédé de l'U.S Bureau of Mines), sel alcalin, sulfate d'ammonium et d'un agent complexant tel que les tartrates alcalins.
- Utilisation du sulfate d'aluminium et du tartrate de Na-K pour déprimer les éléments phosphatés, et un mélange acide oléique, alcool dénaturé, en pH basique. Ce procédé a permis de réaliser, sur des minerais à gangue carbonatée de bonnes séparations du MgO dans de nombreux cas.
- Flottation globale phosphate-carbonate par un ester phosphorique en pulpe à pH naturel, conditionnement par un acide minéral Na₂SiF₆ ou H₂SO₄ à pH 4,5 à 6 pour désorber le collecteur de la surface des particules phosphatées dans le but de déprimer les particules phosphatées, et avec l'ester phosphorique pour flotter les carbonates [procédé BRGM].
- Dans le cas de la gangue mixte, carbonatée et siliceuse, les réactifs amphotères permettent des flottations successives des carbonates et de la silice. Les collecteurs amphotères présentent la particularité de se comporter comme des cationiques en pH acide et comme des collecteurs anioniques en pH alcalin. Cette propriété a été appliquée à différents phosphates sédimentaires avec dépôts de brevet.
- D'autres réactifs de flottation des carbonates tels que l'acide oléique, l'huile de pin et l'aéro-promoteur 710 ont été également testés. Ce dernier, testé au laboratoire de chimie physique de l'université de Boumerdès a donné des résultats très satisfaisants.

Chapitre II Aperçu sur la flottation des espèces minérale et la flottation inverse du système phosphate-carbonates

- Flottation sélective des carbonates par un collecteur amphotère (acide alkylaminopropioniques), associé au fuel émulsionné, en pulpe de pH alcalin.
- Traitement par double flottation inverse, aux esters phosphoriques et aux amines. Le déprimant de la phase phosphatée est le fluosilicate de sodium. Le collecteur de la phase carbonatée est un mélange de mono et de diester phosphoriques. Le réactif aminé, à base d'étheramines, est introduit après la flottation des carbonates.

Chapitre III

Chapitre III : Caractérisation du minerai de phosphate du gisement de Kef Es Sennoun

III.1. Techniques expérimentales

Les échantillons de phosphate brut étudiés proviennent du gisement de Kef Es Sennoun de Djebel Onk. La caractérisation physico-chimique de ces échantillons a été réalisée par des méthodes d'analyses qualitative et quantitative permettant de mieux définir les caractéristiques granulométriques, minéralogiques et chimiques [18].

III.1.1. Préparation mécanique

Avant de réaliser les analyses nécessaires sur les échantillons sélectionnés, nous avons préalablement préparé les échantillons prélevés pour une meilleure représentativité.

La préparation mécanique consiste à désintégrer la matrice et libérer les constituants du minerai extrait pour cela ce minerai doit subir une série d'opération de traitement dont le concassage, le quartage et le tamisage.

- **Concassage (à 2mm)**

Le concassage est une opération de réduction des dimensions des morceaux de minerai. Le processus est en général sec, il se produit par écrasement et trituration des morceaux de minerai.

Le concassage des échantillons étudiés est assuré par un concasseur à mâchoire de type Pulverisette de marque FRITSCH et de série 01302, il permet de réduire les dimensions des grains jusqu'à une dimension de 2 mm.

- **Quartage**

Avant cette opération, il est impératif de procéder à une opération d'homogénéisation qui consiste à bien mélanger la matière première afin d'avoir des échantillons représentatifs. Elle consiste à mettre sous forme d'un cercle ou d'une galette et de le diviser en quatre parties égales. Deux parties opposées seront gardées comme témoins alors que les deux autres seront utilisées pour l'analyse.

Le procédé de quartage obéit à une loi de Richards : $Q_i > K d^2$ où $m < Q_i/kd^2$ et $m=2^n$

Avec :

Qi : Masse à quarter

M : Masse voulue pour l'analyse

D : Diamètre initiale du grain.

K : coefficient de répartition de la minéralisation ($k=0,1$ pour un minerai hétérogène) [19].

- **Le tamisage par voie sèche (40 à 2000 μm)**

C'est une opération qui permet de séparer les matériaux en fractions granulométriques défini par le coté de la maille carrée du tamis jusqu'à une limite inférieure à 40 μm . Le tamisage a été réalisé pendant 20 mn (amplitude 40) à l'aide d'une tamiseuse vibrante de marque RETSCH, équipée d'une série de tamis de norme AFNOR X-11-501. La série des tamis utilisés sont : 500, 250, 40 μm .

III.1.2. Analyse par diffraction des rayons X(DRX)

L'analyse par diffraction des rayons X permet de déterminer les phases minérales majeures et mineures qui constituent la poudre minérale. Elle a été réalisé à laide d'un diffractomètre de poudre de marque X'pert prof panalytical type MPD /système vertical / PDS 4 pass x accélérateur (detector) plate forme (Bracket) (sample-stage).

III.1.3 Analyse par infrarouge (IR)

L'analyse par spectromètre infrarouge a été réalisé par la technique des pastilles de KBr sur un appareil de marque IR Affinity-1 SCHIMADZU 8300, balayant le domaine de fréquence 4000–400 cm^{-1} . La technique des pastilles KBr a été utilisée avec un rapport massique de l'ordre de 1 à 2%.

III.1.4 Caractérisation de la texture poreuse par la théorie de B.E.T

Les mesures des surfaces spécifiques ont été effectuées à l'aide d'un appareil type NOVA 2000e Qantachrome, par la théorie de B.E.T, après chauffage à une température de 77,35K.

Cette technique s'appuie sur la théorie de l'adsorption physique en couches multimoléculaires en l'absence de condensation capillaire. L'adsorption physique d'un gaz sur une surface solide est un phénomène par lequel une molécule du gaz venant frapper la paroi reste à son contact un court instant. La surface spécifique est l'une des caractéristiques, la plus déterminante, dans le domaine de la physicochimie des surfaces et particulièrement l'activité et la réactivité des solides [18].

III.1.5. Analyse par microscope électronique à balayage (MEB)

Les observations microscopiques à la loupe binoculaire, au microscope polarisant et au microscope électronique à balayage ont été réalisées aux Laboratoires d'analyse de l'Université Mouloud Mammeri de Tizi Ouzou .

III.2. Caractérisation des échantillons du minerai de phosphate brut

Le minerai tout-venant provenant de la carrière de Djebel Onk, subit un traitement mécanique à l'échelle laboratoire, pour réduire ses dimensions. Les échantillons prélevés, constitués de grains de différentes dimensions sont soumis à une série d'opérations de traitement mécanique (concassage, homogénéisation et quartage) et un classement dimensionnel des grains par tamisage à voie sèche.

III.2.1. Classement dimensionnel par tamisage

Le classement dimensionnel sert à déterminer la distribution pondérale des particules d'un matériau suivant leurs dimensions, il permet également d'étudier la répartition des différents grains d'un échantillon, en fonction de leurs caractéristiques.

III.2.1.1. Analyse granulométrique

Les résultats de l'analyse granulométrique par tamisage obtenus pour le minerai de phosphate brut ont montré que plus de 34% de la masse initiale de l'échantillon est représentée par la classe granulométrique de dimension 250-500 μm constituant la fraction intermédiaire (FI) et contenant la maille de libération optimale de séparation des éléments phosphatés et d'environ 31% pour la fraction 40-250 μm qu'on présentera comme la fraction fine (FF).

Cependant les tranches granulométriques (<40 μm) et (>500 μm) ont notée des proportions pondérales non négligeables. Elles représentent respectivement 02,33% et 31,74% en poids du tout-venant.

Tableau III. 1 : Les pourcentages des passants (tamisât) cumulés et des refus cumulés.

Tranches granulométriques (μm)	Masse (g)	Rendement Pondéraux (%)	Rendement cumulatif du refus (%)	Rendement cumulatif du tamisé(%)
< 40	61,63	02,33	100	0
40-250	842,37	31,80	97,67	02,33
250-500	904,21	34,13	65,87	34,13
> 500	840,88	31,74	31,74	68,26
Rendement du procédé de tamisage: 99,99%				

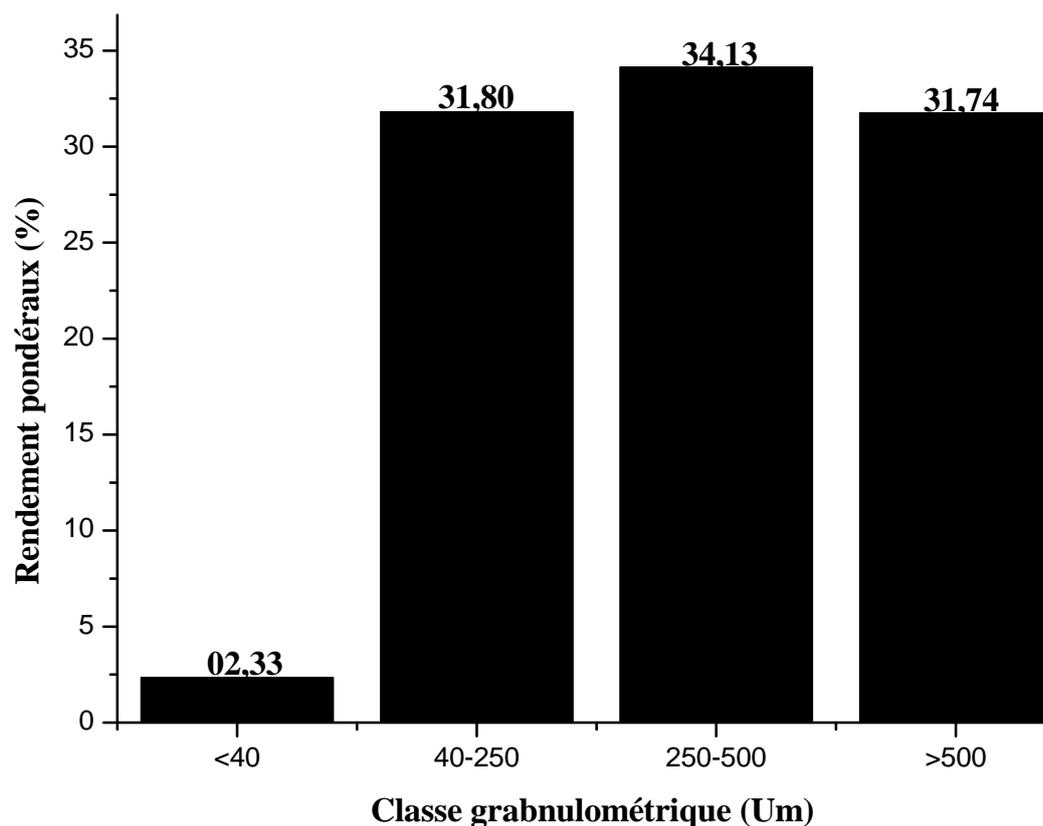


Figure III.1 : Histogramme des rendements pondéraux des fractions étudiées du phosphate brut

III.2.2. La composition chimique

La répartition des teneurs chimiques en éléments majeurs en fonction des tranches granulométriques du minerai de phosphate brut du gisement de Kef Es Sennoun effectuée antérieurement est rapportée dans le tableau III.2 :

Tableau III.2 : Analyses chimiques des éléments majeurs du phosphate beige de Kef Es Sennoun [19].

Classes granulométrique (μm)	P ₂ O ₅	MgO	CaO	P.F	CaO/P ₂ O ₅	(CaO+MgO)/P ₂ O ₅
<0.04 (RF)	18,73	06,20	41,06	18,37	02,19	02,52
40-250μm (FF)	23,07	04,88	45,39	17,55	01,97	02,18
250-500μm (FI)	32,30	0,51	50,88	10,12	01,58	01,59
>0,5 (RG)	27,53	02,21	48,83	14,07	01,90	01,85
Globale (PB)	29,01	01,71	48,86	12,19	01,68	01,74

D'après le tableau III.2, on constate la différence importante en éléments utiles et majeurs (P_2O_5) et les éléments mineurs et nuisibles (MgO) constituant les principales fractions granulométriques à savoir : la fraction des rejets fins ($< 40\mu m$), la fraction fine, intermédiaire et les rejets grossiers ($> 500\mu m$). Ces valeurs montrent clairement que la nature du phosphate de Kef Es Sennoun est bien carbonaté avec un rapport CaO/P_2O_5 atteignant 2,18 dans la fraction fine moins riches en P_2O_5 (23,70 %) et $CaO/P_2O_5=1,59$ pour la fraction la plus riche en éléments phosphatés ($\%P_2O_5=32,30$ %). Cette différence nous a incité à procéder à la séparation apatite-carbonate par la flottation inverse.

III.2.3. Analyse minéralogique

L'étude minéralogique du minerai, effectuée par diffraction des rayons X (DRX), effectuée sur le phosphate brut, les classes granulométriques fine (FF : $40-250\mu m$) et intermédiaire (FI : $250-500\mu m$) ainsi que les rejets ($<40\mu m$ et $>500\mu m$) révèle la présence de phases minéralogiques majeurs à savoir [22] : le carbonate fluorapatite, la dolomite, la fluorapatite, et le carbonate hydroxylapatite. On relève également, la présence de phases mineures de calcite, quartz et argile. Ces résultats sont présentés par les diffractogrammes des figures III.3. Ces phases minéralogiques sont bien réparties en fonctions des classes granulométriques étudiées.

III.2.3.1. Composition minéralogique du phosphate brut

Les caractéristiques minéralogiques du minerai de phosphate brut broyé ont montré la présence des minéraux principaux recherchés et secondaire ainsi que les éléments phosphatés et des éléments de la gangue indiqués dans le tableau III.3 et l'annexe 03.

Tableau III.3 : Composition minéralogique par DRX du minerai de phosphate brut

Nature		Minéraux
Principaux	Eléments phosphaté	Carbonate-Hydroxylapatite, Hydroxylapatite, Fluorapatite, Carbonate-Fluorapatite, Fluorapatite, Graftonite.
	Eléments de la gangue	Dolomite, Dolomite-Ferroan, Larnite, Microcline, Gypse.
Secondaires	Eléments phosphatés	Apatite, Carbonate-Apatite, Phosphate-Hydraté, Oxyde de Phosphate de Calcium, Carbonate, Hydroxylapatite, Fluorian, Chloroapatite, Chlorapatite.
	Eléments de la gangue	Quartz, Calcite, Argiles, Deerite, Ankérite, Bredigite, Fluorite, Hatrurite, Merwinit, Palygorskite, Norbergite, Hematite.

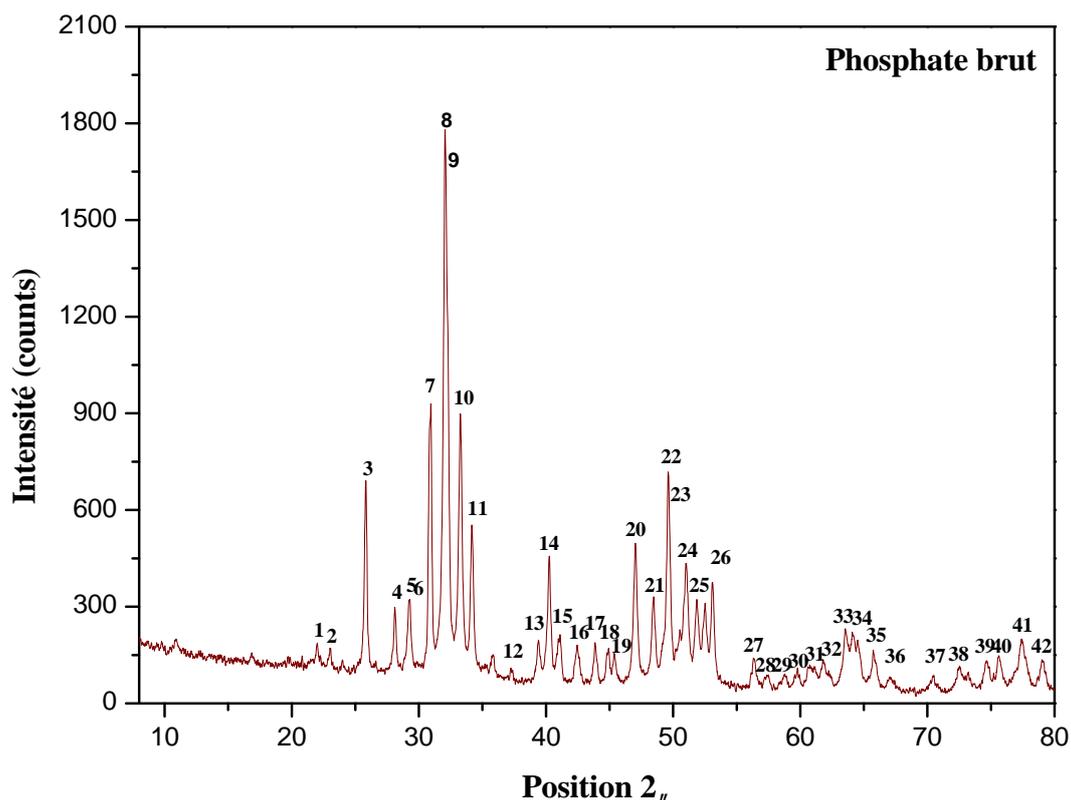


Figure III.2: Diffractogramme des rayons X du phosphate brut

III.2.3.2. Composition minéralogique des classes granulométrique

Pour mieux suivre l'évolution de ces minéraux par taille des grains, on a effectué l'analyse sur les deux principales fractions des échantillons étudiés (fine, intermédiaire). Les résultats sont présentés dans les figures III.4 et III.5. La composition minéralogique des classes fine et intermédiaire a montré une nette différence entre les fines, les intermédiaire ainsi que le minerai brut. En effet, les raies caractéristiques des éléments phosphatés sont moins intenses dans les tranches fines et dans le brut que dans les intermédiaire (maille de libération des particules phosphatées). En revanche, la phase dolomitique est beaucoup plus prononcée dans les fines et moins importante dans la fraction intermédiaire.

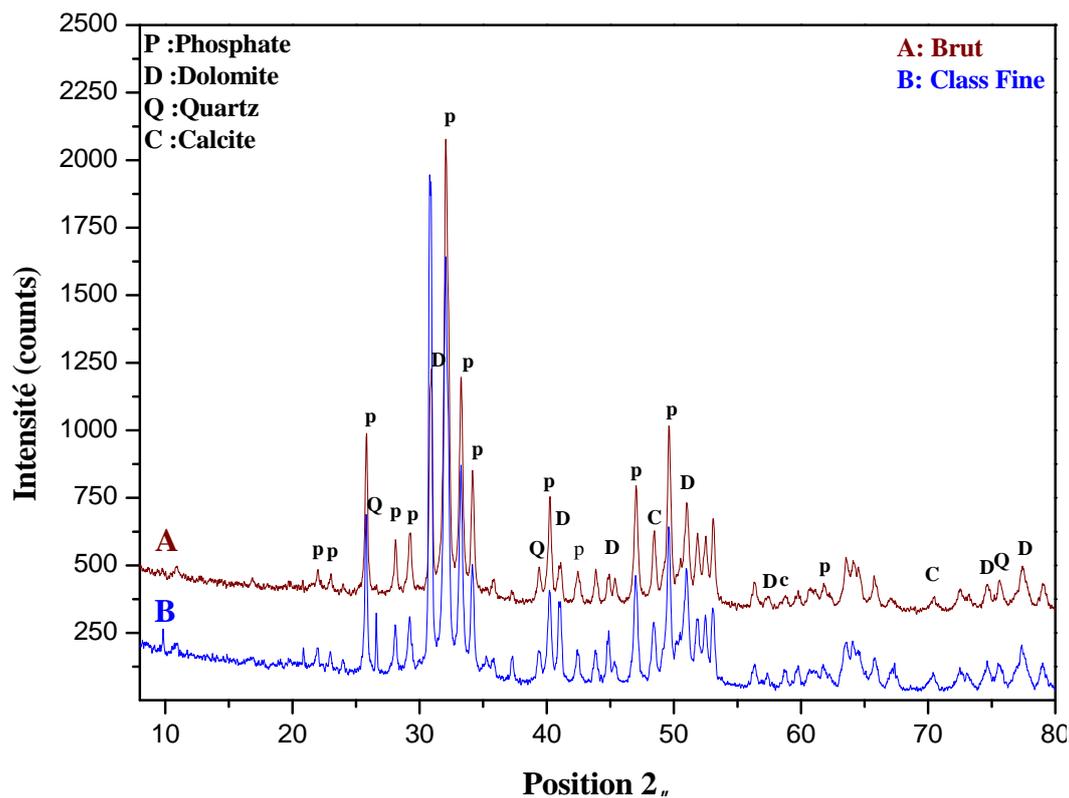


Figure III.3: Diffractogramme des rayons X du phosphate brut et de la classe fine.

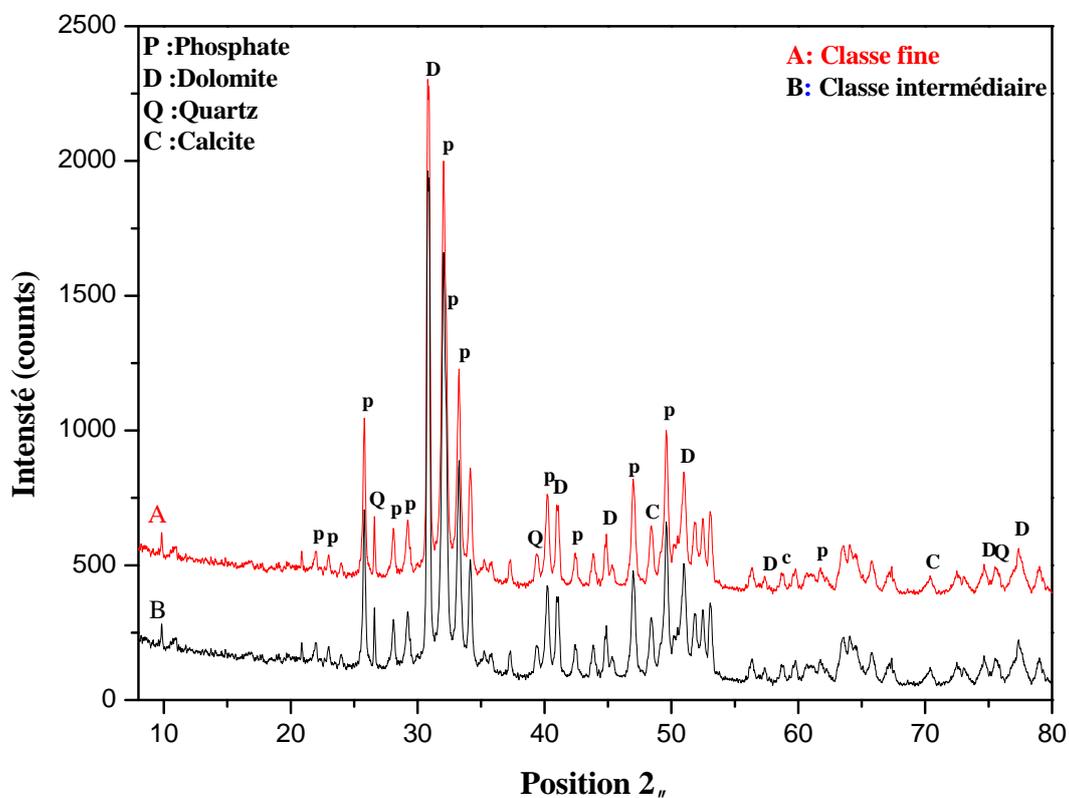


Figure III.4: Diffractogramme des rayons X du phosphate brut et de la classe intermédiaire.

III.2.3.3. Composition minéralogique des rejets (grosiers $>500\ \mu\text{m}$ et fins $<40\ \mu\text{m}$)

La composition minéralogique des échantillons des rejets fins et grossiers ($<40\ \mu\text{m}$ et $>500\ \mu\text{m}$) sont illustrés par le diffractogramme de la figure III.6

En effet, les phases minérales apatitiques recherchées (éléments phosphatés) se concentrent dans le brut et existe en faibles quantités dans les rejets fins $<40\ \mu\text{m}$ et grossiers $>500\ \mu\text{m}$. Cependant ces rejets renferment des quantités importantes de minéraux constituant la phase argileuse principalement la montmorillonite, de la dolomite et de la calcite.

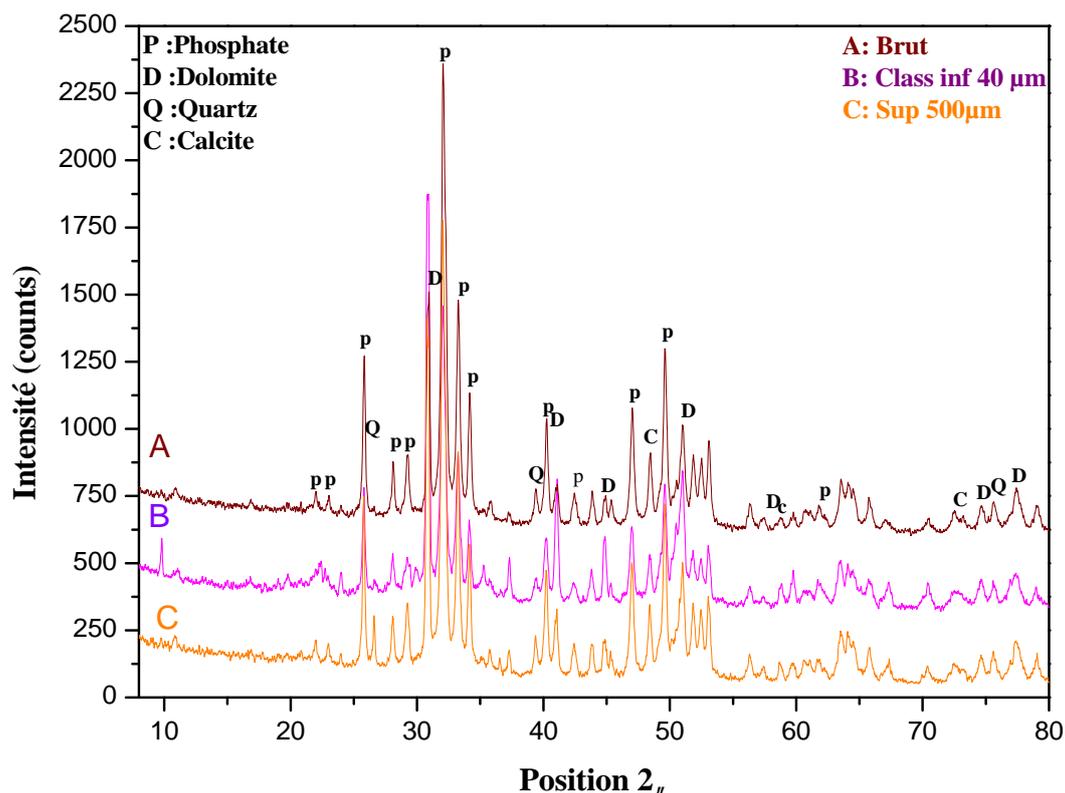


Figure III.5: Diffractogrammes des rayons X du phosphate brut et du rejet fine ($<40\ \mu\text{m}$) et du rejet grossier ($>500\ \mu\text{m}$).

III.2.4. Analyse par spectrométrie infrarouge (IR)

L'analyse par spectrophotométrie infrarouge est effectuée sur des pastilles d'échantillons de phosphate brut, classe fine, classe intermédiaire et rejets ($<40\ \mu\text{m}$ et $>500\ \mu\text{m}$) préalablement broyés ($<100\ \mu\text{m}$) dans KBr (1 mg de l'échantillon dans 99mg de KBr). Les résultats obtenus ont mis en évidence plusieurs bandes principales attribuées aux éléments phosphates et aux carbonates. Les bandes caractéristiques des espèces minéralogiques observées sont rapportées dans le tableau III.4 :

Tableau III.4 : Position et identification des bandes observées par IR

Position en cm^{-1} et intensité des bandes	Identification des bandes
1047,44 (Très fort)	Ions PO_4^{3-}
565,52 (moyenne)	Groupement ester phosphorique PO_4^{2-}
1434,49 (forte)	Carbonate (ions CO_3^{2-} apatitique)
1623,32 et 871,72 (faible)	Endogangue carbonatée
3431,97 (forte)	Groupement OH

Les résultats représentés par les figures III.7, III.8, III.9, III.10, et III.11 ainsi que l'annexe 04 ont mis en évidence plusieurs bandes principales attribuées aux éléments phosphatés et aux carbonates dans les classe fine et intermédiaire ainsi que les rejets ($< 40\mu\text{m}$ et $> 500\mu\text{m}$).

D'après ces résultats, on remarque que l'intensité des pics caractéristiques des éléments phosphatés (à 1047,44 et à 565,52 cm^{-1}) est nettement marquée dans les rejets grossier (FG) et intermédiaire (FI) par rapport au phosphate brut, la fraction fine (FF) ainsi que les rejets fins ($< 40 \mu\text{m}$), confirmés par l'analyse chimique.

En revanche, les bandes de vibrations, attribuées aux ions CO_3^{2-} situées respectivement à 1434,49 (carbonate apatitique), 871,72 et 1623,32 cm^{-1} (carbonate de gangue) sont beaucoup plus intenses dans les rejets que dans la fraction intermédiaire et la fraction fine, cela est dû à l'importance des carbonates sous la forme de calcite et de dolomite).

La bande large observée à 3431,97 cm^{-1} , est attribuée au groupement OH, dans les différents échantillons analysés. Son intensité est relativement importante dans les classes fine et intermédiaire que dans les rejets ($< 40\mu\text{m}$ et $> 500\mu\text{m}$). Ceci est lié probablement à l'eau de constitution sous différentes formes minéralogiques ($\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $\text{Mg}_5\text{Si}_8\text{O}_{20}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$) ou alors à la présence d'hydroxylapatite en fortes proportions.

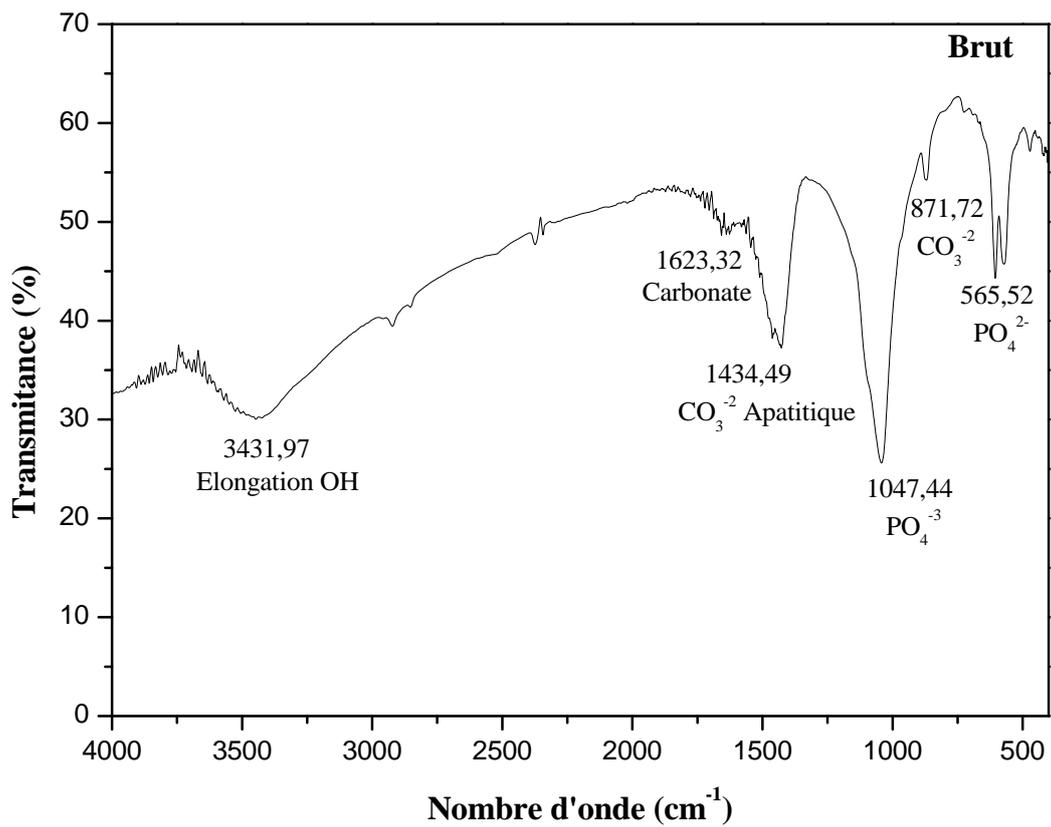


Figure III.6: Spectre infrarouge du phosphate brut

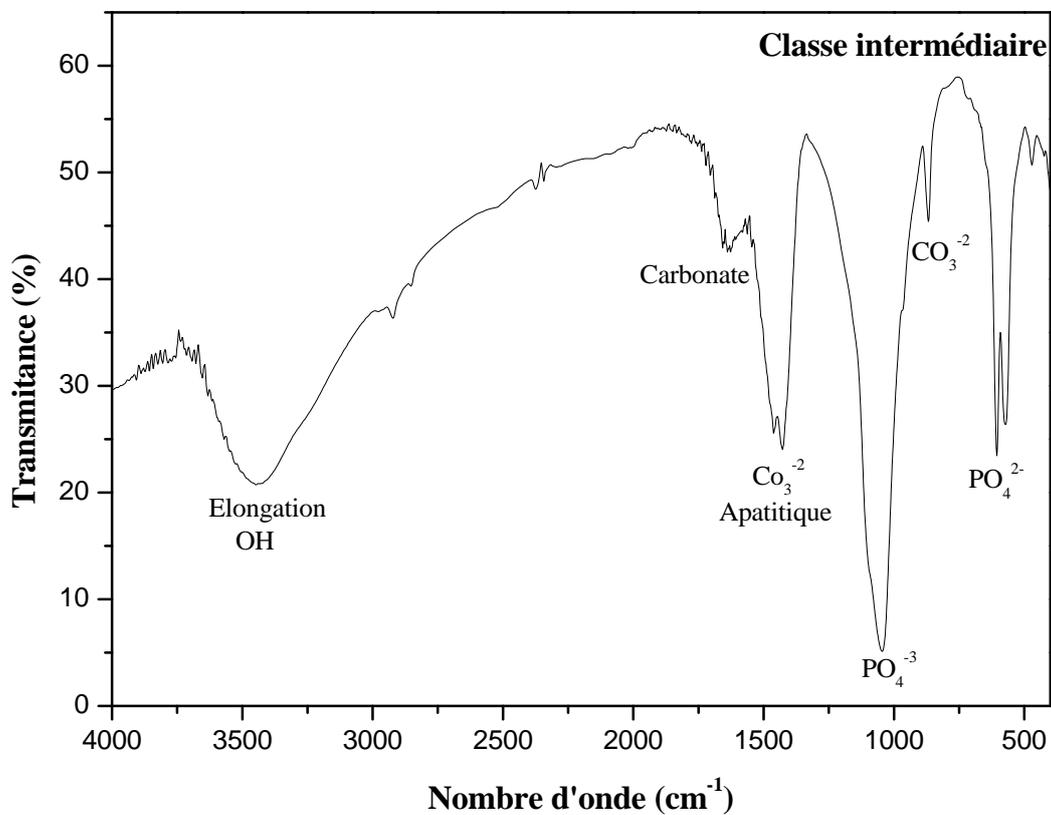


Figure III.7 : Spectre infrarouge de phosphate de la classe intermédiaire

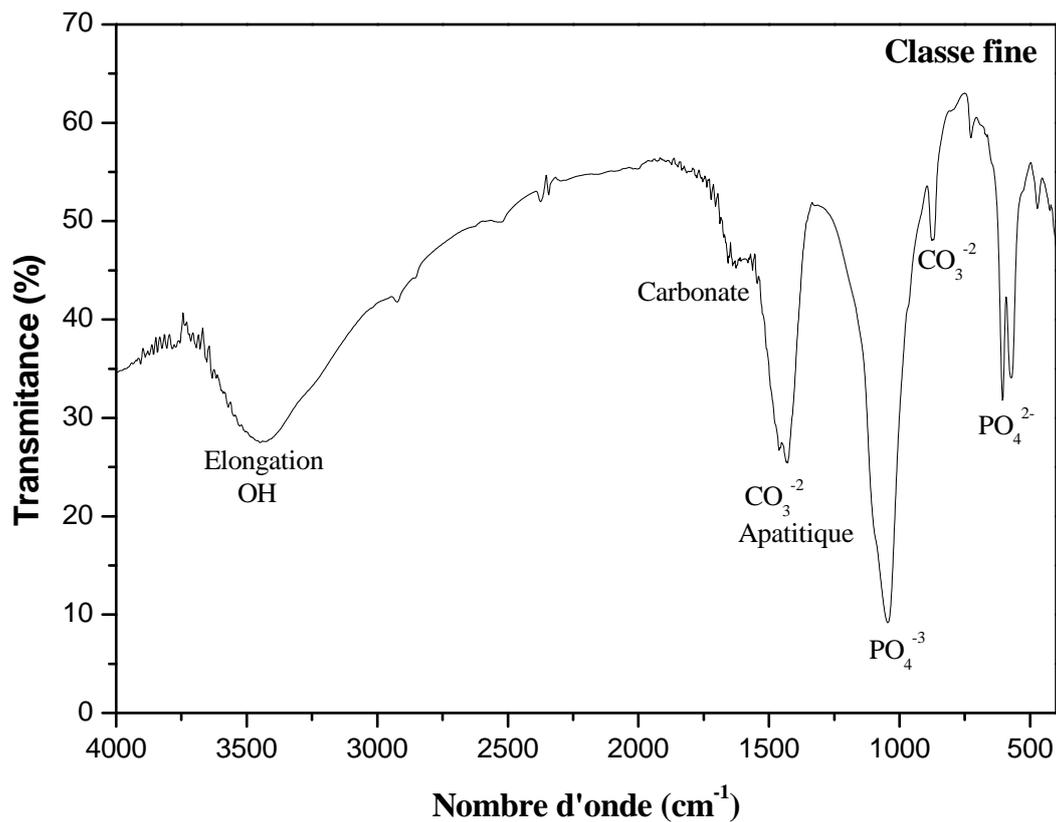


Figure III.8 : Spectre infrarouge de phosphate de la classe fine

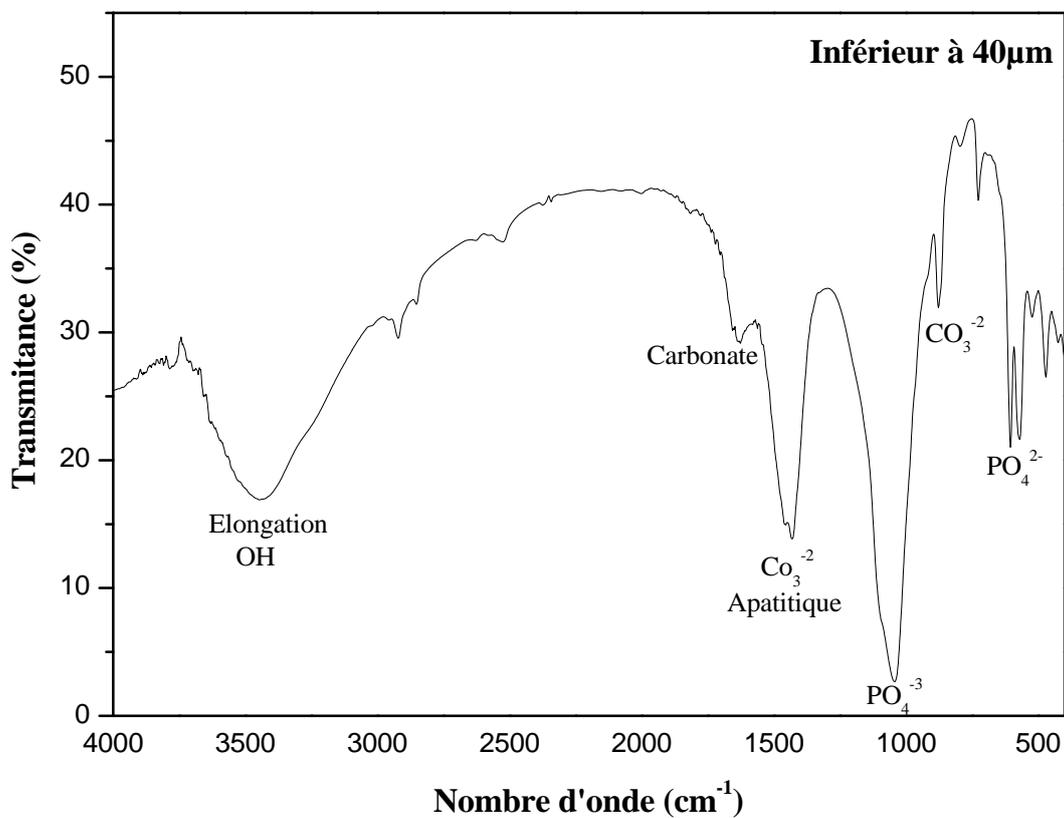


Figure III.9 : Spectre infrarouge du rejet fin de phosphate (RF < 40µm).

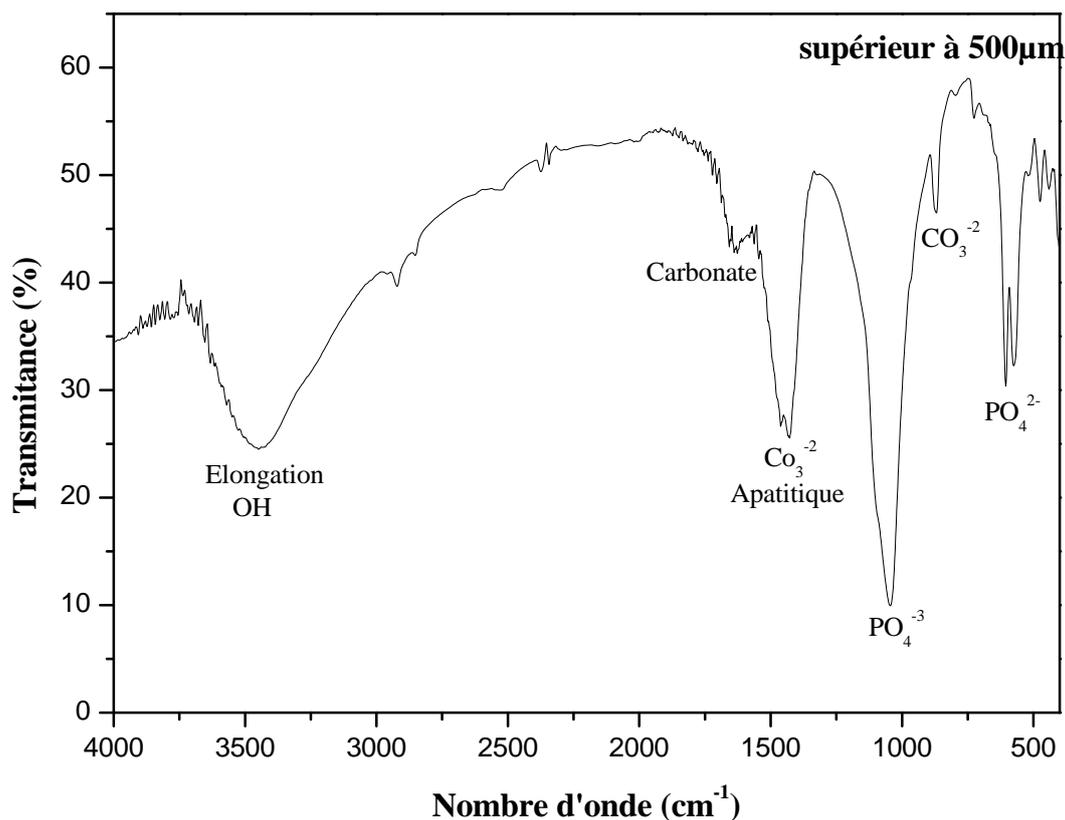


Figure III.10 : Spectre infrarouge du rejet grossier de phosphate (RG > 500 µm).

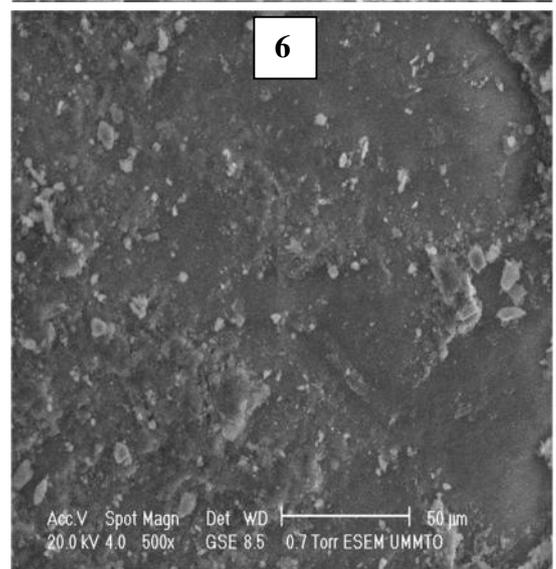
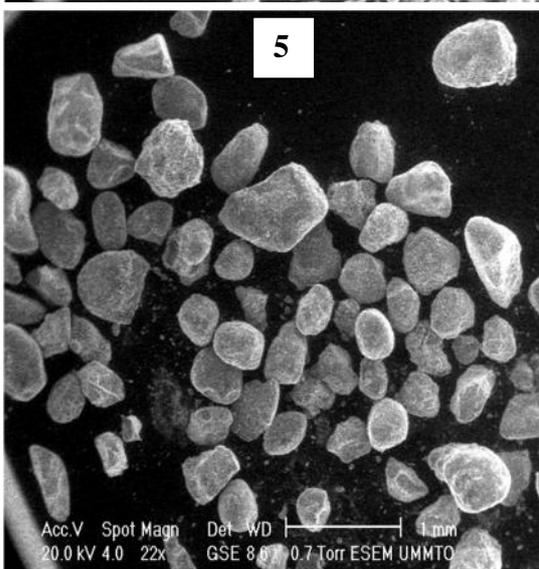
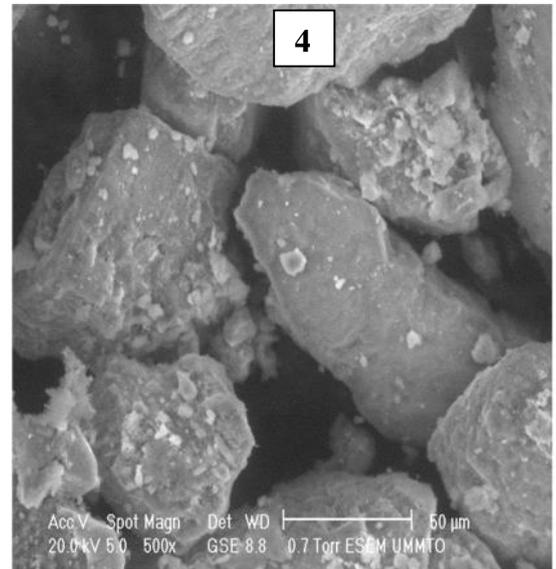
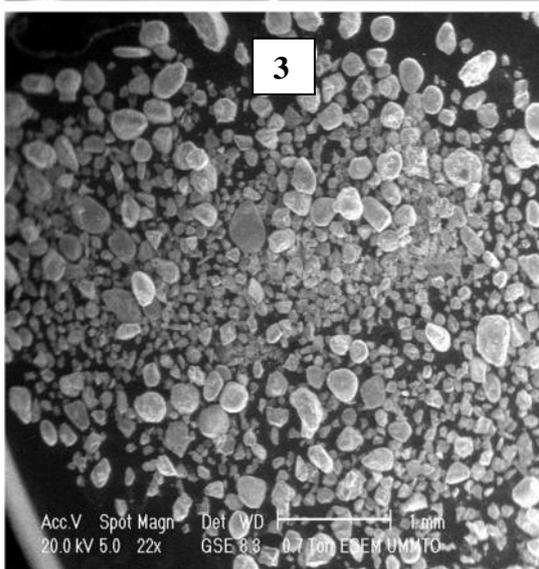
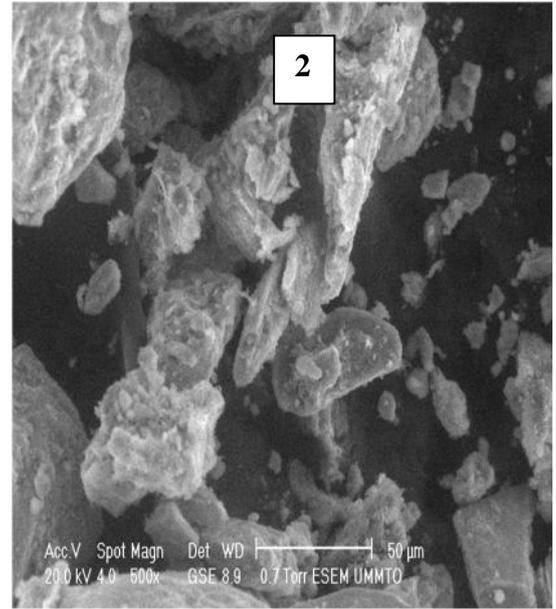
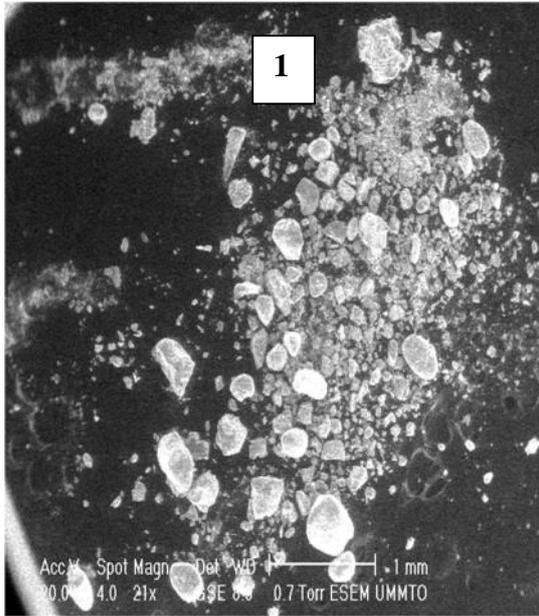
III.2.5. Observations au microscope électronique à balayage

Des observations au microscope électronique à balayage ont été réalisées sur l'échantillon de phosphate brut, classe fine, classe intermédiaire, afin d'étudier sa morphologie.

Les résultats obtenus par MEB sont représentés sur les figures III.12. représentent la morphologie des différents classes de phosphate.

Les photos obtenus de cet échantillon par MEB montrent:

- Une surface assez hétérogène d'une matrice phosphatée à gangue carbonatée et argileuses de grains de tailles variés dans l'échantillon brut (photos 01 et 02).
- Clairement l'abondance des cristaux dolomitiques dans l'échantillon de la classe fine (photos 03 et 04).
- Des agglomérats constitués de grains mixtes (phosphates et dolomites essentiellement) dans classe intermédiaire. Les grains phosphatés de différentes tailles sont parfaitement collés au ciment dolomitique (photos 05 et 06).



Figures III.11 : Micrographies au MEB des échantillons de phosphate brut, classe fine, et intermédiaire

III.2.6. Mesure de surface spécifique

La mesure de surface spécifique par la technique B.E.T a été effectuée sur la classe intermédiaire lavée et la fraction fine lavée. Les résultats obtenues sont de 13.474 m²/g pour la classe fine et 12.482 m²/g pour la fraction intermédiaire, cet écart revient évidemment à la finesse des grains dans la classe fine. Les faibles valeurs obtenues confirment la nécessité de traitement de minerai pour augmenter sa réactivité durant les différents techniques d'enrichissement envisageable.

Chapitre IV

Chapitre IV: Enrichissement par flottation inverse du minerai de phosphate de Kef Es Sennoun

IV.1. Introduction

Le développement de procédés efficaces d'enrichissement moins coûteux que la calcination, est indispensable pour les minerais de phosphate, en vue de valoriser les réserves considérables (plus de 75% de ressources connues [23]) de ces minerais qui devront être nécessairement exploités dans l'avenir pour subvenir aux besoins croissants de fertilisation. Ces procédés pourraient principalement mettre en œuvre la flottation.

De nombreux procédés de séparation carbonates-phosphate par flottation à partir de minerais sédimentaires ont vu le jour depuis des dizaines d'années. Cependant le procédé de calcination revient excessivement cher en raison de la consommation élevée d'énergie et le débouage insuffisant à la libération des particules phosphatées.

Toutefois, la plupart n'ont été évalués qu'en laboratoire sur un petit nombre d'échantillons. Pour cela nous avons choisi de développer le procédé de flottation pour essayer d'améliorer la qualité de produit fini et par conséquent réduire le coût de production des phosphates. Ce procédé est basé sur la flottation des pulpes déschlammées comportant la dépression des particules phosphatées et la flottation des carbonates (flottation inverse) [18].

IV.2. Enrichissement du minerai de phosphate par flottation inverse

IV.2.1. Le protocole expérimental

La pulpe doit être préparée adéquatement en fonction des substances à concentrer. La préparation repose essentiellement sur la dispersion des particules à l'aide d'agents dispersants. Cette préparation consiste à combiner le minerai à l'eau pour former une pulpe à 25% de solide. Cette dernière est soumise à une opération d'attrition afin de détacher les particules fines qui adhèrent aux grosses particules les unes contre les autres. Elle permet de libérer les surfaces de la couche d'oxydation qui peut les enrober.

IV.2.2. Essais d'attrition

Les essais d'attrition ont été réalisés, en préalable aux essais de flottation, pour éliminer les revêtements argileux et siliceux des grains de phosphates et de diminuer la teneur en MgO des particules de dolomite. Ces essais ont été effectués sur les fractions granulométriques (250-500 μ m) et (40-250 μ m). Les produits attritionnés obtenus sont

soigneusement déschlammés par voie humide, sur des tamis vibrants de 250 μ m pour la fraction granulométrique (250-500 μ m) et 40 μ m pour la fraction granulométrique (40-250 μ m) pour éviter la consommation élevée de collecteur requis pour la flottation. Les résultats d'attrition ont été obtenus avec les conditions opératoires suivantes :

a) La classe intermédiaire

- Taux du solide : 25 %
- Vitesse d'agitation : 1100 tr/ mn
- Temps de conditionnement : 30 mn.

b) La classe fine :

- Taux du solide : 25 %
- Vitesse d'agitation : 1100 tr/ mn
- Temps de conditionnement : 15 mn

Les résultats d'attrition obtenus pour les deux classes granulométriques de phosphates étudiés sont donnés dans le tableau IV.1 :

Tableau IV.1: Essais d'attrition des deux classes fine et intermédiaire.

Echantillon	La masse de l'échantillon (g)		Rendement pondéral (%)
	Avant attrition	Après attrition	
Classe fine 40-250 μ m	842,37	691,37	90,54
Classe intermédiaire 250-500 μ m	849,60	778,31	91,16

D'après ces résultats, le rendement en attrition de la classe intermédiaire (91,16%) et plus important que celui de la classe fine (90,54). Ceci est lié probablement à l'abondance du ciment dolomitique, carbonaté, dans les fractions fines.

IV.2.3. Réactifs de flottation

Le schémas de traitement par flottation inverse réalisé au laboratoire de Technologie des Matériaux et de génie des Procédés (LTMGP) (Figure IV.1), a été appliqué pour quatre types de réactifs (R1, R2, R3, R4) pour lesquels les dosages mentionnés (tableau IV.2), correspondent à de meilleures rendements de séparation.

Tableau IV.2 : Dosage des différents réactifs de flottation utilisée

Type de Réactifs	Réactifs	Quantité (g/t)	pH	
			1ère étage	2ème étage
R1	Acide oléique	2500	8,5	9
	Tartrate de sodium-potassium	1200		
	Ethanol	800		
	Soude	2000		
R2	Acide oléique	2500	5	6
	Gazole routier (d = 0,82)	500		
	Ethanol	800		
	Soude	2000		
R3	Acide oléique	2500	4,5	5,5
	Acide phosphorique	1000		
	Ethanol	800		
	Soude	2000		
R4	Acide oléique	2500	9	9
	Huile de pin	1000		
	Ethanol	800		
	Soude	2000		

IV.2.4. Le Procède de flottation inverse

Les essais de flottation inverse sur ce type de minerais de Kef Es Sennoun ont été réalisés sur les fractions attritionnées (40-250µm) et (250-500µm) dans une cellule de flottation type Motso Minérale industries, inc Darville, PA U.S.A, disponible au Laboratoire de Technologie des Matériaux et de Génie des Procédés (LTMGP). Cette cellule est constituée d'un réservoir muni d'un axe d'agitation sur lequel est fixée une hélice. La vitesse de rotation de l'axe est très élevée afin d'assurer une agitation intense.

Le conditionnement de la flottation se fait en pulpe à 25 % de solide. La température de la pulpe en flottation est maintenue généralement constante à 25 °C.

Après conditionnement, la suspension est introduite dans la cellule qui est alimentée par le bas avec de l'air. Une mousse chargée de carbonates est récupérée par débordement dans le haut de la cellule. Les produits obtenus, le flottant et le coulant, constituent respectivement le rejet carbonaté et le concentré de phosphate.

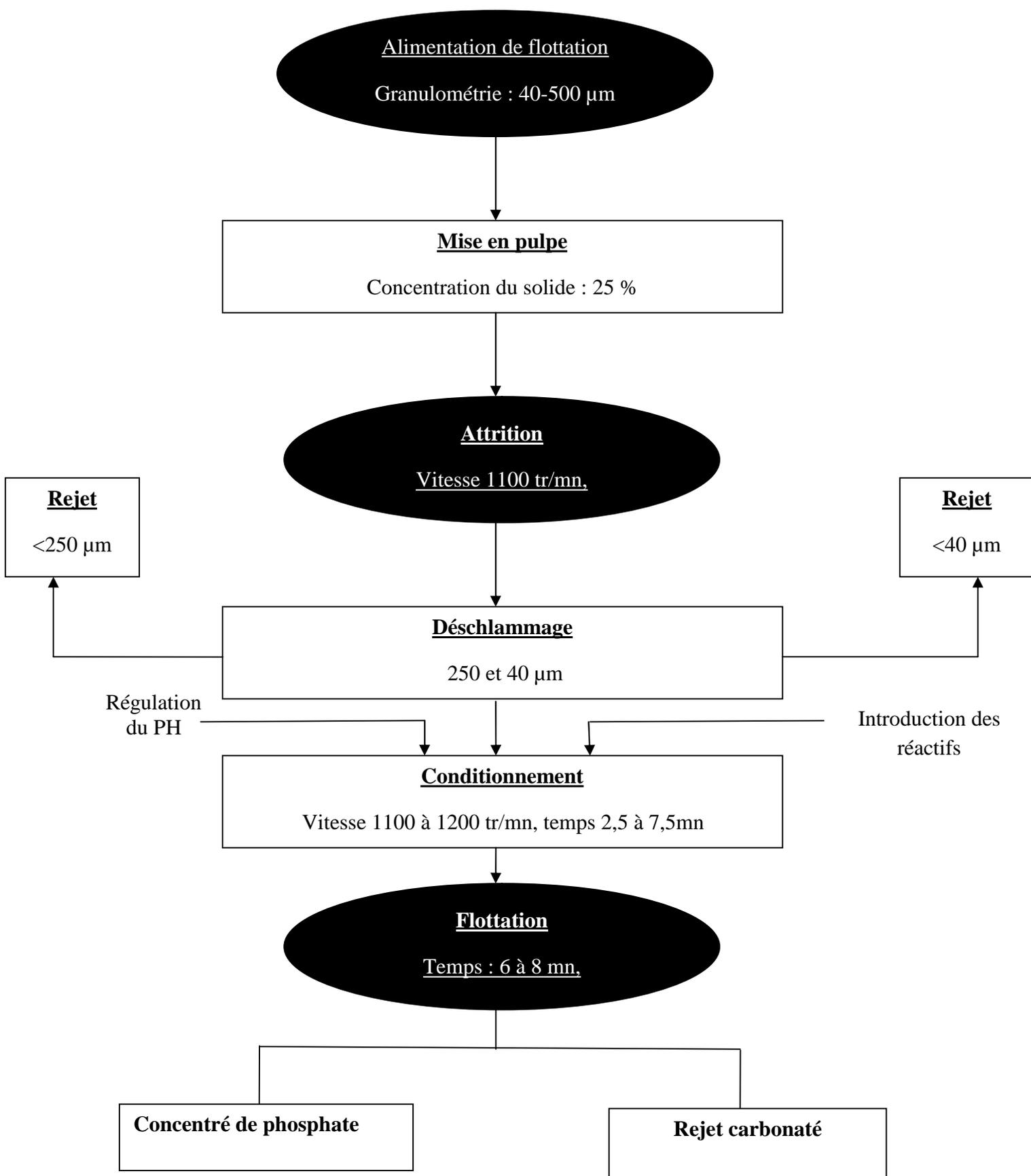


Figure V.1: Schéma de flottation inverse du minerai de Kef Es Sennoun

V.3. Résultats des essais de la flottation inverse

V.3.1. Optimisation des réactifs de flottation utilisés

V. 3.1.1. Influence des quantités sur les taux de récupération

- **Première étage**

Les résultats des essais de flottation inverse obtenus pour les deux échantillons de phosphates étudiés représentant les classes fine et intermédiaire ainsi que les taux pondéraux de récupération en phosphates déprimés et en carbonates flottés pour chaque réactifs, sont regroupés dans les tableaux IV.3 et IV4 ainsi que les figures V.2 et V.3.

Tableaux IV.3 : Analyses pondérales des Produits du première étage de flottation de la classe fine de minerai de phosphate pour différents réactifs utilisés.

Type de réactifs	Produits	Quantité (g)	Pourcentage pondérale (%)	Taux de récupération (%)
R1	Flottant	26,06	10,42	89,11
	Coulant	213,28	85,31	
	Alimentation	250,00	100,00	
R2	Flottant	43,30	17,34	81,38
	Coulant	189,30	75,72	
	Alimentation	250,00	100,00	
R3	Flottant	46,60	18,64	80,96
	Coulant	198,20	79,28	
	Alimentation	250,00	100,00	
R4	Flottant	15,80	06,32	<u>92,86</u>
	Coulant	205,50	82,20	
	Alimentation	250,00	100,00	

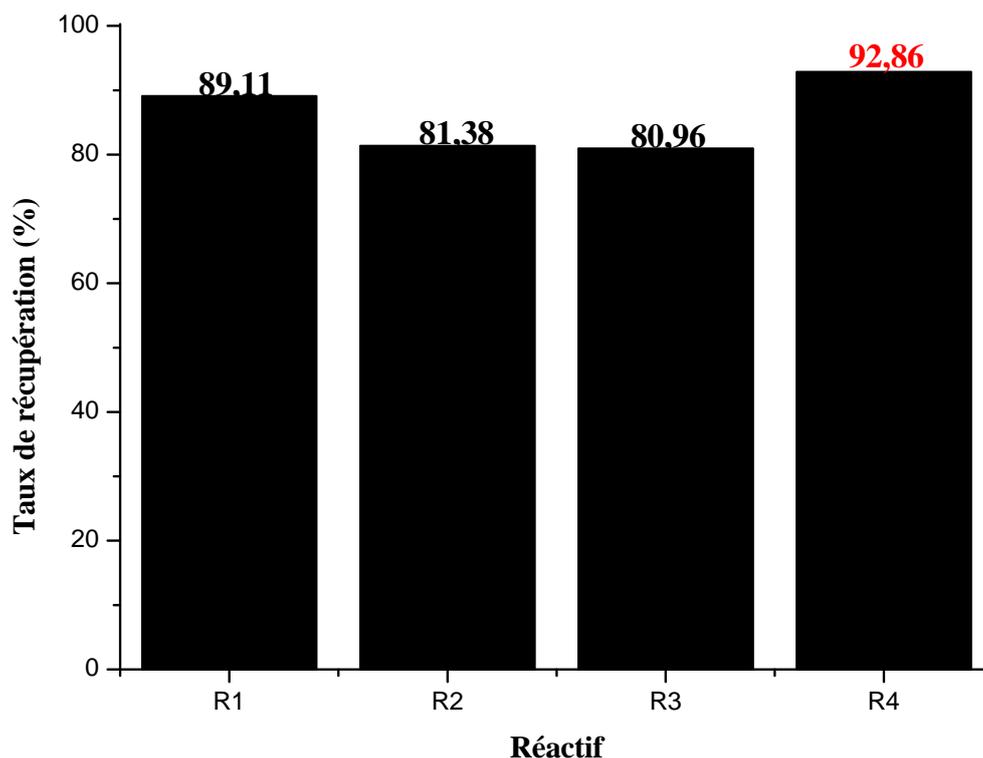


Figure IV.2 : Variation des taux de récupération en masse en fonction des réactifs du première étage de flottation de la classe fine

Tableaux IV.4 : Analyses pondérales des Produits du première étage de flottation de la classe intermédiaire de minerai de phosphate pour différents réactifs utilisés.

Type de réactifs	Produits	Quantité (g)	Pourcentage pondérale (%)	Taux de récupération (%)
R1	Flottant	22,16	08,86	90,99
	Coulant	223,80	89,52	
	Alimentation	250,00	100,00	
R2	Flottant	43,50	17,40	81,64
	Coulant	193,40	77,36	
	Alimentation	250,00	100,00	
R3	Flottant	41,40	16,56	82,91
	Coulant	200,80	80,32	
	Alimentation	250,00	100,00	
R4	Flottant	15,10	06,04	93,80
	Coulant	228,40	91,36	
	Alimentation	250,00	100,00	

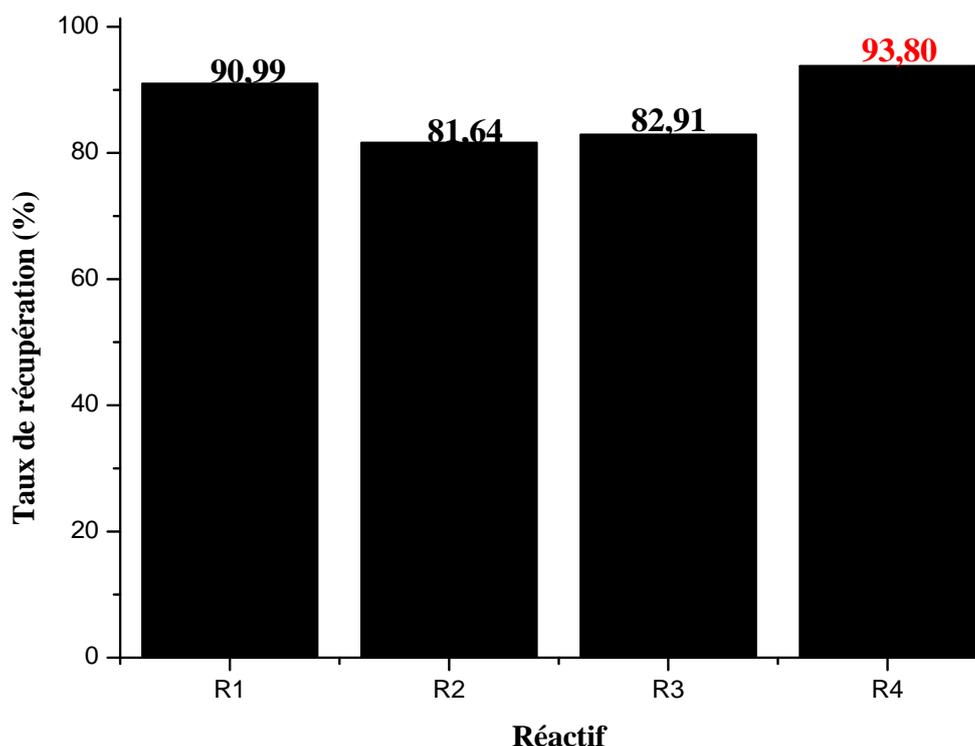


Figure IV.3 : Variation de taux de récupération en masse en fonction des réactifs du première étage de flottation de la classe intermédiaire

Il ressort des résultats du première étage de la flottation que les rendements des taux de récupération en masse sont bien élevés pour les classe intermédiaire que celles fines. Le meilleur réactif qui correspond à un rendement élevé dans les deux classes est R4, 93,80 % pour la classe intermédiaire et 92,86 % pour la classe fine.

Par contre les rendements des autres réactifs R1, R2 et R3 sont respectivement 89,11 %, 81,38 % et 80,96 % pour la classe fine et 90,99 % 81,64 % et 82,91 % pour la classe intermédiaire.

L'utilisation de réactif R4 a donné un bon rendement, Ceci démontre bien le rôle marquant que joue le déprimant huile de pin, puisque on a utilisé le même collecteur pour les quatre réactifs dans la première étape de la flottation inverse.

- Deuxième étage

Tableaux IV.5 : Analyses pondérales des Produits du deuxième étage de la classe fine de minerai de phosphate pour différents réactifs utilisés.

Type de réactifs	Produits	Quantité (g)	Pourcentage pondérale (%)	Taux de récupération (%)
R1	Flottant	40,37	18,93	79,76
	Coulant	159,11	74,60	
	Alimentation	213,28	100,00	
R2	Flottant	11,60	06,13	93,46
	Coulant	165,86	87,62	
	Alimentation	189,30	100,00	
R3	Flottant	36,28	18,30	80,42
	Coulant	149,00	75,18	
	Alimentation	198,20	100,00	
R4	Flottant	24,20	11,78	87,54
	Coulant	169,97	82,71	
	Alimentation	205,50	100,00	

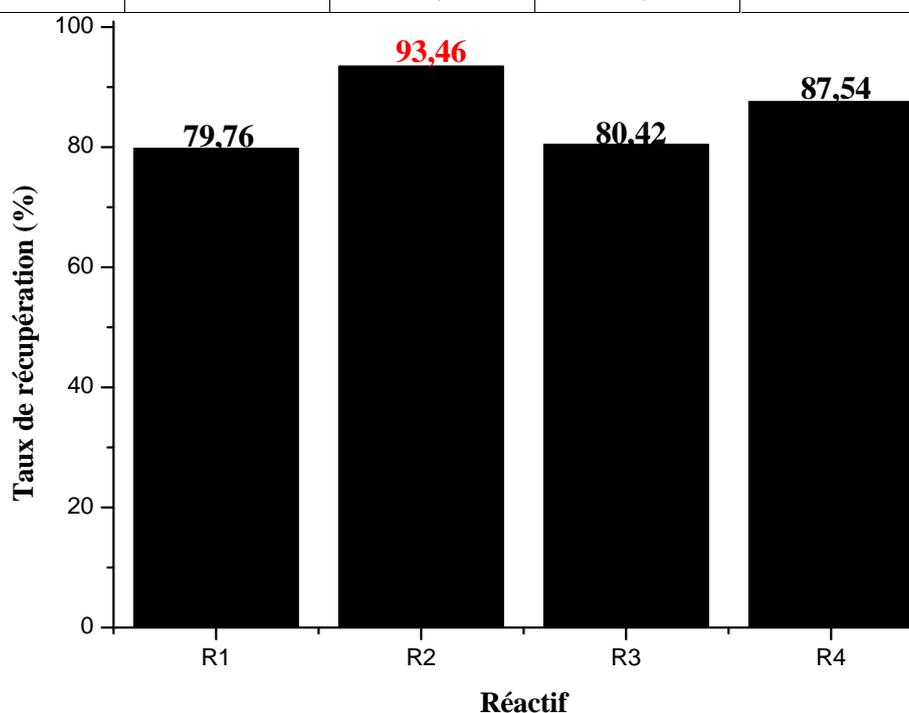


Figure IV.4 : Variation de taux de récupération en fonction des réactifs de deuxième étage de la flottation de la classe fine

Tableaux IV.6 : Analyses pondérales des Produits du deuxième étage de la classe intermédiaire de minerai de phosphate pour différents réactifs utilisés.

Type de réactifs	Produits	Quantité (g)	Pourcentage pondérale (%)	Taux de récupération (%)
R1	Flottant	37,58	18,93	82,46
	Coulant	176,71	74,60	
	Alimentation	223,80	100,00	
R2	Flottant	08,70	06,13	<u>95,05</u>
	Coulant	167,04	87,62	
	Alimentation	193,4	100,00	
R3	Flottant	27,80	18,30	84,63
	Coulant	153,13	75,18	
	Alimentation	200,80	100	
R4	Flottant	31,20	11,78	85,74
	Coulant	187,61	82,71	
	Alimentation	228,40	100,00	

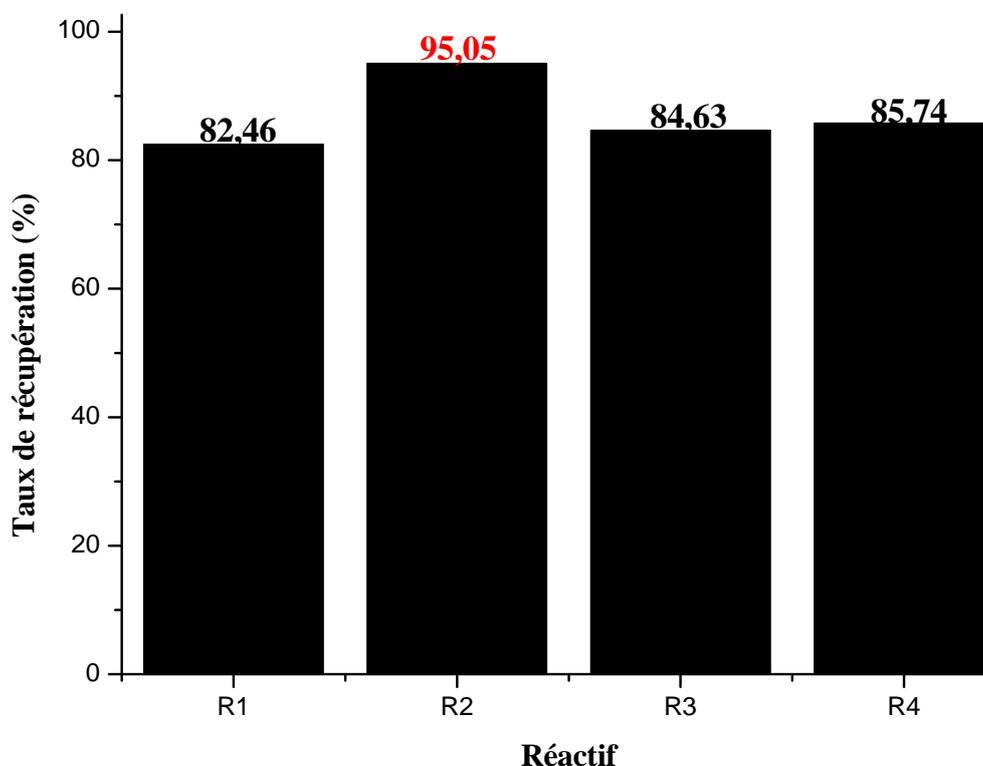


Figure IV.5 : Variation de taux de récupération en fonction des réactifs du deuxième étage de la flottation de la classe intermédiaire

Dans le cas des résultats obtenus par la flottation en deuxième étage, on constate que le taux de récupération en masse est toujours élevée dans la classe intermédiaire que la classe fine.

Par contre le réactif en progès est bien marqué par le R2 avec 93,46 % pour la classe fine et 95,05 % pour la classe intermédiaire.

D'après ces résultats, on révèle que le réactif R2 est le plus approprié à la flottation en deuxième étage, en qualité de son déprimant (Gazole routier), puisque on a utilisé le meme collecteur pour les quatres réactifs.

IV.3.1.2. Influence des différents réactif sur la récupération en P₂O₅

Les résultats des essais de flottation inverse, obtenus pour les échantillons des deux classes étudiés (fine et intermédiaire), avec les différents types de réactifs (R1, R2, R3, et R4), sont regroupés dans les tableaux IV.7 à V.10. et les figures V.6 à V.9. Ils représentent essentiellement les taux de récupération en phosphates déprimés.

- **Première étage**

Les résultats de ces essais,obtenus, sont représentés dans les tableaux et sur les figures.

Tableaux IV.7: Analyses pondérales des Produits de première étage de la classe fine de minerai de phosphate pour différents réactifs utilisés.

Type de réactifs	Produits	Quantité (g)	Teneur P ₂ O ₅ (%)	Quantité P ₂ O ₅ (g)	Taux d'enrichissement P ₂ O ₅ (%)
R1	Flottant	26,06	25,46	06,63	<u>99,35</u>
	Coulant	213,28	28,85	61,53	
	Alimentation	250	24,77	61,93	
R2	Flottant	43,30	23,30	10,09	79,07
	Coulant	189,30	25,87	48,97	
	Alimentation	250	24,77	61,93	
R3	Flottant	46,60	22,89	10,67	84,87
	Coulant	198,20	26,52	52,56	
	Alimentation	250	24,77	61,93	
R4	Flottant	15,80	21,55	03,40	90,68
	Coulant	205,50	27,33	56,16	
	Alimentation	250	24,77	61,93	

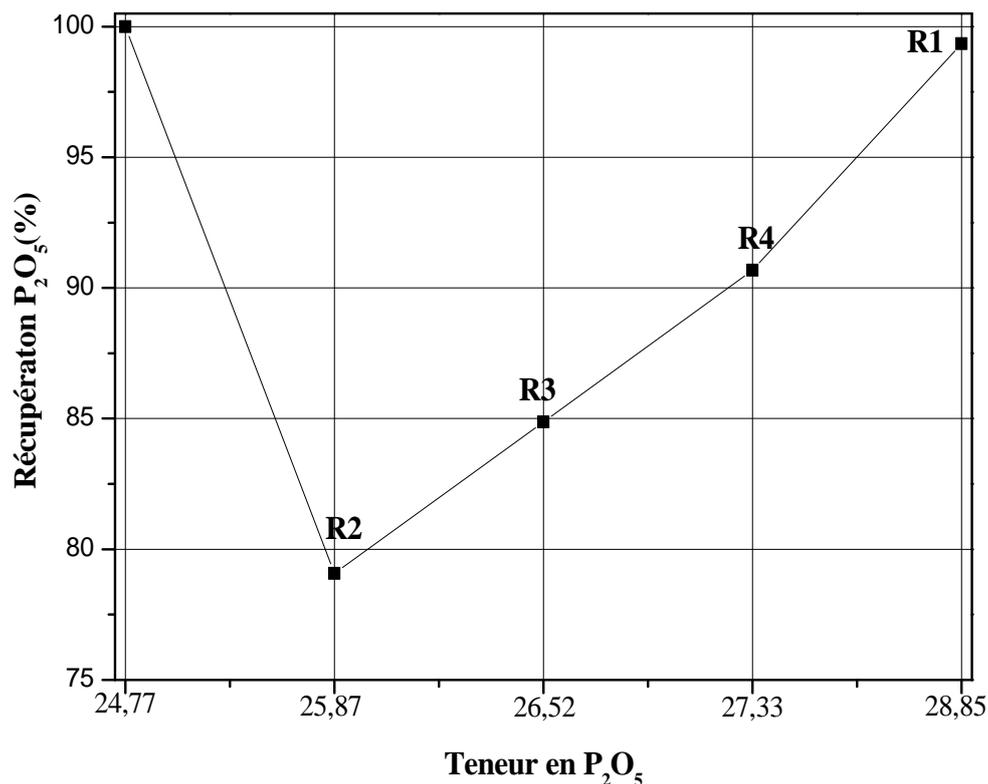


Figure IV.6 : Taux de récupération en P₂O₅, en fonction des teneurs en P₂O₅ dans les concentrés de première étape de la classe fine

Tableaux IV.8: Analyses pondérales des Produits de première étape de la classe intermédiaire de minerai de phosphate pour différents réactifs utilisés.

Type de réactifs	Produits	Quantité (g)	Teneur P ₂ O ₅ (%)	Quantité P ₂ O ₅ (g)	Taux d'enrichissement P ₂ O ₅ (%)
R1	Flottant	22,16	23,83	05,28	99,58
	Coulant	223,80	30,96	69,28	
	Alimentation	250	27,83	69,58	
R2	Flottant	43,50	25,11	10,92	79,72
	Coulant	193,40	28,68	55,47	
	Alimentation	250	27,83	69,58	
R3	Flottant	41,40	24,88	10,30	83,77
	Coulant	200,80	29,03	58,29	
	Alimentation	250	27,83	69,58	
R4	Flottant	15,10	24,00	3,62	97,00
	Coulant	228,40	29,56	67,52	
	Alimentation	250	27,83	69,58	

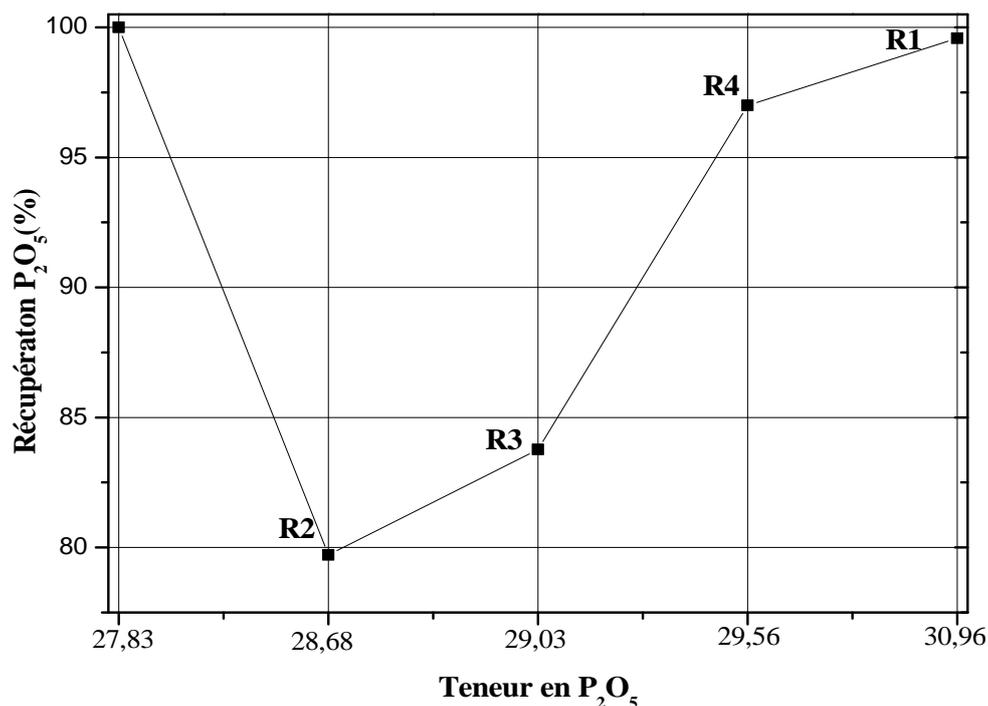


Figure IV.7 : Taux de récupération en P₂O₅, en fonction des teneurs en P₂O₅ dans les concentrés de première étape de la classe intermédiaire

A partir de la courbe de récupération en P₂O₅ des classes fines et intermédiaires indiquée par les figures IV.6 et IV.7, On remarque l'élévation de taux de récupération en P₂O₅ avec l'élévation de la teneur en P₂O₅ pour la classe fines et intermédiaire.

De ces résultats, il apparaît que les concentrés de flottation produits à partir des réactifs R1 et R4 pour les deux classes enregistrent des teneurs acceptables en P₂O₅, respectivement 28,85 et 27,33 %, pour la classe fine, 30,96 % et 29,56 pour la classe intermédiaire. Les récupérations en P₂O₅ correspondantes sont 99,35 et 90,68 pour la classe fine et 99,58, 97,00 pour la classe intermédiaire.

Il est intéressant de noter que la présence du tartrate de sodium - potassium dans le réactif R1, et d'huile de pin dans le réactif R4 en leur qualité de déprimant des phosphates, affectent favorablement sur la récupération en P₂O₅. En effet, la récupération en P₂O₅ dans le concentré de flottation issu du réactif R1 (99,58 %) supérieure à celle obtenue par le réactif R4 (97,00 %).

En effet, les taux de récupération en P₂O₅ dans la classe fine ainsi que ceux de la classe intermédiaire sont sensiblement identiques, avec toutefois une légère différence, Cet écart, traduit par l'abondance du ciment dolomitique, carbonaté, dans les fractions fines.

D'une façon générale, l'ensemble des résultats d'essais réalisés sur les quatre types de réactifs en première étape a montré que les meilleures performances de séparation carbonate

– phosphate ont été obtenues à partir des réactifs R1 et R4, aussi bien pour la dépression du phosphate (P_2O_5) que pour la flottation des carbonates (MgO). Ceci peut être expliqué par le rôle prépondérant que jouent le collecteur acide oléique ainsi que les déprimants qui sont respectivement le tartrate de sodium - potassium dans le réactif R1, et l'huile de pin dans le réactif R4 comme agents déprimants puissants.

En revanche, les performances des réactifs R2 et R3 sont loin d'être significatives, elles sont caractérisées par de faibles taux de récupération en P_2O_5 , et cela dû probablement à la présence de la matière organique qui peut être attribuée probablement à la présence du pétrole dans le Gazole routier (réactif R2) et des éléments dolomitiques et siliceuse dans l'acide phosphorique (réactif R3).

- **Deuxième étage**

Les quantités des produits de la première flottation (coulant) ont été passées pour une seconde flottation (double flottation), les résultats de ces essais obtenus, sont représentés dans les tableaux IV.9, IV.10 et sur les figures IV.8, IV.9.

Tableaux IV.9: Analyses pondérales des Produits du deuxième étage de la classe fine de minerai de phosphate pour différents réactifs utilisés.

Type de réactifs	Produits	Quantité (g)	Teneur P_2O_5 (%)	Quantité P_2O_5 (g)	Taux d'enrichissement P_2O_5 (%)
R1	Flottant	40,37	18,16	07,33	88,15
	Coulant	159,11	29,27	46,57	
	Alimentation	213,28	24,77	52,83	
R2	Flottant	11,60	21,61	2,51	95,84
	Coulant	165,86	27,10	44,95	
	Alimentation	189,3	24,77	46,90	
R3	Flottant	36,28	20,79	07,54	84,38
	Coulant	149,00	27,80	41,42	
	Alimentation	198,20	24,77	49,09	
R4	Flottant	24,20	19,15	04,63	<u>96,35</u>
	Coulant	169,97	28,85	49,04	
	Alimentation	205,50	24,77	50,90	

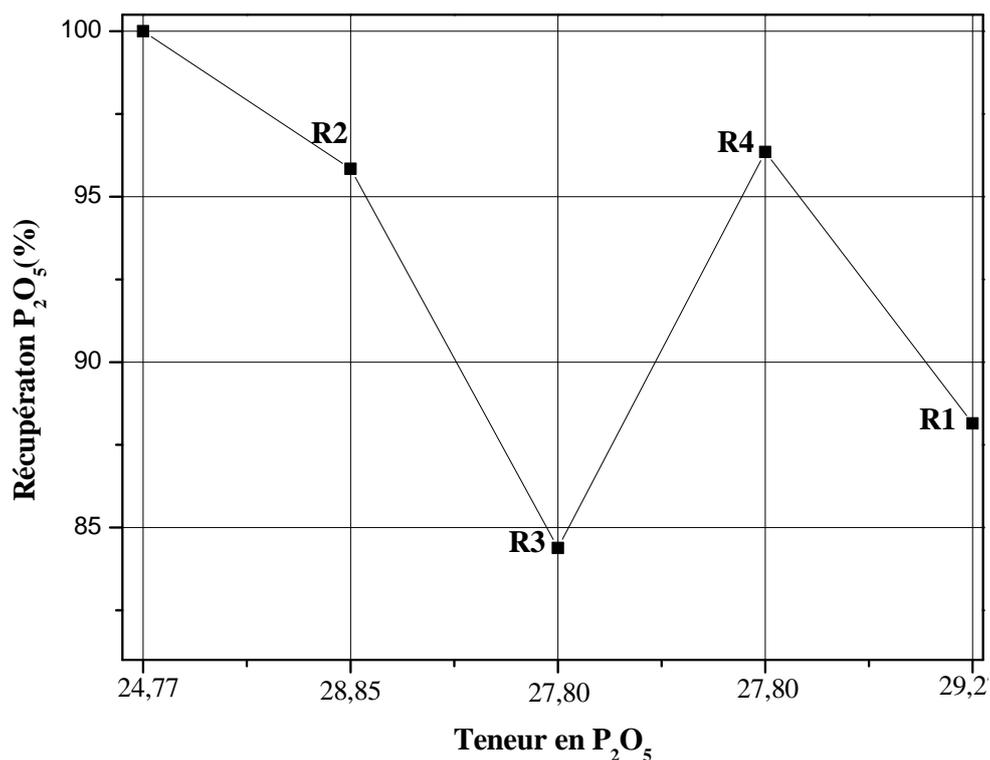


Figure IV.8 : Taux de récupération en P₂O₅, en fonction des teneurs en P₂O₅ dans les concentrés du deuxième étage de la classe fine

Tableaux IV.10: Analyses pondérales des Produits du deuxième étage de la classe intermédiaire de minerai de phosphate pour différents réactifs utilisés.

Type de réactifs	Produits	Quantité (g)	Teneur P ₂ O ₅ (%)	Quantité P ₂ O ₅ (g)	Taux d'enrichissement P ₂ O ₅ (%)
R1	Flottant	37,58	20,73	07,79	88,66
	Coulant	176,71	31,25	55,22	
	Alimentation	223,80	27,83	62,28	
R2	Flottant	08,70	24,82	02,16	90,47
	Coulant	167,04	29,15	48,69	
	Alimentation	193,40	27,83	53,82	
R3	Flottant	27,80	22,19	06,17	83,71
	Coulant	153,13	30,55	46,78	
	Alimentation	200,8	27,83	55,88	
R4	Flottant	31,20	22,37	6,98	88,97
	Coulant	187,61	30,14	56,55	
	Alimentation	228,4	27,83	63,56	

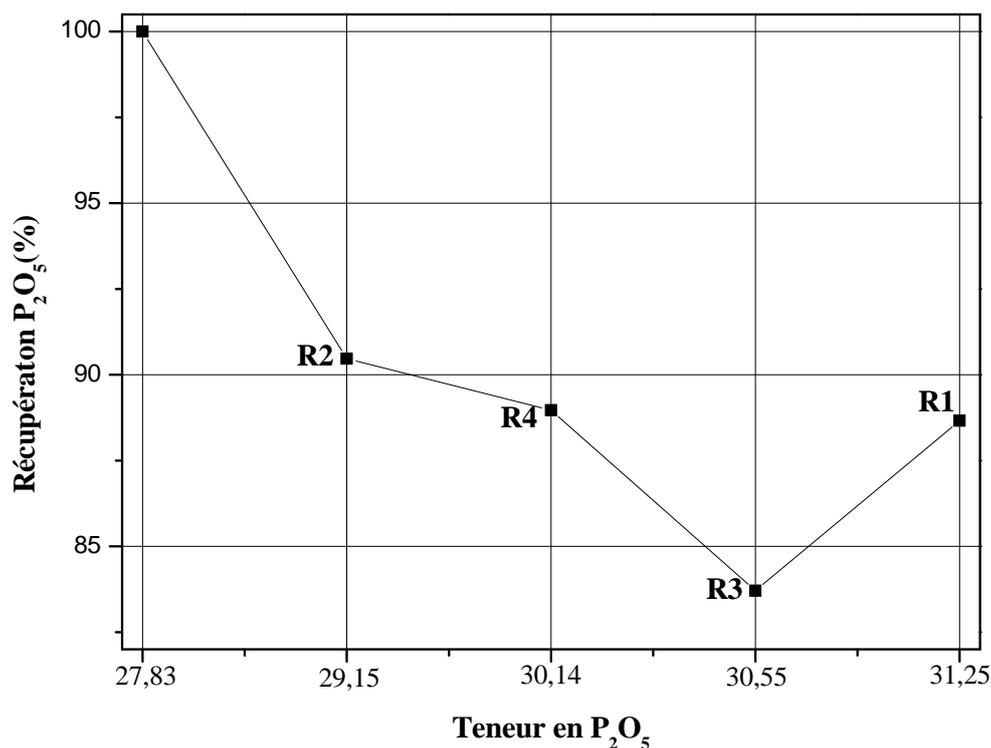


Figure IV.9 : Taux de récupération en P_2O_5 , en fonction des teneurs en P_2O_5 dans les concentrés du deuxième étage de la classe intermédiaire

De ces résultats, on constate que les concentrés du deuxième étage de la flottation produits à partir des quatre réactifs R1, R2, R3 et R4 pour les deux classes enregistrent des teneurs considérables en P_2O_5 , plus importantes que les teneurs du premier étage, respectivement 31,25 %, 29,15 %, 30,55 % et 30,14 %, pour la classe intermédiaire et 29,27 %, 27,10 %, 27,80 % et 28,85 % pour la classe fine. Les récupérations en P_2O_5 correspondantes sont 88,67 %, 90,47 %, 83,71 %, et 88,97 % pour la classe intermédiaire et 88,15 %, 95,84 %, 84,38 %, 96,35 % pour la classe fine.

On constate également qu'avec même l'accroissement de la teneur dans le deuxième étage de la flottation sur chaque réactif, on enregistre un important abaissement du taux de récupération en P_2O_5 dans les réactifs R1, R3, R4 de la classe intermédiaire.

Quant à la classe fine on note un abaissement dans les réactifs R1 et R3, contrairement aux réactifs R2 et R4 qu'a marqués un énorme accroissement.

D'après ces expériences, on peut conclure que la flottation à double étage est parfaitement favorable et qui a un excellent rendement économique pour le réactif R2 de la classe intermédiaire, et pour les réactifs R2 et R4 de la classe fine.

On peut conclure que la flottation à double étage dépend principalement du réactif utilisée.

IV.3.2. Analyses minéralogiques des produits de flottation

L'analyse par diffraction à rayon X a été effectuée sur les échantillons de phosphate classe fine et intermédiaire des produits du double flottation, flottant (rejets carbonatés) et coulant (concentrés de phosphates), préalablement broyés (<100 μ m) pour les différents réactifs utilisés (R1, R2, R3, R4).

Une diminution nette de l'intensité des raies caractéristiques des carbonates (dolomite) dans les concentrés de phosphate, obtenus à partir des réactifs R1, R2, R3 et R4 de la classe fine, et son importance dans les rejets carbonatés, avec toutefois, une phase phosphatée relativement importante dans les concentrés.

Les résultats d'analyse minéralogique illustrés par les diffractogrammes des figures IV.11, IV.15, et IV.17, montrent que le concentré (coulant) est plus riche en particules phosphatées (fluorapatite, carbonate hydroxylapatite, carbonate fluorapatite) et pauvre en carbonates, contrairement au flottant qui est principalement de la dolomite avec une faible quantité des éléments phosphatés.

Les résultats représentés par les diffractogrammes des figures (Figure IV.12, Figure V.14) montrent la disparition quasi-totale des raies caractéristiques des carbonates (dolomite et calcite) dans le concentré de phosphate (coulant) et leurs importance dans le flottant avec la présence non négligeable des minéraux phosphatés dans ce dernier.

Les diffractogrammes RX obtenus à partir du réactif R2 (figure IV.12 et IV.13) ont montrés des différences importantes entre les rejets de flottation (flottants) et les concentrés (coulants).

En effet, les raies principales, caractéristiques des carbonates issus de la dolomite ($2\theta = 30,85$) sont beaucoup plus prononcées dans les flottants que dans les coulants, contrairement aux raies des éléments phosphatés ($2\theta = 32,16$ et $33,27$). Cette différence est liée aux bonnes performances de séparation des carbonates et les éléments phosphatés avec ce type de réactif.

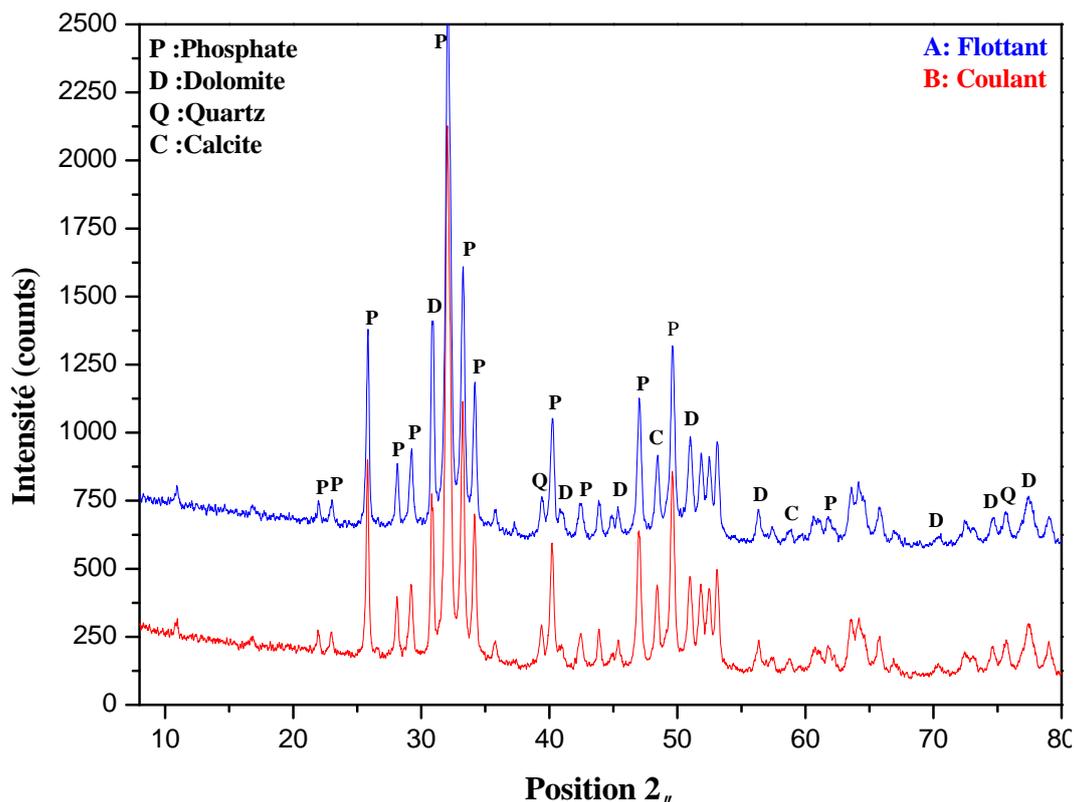


Figure IV.10 : Diffractogrammes des rayons X des produits de double flottation (coulant et flottant) obtenus avec le réactif R1 (classe fine).

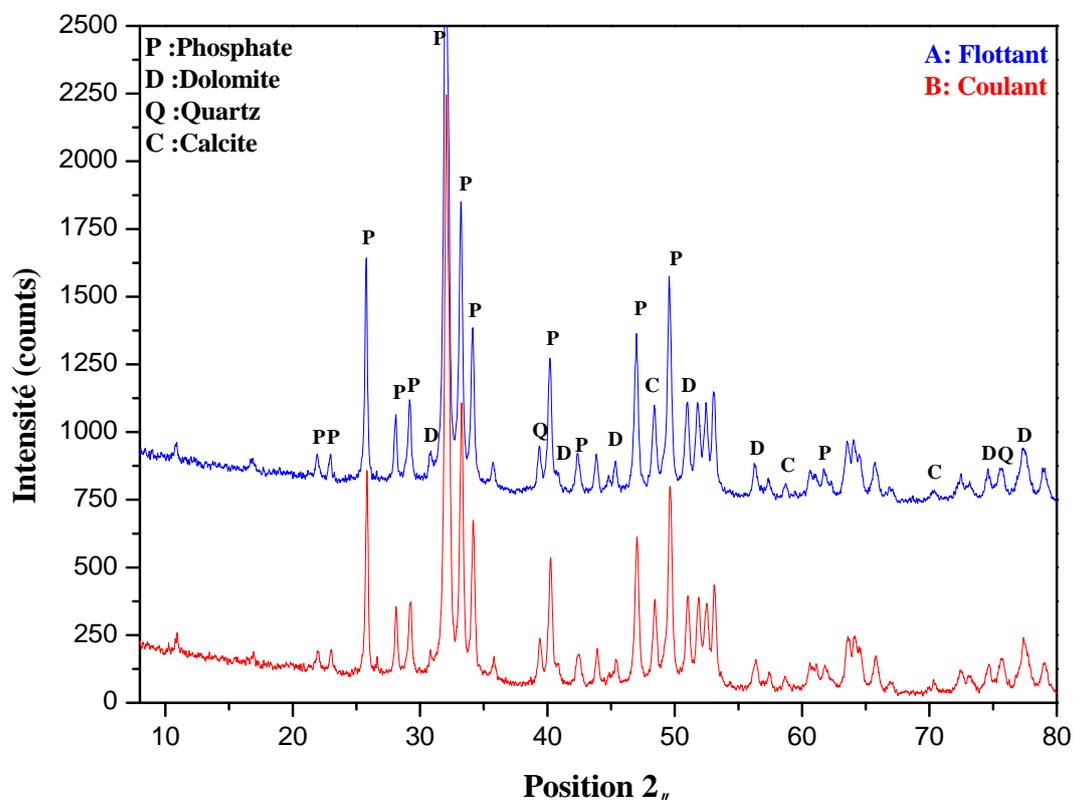


Figure IV.11 : Diffractogrammes des rayons X des produits de la double flottation (coulant et flottant) obtenus avec le réactif R1 (classe intermédiaire).

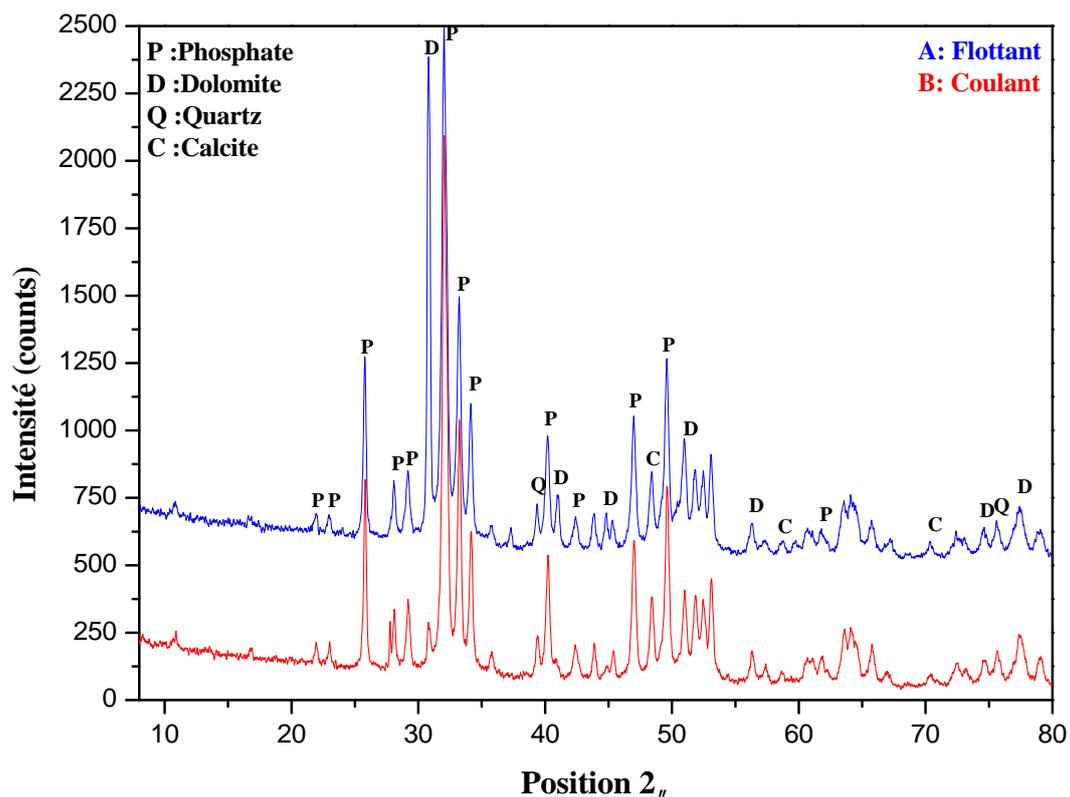


Figure IV.12 : Diffractogrammes des rayons X des produits de la double flottation (coulant et flottant) obtenus avec le réactif R2 (classe Fine).

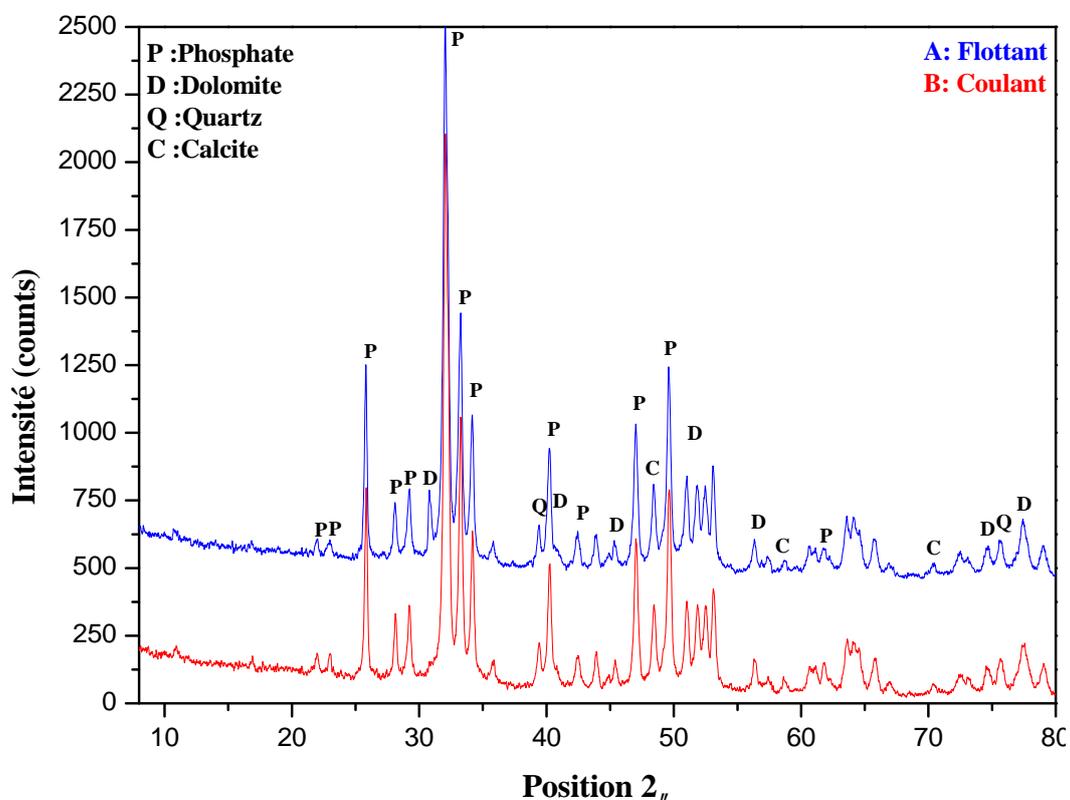


Figure IV.13 : Diffractogrammes des rayons X des produits de la double flottation (coulant et flottant) obtenus avec le réactif R2 (classe intermédiaire)

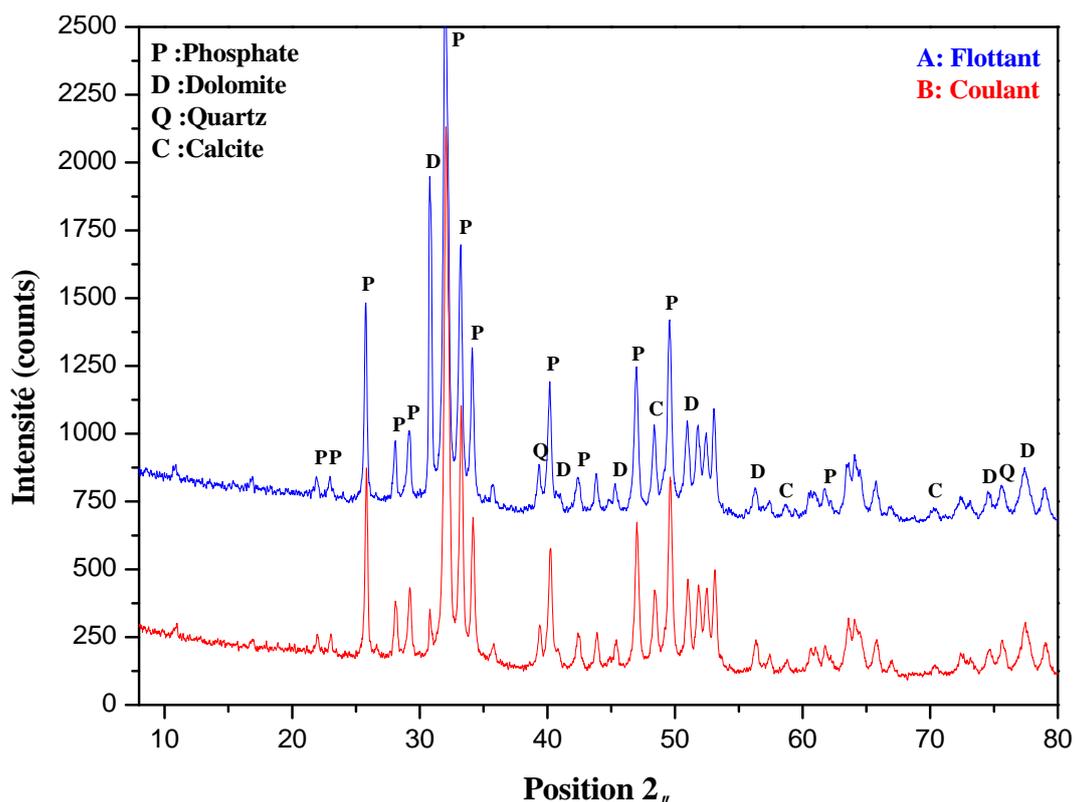


Figure IV.14 : Diffractogrammes des rayons X des produits de la double flottation (coulant et flottant) obtenus avec le réactif R3 (classe Fine).

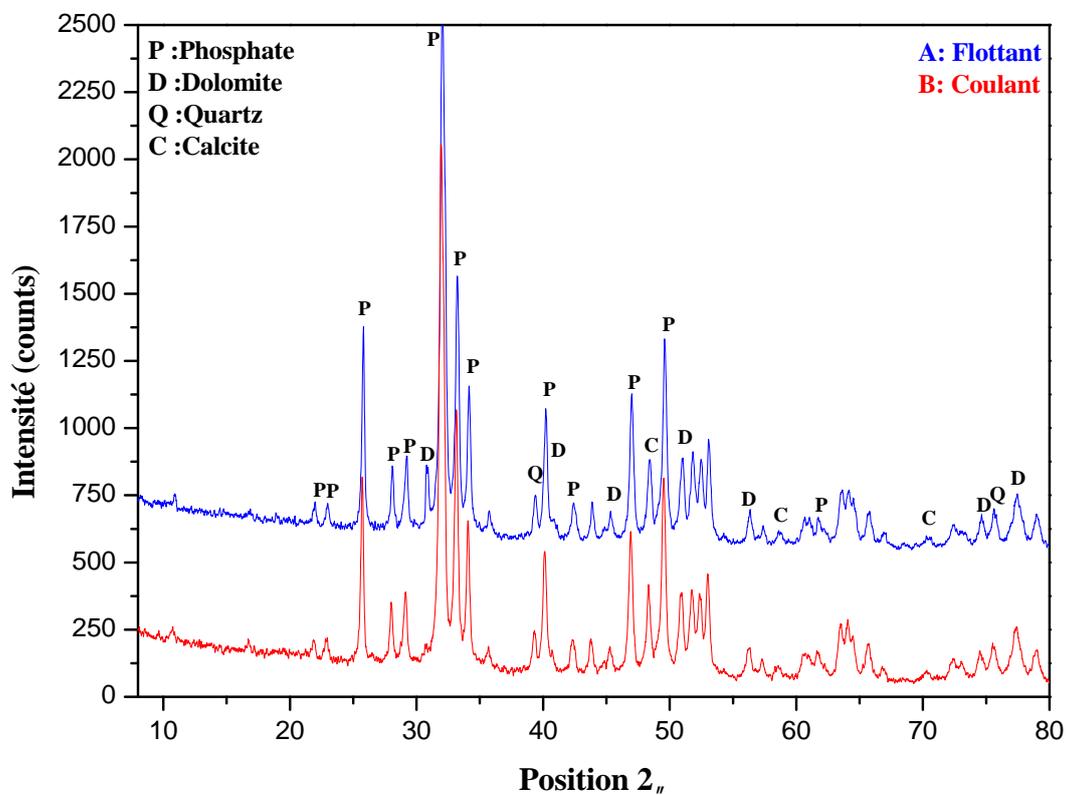


Figure IV.15 : Diffractogrammes des rayons X des produits de la double flottation (coulant et flottant) obtenus avec le réactif R3 (classe intermediaire).

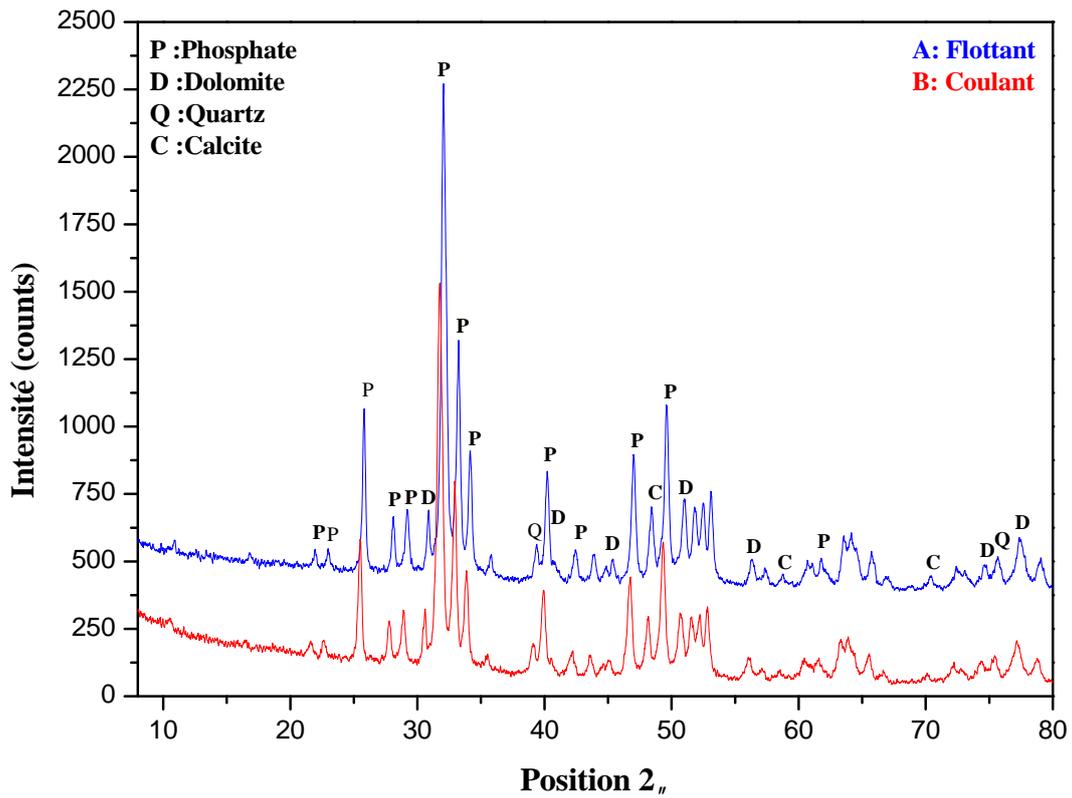


Figure IV.16. : Diffractogrammes des rayons X des produits de la double flottation (coulant et flottant) obtenus avec le réactif R4 (classe Fine).

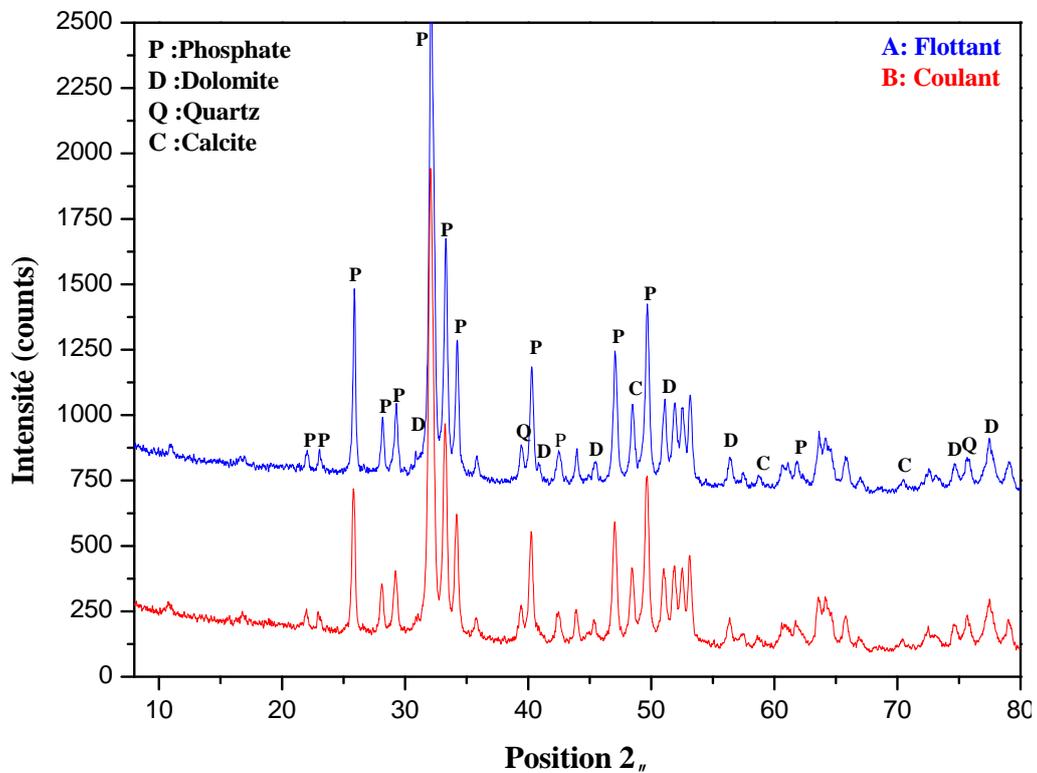


Figure IV.17 : Diffractogrammes des rayons X des produits de la double flottation (coulant et flottant) obtenus avec le réactif R4 (classe intermédiaire).

IV.3.3 Analyse spectrométrie infrarouge (IR)

L'analyse par spectrométrie infrarouge a été réalisée par la technique des pastilles de KBr (99% de KBr et 1% d'échantillon), à l'aide d'un spectrophotomètre Infrarouge de marque IRAffinity-1 SCHIMADZU 8300, cette analyse a été effectuée au laboratoire d'analyses de l'Université de Béjaia.

Les analyses infrarouges sont effectuées sur les produits de flottation (coulant et flottant), préalablement broyés (< 100µm), dans le but d'appréhender l'évolution des phases minérales déprimées et flottées, en relation avec les différents réactifs utilisés ; les résultats d'analyse ont été obtenus avec les conditions opératoires suivantes :

- Des bandes larges d'une forte intensité dans le coulant que dans le flottant correspondant aux ions PO_4^{3-} et PO_4^{2-} , pics observés à $1047,44 \text{ cm}^{-1}$ (très forte) et $602,38 \text{ cm}^{-1}$ (faible) respectivement.
- Des pics intenses observés à $1428,46 \text{ cm}^{-1}$ (fort) et $862,69 \text{ cm}^{-1}$ (faible) caractéristiques de l'ion CO_3^{2-} apatitique, sont beaucoup plus intenses dans le cas des produits coulants et faible dans le cas des flottants.
- Un pic à $1651,15 \text{ cm}^{-1}$ (faible), caractéristiques des carbonates en endogangue, est plus intense dans les coulants que dans les flottants.
- Une large bande à $3431,97 \text{ cm}^{-1}$ (forte) attribuée à l'élongation symétrique de la molécule d'eau (caractéristique du groupement OH), plus importante dans le coulant que dans le flottant.
- Un faible pic à $2921,88 \text{ cm}^{-1}$ correspondant à $-\text{CH}_3, -\text{CH}_2$, montrant l'adsorption du collecteur utilisé sur les particules phosphatées.

Dans la plupart des cas, l'intensité des pics caractéristiques des éléments phosphatés est nettement plus marquée dans les concentrés phosphatés (coulants) que dans les rejets carbonatés (flottant). En revanche, les bandes de vibrations, attribuées aux ions CO_3^{2-} sont beaucoup plus intenses dans le cas des produits coulants que dans les flottants.

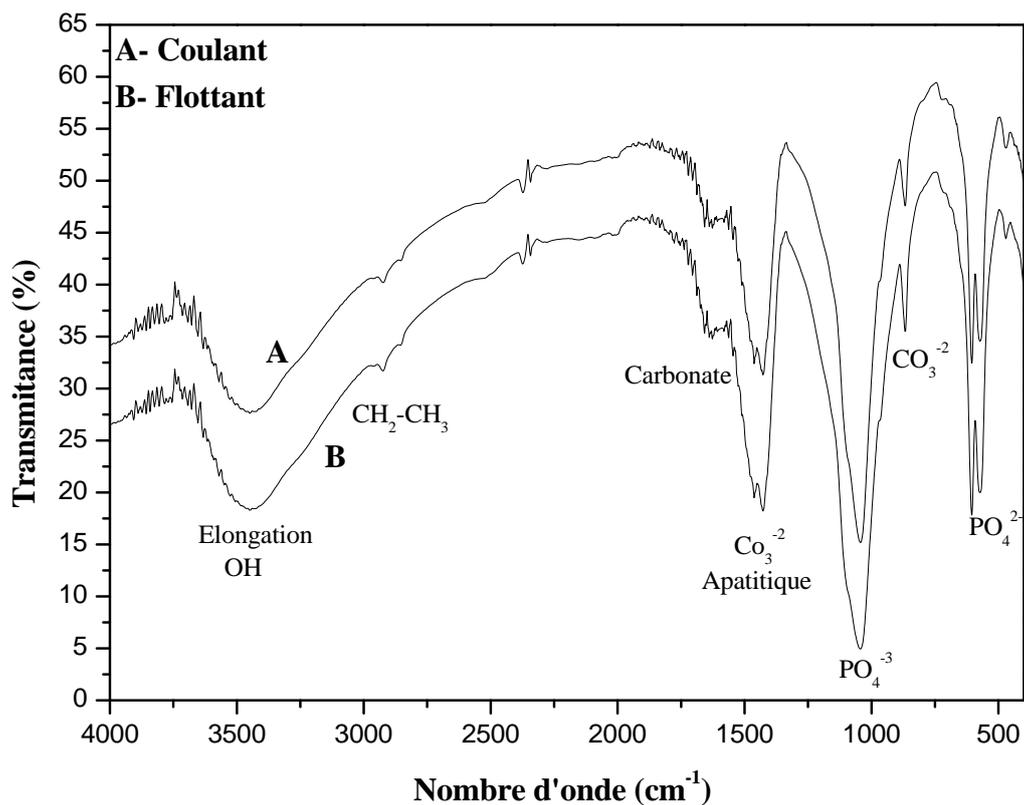


Figure IV.18 : Spectre infrarouge des produits de double flottation (coulant et flottant) obtenus à partir du R1 (classe fine)

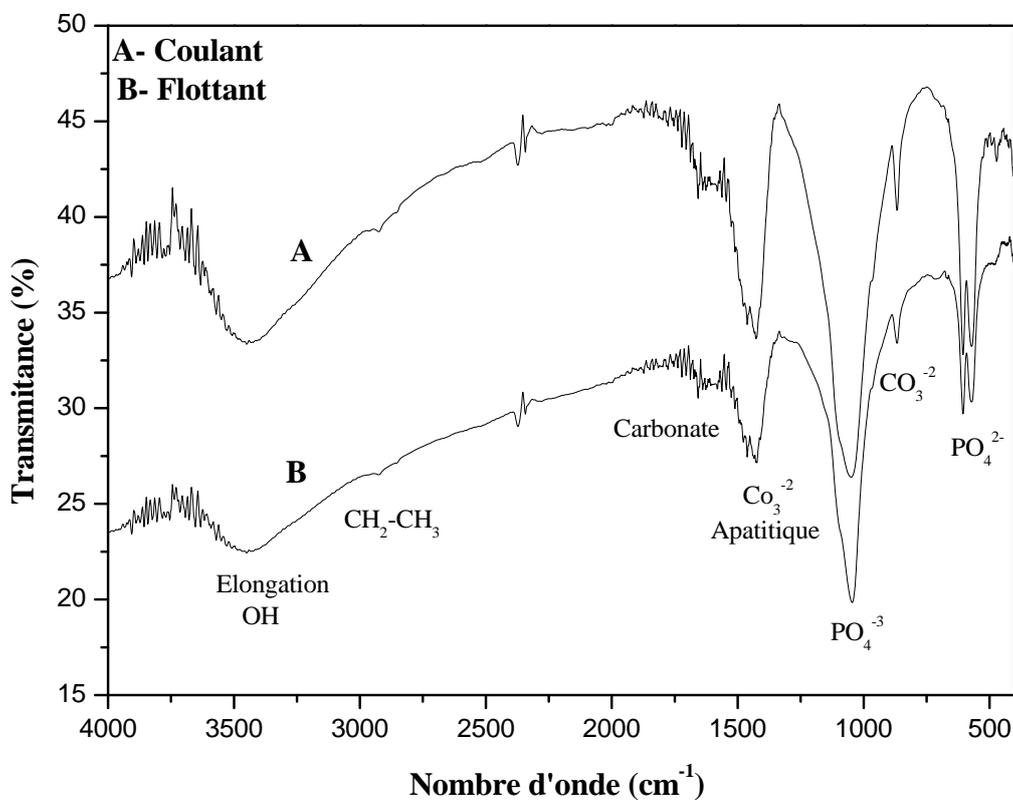


Figure IV.19 : Spectre infrarouge des produits de double flottation (coulant et flottant) obtenus à partir du R1 (classe intermédiaire)

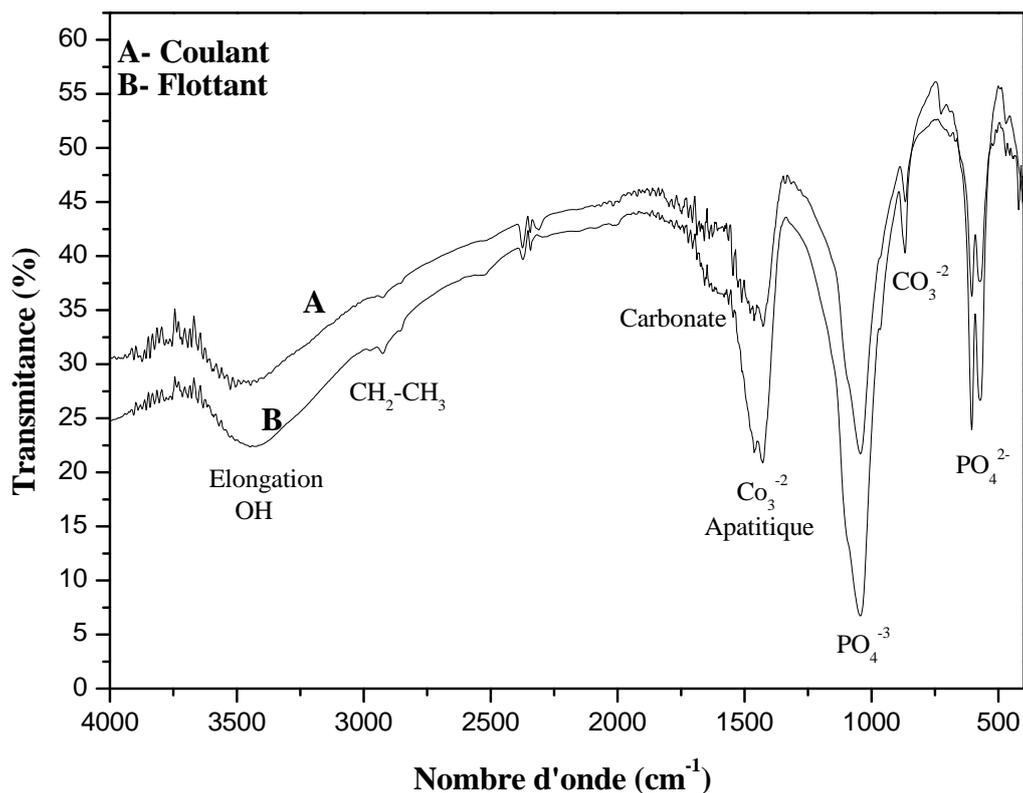


Figure IV.20 : Spectre infrarouge des produits de double flottation (coulant et flottant) obtenus à partir du R2 (classe fine).

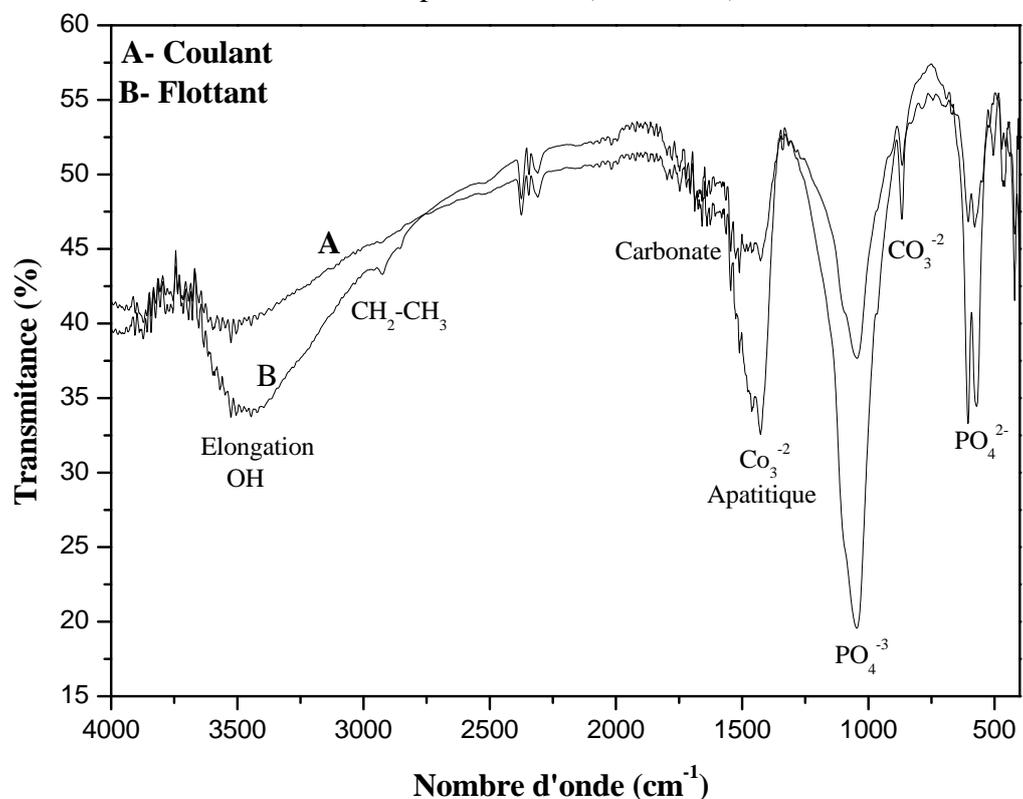


Figure IV.21 : Spectre infrarouge des produits de double flottation (coulant et flottant) obtenus à partir du R2 (classe intermédiaire).

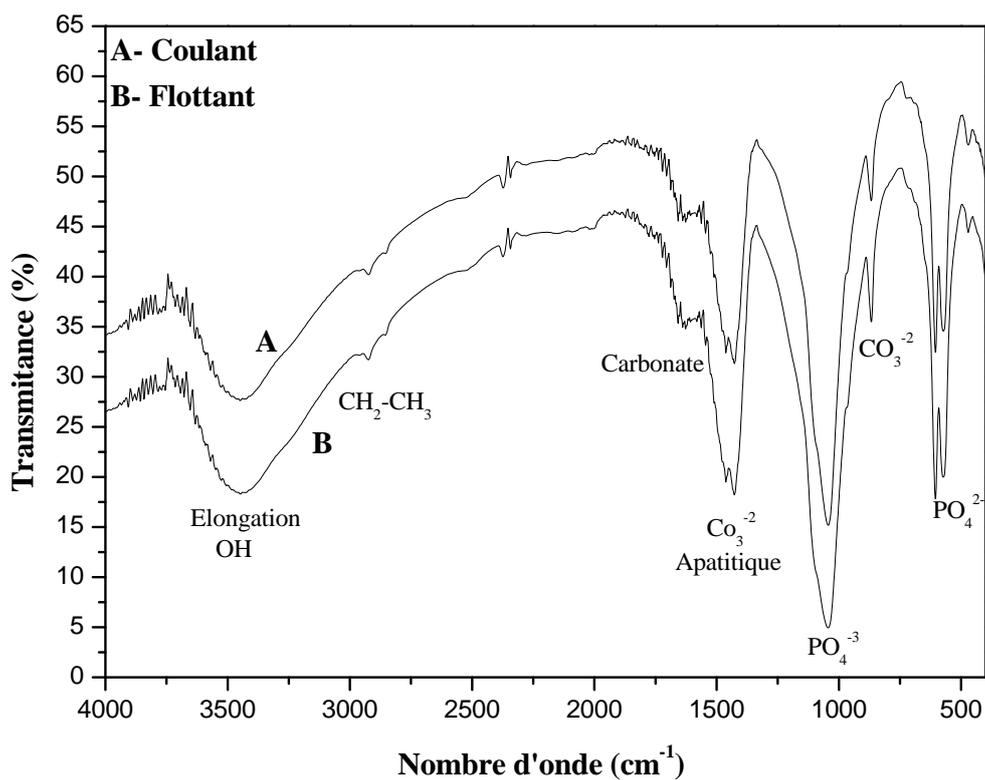


Figure V.22 : Spectre infrarouge des produits de double flottation (coulant et flottant) obtenus à partir du R3 (classe fine).

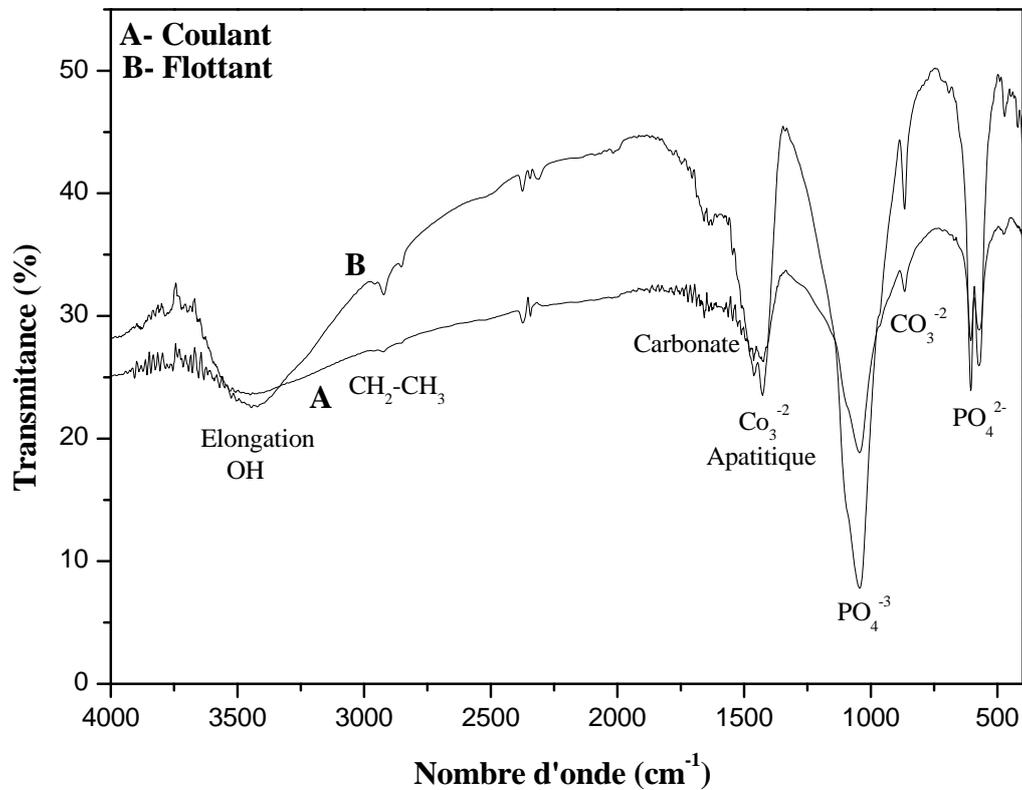


Figure V.23 : Spectre infrarouge des produits de double flottation (coulant et flottant) obtenus à partir du R3 (classe intermédiaire).

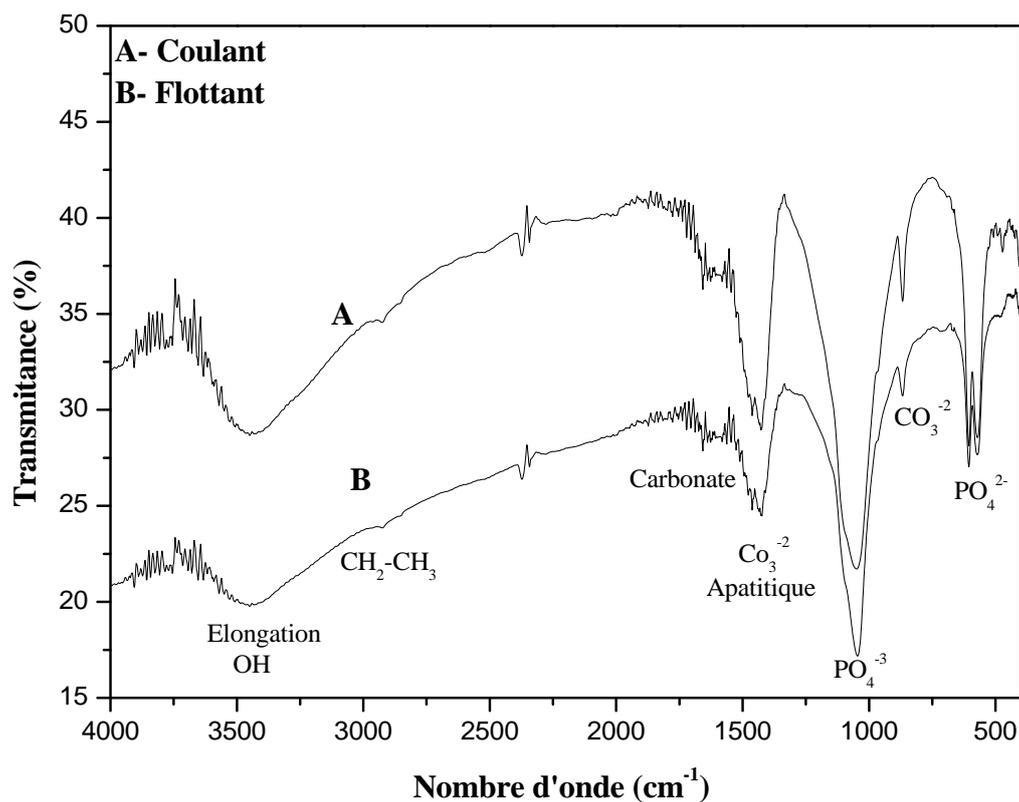


Figure IV.24 : Spectre infrarouge des produits de double flottation (coulant et flottant) obtenus à partir du R4 (classe fine).

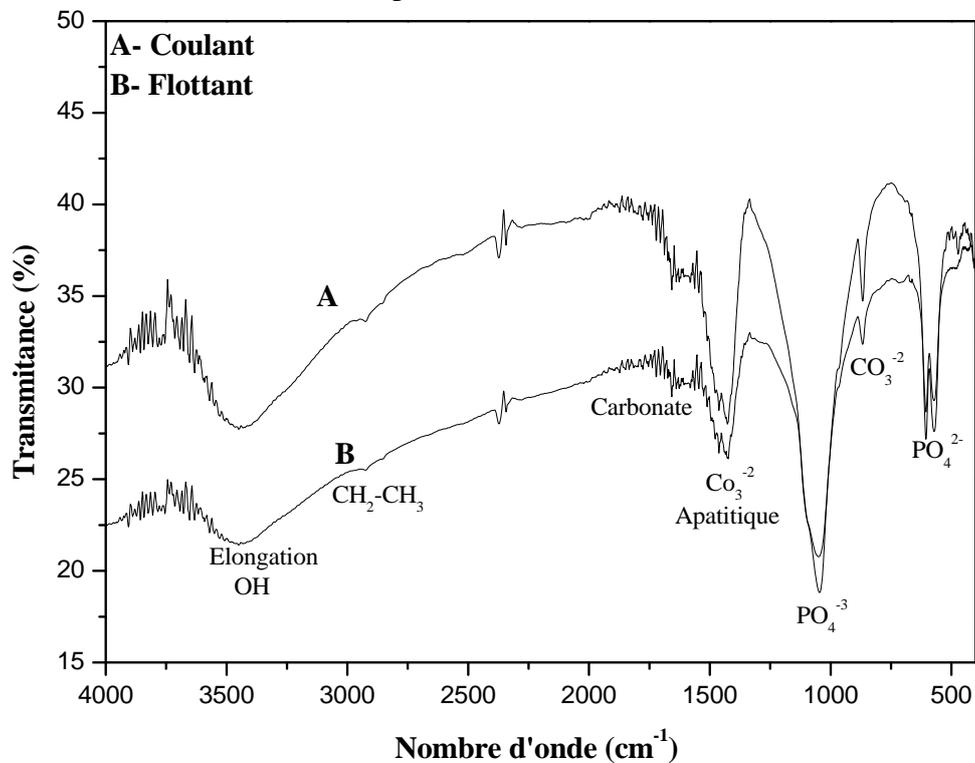


Figure IV.25 : Spectre infrarouge des produits de double flottation (coulant et flottant) obtenus à partir du R4 (classe intermédiaire).

Conclusion générale

CONCLUSION GENERALE

Ce travail est une contribution à la caractérisation granulo-minéralogique, chimique, sur la possibilité d'enrichissement de phosphate naturel du gisement de kef Es Sennoun de Djebel Onk par flottation inverse. Ces phosphates sont caractérisés par une dolomitisation de surfaces des grains phosphatés et contenant une forte proportion d'exogangue libre. De ce fait, ils doivent subir un enrichissement poussé de façon à en éliminer ces carbonates.

La caractérisation physico-chimique et thermique (DRX, IR, MEB, BET) sur le minerai de phosphate de Kef Es Sennoun permet une approche nouvelle dans l'optimisation de l'exploitation et de la valorisation du minerai visant à fournir un concentré de phosphate de meilleure qualité.

Les différentes techniques d'analyse appliquées ont mis en évidence une étroite relation entre les phases pétrographiques et minéralogiques d'une part et entre la répartition granulométrique d'autre part.

Les résultats d'analyse granulométrique par tamisage obtenus pour le minerai de phosphate brut ont montré que plus de 34 % de la masse initiale de l'échantillon est représentée par la classe granulométrique de dimension 250-500 μm constituant la fraction intermédiaire (FI) et contenant la maille de libération optimale de séparation des éléments phosphatés.

L'étude minéralogique du minerai, effectuée par diffraction des rayons X (XRD) sur le phosphate brut, les classes granulométriques fine (FF :-250+40 μm) et intermédiaire (FI : -500+250 μm) ainsi que les rejets (<40 μm et >500 μm) révèle la présence de phases minéralogiques majeurs à savoir : Le carbonate fluorapatite, La dolomite, la fluorapatite, Le carbonate hydroxylapatite et hydroxylapatite. En revanche, la présence de phases mineures de calcite, quartz et argile.

Les observations au microscope électronique à balayage (MEB) des produits de l'attrition et de lavage des phosphates montrent des grains propres de taille différente qui se compose généralement des particules phosphatées avec quelques revêtement dolomitique et silicieuses, contrairement au brut qui présente une surface hétérogène poreuse avec grains dolomitique de taille irrégulière.

La mesure de surface spécifique par la technique B.E.T a été effectuée sur la classe intermédiaire lavée et la classe fine lavée. Les résultats obtenus sont de 13.474 m²/g pour la classe fine et 12.482 m²/g pour la fraction intermédiaire. Les faibles valeurs obtenues confirment la nécessité de traitement de minerai pour augmenter sa réactivité.

L'analyse par spectrométrie infrarouge a révélé des bandes principales attribuées aux éléments phosphatés (à 1047,44 et à 565,52 cm⁻¹) et aux carbonates (1434,49 : carbonate apatitique, 871,72 et 1623,32 cm⁻¹ : carbonates endogangue) dans les classes fine et intermédiaire ainsi que les rejets (< 40µm et >500µm), des bandes larges observées à 3431,97 cm⁻¹ attribuée au groupement OH, dans les différents échantillons analysés. Ceci est lié probablement à l'eau de constitution sous différentes formes minéralogiques ou alors à la présence d'hydroxylapatite en fortes proportions.

Le procédé de flottation inverse effectué sur une série de réactifs a montré que les taux de récupération en masse sont relativement élevés aussi bien pour les classes intermédiaire que pour les fines. Le meilleur réactif pour la flottation de première étape qui donne un rendement élevé est R4 avec 92,86 % pour la classe fine et 93,80 % pour la classe intermédiaire. Par contre le meilleur réactif de deuxième étape est bien le R2 avec un taux de 93,46 % pour la classe fine et 95,05 % pour la classe intermédiaire.

Les résultats obtenus aux différentes classes granulométriques des échantillons de phosphate étudiés titrant un peu plus de 31 % en P₂O₅ par rapport au tout-venant (26%), démontrent l'efficacité de la méthode. On a révélé de la flottation en première étape que les taux de récupération en P₂O₅ accroissent avec l'accroissement de la teneur en P₂O₅ pour les deux classes et que les meilleures performances de séparation carbonate – phosphate ont été obtenues à partir des réactifs R1 et R4. Par contre en deuxième étape, on a constaté qu'avec même l'accroissement de la teneur, on a enregistré un important abaissement du taux de récupération en P₂O₅ dans les réactifs R1, R3, R4 de la classe intermédiaire et R1 et R3 de la classe fine.

D'après ces expériences, on peut conclure que la flottation à double étage est parfaitement favorable et qui a un excellent rendement économique pour le réactif R2 dans la classe intermédiaire, et pour les réactifs R2 et R4 dans la classe fine.

L'analyse par diffraction à rayons X a montré des différences appréciables entre les concentrés de phosphates (coullants) et les rejets carbonatés (flottants). En effet, la variation qualitative et quantitative des espèces minéralogiques, en particulier l'apatite-dolomite, suit parfaitement l'évolution du degré d'enrichissement.

Les résultats minéralogique ont confirmé la présence majeurs des particules phosphatées (hydroxylapatite, fluorapatite, carbonate hydroxylapatite, carbonate fluorapatite) dans le concentré et mineure des éléments carbonatées, contrairement au flottant qui est principalement de la dolomite avec une faible quantité des éléments phosphatés.

Le procédé de flottation mis au point au laboratoire LTMGP, appliqué aux minerais de phosphate carbonaté du gisement de Kef Es Sennoun de Djebel Onk, a montré son efficacité aussi bien en éléments phosphatés déprimés dans les concentrés qu'en carbonates flottés dans les rejets de flottation. En effet, il a été possible d'atteindre des teneurs du concentré voisines de 31% en P_2O_5 , avec des récupérations satisfaisantes (80 à 95%).

PERSPECTIVE

En perspective on propose :

- Etude de l'influence de la granulométrie sur le rendement de séparation du système carbonate-phosphate par flottation inverse ;
- Modélisation et simulation du procédé de flottation de minerais de phosphate ;
- Etude de l'influence de la qualité de l'eau sur le rendement de séparation par flottation inverse du minerai de phosphate ;
- Utilisation d'autres réactifs lors d'enrichissement par flottation inverse du minerai de phosphate.

Références bibliographiques

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [01] **ZEMOURA Abd El Kader**. Mémoire d'ingénieur. Étude comparative de quelques méthodes de dosage du phosphore assimilable des sols calcaires en région semi-aride. Université EL HADJ LAKHDAR de Batna (2005).
- [02] **N.BENABDESLAM** Influence de la composition chimique et minéralogique de phosphate noir de Djebel Onk(Tebessa- Algérie sur le procede de traitement. Thèse magister, Université A.MIRA de Béjaia 2011
- [03]. **Ecole Franco-Maghrebine** sur les phosphates et les composés du phosphore, Monastir (Tunisie), 9-11 mars 2002.
- [04] **A. Aranzabe, A.S.J. Wery, S. Martin, P. Gutierrez-Zorrilla**, Inorg. Chim.Acta, 255, (1997).
- [05] **H.SIS, S.CHANDER**. Reagents used in the flottation of phosphate ores, a critical review. Mineral engineering (16) 577-585. Febrery 2013.
- [06] **L.MOSTEFAOUIL**.L'évaluation des réserves globales du phosphate de Djebel Onk par des méthodes géostatiques I.S.T Université d'Annaba 1979
- [07] **W.HARBEN**. Valorisation du minerai phosphate de Djebel Onk (Tébessa par méthode électrostatique. Mémoire de fin d'étude ENP El Harrach A lger.
- [08] **J.P.Prian et Ph.Cortial**. Etude de développement du gisement de phosphate de Djebel Onk (Algérie), Rapport d'expertise géologique R 36064 FERPHOS-01, BRGM (Direction mines moyens département exploration, France), SOFREMINES (Montrsuil-sous-Bois, France) 1993.
- [09] **H. ZHUJUN**. Efficacité de Capture dans les Procédés de Flottation, Thèse doctorat, Université de Toulouse, 2009.
- [10] **A. GOSSELIN, D. BLACKBURN et M. BERGERON**, Protocole d'évaluation de la traitabilité des sédiments, des sols et des boues à l'aide des technologies minéralurgiques, Programme de développement et de démonstration technologiques N° de catalogue : En 40 542/5-1997F, ISBN, Sainte-Foy (Canada), mars 1999
- [11] **V. SARROT**, Capture de fines particules par des inclusions fluides, Thèse Doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Toulouse, Septembre 2006.
- [12] **P. BLAZY ET EL-AID JDID**, Séparation par flottation, Mécanismes et réactifs. Technique de l'ingénieur J 3 350 (p. 1-22) traité Génie des Procédés, 2005.
- [13] **V.I. KLASSEN, V.A.MOKROUSOV, 1963**, An introduction to the Theory of Flotation, Butterworths. London

- [14] **R.HUPPE**, Évaluation, optimisation et comparaison des cellules et des colonnes de flottation afin de retirer des contaminants organiques de sédiments portuaires, Mémoire de Maître ès sciences (M.Sc.), Université du QUEBEC (INRS Géo-Ressources), 2001
- [15] **F. TURGEON**, Optimisation d'un procédé de flottation en colonne à des fins environnementales pour la récupération de particules fines et ultrafines de chalcopryrite,
- [16] **G. ALFONSO, M.CARTA, C.DELFA, M.GHIANI et P. SABA**, La valorisation des rejets du traitement industriel du minerai phosphaté à gangue carbonatée de la mine de Djebel Onk, Industrie minérale. Les techniques, mars 1984.
- [17] **C.LUCION**, Contrôle de la marche des installations des traitements memento des mines et carriers, Sociétés de l'industrie minérale 1996.
- [18] **F. AIT MERZEG**, Valorisation des rejets de minerais de phosphate naturel de Djebel Onk par flottation inverse. Université de Bejaia 2010.
- [19] **A. HOCINI et L. HOUACINE**, Valorisation et comparaison des classes granulométriques de minerai de phosphate naturel de Djebel Onk par flottation inverse Université A.MIRA de Bejaia 2013.
- [20].**N. BEZZI, D. MERABET et J.Y. PIVAN**, Etude comparative des minerais de phosphates : noir (Djemi-Djema) et beige (Kef Es Sennoun) - Djebel Onk, Algérie, Techniques de l'Industrie Minérale, N°19 – 1296-2981, 2003...
- [21] **N. BEZZI**, Gestion de la qualité et valorisation des minerais de phosphate de Bled el Hadba, Djebel Onk (Tébessa), Thèse doctorat, Université FERHAT ABBAS-Sétif, 2005.
- [22]**N. BEZZI**, Caractérisation physico-chimique du minerai de phosphate de Bled El Hadba – Tebessa. Ann. Chim. Sci. Mat., 26 (6), pp. 5-23, 2001.]:
- [23] **G.BAUT, JL.CECILE, A.HECHIRI, M.SAVE**. Enrichissement des minerais sédimentaires à gangue carbonatée par flottation inverse et double flottation utilisant un ester phosphorique comme collecteur. Technique de l'industrie minérale. Février 1984
- [24] **D. MERABET**, Rapport globale du projet de recherche, J0601/80/06, Traitement du minerai de phosphate de Djebel Onk (Tébessa) par flottation .Bejaia 2007.

Annexes

ANNEXE 01

I. Description de la technique d'analyse

I.1. Diffraction des rayons X

Un diffractogramme est l'ensemble des réflexions de rayons qu'il est possible d'obtenir à partir d'un cristal en exposant successivement tous ses plans réticulaires à un faisceau incident de rayons X.

La position des maxima de diffraction (pics) ainsi que leur intensité permet d'identifier la structure cristalline de l'échantillon analysé. Dans un mélange de composants, chaque substance produit son diffractogramme indépendamment des autres (Clerc, 1992 et Manné, 1992).

L'appareil utilisé est un diffractomètre X automatique de marque PHILIPS 1400. Il comprend un générateur de rayons X, un goniomètre et un détecteur. Le détecteur porté sur un goniomètre de grande précision est positionné suivant un angle de 2θ , par rapport au rayon incident. Il enregistre les diffractions suivant la loi de Bragg : $2d \sin \theta = n \lambda$ Avec :

λ : longueur d'onde du tube émetteur

d : distance inter réticulaire

θ : angle de diffraction

II. Présentation du collecteur de flottation utilisé

II.1. Collecteur acide oléique

L'acide oléique, présent dans certaines huiles, est un acide gras insaturé de formule chimique $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_7\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_2\text{COOH}$ et de densité 0.89.

Les acides gras insaturés sont des acides carboxyliques contenant plus de 10 atomes de carbone et une ou plusieurs doubles liaisons carbone-carbone. Leur formule brute est de la forme $\text{C}_n\text{H}_{2n+1-2d}\text{COOH}$ où d est le nombre de doubles liaisons.

Annexe

ANNEXE 02

Position 2 et l'intensité des pics (1-42) du phosphate brut

de pic	Distance [A]	Position 2	Intensité(counts)	Intensité (%)
01	4,0424	21,970	254	14,21
02	3,8666	22,983	223	12,50
03	3,4458	25,835	734	41,07
04	3,1691	28,135	372	20,82
05	3,0519	29,239	406	22,72
06	2,9004	30;803	721	40,35
07	2,8836	30,987	949	53,11
08	2,7946	32,000	1787	100
09	2,7714	32,276	834	46,67
10	2,6894	33,288	927	51,87
11	2,6260	34,116	461	25,80
12	2,5081	35,772	225	12,59
13	2,2873	39,360	263	14,72
14	2,2372	40,281	504	28,20
15	2,1940	41,109	259	14,49
16	2,1259	42,489	241	13,49
17	2,0621	43,869	239	13,37
18	2,0179	44,881	212	11,86
19	1,9985	45,341	202	11,30
20	1,9283	47,089	428	23,95
21	1,8766	48,470	386	21,60
22	1,8342	49,666	776	43,42
23	1,7878	51,046	499	27,92
24	1,7612	51,874	357	19,98
25	1,7411	52,518	300	16,79
26	1,7242	53,070	431	24,12
27	1,6306	56,382	208	11,63
28	1,6018	57,487	153	08,56
29	1,5698	58,775	142	07,46
30	1,5477	59,695	169	09,46

Annexe

de pic	Distance [Å]	Position 2	Intensité(counts)	Intensité (%)
31	1,5223	60,799	200	11,19
32	1,4997	61,811	218	12,20
33	1,4626	63,559	275	15,39
34	1,4421	64,571	237	13,26
35	1,4188	65,768	225	12,59
36	1,3946	67,056	138	07,72
37	1,3368	70,368	152	08,51
38	1,3029	72,484	173	09,69
39	1,2711	74,601	196	10,97
40	1,2566	75,613	210	11,75
41	1,2313	77,453	238	13,32
42	1,2096	79,109	731	40,91

Annexe

ANNEXE 03

Liste des éléments phosphates et de la gangue carbonates pour le brut(< 2mm)

Tableaux 1 .Liste des éléments phosphatés.

Référence	Nom	Formule chimique	Numéro de pic
00-003 -0727	Apatite	$Ca_5(F,Cl)P_3O_{12}$	3,16,22,24, 25,32,40
00-012-0529	Carbonate-Apatite	$Ca_{10}(PO_4,CO_3OH)_6(OH)_2$	2,3,8,11,17,21,23,24,26
00-021-0141	Carbonate-Fluorapatite	$Ca_{10}(PO_4)_5CO_3F_{1,5}(OH)_{0,5}$	1,2,3,4,5,8,9,10,11,12,13,14,15,16,18,19,21,22,23,24,26
00-019-0272	Carbonate-Hydroxylapatite	$Ca_{10}(PO_4)_3(CO_3)_3(OH)_2$	3,4,5,8,9,10,11,12,13,14,16,17,18,19,20,22,23,24,25
00-021-0145	Carbonate-Hydroxylapatite Fluorine	$Ca_{10}(PO_4)_5CO_3(OH)F$	1,3,8,9,11,13,22,23,24,26
00-012-0263 00-002-0851 00-024-0214 00-027-0074 00-033-0271	Chlorapatite	$Ca_5Cl(PO_4)_3$ $Ca_5(PO_4)_3Cl$	4,8,9,11,15,22,23,24,28,29,32,33,34,37,39
00-001-1011	Chloroapatite	$Ca_{10}Cl_2(PO_4)_6$	9,11,22,24,32,33
00-018-0303	Phosphate Hydrate	$Ca_3(PO_4)_2H_2O$	1,2,3,4,8,11,12,14,17,19,22,23,24,26
00-035-0496	Fluorapatite	$(Ca,Fe)_5(PO_4)_3(F,Cl)$	1,2,4,9,11,13,16,17,19,21,22,23,28,30,32
00-012-0261	Fluorapatite	$Ca_5F(PO_4)_3$	2,3,8,9,11,22,24,26
00-015-0876 00-034-0011	Fluorapatite	$Ca_5(PO_4)_3F$	1,2,3,4,5,8,9,10,11,12,13,14,16,17,18,20,21,22,23,25,26,27,27,28,31,32,33,34,35,40,41
00-002-0845	Fluorapatite	$CaF_{23}Ca_3(PO_4)_2$ $(CaF)Ca_4(PO_4)_3$	1,2,3,4,5,8,9,10,11,12,13,14,16,17,19,20,21,22,23,24,25,27,28,32,35
00-035-0357	Graftonite	$Fe_3(PO_4)_2$	1,3,4,5,6,7,8,10,11,12,13,14,15,16,17,18,19,20,21,23,24,25
00-024-0033 00-009-0432	Hydroxylapatite	$Ca_5(PO_4)_3(OH)$	1,2,3,4,8,9,11,13,14,16,17,19,21,22,23,24,26,30,32,33,38,40,41
00-003-0747	Hydroxylapatite	$Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2$	3,4,8,9,11,17,19,21,22,24,26,32,39,41
00-001-0941	Oxyde de phosphate de calcium	$Ca_3(PO_4)_2$	3,6,7,8,9,11,15,18,22,23,25,35,36,40,41

Annexe

Tableaux 2: Liste des éléments de la gangue.

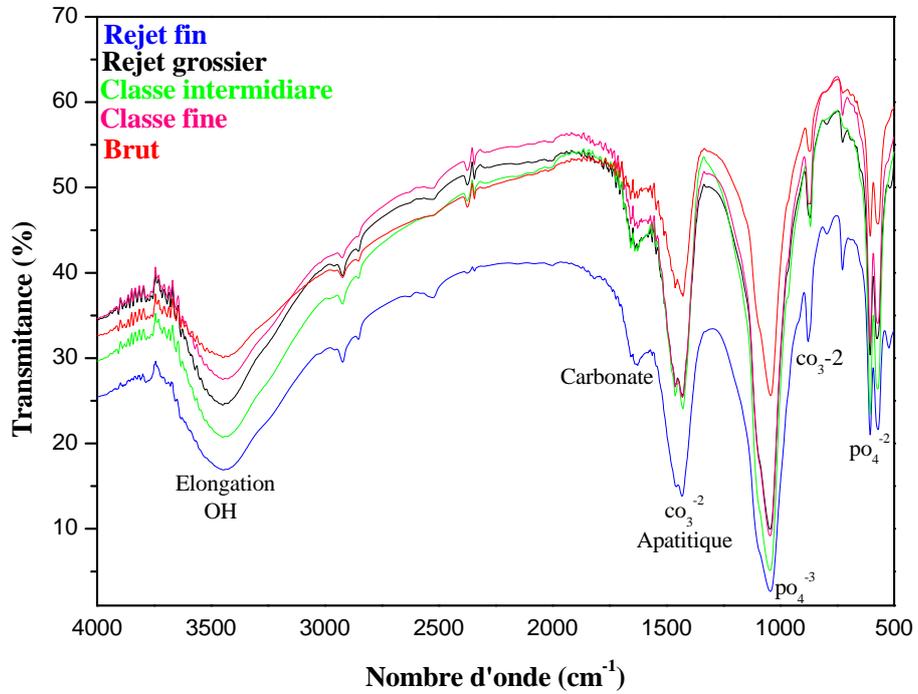
Référence	Nom	Formule chimique	Numéro de pic
00-033-0282	Ankérinite	$\text{Ca (Fe, Mg) (CO}_3)_2$	6,7,10,15,17,18,23,29,30,34,35,36
00-036-0399	Bredigite	$\text{Ca}_{14}\text{Mg}_2 (\text{SiO}_4)_8$	2,4,7,8,9,11,12,13,14,15,16,17,18,19,20,21,22,23,24,25,26,27,28
00-005-0586 00-024-0027 00-047-1743	Calcite	CaCO_3	2,5,12,13,20,21,27,28,31,34,35,37,41
00-019-0421	Deerite	$\text{Fe}_6(\text{Fe,Al})_3\text{Si}_6\text{O}_{20}(\text{OH})_5$	1,3,4,9,10,11,14,15,16,18,21,24,27,28,30,32,36,37
00-011-0078 00-036-0426	Dolomite	$\text{CaMg (CO}_3)_2$	1,6,7,15,17,18,19,23,25,29,30,32,33,34,36,37,39,41
00-001-0942	Dolomite	$\text{CaO MgO } 2\text{CO}_2$	6,7,10,15,17,18,29,30,32,35,36,37,38,39
00-034-0517	Dolomite, ferroan	$\text{Ca (Mg, Fe) (CO}_3)_2$	6,7,10,15,17,18,23,29,30,32,33,35,36,38,39
00-004-0864 00-035-0816	Fluorite	CaF_2	4, 20, 40
00-016-0406	Hatruite	Ca_3SiO_5	5, 8, 9, 15, 16, 19, 22, 23, 29, 32
00-012-0219	Montmorillonite	$\text{Na}_{0.3} (\text{Al, Mg})_2\text{Si}_4\text{O}_{10}\text{OH}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	14, 19, 32
00-005-0490 00-033-1161 00-046-1045	Quartz	SiO_2	13, 14, 16, 28, 30, 35, 40, 41
00-009-0351 00-033-0302	Larnite	Ca_2SiO_4	2, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 11, 13, 15, 16, 18, 19, 22, 23, 24, 25, 26, 27, 28, 29, 30, 31, 34, 35, 36
00-035-0591	Merwinite	$\text{Ca}_3\text{Mg(SiO}_4)_2$	2, 4, 5, 9, 10, 12, 13, 14, 15, 16, 17, 18, 21
00-019-0926	Microcline	KAlSi_3O_8	2, 3, 5, 6, 7, 8, 9, 11, 12, 14, 16, 17, 19, 20, 21, 22, 23, 24, 25
00-011-0686	Norbergite	$\text{Mg}_3\text{SiO}_4\text{F}_2$	5, 9, 11, 13, 14, 15, 19, 20, 22, 25, 26, 28, 29, 30
00-033-0664	Hematite	Fe_2O_3	10, 12, 13, 15, 22, 27, 28, 36, 39, 41, 42
00-043-0685	Argiles (illite)	$\text{KAl}_2 (\text{Si}_3\text{Al}) \text{O}_{10} (\text{OH})$	5, 7, 8, 12, 13, 14, 15, 17, 19, 26, 27, 29, 32

Annexe

00-021-0816 00-033-0311	Gypse	$\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	4, 5, 7, 8, 9, 10, 12, 13, 17, 19, 21, 23, 28, 30, 31, 32, 33, 34, 35, 37, 39, 41
00-005-0099 00-020-0688	Palygorskite	$\text{Mg}_5\text{Si}_8\text{O}_{20} (\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$	5, 11, 32

ANNEXE 04

Spectre infrarouge du phosphate brut, classe fine, classe intermédiaire, ainsi que les rejets fins et grossiers



ANNEXE 05

I. Caractérisations des produits de flottation

I.1. Analyse de P₂O₅ par spectrophotométrie UV

a) Etalonnage :

• Préparation des étalons

Les solutions étalons sont préparées à l'aide de phosphate monopotassique (KH₂PO₄) préalablement séché dans l'étuve à la température de 105°C pendant 2 heures.

On a constitué une solution mère en introduisant 38.348 grammes de phosphate mono potassique dans une fiole jaugée de 500 ml. Après dissolution, compléter au volume 1 ml de la solution mère contient 20 mg d'anhydride phosphorique [24].

On a préparé dix solutions étalons à l'aide de la solution mère conformément au tableau ci dessous.

Tableau 1: Préparation des solutions étalons.

Solution étalon d'indice	Volume de la solution étalon en ml.	Eau distillée
T ₀	0	Compléter jusqu'à 100 ml
T ₁	0,5	
T ₂	0,1	
T ₃	0,15	
T ₄	0,20	
T ₅	0,25	

b) Mode opératoire :

On a prélevé 2.5 ml de chacune des solutions étalon et introduire ces prélèvements dans des fioles jaugées contenant déjà 12.5 ml de réactif vanado-molybdique et compléter au volume avec de l'eau distillée.

L'analyse au spectrophotomètre UV a été effectuée à une longueur d'onde de 430 nm [24].

Les résultats des absorbances des solutions étalons sont exprimés sur le tableau suivant :

Tableau 2 : Résultat des absorbances des solutions.

Annexe

N° d'étalon	0	1	2	3	4	5
Absorbance	0,006	0,175	0,333	0,489	0,689	0,864
Concentration en mg de P₂O₅	0	1	2	3	4	5

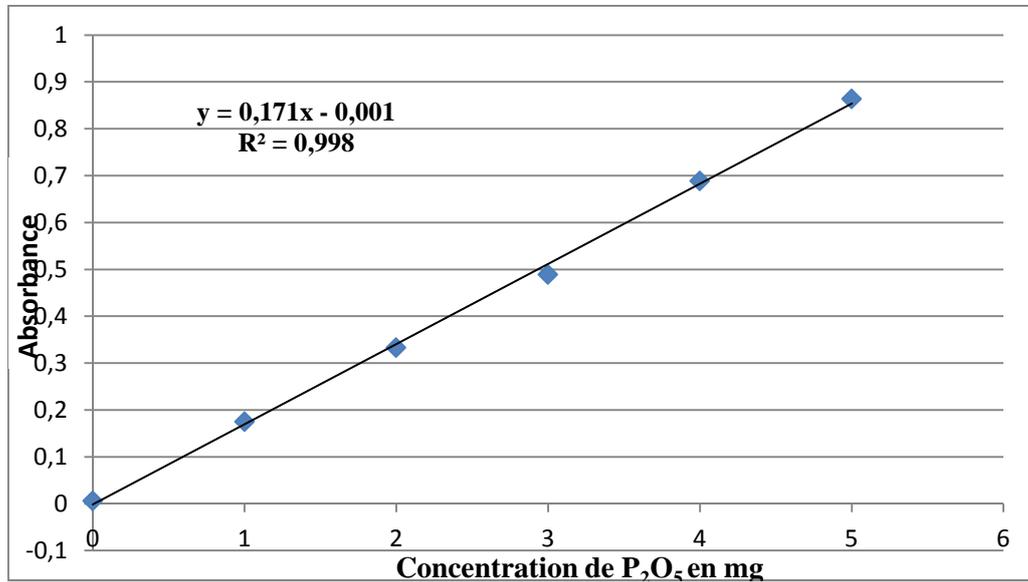


Figure I .Courbe d'étalonnage

c) Dosage de P₂O₅

Le phosphore se trouve dans le phosphate naturel sous forme d'ions PO₄⁻² il est dosé par différentes méthodes, et les résultats par l'analyse spectrophotométrie UV sont exprimés en pourcentage d'anhydride phosphorique P₂O₅ [24].

1. Principe

Les ions ortho-phosphoriques forment avec les vanadiques et molybdiques, un complexe phospho-vanado-molybdique jaune qui fera l'objet du dosage spectrophotométrique.

2. Réactifs utilisés :

- réactif vanado-molybdique (vanado-molybdate d'ammonium) ;
- acide nitrique (= 1.38g/ml) ;
- solution étalons d'anhydride phosphorique.

3. Matériels utilisés :

- Fioles jaugées à 2000 ml
- Fioles jaugées à 1000ml

Annexe

- Fioles jaugées à 100 ml
- Fiole jaugée à 50 ml
- Une pipette de 10 ml
- Une pipette de 25 ml
- Une éprouvette de 50 ml
- Un bêcher de 100 ml
- Un verre de montre
- Une balance
- Une plaque chauffante
- Un spectrophotomètre UV
- Etuve réglée à 110°

4. Préparation des réactifs :

4.1. Réactif vanado-molybdique :

On a mélangé dans l'ordre et proportions égales les 3 solutions suivantes :

Solution A :

On a préparé 2000ml d'une solution contenant un volume d'acide nitrique et 2 volumes d'eau distillée.

Solution B :

On a dissous 4 g de vanadates d'ammonium (NH_4VO_3) dans environ 125ml d'eau distillée bouillante, ajouter 10 ml d'acide nitrique et compléter à 2000ml avec de l'eau distillée, après refroidissement.

Solution C :

On a dissous 25g de molybdate d'ammonium ($((\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}) \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) dans 375 ml environ d'eau distillée chaude, compléter à 500 ml avec de l'eau distillée après refroidissement.

3.2. Solution d'attaque (mise en solution) :

Dans un bêcher de 100 ml préalablement rincé à l'eau distillée, on a pris 0,1 g de l'échantillon auquel on ajoute 0,5ml d'eau distillée et 3ml d'acide perchlorique. On couvre le bêcher d'un verre de montre et on a porté le tout sur une résistance réglée à un chauffage doux pendant 45mn.

Après dissolution totale, on a laissé refroidir pendant environ une heure, filtrer sur papier filtre dans une fiole de 500ml et ajuster au volume.

Annexe

Tableau 3. résultats spectrophotométrie obtenus pour les produit de flottation et l'alimentation des deux classe étudié (FF, FI).

Réactifs	Étage	Absorbance à 430 nm de la classe fine			Absorbance à 430nm de la classee intermédiaire		
		Alimentation	Coulant (%)	Flottant (%)	Alimentation	Coulant (%)	Flottant (%)
R1	1ere étage	0,420	0,492	0,434	0,470	0,528	0,406
	2ème étage	0,420	0,506	0,309	0,470	0,533	0,353
R2	1ere étage	0,420	0,441	0,397	0,470	0,489	0,428
	2ème étage	0,420	0,462	0,368	0,470	0,497	0,423
R3	1ere étage	0,420	0,452	0,390	0,470	0,495	0,424
	2ème étage	0,420	0,474	0,354	0,470	0,521	0,378
R4	1ere étage	0,420	0,466	0,367	0,470	0,504	0,409
	2ème étage	0,420	0,492	0,326	0,470	0,514	0,381

RESUME

Le gisement de Djebel Onk, avec des réserves importantes se classe parmi les grands gisements dans le monde. Notre travail qu'est réalisé au niveau de laboratoire de technologie des matériaux et de génie des procédés (LTMGP) de l'université de Bejaïa représente l'étude de l'un des principaux gisements que renferme la région de djebel Onk. Il s'agit du gisement de Kef Es Sennoun, qu'on a traité par flottation inverse dans le but de séparer les éléments phosphatés et les carbonates.

La réalisation de cette étude a nécessité l'utilisation de plusieurs méthodes physico-chimiques, permettant d'évaluer les caractéristiques minéralogique, chimique et la dimension des principaux minéraux existant dans ce minerai. La comparaison de ces caractéristique permettra de vérifier si les opérations d'enrichissements appliquée au minerai de Kef Es Sennoun a fourni un concentré de phosphate de meilleure qualité.

La flottation inverse a été appliquée pour deux principales fractions granulométriques :(-250+40 μ m) et (-500+250 μ m). On s'est particulièrement intéressés à l'influence de certains réactifs sur la flottation inverse en premier et en deuxième étage, ainsi que les opérations d'attrition préalable qu'ont données des résultats appréciables sur la séparation des carbonates et les éléments phosphatés.

La caractérisation des produits enrichis par la flottation inverse a été faite pour mieux examiner la qualité des concentrés obtenus (composition chimique et minéralogique) et les performances des procédés utilisés.

Mots clés : Minerai de phosphate, Flottation inverse, Granulométrie, réactifs, carbonates, Composition minéralogique et chimique, Caractérisation.