



UNIVERSITE ABDERAHMANE MIRA - BEJAIA
FACULTE DE TECHNOLOGIE
DEPARTEMENT DES MINES ET GEOLOGIE

Mémoire de Master Présenté par

ZEBBOUDJI AMMAR

DJOUDER FATAH

TIDJET MEHANNI

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

Option : Valorisation Des Ressources Minérales

Thème

**Influence des paramètres de broyage sur les caractéristiques
minéralogiques et texturales de minerai de phosphate noir
de la mine de Djebel Onk (Tébessa)**

Soutenu le 29 / 06 /2014 devant le jury composé de:

Présidente: M^{me} Z. SOUCI

Encadreur: M^{me} N. MALEK

Examineurs: M^r Z. AIT HABIB, M^{me} T. IKHLEF

Année Universitaire: 2013-2014

Remerciements

Au premier lieu nous tenons à remercier le bon Dieu le tout puissant qui nous à donné le courage de mener à terme ce modeste travail

Nous tenons également à exprimer nous remerciements les plus sincères et les plus profonds à

Notre promotrice Mme. N. Malek, pour son encadrement, et sa disponibilité, qu'elle trouve ici l'expression de notre profonde reconnaissance.

Nous tenons aussi à exprimer notre gratitude à l'ensemble des membres de jury, qui nous on fait l'honneur, en acceptant d'examiner ce travail.

En fin, nous tenons à remercier toutes les personnes ayant contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

Merci

Dédicaces

Avec l'aide de Dieu le tout puissant,

JE DEDIE CE MODESTE TRAVAIL :

À mon père, mon ange gardien, qui sans lui je ne puisse

Ni vivre ni arrivé à ce que je suis.

À ma mère, la lumière de ma vie,

*J'espère qu'un jour mon bon Dieu me donne l'occasion de les
honorés et rendre ce qu'ils méritent.*

A mes chers frères et sœurs.

A mes grands parents.

A mes oncles et tantes, cousins et cousines.

A tout mes ami(e)s.

Dédicaces

Avec l'aide de Dieu le tout puissant,

JE DEDIE CE MODESTE TRAVAIL :

À mon père, mon ange gardien, qui sans lui je ne puisse

Ni vivre ni arrivé à ce que je suis.

À ma mère, la lumière de ma vie,

J'espère qu'un jour mon bon Dieu me donne l'occasion de les

honorés et rendre ce qu'ils méritent.

A mes chers frères et sœurs.

A mes grands parents.

A mes amis Mokrane, yacine, Mami, Mahdi

A mon oncle maternel Latamene

A mes binômes Mehanni et fatah

A mes oncles et tontes, cousins et cousines.

A tout mes ami(e)s sans exception.

Ammar

Dédicaces

Avec l'aide de Dieu le tout puissant,

JE DEDIE CE MODESTE TRAVAIL :

À mon père, mon ange gardien, qui sans lui je ne puisse

Ni vivre ni arrivé à ce que je suis.

À ma mère, la lumière de ma vie,

*J'espère qu'un jour mon bon Dieu me donne l'occasion de les
honorés et rendre ce qu'ils méritent.*

A mes chers frères et sœurs.

A mes grands parents.

A mes oncles et tantes, cousins et cousines.

A tout mes ami(e)s.

FATAH

Dédicaces

Avec l'aide de Dieu le tout puissant,

JE DEDIE CE MODESTE TRAVAIL :

À mon père, mon ange gardien, qui sans lui je ne puisse

Ni vivre ni arrivé à ce que je suis.

À ma mère, toute ma famille,

J'espère qu'un jour mon bon Dieu me donne l'occasion de les

honorés et rendre ce qu'ils méritent.

A mes chers frères (nacir, khelaf, youb) et sœurs,

A mes chers grands parents.

A tous mes amis, cousins, oncles, tontes.

mehanni

LISTE DES ABREVIATIONS

BET	Brunaour Teller Hemert
BPL	Bone phosphate of lime
C_C	Coefficient de courbure C _c
C_u	Coefficient de Hazan
D_j	Diamètre de la jarre (mm)
D_j	Diamètre de la jarre (mm)
DRX	La diffraction des rayons X
D_v	Diamètre moyen en volume
D_{s/v}	Diamètre moyen en surface par volume
D₁	Dimensions initiale des particules
D₂	Dimensions finale des particules
D_{réf}	Diamètre de référence
D	Diamètre du plus gros grain
E	Énergie consommée (kw/kg)
G_r	Grindability
G	Gramme
K	Coefficient de répartition de la minéralisation
K_g	kilogramme
K_R	Constante de Rittinger
K_K	Constante de kick
N	Le nombre de quartages
N_R	Vitesse de révolution de disque (broyeur) en tr/mn
N_P	Vitesse de rotation de pot (jarre) en (tr/mn)

ND	Non définie
M_m	Masse de minerai en gramme
M_b	Masse des billes (boulets) en gramme
M	Masse initiale de l'échantillon
MM	Millimètre
Min	Minute
LTMGP	Laboratoire de technologie des matériaux et du génie des procédés
P/P⁰	Pression relative
P	Puissance de broyeur
Q_i	Masse de l'échantillon vérifiant la loi de Richards en (kg)
Q	Capacité théorique d'un concasseur à mâchoire (en t/h)
S₀	Surface spécifique
S₁	Surface des particules avant fragmentation
S₂	Surface des particules après fragmentation
S(ti)	Aire de la courbe granulométrique à l'instant ti
S (t_{i-1})	Aire sous la courbe granulométrique à l'instant précédent l'instant t _{i-1}
V_{UMIC}	Volume des ultra-micropores
S_{MIC}	Surface microporeuse
S_{MIC}	Surface microporeuse
S_{BET}	Surface BET
S_{EXT}	Surface externe
Ti	Temps de broyage à l'instant (i)
Ti-1	Temps de broyage à l'instant (i-1)
Tr	Tour

T	L'écartement des cylindres
R_C	Rapport critique des vitesses (révolution / rotation)
R	Rayon de disque (mm)
R_R	Rapport de réduction
V_C	Vitesse critique.
V	Vitesse
V_P	Taux de remplissage du broyeur
V_{ads}	Volume adsorbé
V_{PT}	Volume poreux total
V_M	Volume molaire
W	Energie de bond (kwh)
W_R	Vitesse de rotation en (tr/mn)
W_I	Indice de bond
X	Le % de la fraction de la vitesse critique
Z	Un facteur tenant compte de la taille des boulets
Δs	Variation de la surface spécifique
Ω	Vitesse de rotation du plateau
η	Coefficient énergétique
Ω_c	Vitesse de rotation du broyeur (tr/min)
ρ_C	Masse volumique de la charge
ρ_B	Masses volumique de boulets
φ_m	Fractions massiques de minerai
φ_b	Fractions massiques de boulets
ρ_m	Masse volumique du minerai

LISTE DES FIGURES

FIGURE	TITRE	page
Figure I.1	Isothermes de solubilité du système CaO-P ₂ O ₅ -H ₂ O pour différentes températures	12
Figure I.2	Situation géographique des gisements de Djebel Onk	17
Figure II.1	Concasseurs à mâchoires	27
Figure II.2	Concasseurs giratoires, primaire et secondaire	28
Figure II.3	Broyeur planétaire	34
Figure II.4	Trois régimes différents possibles dans un broyeur à boulets, la vitesse de rotation croît de (a) à (c)	35
Figure II.5	Broyeur à boulet	37
Figure II.6	Broyeur autogène	38
Figure II.7	broyeur à cylindre	39
Figure III.1	Schéma de protocole expérimental par voie sèche (a) et voie humide(b)	41
Figure III.2	concasseur à mâchoire	42
Figure III.3	Broyeur planétaire	46
Figure III.4	Trois régimes différents possibles dans un broyeur à boulets : la vitesse de rotation croît de (a) à (c)	47
Figure III.5	Broyeur planétaire à billes	47
Figure III.6	Corps broyant	47
Figure III.7	Tamiseuse électrique	49
Figure III.8	Balance électronique	49
Figure III.9	Schéma représentant les deux forces centrifuges Fr et Fp appliquées à une bille	51
Figure IV.1	Courbe granulométrique des échantillons de minerai avant broyage à différents rapport de masse (minerai/boulets).	57
Figure IV.2	Courbe granulométrique des échantillons de minerai après broyage à différents rapports de masse (minerai/boulets) (temps de broyage=60 mn, Nr=60tr/mn)	58
Figure IV.3	Variation de % cumulatif passant de produit broyé en fonction de %	60

	cumulatif passant de l'alimentation	
Figure IV.4	Variation de l'énergie consommée en fonction de rapport de masse minerais/boulets(%).	65
Figure IV.5	Variation de la surface spécifique en fonction de rapport masse minerais/boulets (%)	66
Figure IV.6	Variation du Coefficient énergétique en fonction de rapport de masse minerais/boulets (%).	67
Figure IV.7	Variation de la Grindabilité en fonction de rapport de masse minerais/boulets (%).	68
Figure IV.8	Courbe granulométrique des échantillons de minerais avant broyage à différents temps (Nr= 60 tr/mn, $\varphi_m = 50\%$)	70
Figure IV.9	Courbe granulométrique des échantillons de minerais après broyage à différents temps (Nr= 60 tr/mn, $\varphi_m = 50\%$)	70
Figure IV.10	Variation de % cumulatif passant de produit en fonction de % cumulatif passant de l'alimentation à différents temps de broyage (Nr=60 tr/mn).	71
Figure IV.11	Variation de l'énergie consommée en fonction du temps de broyage.	78
Figure IV.12	variation de la surface spécifique en fonction du temps de broyage (min)	79
Figure IV.13	Variation du coefficient énergétique en fonction du temps de broyage (min)	79
Figure IV.14	Variation de la Grindabilité en fonction du temps de broyage (min)	81
Figure IV.15	Courbe granulométrique des échantillons de minerais avant broyage ($\varphi_m=50\%$, t=60 mn).	82
Figure IV.16	Courbe granulométrique des échantillons de minerais après broyage à différents temps ($\varphi_m=50\%$, t=60 mn).	82
Figure IV.17	Variation de % cumulatif passant de produit en fonction de % cumulatif passant de l'alimentation à différentes vitesses de broyage(t= 60 mn).	87
Figure IV.18	Variation de l'énergie consommée en fonction de la vitesse de broyage. (tr/min).	88
Figure IV.19	Variation de la surface spécifique en fonction de la vitesse de broyage (tr/min)	89

Figure IV.20	Variation du coefficient énergétique en fonction de la vitesse de broyage (tr/min)	89
Figure IV.21	Variation de la Grindabilité en fonction de la vitesse de broyage (tr/min)	90
Figure IV.22	Courbe granulométrique des échantillons avant broyage pour différents rapport de masse minerais/Boulets	91
Figure IV .23	Courbe granulométrique des échantillons après broyage pour différents rapport de masse minerais/Boulets	91
Figure IV.24	Variation de %cumulatif passant de produit en fonction de %cumulatif passant de l'alimentation à différents rapport de masse minerais/boulets	93
Figure IV.25	Variation de l'énergie consommée en fonction du rapport minerais/boulets	99
Figure IV.26	Variation de la surface spécifique en fonction de rapport de masse minerais/boulets	100
Figure IV.27	Variation de la Grindabilité en fonction de rapport de masse minerais/boulets (%)	101
Figure IV.28	variation du coefficient énergétique en fonction de rapport de masse minerais/boulets(%)	102
Figure IV.29	Courbe granulométrique des échantillons de minerais avant broyage à différents temps	103
Figure IV.30	Courbe granulométrique des échantillons de minerais après broyage à différents temps	103
Figure VI.31	Variation de %cumulatif passant de produit en fonction de %cumulatif passant de l'alimentation à différents temps de broyage	110
Figure IV.32	Variation de l'énergie consommée en fonction du temps de broyage (min)	111
Figure IV.33	Variation de la surface spécifique en fonction du temps de broyage (min)	112
Figure IV.34	Variation de coefficient énergétique en fonction du temps de broyage (min)	112
Figure IV.35	Variation de la Grindability en fonction du temps broyage (min)	113

Figure IV .36	Courbe granulométrique des échantillons minerais avant broyage à différentes vitesses	114
Figure IV.37	Courbe granulométrique des échantillons de minerais après broyage à différentes vitesses	114
Figure IV.38	Courbes de %cumulatif passant de produit en fonction de %cumulatif passant de l'alimentation à différentes vitesses	119
Figure IV.39	Variation de l'énergie consommée en fonction de la vitesse de broyage (tr/min)	120
Figure IV.40	Variation de la surface spécifique en fonction de la vitesse de broyage (tr/min)	120
Figure IV.41	Variation de la Grindabilité en fonction de la vitesse de broyage (tr/min)	120
Figure IV.42	Variation du coefficient énergétique en fonction de la vitesse de broyage (tr/min).	121
Figure V.1	Diffractionogramme des rayons X du phosphate brut	125
Figure V.2	Diffractionogramme des rayons X de phosphate noir après broyage sec à t=60min	127
Figure V.3	Diffractionogramme des rayons X de phosphate noir après broyage sec à $N_r=160\text{tr/min}$	128
Figure V.4	Diffractionogramme des rayons X de phosphate noir après broyage humide à $\varphi_m = 30\%$.	129
Figure V.5	Diffractionogramme des rayons X de phosphate noir après broyage humide à t=60min	130
Figure V.6	Diffractionogramme des rayons X de l'échantillon après broyage humide $N_r=140\text{tr/min}$	131
Figure V.7	Diffractionogramme des rayons X pour l'échantillon de rapport de masse minerais/boulets $\varphi = 30\%$	132
Figure V.8	Schéma d'un grain poreux	133
Figure V.9	Isotherme d'adsorption-désorption d'azote par le phosphate noir brut avant le broyage	134
Figure V.10	Isotherme d'adsorption-désorption d'azote par le phosphate noir brut après le broyage sec	135
Figure V.11	Isotherme d'adsorption-désorption d'azote par le phosphate noir après le broyage humide	135

Figure V.12	Courbe BET de l'adsorption de l'azote à 77,35 K sur le phosphate noir (avant le broyage)	137
Figure V.13	Courbe BET de l'adsorption de l'azote à 77,35 K sur le phosphate noir (après le broyage sec)	138
Figure V.14	Courbe BET de l'adsorption de l'azote à 77,35 K sur le phosphate noir (après le broyage humide)	141
Figure V.15	Variation de l'épaisseur t de la multicouche de phosphate brut (avant le broyage)	141
Figure V.16	Variation de l'épaisseur t de la multicouche de phosphate (Après le broyage sec)	142
Figure V.17	Variation de l'épaisseur t de la multicouche de phosphate brut (après le broyage humide)	143
Figure V.18	Diagramme t-plot de phosphate brut (avant le broyage)	143
Figure V.19	Diagramme t-plot de phosphate (après le broyage sec)	144
Figure V.20	Diagramme t-plot de phosphate (après le broyage humide)	145
Figure V.21	Courbe t-Plot (partie $3,5 A^\circ < t < 5 A^\circ$) de phosphate noir brut	145
Figure V.22	Courbe t-Plot (partie $3,5 A^\circ < t < 5 A^\circ$) de phosphate noir (Après le broyage sec)	146
Figure V.23	Courbe t-Plot (partie $3,5 A^\circ < t < 5 A^\circ$) de phosphate noir (Après le broyage humide)	147
Figure V.24	Transformée de Dubinin-Radushkevich de phosphate noir brut	147
Figure V.25	Transformée de Dubinin-Radushkevich de phosphate noir (Après le broyage sec)	148
Figure V.26	Transformée de Dubinin-Radushkevich de phosphate noir (Après le broyage humide)	148
Figure V.27	Répartition de la surface des pores de phosphate noir brut en adsorption (méthode BJH)	149
Figure.28	Répartition de la surface des pores de phosphate noir (après broyage sec) en adsorption (méthode BJH)	150
Figure V.29	Répartition de la surface des pores de phosphate noir (après broyage humide en adsorption) (méthode BJH)	150

Figure V.30	Répartition de volume des pores de phosphate noir brut en adsorption (méthode BJH)	151
Figure V.31	Répartition de volume des pores de phosphate noir (après broyage sec en adsorption) (méthode BJH)	151
Figure V.32	Répartition de volume des pores de phosphate noir (après broyage humide)	152

LISTE DES TABLEAUX

TABLEAU	TITRE	Page
Tableau I.1	Principaux phosphates de calcium	7
Tableau I.2	Diverses valeurs de produits de solubilité de quelques phosphates de calcium à 25 °C	11
Tableau II.1	Indice de Bonde correspondant à quelques minéraux	25
Tableau III.1	caractéristiques du concasseur à mâchoire	42
Tableau III.2	Caractéristiques de broyeur planétaire utilisé au laboratoire Mines et Géologie (ex Technologie des Matériaux).	45
Tableau III.3	caractéristiques de la tamiseuse électrique	48
Tableau III.4	Quantités d'échantillons utilisés pour des rapports en masse (φ_m) différents	50
Tableau III.5	La relation entre la vitesse de révolution de disque et la fraction de la vitesse critique	52
Tableau III.6	La relation entre la vitesse de disque et celle de pot en rad/s	53
Tableau IV.1	Valeurs des rapports de masse de la charge minerais (En)/boulets	55
Tableau IV.2	Analyse granulométrique des échantillons avant broyage préparé à différents rapport de masse (minerais/boulet) (temps de broyage=60 min, Nr= 60 tr/mn).	56
Tableau IV.3	Analyse granulométrique des échantillons après broyage pour différents rapport de masse (minerais/boulets) (Temps de tamisage 30 min).	57
Tableau IV.4	Diamètres caractéristiques granulaire de minerais avant et après broyage à un rapport de masse $\varphi_m = 50\%$	61
Tableau IV.5	Diamètres caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon avant et après broyage à un rapport de masse $\varphi_m = 40\%$	61
Tableau IV.6	Diamètres caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon avant et après broyage à un rapport de masse $\varphi_m = 30\%$	61
Tableau IV. 7	Diamètres caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon avant et après broyage à un rapport de masse $\varphi_m = 20\%$	62

Tableau IV.8	Coefficients caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon (Cc et Cu) avant et après broyage à un rapport de masse $\varphi_m = 50\%$	62
Tableau IV.9	Coefficients caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon (Cc et Cu) avant et après broyage à un rapport de masse $\varphi_m = 40\%$	62
Tableau IV.10	Coefficients caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon (Cc et Cu) avant et après broyage à un rapport de masse $\varphi_m=30\%$	63
Tableau IV.11	Coefficients caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon (Cc et Cu) avant et après broyage à un rapport de masse $\varphi_m = 20\%$	64
Tableau IV.12	Récapitulatif des coefficients granulaires en fonctions de rapport massique minerai/boulets ($\varphi_m(\%)$).	64
Tableau IV.13	Influence de rapport de masse (minerai/boulet) sur l'énergie consommée	65
Tableau IV.14	les diamètres équivalents et la surface spécifique	66
Tableau IV.15	les Coefficient énergétique et la grindabilité de l'échantillon après broyage pour les différents rapports de masses	67
Tableau IV.16	Analyse granulométrique des échantillons avant broyage à différents temps (Nr= 60 tr/mn, $\varphi_m = 50\%$)	69
Tableau IV.17	Analyse granulométrique des échantillons après broyage à différents temps (Nr= 60 tr/mn, $\varphi_m = 50\%$)	69
Tableau IV.18	Diamètres caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon avant et après broyage à t = 30min	72
Tableau IV .19	Diamètres caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon avant et après broyage à t = 60min	72
Tableau IV.20	Diamètres caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon avant et après broyage à t = 90min	72
Tableau IV .21	Diamètres caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon avant et après broyage à t = 120min	73
Tableau IV .22	Diamètres caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon avant et après broyage à t = 150min	73
Tableau IV.23	Diamètres caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon avant et après broyage à t = 180min	73

Tableau IV.24	Coefficients caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon (Cc et Cu) avant et après broyage à t = 30min	73
Tableau IV.25	Coefficients caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon (Cc et Cu) avant et après broyage à t = 60min	74
Tableau IV.26	Coefficients caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon (Cc et Cu) avant et après broyage à t = 90min	74
Tableau IV.27	Coefficients caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon (Cc et Cu) avant et après broyage à t = 120min	75
Tableau IV.28	Coefficients caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon (Cc et Cu) avant et après broyage à t = 150min	75
Tableau IV.29	Coefficients caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon (Cc et Cu) avant et après broyage à t = 180min	76
Tableau IV.30	Récapitulatif des coefficients granulaires en fonctions de temps de broyage	76
Tableau IV.31	Influence de temps de broyage sur l'énergie consommée	76
Tableau IV.32	les diamètres équivalents et la surface spécifique	77
Tableau IV.33	Coefficient énergétique et la grindabilité après broyage	78
Tableau IV.34	vitesse de rotation de la jarre en fonction de la vitesse de disque de broyeur en (tr/mn) et en (m/s)	80
Tableau IV.35	Analyse granulométrique des échantillons préparés au broyage à différentes vitesses	80
Tableau IV.36	Analyse granulométrique des échantillons après broyage à différentes vitesses	81
Tableau IV.37	Diamètres caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon avant et après broyage à V = 115tr/min	83
Tableau IV.38	Diamètres caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon avant et après broyage à v = 140tr/min	83
Tableau IV.39	Diamètres caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon avant et après broyage à V = 160tr/min	83
Tableau IV.40	Diamètres caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon avant et après broyage à V = 180tr/min	83
Tableau IV.41	Coefficients caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon (Cc et Cu) avant et après broyage à V= 115tr/min	84

Tableau IV.42	Coefficients caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon (Cc et Cu) avant et après broyage à $V = 140\text{tr/min}$	84
Tableau IV.43	Coefficients caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon (Cc et Cu) avant et après broyage à $Nr = 160\text{tr/min}$	85
Tableau IV.44	Coefficients caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon (Cc et Cu) avant et après broyage à $V = 180\text{tr/min}$	85
Tableau IV.45	Récapitulatif des coefficients granulaires en fonctions de rapport massique minerais/boulets ($\varphi_m(\%)$).	86
Tableau IV.46	Influence de la vitesse de broyage sur l'énergie consommée.	86
Tableau IV.47	les diamètres équivalents et la surface spécifique	87
Tableau IV.48	le coefficient énergétique et la grandabilité après broyage	87
Tableau IV.49	Analyse granulométrique des échantillons préparés avant broyage à différents Rapport de masse (minerais/boulets)	90
Tableau IV. 50	Analyse granulométrique des échantillons de minerais après broyage à différent rapport de masse (minerais/ boulets)	90
Tableau IV .51	Diamètres caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon avant et après broyage de rapport de $\varphi_m = 50\%$	94
Tableau IV.52	Diamètres caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon avant et après broyage de rapport de $\varphi_m = 40\%$	94
Tableau IV.53	Diamètres caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon avant et après broyage de rapport de masse de $\varphi_m = 30\%$	94
Tableau IV.54	Diamètres caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon avant et après broyage de rapport de masse de $\varphi_m = 20\%$	95
Tableau IV.55	Coefficients caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon (Cc et Cu) avant et après broyage à un rapport de masse $\varphi_m = 50\%$	95
Tableau IV.56	Coefficients caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon (Cc et Cu) avant et après broyage de rapport de masse de $\varphi_m = 40\%$	96
Tableau IV.57	Coefficients caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon (Cc et Cu) avant et après broyage de rapport de masse de $\varphi_m = 30\%$	96
Tableau IV.58	Coefficients caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon (Cc et Cu) avant et après broyage de rapport de masse de $\varphi_m = 20\%$	97

Tableau IV.59	Récapitulatif des coefficients granulaires en fonctions de rapport massique minerais/boulets ($\varphi m(\%)$).	97
Tableau IV.60	Variation de l'énergie consommée en fonction de rapport massique	98
Tableau IV.61	Diamètres équivalents et la surface spécifique	99
Tableau IV.62	Résultats de calcul de Grindabilité et coefficient énergétique à différents rapport massique $\varphi m(\%)$	100
Tableau IV.63	Analyse granulométrique des échantillons préparés pour le broyage à différents temps.	101
Tableau IV.64	Analyse granulométrique des échantillons de minerais après broyage à différents temps	102
Tableau IV.65	Diamètres caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon avant et après broyage pour $t = 30$ min	104
Tableau IV.66	Diamètres caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon avant et après broyage pour $t = 60$ min	104
Tableau IV.67	Diamètres caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon avant et après broyage pour $t = 90$ min	104
Tableau IV.68	Diamètres caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon avant et après broyage pour $t = 120$ min	105
Tableau IV.69	Diamètres caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon avant et après broyage pour $t = 150$ min	105
Tableau IV.70	Diamètres caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon avant et après broyage pour $t = 180$ min	105
Tableau IV.71	Coefficients caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon (C_c et C_u) avant et après broyage pour $t = 30$ min	106
Tableau IV.72	Coefficients caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon (C_c et C_u) avant et après broyage pour $t = 60$ min	106
Tableau IV.73	Coefficients caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon (C_c et C_u) avant et après broyage pour $t = 90$ min	107
Tableau IV.74	Coefficients caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon (C_c et C_u) avant et après broyage pour $t = 120$ min	108

Tableau IV.75	Coefficients caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon (Cc et Cu) avant et après broyage pour t= 150min	108
Tableau IV.76	Coefficients caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon (Cc et Cu) avant et après broyage pour t = 180min	109
Tableau IV.77	Récapitulatif des coefficients granulaires en fonction du temps de broyage (tr/min)	109
Tableau IV.78	Variation de l'énergie consommée à différents temps de broyage	110
Tableau IV.79	Les diamètres équivalents et la surface spécifique après broyage à différents temps	111
Tableau IV.80	Résultats de calcul de Grindabilité et coefficient énergétique à différents temps de broyage	112
Tableau IV.81	Analyse granulométrique des échantillons préparés avant broyage pour différents vitesses.	113
Tableau IV.82	Analyse granulométrique des échantillons après broyage à différentes vitesses	114
Tableau IV.83	Diamètres caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon avant et après broyage pour Nr 115tr/min	116
Tableau IV.84	Diamètres caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon avant et après broyage pour Nr = 140tr/min	116
Tableau IV.85	Diamètres caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon avant et après broyage pour à Nr = 160tr/min	116
Tableau IV.86	Diamètres caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon avant et après broyage à Nr =180tr/min	116
Tableau IV.87	Coefficients caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon (Cc et Cu) avant et après broyage pour Nr =115tr/min	116
Tableau IV.88	Coefficients caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon (Cc et Cu) avant et après broyage pour Nr =140tr/min	117
Tableau IV.89	Coefficients caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon (Cc et Cu) avant et après broyage pour Nr = 160tr/min	117
Tableau IV.90	Coefficients caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon (Cc et Cu) avant et après broyage pour Nr = 180tr/min	118

Tableau IV.91	Récapitulatif des coefficients granulaires en fonctions de vitesse de broyage Nr (tr/mn)	118
Tableau IV.92	Influence de la vitesse de broyage sur l'énergie consommée.	119
Tableau IV.93	les diamètres équivalents et la surface spécifique	119
Tableau IV.94	le coefficient énergétique et la graindabilité après broyage	120
Tableau V.1	Composition minéralogique par DRX du minerai de phosphate brut	123
Tableau V.2	Composition minéralogique par DRX de phosphate noir après broyage sec à t=60min.	124
Tableau V.3	composition minéralogique de minerai après broyage sec à Nr=160tr/min	125
Tableau V.4	Composition minéralogique de phosphate noir après broyage humide à $\varphi_m = 30\%$	126
Tableau V.5	Composition minéralogique de phosphate noir après broyage humide à t=60min.	127
Tableau V.6	Composition minéralogique de l'échantillon après broyage humide à Nr=140tr/min.	128
Tableau V.7	Composition minéralogique de l'échantillon après broyage humide à $\varphi = 30\%$.	129
Tableau V.8	Données du modèle BET	138
Tableau V.9	Volume total des pores pour les différents échantillons étudiés	140
Tableau V.10	Résultats de la caractérisation des micropores et de la surface externe	146
Tableau V.11	Volume microporeux de phosphate noir brut, avant broyage et après broyage	148

Sommaire

Introduction générale.....	01
----------------------------	----

CHAPITRE I

GENERALITE SUR LE MINERAI DE PHOSPHATE

PHOSPHATE- DE DJEBEL ONK

I.1. Introduction	03
I.2. Généralités	04
I.2.1.Historique	04
I.2.2.Origine et formation des gisements du phosphate	04
I.2.2.1.Les phosphates sédimentaires	05
I.2.2.2.Les phosphates magmatiques où ignée	05
I.2.3. Caractéristiques générales des phosphates	05
I.2.3.1. Caractéristiques pétrographiques	05
I.2.3.2. Caractéristiques minéralogiques	06
I.2.3.2.1. Les apatites	06
I.2.3.2.2. Les minéraux de gangue	08
I.2.3.3. Caractéristiques morphologiques	08
I.2.3.3.1.L'endogangue	08
I.2.3.3.2. L'exogangue	
I.2.4. Nature et composition des phosphates naturels	09
I.2.4.1. Phosphates macro-cristallins	09
I.2.4.2. Phosphates microcristallins.....	09
I.2.4.3. Phosphates cryptocristallins	09

I.2.5. Chimie des phosphates.....	09
I.2.6. Propriétés physico-chimique des phosphates	10
I.2.6.1. Décomposition thermique	10
I.2.6.2. La solubilité	11
I.2.6.3. Réaction chimique	12
I.2.6.4. Bi minéralisation	13
I.2.6.5. Adsorption et propriétés de surface	13
I.2.6.6. Propriétés mécaniques	13
I.2.7. Domaines d'utilisation	14
I.2.8. Les gisements de phosphate dans le monde.....	14
I.3. Présentation des gisements de phosphate Algérien	15
I.3.1. Aperçu sur la production du phosphate Algérien	15
I.3.2. Aperçu sur le gisement de Djebel Onk	16
I.3.2.1. Aperçu géologique	16
I.3.2.2. Situation géographique de Djebel Onk	16
I.3.2.3. Les différents gisements de phosphate de Djebel-Onk.....	16
I.3.2.4 Caractéristiques du minerai de phosphate de Djebel Onk	18
a) Les caractéristiques minéralogiques.....	18
b) Les caractéristiques chimiques	18
c) Caractéristiques pétrographiques	18
I.3.3 Présentation des phosphates de Kef Es Sennoun	19
I.3.3.2 Composition lithologique	20
I.3.3.1. Extension et épaisseur de la couche productive	20

I.4. Conclusion	21
-----------------------	----

CHAPITRE II

TECHNOLOGIE DE FRAGMENTATION

II.1.Introduction	22
II.2.Généralités	22
II.2.1.Choix d'une technologie.....	22
II.2.2.Appareils de la fragmentation mécanique	23
II.2.3. Quantification des phénomènes de la fragmentation	23
II.2.4.Lois énergétiques	23
a) Loi de Rittinger	23
b) Loi de Kick.....	24
c) Loi de Bond.....	24
d) La broyabilité	25
II.3.Fragmentation Grossière- Concassage	26
II.3.1. Calcul des concasseurs	26
a) Concasseurs à mâchoires.....	26
b) Concasseurs giratoires.....	27
c) Concasseurs à cône.....	29
d) Concasseurs à percussion	29
e) Concasseurs à cylindres	29
II.4.Fragmentation fine –Broyage	30
II.4.1. Définition de broyage	30
II.4.2.Types de broyage	30
a) Broyage sec	30
b) Broyage humide	31
II.4.3.Techniques de broyage	31
a) Broyage à circuit fermé	31
b) Broyage à circuit ouvert	31

II.4.4.Mécanismes de broyage	32
II.5.Calculs des broyeurs	32
II.5.1.Les broyeurs à corps broyant libres	32
a) Le broyeur planétaire.....	33
b) broyeurs à boulets et à barres	35
c) Broyeurs autogènes	37
d) Broyeurs à cylindres	39
II.6.Les conséquences physicochimiques du broyage	40
II-6.1. Evolution de la surface spécifique	40
II.6.2 .Variation de la densité	40
II.6.4. Le comportement thermique des produits broyés.....	40
II.6.3 .Modification des pics de diffraction X et d'Infrarouge.....	40
II.6.5.Modification des propriétés de surface du matériau.....	40
II.7. Conclusion	40

CHAPITRE III

METHODES ET MATERIEL

III.1.Introduction	41
III.2.Traitement et préparation de la matière première	43
III.2.1.Préparations mécaniques	43
1. Concassage	43
2. Homogénéisation.....	44
3. Quartage	44
4. Broyage	45
4.1. Principe de fonctionnement.....	45
5. Analyse granulométrique	49
6. Définitions	49

III.2.2.Etude de la variation des paramètres de broyage sur les caractéristiques minéralogiques du minerai de phosphate noir de la mine de Djebel Onk	50.
III.2.2.1 Paramètres de broyage	50
1. Influence du rapport de masse minerai /bille $\omega_m(\%)$	51
2. Influence du temps de broyage.....	51
3. Influence de la vitesse de broyage.....	52
III.2.2.2) Détermination des caractéristiques granulométriques	54
a. Diamètres caractéristiques	54
b. Le rapport de réduction	54
c. Les coefficients caractéristiques.....	55
d. Aire sous la courbe granulométrique.....	55
III.2.2.3 Détermination des énergies consommée par fragmentation (W, E)- Grindabilité (Gr)(ou broyabilité)- coefficient énergétique (η)	57

CHAPITRE IV RESULTATS ET DISCUSSIONS

IV.1.Influence des paramètres de broyage sur l'efficacité de la fragmentation.....	58
IV.1.1 Broyage en voie sèche.....	58
IV.1.1.1. Influence de rapport de masse (minerai/billes)	58
a) Analyse granulométriques avant et après broyage	59
1.2. Détermination des caractéristiques granulométriques.....	62
a) Diamètres caractéristiques et rapport de réduction	62
b. Les coefficients caractéristiques - Coefficients d'uniformité (C_u)- Coefficient de courbure C_c	63
C. Détermination de la consommation énergétique.....	65
b) Détermination des diamètres équivalent moyens (en volume et en surface /volume, surface spécifique).....	66
e. Détermination de la grindability et le coefficient énergétique	67
IV.1.1.2. Influence du temps de broyage	69

1. Evolutions des caractéristiques granulaires en fonction du temps de broyage.	72
1.1 Aire sous la courbe granulométrique	72
1.2 Détermination des caractéristiques granulaire	73
a) Les coefficients caractéristiques - Coefficients d'uniformité (C_u)- Coefficient de courbure C_c	74
b) Détermination de la consommation énergétique.....	77
c) Détermination des diamètres équivalents (en volume et en surface /volume, surface spécifique).....	78
d) Détermination de Coefficient énergétique et la grindabilité.....	79
IV.1.1.3 Influence de la vitesse de broyage	81
a) Aire au dessous de la courbe granulométrique	83
b) Caractéristiques granulométriques	84
c) Les coefficients caractéristiques	85
d) Détermination de la consommation énergétique	87
e) Détermination des diamètres équivalent (en volume et en surface /volume, surface spécifique).	88
f) Détermination de coefficient énergétique et la grindabilité	89
IV.2. Broyage par voie humide :	91
IV.2. 1.Influence de rapport de masse (minerai/charge)	91
1. Aire sous la courbe granulométrique	93
2. Caractéristique granulaires des échantillons.....	94
1. Influences de l'énergie consommée à différents rapport de masses.....	98
IV2.2. Influence du temps de broyage	101
IV.2.3. Influence du temps de broyage sur l'énergie consommée	109
IV.2.3 Influence de la vitesse de broyage	112
IV.2.3.1. Influence de l'énergie consommée à différents rapport de masse	119

CHAPITRE V

CARACTERISATION MINERALOGIQUE ET TEXTURALE

V.1.Introduction	123
V.2.Caractérisation minéralogique.....	123
V.3.Analyse minéralogique par diffraction de rayons	123
V.4. Caractérisation texturale.....	132
V.4.1.Isothermes d'adsorption et de désorption d'azote à 77,35 K.....	133
V.4.2.1. Détermination de la surface spécifique	135
V.4.2. Exploitation des isothermes d'adsorption et de désorption d'azote pour l'étude de la texture des matériaux	135
V.4.2.2.Détermination du volume poreux total.....	139
V.5.Caractérisation de la microporosité et détermination des surfaces spécifiques externes	139
V.6 . Détermination du volume microporeux	146
V.7 Détermination de la distribution poreuse :	149

INTRODUCTION GENERALE

L'Algérie recèle un potentiel important de réserve en phosphate et un grand pays producteur de phosphate marchand. La formation géologique de Djebel Onk constitue le plus important gisement de phosphate algérien, tant par ses réserves que par sa facilité d'accès et d'exploitation.

En effet l'industrie de phosphate cherche toujours à élaborer un produit de meilleure qualité, afin de satisfaire ses clients. Le traitement du minerai de phosphate fait appel à divers appareils de fragmentation tel que, les concasseurs et les broyeurs ayant pour fonction principale la réduction de la dimension des produits entrant à une dimension désirée afin de libérer les espèces minérales.

La fragmentation est une opération si coûteuse en investissement, en énergie et en maintenance, que ces postes peuvent conditionner le choix et l'assemblage des appareils et/ou mettre en cause la pertinence même de la mise en œuvre. En fragmentation, la réduction de la consommation énergétique n'est pas le seul but à rechercher, d'autres objectifs sont aussi importants: La répartition granulaire, la maille de libération, la morphologie des grains et la réactivité de surface.

Le broyage est l'étape de la comminution ou il est essentiel de contrôler la dimension du produit broyé. Un broyage grossier a pour résultat une faible récupération du minerai de valeur alors qu'un broyage fin a pour résultat un cout élève à cause du rebroyage.

La qualité d'un produit de broyage est en général définie par deux caractéristiques du minerai broyé: la dimension des grains broyés et la qualité de la surface des grains séparées (fracture intra ou inter granulaire) [1].

De ce fait, un des aspects caractérisant l'efficacité de la phase de comminution est la libération des minéraux de valeur de la gangue avec un faible pourcentage de particules mixtes. La réduction de la taille des grains, de ces mêmes minéraux, à une dimension compatible avec le procédé de concentration (tout en garantissant des propriétés physiques et chimiques optimales pour les opérations de traitement) est également un aspect important [1].

En comminution, l'étape de broyage représente l'étape ou l'opération de réduction est très efficace. L'inefficacité énergétique entraîne une surconsommation de l'énergie électrique des équipements de broyage et, par conséquent de l'usine. Le cout du broyage peut atteindre plus de 50% de l'énergie totale utilisée par le concentrateur et la mine. Une meilleure

Introduction générale

connaissance de la broyabilité du minerai entrant au broyage permettrait d'optimiser cette opération [1].

L'objectif de notre travail consiste à étudier l'optimisation des paramètres de broyage en voie humide et sèche sur un minerai de phosphate noir de gisement de Kef Es sennoun de la mine de Djebel Onk, dont l'objectif consiste à utiliser le phosphate noir de Kef Es Sennoun actuellement en exploitation afin d'étudier l'influence du temps de broyage, la vitesse du broyeur et le rapport de la masse de minerai / charge (minerai-billes) sur les caractéristiques minéralogiques de ce dernier.

La réalisation de ce travail a nécessité l'utilisation de différentes méthodes de caractérisation sur les matières premières et produits finaux qui consistent en analyse sur :

- La composition minéralogique par diffraction des rayons X.
- La mesure de la surface spécifique passe par la détermination de la capacité d'adsorption des produits (BET).

Le présent travail est composé des parties suivantes :

- Dans le premier chapitre, nous présenterons une synthèse bibliographique sur le minerai de phosphate de Djebel Onk.
- Dans le deuxième chapitre, nous présenterons une synthèse bibliographique sur les technologies de fragmentation.
- Le troisième chapitre porte sur le protocole suivi pour réaliser notre étude.
- Le quatrième chapitre porte sur la discussion des résultats.
- le dernier chapitre est consacré à la caractérisation minéralogique et texturale des produits étudiés.

A la fin, On termine par une conclusion générale.

CHAPITRE I

GENERALITE SUR LE MINERAI DE PHOSPHATE

PHOSPHATE- DE DJEBEL ONK

I.1. Introduction

L'industrie minière qui se base sur l'extraction et le traitement des différents minerais influe beaucoup sur le rythme et l'efficacité du développement de l'économie nationale. Parmi ces minerais, les phosphates qui sont en général des dépôts sédimentaires sous forme d'apatite du fluor ($3\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2\text{CaF}_2$), de l'hydroxyle ou du carbone occupent une place prépondérante. Ils se trouvent une large utilisation dans divers domaines, notamment dans l'industrie des engrais et la fabrication de l'acide phosphorique, qui constitue 80 à 90% de la consommation mondiale des phosphates. D'autres secteurs, tels que : l'industrie des peintures, les céramiques, le traitement des eaux, les produits cosmétiques et pharmaceutiques [02].

L'Algérie, dispose de réserves importantes en phosphate, grâce aux différents gisements de Djebel Onk. En effet, elle produit annuellement 2.3 à 2.5 millions de tonnes de produits marchands titrant 28 à 35% P_2O_5 . L'horizon productif est constitué par les phosphates de couleur claire, brune-beige, et par des phosphates sombres, gris-noir, ou bien par la superposition d'une couche de phosphate noir à matière organique responsable de sa pigmentation, et qui constitue le minerai originel, non oxydé. Cette relation d'oxydation entre les deux types de phosphate est confortée par le fait que l'on retrouve dans les deux couches, les mêmes types de microfaciès, différenciables par la granulométrie des éléments phosphatés, leur pourcentage, la nature et le pourcentage du ciment et/ou de la matrice [02].

I.2. Généralités

I.2.1. Historique

L'intérêt pour la nature des minéraux utiles est apparu chez l'homme, il y a longtemps, à l'aube de la préhistoire de l'humanité, mais de tout temps et chez tous les peuples le développement de la géologie n'a connu son essor que lorsque cette science s'est trouvée intimement liée au besoin de la société humaine.

En 1669, un Alchimiste de Hambourg, Henning Brandt découvrit une extraordinaire substance. Le hasard de patients travaux, orientés vers la recherche de la pierre philosophale, l'avait mis en présence du phosphore. Ce mot fut rapidement adopté pour désigner un corps mystérieux, capable de luire dans l'obscurité et de s'enflammer spontanément au contact de l'air.

En 1769, Scheele montra que le phosphore est un constituant de l'os, et dès l'année suivante, il mit au point un procédé de préparation.

A partir de la fin de XVIII^{ème} siècle, le phosphore joua un rôle essentiel dans le développement de l'industrie et de l'agriculture. Dans le même temps l'importance du phosphore s'affirme dans les phénomènes de la vie.

Un synchronisme heureux semble s'établir entre l'apparition et l'explication de nouveau besoin de découvertes de nouvelles ressources et la possibilité de leur faire subir divers traitements pour les rendre plus efficaces.

Des explorations et prospections font découvrir d'immenses gisements de phosphates que l'industrie chimique transforme en une gamme de produits dont l'agriculture tire un profit grandissant [03].

I.2.2. Origine et formation des gisements du phosphate

Les phosphates naturels tiennent leur source des dépôts des déchets d'espèces marines sur le fond océanique. Ils sont généralement formés en zone côtière peu profonde. Les gisements exploités dans plusieurs parties du monde, se présentent avec des propriétés chimiques et physiques très contrastées[04]. Selon l'origine géologique, les gisements du phosphate se répartissent en deux groupes : ignée et sédimentaire.

I.2.2.1. Les phosphates sédimentaires

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. La situation géographique des gisements, les travaux à entreprendre pour extraire le minerai et les opérations que ce dernier doit subir pour devenir marchand limitent leur exploitation [03].

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

I.2.2.2. Les phosphates magmatiques ou ignée

Les gisements d'origine ignée sont les moins nombreux actuellement, ils fournissent 12 % de la production mondiale de phosphate. Ces gisements contiennent jusqu'à 35 % et 37 % de phosphore exprimé en P_2O_5 . On les rencontre dans des terrains très anciens où ils peuvent constituer des couches atteignant plusieurs dizaines de mètres d'épaisseur. Dans ce genre de gisement, le phosphate est sous forme d'apatite bien cristallisée.

Les apatites d'origine ignée 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 super phosphate (20 % P_2O_5) soluble dans l'eau; leur inconvénient c'est qu'ils exigent des précautions et des traitements en cours de fabrications et de mûrissement que les phosphates sédimentaires ne réclament pas [03].

I.2.3. Caractéristiques générales des phosphates

I.2.3.1. Caractéristiques pétrographiques

Les roches peuvent avoir été plus au moins métamorphosés remaniés, altérées ou lessivées. Les phosphates se trouvent sous différentes formes géométriques et se divisent en 3 types de granulométrie qui sont :

- Fine et homogène (100 à 20 μm phospharénites fines).
- Moyenne et hétérogène (300 à 50 μm phospharénites).
- Grossière et hétérogène (800 μm à 0,3 mm phospharénorudites) [03].

I.2.3.2. Caractéristiques minéralogiques

Une analyse du P_2O_5 total d'un minerai potentiel n'est pas un critère sûr pour estimer la teneur en apatite et évaluer un gisement de phosphate. Les minéraux accessoires non phosphatés les plus communs liés aux phosphates naturels (PN) sédimentaires sont le quartz, les argiles et les carbonates (dolomie et calcite). Les PN à ciment carbonaté sont particulièrement remarquables en raison de leur abondance. Le quartz peut se rencontrer en tant que grains détritiques ou en tant que variétés microcristallines. Il peut être particulièrement difficile de détecter un ciment siliceux dans des échantillons en utilisant la microscopie optique en raison de sa nature anisotrope et de son apparence similaire à la francolite microcristalline. Les minéraux argileux et silicatés trouvés dans les PN sédimentaires comprennent des feldspaths et des micas (biotite et muscovite), l'illite, la kaolinite, les smectites ainsi que des zéolites. Les minéraux fréquemment liés à l'apatite magmatique comprennent la néphéline, les feldspaths alcalins, les micas, les pyroxènes et les amphiboles. Par contre, La calcite, la dolomie et la magnétite sont des minéraux souvent liés aux gisements d'apatite carbonatée. (Slansky M., 1980) [03].

I.2.3.2.1. Les apatites

Les apatites sont présentes en abondance dans le milieu naturel et sont exploitées principalement en tant que source de phosphate pour l'industrie des engrais. On les retrouve généralement associées aux granites ou bien dans le fonctionnement sédimentaire argileux

L'apatite est le phosphate le plus abondant sur terre, c'est également le constituant principal des dents et des os

Les apatites constituent une famille de minéraux définie par la formule chimique $Me_{10}(XO_4)_6Y_2$ [W2], où Me^{2+} représente un cation divalent généralement (Ca^{2+} ou encore Cd^{2+} , Zn^{2+} , Pb^{2+} , Ba^{2+} ...), XO_4^{3-} un groupement anionique trivalent comme (PO_4^{3-} , AsO_4^{3-} , VO_4^{3-} , MnO_4^{3-} ...) et Y^- un anion monovalent, le plus souvent (OH^- , Cl^- , F^-) [A].

L'apatite de référence est la fluorapatite de formule $Ca_{10}(PO_4)_6F_2$ dans laquelle le fluor (F^-) peut être remplacé par l'ion chlorure ou l'ion hydroxyle pour donner respectivement la chloroapatite et l'hydroxyapatite .

L'hydroxyapatite est un matériau idéal pour des endiguements à long terme à cause de sa capacité d'adsorption pour les métaux lourds, faible solubilité dans l'eau, grande stabilité sous les conditions réductrice et oxydante, disponibilité et à prix modique

Les propriétés de dissolution de ces phosphates de calcium dépendent de leurs caractéristiques physico-chimiques, en particulier le rapport molaire Ca/P, de la structure cristallographique et de la surface spécifique. Ainsi, en fonction du rapport molaire Ca/P, nous pouvons définir plusieurs familles d'ortho-phosphate de calcium. Voir le tableau I.1.

Tableau I.1 : Principaux phosphates de calcium [08]

Symbole	Phosphate de calcium	Formule chimique	Ca/P
MPCA	Phosphate monocalcique anhydre	$\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$	0,50
MPCM	Phosphate monocalcique hydraté	$\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$	0,50
DCPA	Phosphate dicalcique anhydre	CaHPO_4	1,00
OCPD	Phosphate dicalcique dihydraté	$\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	1,00
	Phosphate de calcium α , β ou γ	$\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$	1,00
OCPt	Phosphate octocalcique triclinique	$\text{Ca}_8(\text{PO}_4)_4(\text{HPO}_4)_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	1,33
OCPa	Phosphate octocalcique apatitique	$\text{Ca}_8(\text{PO}_4)_3,5(\text{HPO}_4)_{2,5}(\text{OH})_{0,5}$	1,33
OCPam	Phosphate octocalcique amorphe	$\text{Ca}_8(\text{PO}_4)_4(\text{HPO}_4)_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$	1,33
CP (α ou β)	Phosphate tétracalcique α ou β	$\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$	1,50
TCPA	Phosphate tétracalcique apatitique	$\text{Ca}_9(\text{PO}_4)_5(\text{HPO}_4)(\text{OH})$	1,50
ACP	Phosphate tétracalcique amorphe	$\text{Ca}_9(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2(\text{OH})_2$	1,50
HAP	Hydroxyapatite phosphocalcique	$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$	1,67
TTCP	Phosphate tétracalcique	$\text{Ca}_4(\text{PO}_4)_2\text{O}$	2,00

I.2.3.2.2. Les minéraux de gangue

La gangue peut être soit extérieure aux grains phosphatés (éxogangue), soit incluse dans les grains (endogangue). La taille, la nature, et la quantité de la gangue influencent fortement les propriétés de l'apatite phosphatée. Les minéraux les plus répandus sont :

- Les carbonates sous deux formes principales : la calcite CaCO_3 et la dolomite $\text{Ca, Mg (CO}_3)_2$.
- Les minéraux siliceux sous différentes formes : quartz (SiO_2), l'opale ($\text{SiO}_2, n \text{ H}_2\text{O}$), et divers silicates d'alumine de fer et de magnésium.
- Les sulfates représentés par le gypse $\text{CaSO}_3, 2 \text{ H}_2\text{O}$ et l'anhydrite CaSO_4 .
- Le fer sous forme oxyde (Fe_2O_3) ou hydroxyde.
- Les matières carbonées généralement en faible abondance 0.1 % à 0.6 % résultant de la transformation des restes d'organismes vivant et de débris organiques divers enfuis au moment de la sédimentation phosphatée. Il s'agit de bitumes, d'acides humiques, fulviques, aminé, etc.

I.2.3.3. Caractéristiques morphologiques

Les fractions évoquées ci-dessous sont les plus fréquentes dans les exogangues des phosphatites qui peuvent éventuellement contenir encore, en plus ou moins grande quantité, du fer sous forme de sulfures, de carbonates ou d'oxydes, du gypse et parfois de la barytine.

En absence d'oxydation secondaire trop forte, l'exogangue est souvent riche en matière organique, surtout lorsqu'elle est argileuse [06].

I.2.3.3.1.L'endogangue

L'endogangue est constituée par l'ensemble de la fraction non apatitique interne aux éléments phosphatés. Les minéraux les plus fréquents sont :

➤ **Le quartz**

Peut être fréquent dans l'endogangue des pellets phosphatés. Un pellet peut contenir plusieurs grains de quartz mais le plus souvent, il n'en contient qu'un seul autour duquel l'apatite est répartie en une ou plusieurs couches.

➤ **La matière organique**

C'est une endogangue constante des pellets qui n'ont pas subi une oxydation secondaire trop vive. Elle est répartie de manière quelconque, au centre, à la périphérie ou en couches concentriques.

I.2.3.3.2. L'exogangue

Présente dans la nomenclature des phosphatites une importance comparable à celle de la taille des grains phosphatés. Elle est caractérisée par sa composition minérale, la taille de ses grains ou cristaux et son abondance relative dans la roche.

I.2.4. Nature et composition des phosphates naturels

Le phosphate acquis son caractère physique de tendreté et de dureté par son alliage aux divers constituants tels que : l'argile, le sable, le quartz ou le calcaire.

Il se trouve sous différentes formes de gisements, parmi celles-ci on trouve :

I.2.4.1. Phosphates macro-cristallins

Dans les roches ignées les cristaux sont visibles à l'œil nu, ce sont ces cristaux qui sont souvent appelés apatites.

I.2.4.2. Phosphates microcristallins

Dans quelques gisements sédimentaires l'examen microscopique permet de déceler des cristaux compris entre 20 et 100 μm .

I.2.4.3. Phosphates cryptocristallins

Les cristaux ne sont pas visibles à l'œil nu ou avec un microscope ordinaire dans la plupart des gisements sédimentaires. Pour pouvoir les détecter on doit faire appel à un microscope électronique.

I.2.5. Chimie des phosphates

Les minerais phosphatés sont définis d'après leur teneur en P_2O_5 c'est-à-dire en anhydride phosphorique, mais cette teneur peut aussi être exprimé en phosphate tricalcique $(\text{PO}_4)_2\text{Ca}_3$ dont TPL (Tri basic phosphate of lime) ou BPL (Bône phosphate of lime).

La conversion des deux est donnée par la relation suivante :

$$1 \text{ TPL} = \text{BPL} = 2,185 \text{ P}_2\text{O}_5$$

Les études géochimiques effectuées sur une série de minerai de phosphate par différents auteurs [56-57], ont mis en évidence l'association des éléments chimiques avec les phases minérales phosphatées telles que les argiles, les carbonates, les apatites, les silices, etc.

Les différents dosages des éléments constituant ces phases minéralogiques (P_2O_5 , MgO , CaO , SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , TiO_2 , Na_2O , K_2O , etc.) ont permis de déterminer la répartition des éléments et leur liaison avec les phases minérales.

- Les éléments majeurs sont associés aux principales phases minéralogiques en présence minéralogiques en présence (apatite, argile, carbonate, silice). Les pertes au feu sont liées principalement aux argiles et aux carbonates.
- Les éléments mineurs et traces sont associés aux seules phases argileuse et phosphatée.
- Une série d'éléments caractérisant les argiles sont: Ba, Cr, Cs, Cu, Ga, Mo, Nb, Ni, Pb, Rb, Sb, Sn, Sc, Sr, V, Zn et Zr.
- Une série d'éléments caractérisant l'apatite: Ce, Dy, Er, Gd, Ho, La, Lu, Nd, Pr, Sm, Tb, Th, Tm, U, Y, Yb et Sr.

I.2.6. Propriétés physico-chimique des phosphates

Les phosphates de calcium et apatites présentent des propriétés très variables dépendant beaucoup de leur composition. Ils ont pour caractéristiques communes d'être tous des solides blancs (sauf s'ils sont dopés d'ions colorés), la plupart peu solubles et certains très insolubles. Ils sont stables thermiquement mais changent facilement de formule par substitution des éléments les constituant.

I.2.6.1. Décomposition thermique

Les apatites sont très stables thermiquement. La fluoroapatite fond à 1 644 °C, mais des décompositions peuvent apparaître à des températures inférieures sous certaines atmosphères. Ainsi, la fluoroapatite peut être transformée en hydroxyapatite par chauffage dans un courant de vapeur à 1 360 °C pendant 48 h. En chauffant de la fluoroapatite sous vide au-delà de 1 600 °C, il y a perte de CaF_2 ou POF_3 . La chloroapatite est un peu moins stable.

Les apatites carbonatées perdent rapidement du CO₂ et beaucoup conduisent, par chauffage, à des pyrophosphates. Les mécanismes correspondant à ces transformations sont très compliqués et restent sujets à controverse.

I.2.6.2. La solubilité

Les valeurs des produits de solubilité trouvés dans la littérature scientifique (tableau I.2) varient sur de très grands domaines, et les controverses à ce sujet restent également nombreuses. La raison principale est que les valeurs publiées se réfèrent à des produits souvent très difficiles à synthétiser. Bien que supposés purs, ils sont contaminés par des ions de divers éléments qui, même en faible concentration, modifient profondément la stabilité du cristal en créant des contraintes non négligeables dans la structure.

Tableau I.2 : Diverses valeurs de produits de solubilité de quelques phosphates de calcium à 25 °C.

Solide	Composition Chimique	Produit de solubilité
Brushite	Ca(HPO ₄), 2H ₂ O	2,59.10 ⁻⁷
Phosphate tricalcique	α ou β Ca ₃ (PO ₄) ₂	2,83.10 ⁻³⁰
Phosphate d'octacalcium	Ca ₈ H ₂ (PO ₄) ₆	2,10 ⁻⁴⁹ à 1,01.10 ⁻⁹⁴
Hydroxyapatite	Ca ₁₀ (PO ₄) ₆ (OH) ₂	2,34.10 ⁻⁵⁹ à 6,62.10 ⁻¹²⁶
Fluoroapatite	Ca ₁₀ (PO ₄) ₆ F ₂	3,16.10 ⁻⁶⁰ à 6,30.10 ⁻¹³⁷

D'autre part, la solubilité peut varier fortement en fonction de la composition de la solution environnante. Enfin, les phénomènes de surface, qui sont très mal connus, ont une influence importante sur les mécanismes de dissolution. La solubilité d'un composé en milieu naturel (biologique ou géologique) n'est donc en aucun cas prédictible à partir de celle d'un cristal supposé idéal de l'apatite et varie dans une large gamme.

La solubilité des apatites présente de plus la particularité d'être rétrograde, c'est-à-dire qu'au-delà d'une certaine température (16 °C dans le cas de l'hydroxyapatite), elle diminue lorsque la température augmente (figure I.1).

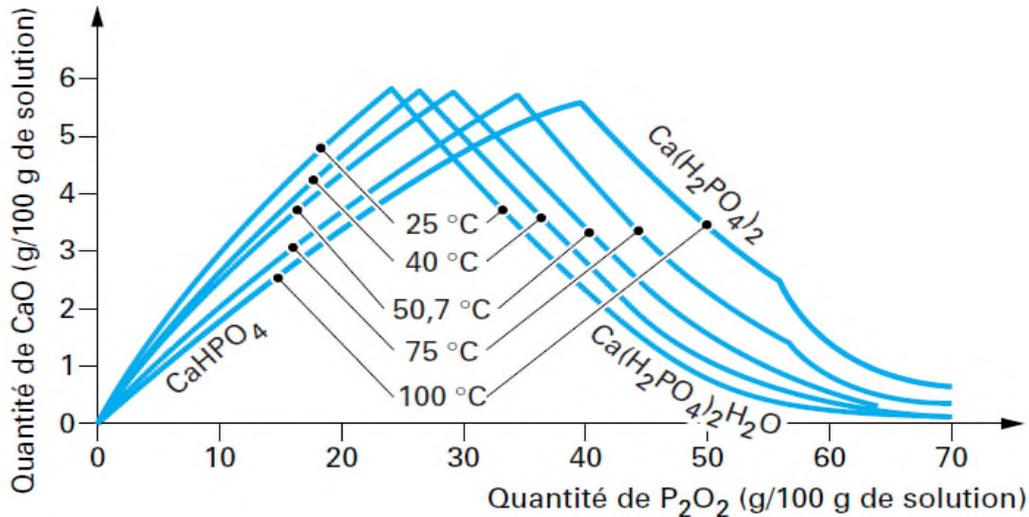


Figure I.1: Isothermes de solubilité du système CaO-P₂O₅-H₂O pour différentes températures

I.2.6.3. Réaction chimique

Elle est en général limitée et résulte principalement de la faible solubilité et des propriétés de substitution. Ainsi, les apatites carbonatées sont un peu plus réactives car plus solubles en milieu acide et de stabilité thermique moindre.

La présence de carbonates est aussi source de réactivité. Ainsi la fluoroapatite réagit par action du carbonate de calcium pour se transformer en une solution solide:



Avec : $y = (6-x)/6$

Dans ce cas, une partie des ions F⁻ occupent des positions adjacentes de celles des ions PO₄³⁻ et CO₃²⁻.

I.2.6.4. Bi minéralisation

C'est un processus complexe impliquant de nombreuses interactions entre des ions minéraux, des cristaux et des molécules organiques. Il semble établi qu'une croissance cristalline d'hydroxyapatite a lieu par l'intermédiaire de phosphate d'octacalcium ($\text{Ca}_8\text{H}_2(\text{PO}_4)_6$) en milieu aqueux. Cette interprétation découle de simulations expérimentales de laboratoire en temps accéléré et de similitudes de structures entre le phosphate d'octacalcium et les apatites obtenues.

En effet, dès les premières étapes de la nucléation, les cristaux d'apatite formés ne sont pas de structure hexagonale mais se présentent sous forme de lamelles (morphologie découlant de celle du phosphate).

I.2.6.5. Adsorption et propriétés de surface

Les solides ioniques au contact de solutions chimiques peuvent se charger en surface du fait d'une dissolution préférentielle, de l'adsorption d'ions ou par la formation de complexes entre les ions du réseau et les espèces en solution.

Dans le cas de l'hydroxyapatite, par exemple, il a été montré que la perte d'ions Ca^{2+} et PO_4^{3-} se passe en trois étapes. Après un rapide échange avec la couche d'hydratation (1 à 2 min), des échanges moyennement lents (de l'ordre de 30 min) d'espèces ioniques ont lieu à la surface puis un processus très lent d'incorporation des ions dans le cristal se produit.

Les mécanismes d'adsorption de mélanges de protéines, peptides et acides organiques provenant de la salive sur l'hydroxyapatite ont aussi été étudiés mais ne sont pas encore maîtrisés.

I.2.6.6. Propriétés mécaniques

Les apatites ne présentent pas de propriétés mécaniques exceptionnelles. Elles sont fragiles (dureté égale à 5), se clivent imparfaitement mais toujours dans une direction basale. Elles se cassent de façon inégale et donnent des fractures conchoïdales. Ce sont les raisons pour lesquelles elles ne peuvent pas être largement utilisées en bijouterie. Elles ont une densité de 3.16 à 3.22, valeurs plutôt faibles pour le monde minéral.

I.2.7. Domaines d'utilisation

Les applications actuelles du phosphore et de ses dérivés se sont multipliées dans de nombreux secteurs industriels.

Parmi les nombreuses applications des phosphates dans l'industrie, les engrais et la fabrication de l'acide phosphorique prédominent. Ils présentent environ 80% de la consommation mondiale des phosphates.

- Dans les engrais, il apporte ses qualités fertilisantes particulières.
- Dans l'alimentation, il est employé pour les propriétés spécifiques de P_2O_5 dans le métabolisme.
- Dans les détergents, on l'utilise pour les propriétés séquestrantes, chélatantes de P_2O_5 .
- Dans les textiles, les plastiques et le traitement du bois, P_2O_5 apporte des qualités de résistance à l'inflammation.
- En chimie est dans le pétrole, le phosphore permet la fabrication de dérivé intermédiaires particulièrement actifs (sulfures, chlorures, oxydes, etc.).
- Le pouvoir de dispersion des phosphate a conduit a leur utilisation dans de multiples industries séparer ou combiner des liquides et des solides finement dispersés. Il y a des applications secondaires dans de très nombreux secteurs industriels : cimenterie, pigments, allumettes, émailleries, etc.
- En plus récemment dans l'adsorption de métaux lourds et des colorants.

I.2.8. Les gisements de phosphate dans le monde

On peut citer une trentaine de pays producteurs de phosphate :

a) **Les gisements d'Europe:** Le gisement le plus important est celui de la péninsule de Kola (URSS), on estime la production de ce gisement à plus de 20000 T/J. Il faut cependant signaler que dans les autres pays d'Europe, l'exploitation des gisements été progressivement abandonnée, c'est le cas de l'Allemagne, le suède, et la Norvège.

b. Les gisements d'Amérique : Le Mexique et le Chili disposent de ressources assez limitées le premier fabricant du superphosphate est le Canada avec un gisement à la limite des provinces du Québec et de l'Ontario. Ce dernier produit environs 150000 tonnes annuellement. Les Etats Unis d'Amérique, avec les gisements de Florida et de Caroline du Nord est un plus grand producteur mondial du phosphate (150000 T/ans).

c) **Les gisements d'Asie** : Les principaux producteurs sont : Israël, la Jordanie, le Japon jusqu'à 1939 à raison de 200000 T par an, le Vietnam et la Chine qui disposent de quelques ressources de phosphate réparties en nombreux petits gisements.

d) **Les gisements d'Afrique** :

- **L'Afrique de sud**: Principalement le dépôt phosphaté de la baie de Saldanha.
- **Le Sénégal** : Avec le gisement de Taïba et de Thiès (100 km de Dakar, les réserves en minerai de phosphate sont estimées à plus de 500000 T.
- **L'Égypte** : qui produit de phosphate tricalcique dont la teneur en P_2O_5 (de 22 à 25 %).
- **Les phosphates de Tunisie** : sont moins riches (25 à 27% P_2O_5) que ceux de Maroc ; par contre leur solubilité critique est meilleure, d'où une utilisation directe en agriculture.
- **Le Maroc** : avec le gisement YOUSOUFIA et de KHOUROUBGA, fournit des produits d'environ 75% TPL.
- **L'Algérie**: les gisements de phosphates en Algérie sont exploités depuis la fin du 19^{ème} siècle. C'est la mine de A'ZAITA près de Sétif qui fut la première ouverte en 1889, son exploitation durant de nombreuses années avec une production de 400 à 800 mille tonnes/an, a conduit à son épuisement. A Djebel Onk, situé à environ 100 km de Tébessa près de la frontière Tunisienne, la production annuelle est estimée à 900 mille tonnes. Il présente une capacité de réserves d'environ un demi-milliard de tonnes titrant 53 à 61 % en phosphate tricalcique (TPL) .Le phosphate de ce gisement fera l'objet de cette étude [03].

I.3. Présentation des gisements de phosphate Algérien

I.3.1. Aperçu sur la production du phosphate Algérien

Les ressources de la production de phosphates en Algérie sont localisées dans le gisement de Djebel Onk, située dans la wilaya de Tébessa. D'autres gisements de faible intérêt économique aux ressources limitées ou épuisées, ont été exploités, puis abandonnés au cours de la première moitié de ce siècle.

Il s'agit du gisement du Kouif dont la production a atteint plus de 500.10^3 t/an au cours des années 50 et qui est devenue insignifiante après l'indépendance. La consommation nationale de phosphate naturel a stagné depuis une vingtaine d'années à un niveau fluctuant entre 200 000 et 400 000 tonnes/an [07].

I.3.2. Aperçu sur le gisement de Djebel Onk

I.3.2.1. Aperçu géologique

Les phosphates Algériens ont été découverts à Boughari par P. Thomas, 1873, un peu avant les phosphates de Gafsa, 1885. Ce n'est que la fin 1906 début 1907 que L. Jouleau découvre le gisement de Djebel Onk dans le sud est constantinois et souligne les analogies lithologiques, stratigraphiques et structurales avec les phosphates du bassin de Gafsa, fournit des coupes lithologiques détaillées des gîtes de phosphates de la zone de Djebel Onk et publie les premières analyses chimiques de minerai. [08]

I.3.2.2. Situation géographique de Djebel Onk

La région de Djebel Onk est située au sud de l'Algérie, à 100 km au sud de la wilaya de Tébessa et à 20 km de la frontière Algéro-Tunisienne [09, 10,11]. Cette région constitue la limite géographique naturelle entre les hauts plateaux de Constantine et le domaine Saharien. Le massif de Djebel Onk forme un ensemble calcaire de 20 Km de longueur qui culmine à 1198 m d'altitude au Djebel Tarfaya. Ce massif constitue l'extrémité orientale des monts des Nememcha qui plongent vers l'Est le massif des Aurès. Les altitudes les plus basses au pied de Djebel Onk sont d'environ 635 m [09, 10,02].

I.3.2.3. Les différents gisements de phosphate de Djebel-Onk

La région de Djebel Onk présente une série de sept gisements qui sont soumis à l'expertise ; trois sont attenants à l'exploitation (Djemi Djema Est et Ouest et Kef Es Sennoun) et trois en sont éloignés de 6 à 35 km (Djebel Onk nord, Bled el Hedba, Oued Betita).

- a) **Le gisement de Djemi Djema :** exploité depuis 1965 par l'EN Ferphos est situé à 7 Km à l'ouest de la ville de Bir EL Ater, ville située à 20 Km de la frontière Algéro-tunisienne.
- b) **Les gisements de Djemi Djema Est et Ouest :** ils s'étendent jusqu'à environ 1 kilomètre au Nord-Ouest de celle-ci.
- c) **Le gisement potentiel de Kef EsSennoun :** est situé à 2 Km de l'Ouest de Djemi Djema et à 1Km de l'extrémité occidentale de la carrière du gisement de Djemi Djema Ouest

d) **Le gisement potentiel de Djebel Onk Nord** : est situé à 6 Km au Nord du centre minier de Djemi Djema. Il présente les meilleures ressources en phosphates dans tout le bassin phosphaté de Djebel Onk.

e) **Le gisement potentiel de Oued Betita** : est le plus éloigné de tous les gisements étudiés, il est situé à 35 km au sud de centre minier du gisement Djemi Djema et distant de 1 km de la série phosphatée de la Mide en Tunisie.

f) **Le gîte de Bled El Hadba** : Situé à 14km au Sud-Est des gisements du flanc de Djebel Onk (Djemi Djema et Kef Es Sennoun) et à 6 Km de la frontière Algéro-tunisienne.

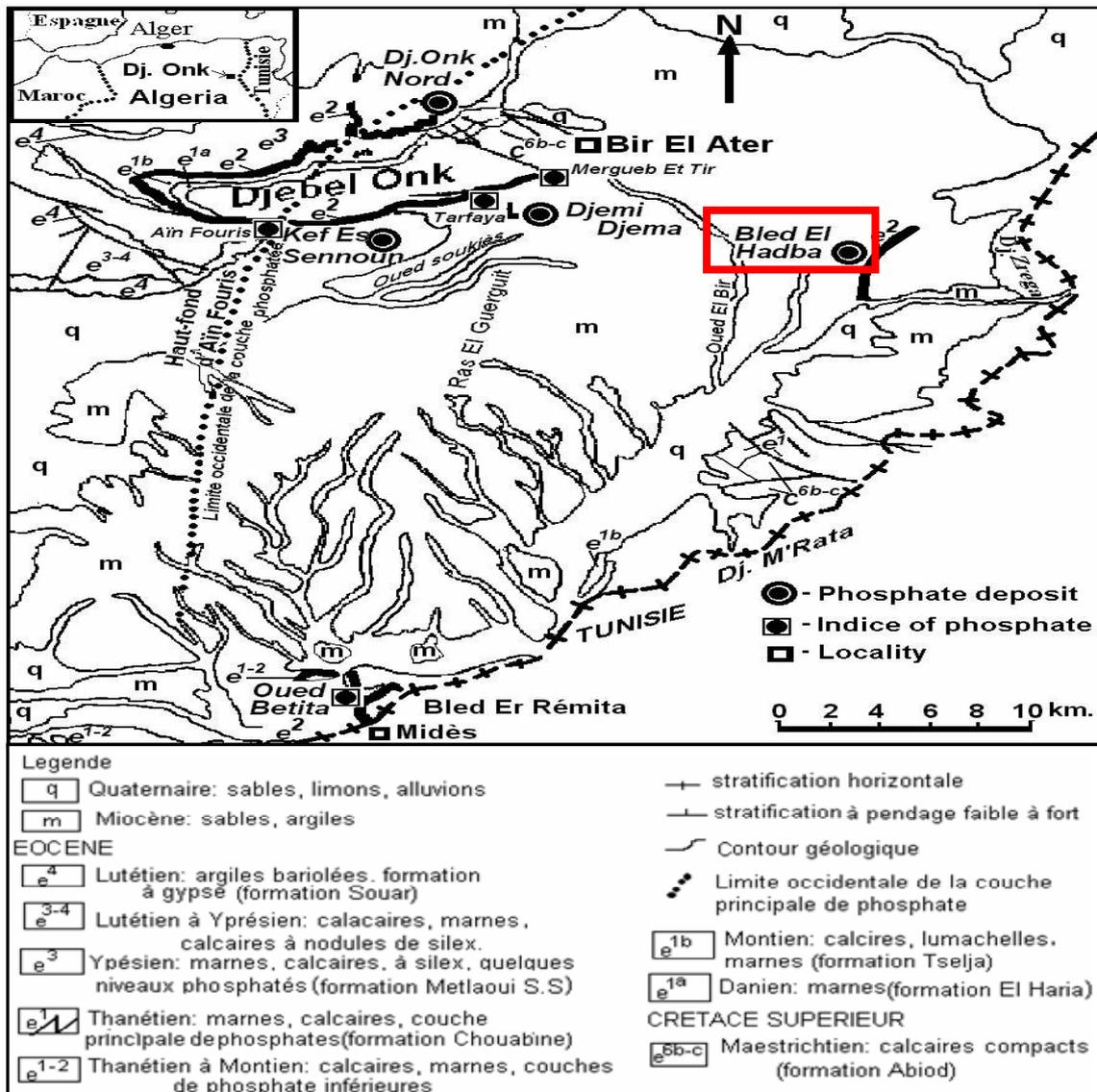


Figure I.2 : Situation géographique des gisements de Djebel Onk [12].

I.3.2.4 Caractéristiques du minerai de phosphate de Djebel Onk

a) Les caractéristiques minéralogiques

Les études minéralogiques préliminaires à des essais d'enrichissement du minerai de Djebel Onk, ont montré que trois composants principaux constituent le tout-venant : des particules de phosphates apatitiques (82%), une exogangue carbonatée dolomitique (11,5%) et une exogangue argilo siliceuse (5 à 6%).

En revanche, l'apatite des phosphates du Djebel Onk est une carbonate fluorapatite, une francolite fortement substituée, avec un remplacement des ions PO_4^{3-} par des ions CO_3^{2-} et SO_4^{2-} de l'ordre de 26%. En outre une surface spécifique et une porosité importante (20 m²/g et 15% environ) caractérisent les particules phosphatées [08].

b) Les caractéristiques chimiques

La composition chimique des minerais de phosphates diffère d'un gisement à l'autre. Le gisement Djemi Djema est constitué de deux parties de compositions chimiques différentes, nettement différenciables dans la couche : La partie inférieure riche en P_2O_5 , pauvre en MgO, et une supérieure riche en P_2O_5 avec des teneurs élevées en MgO [08].

c) Caractéristiques pétrographiques

D'après des études antérieures, les minerais de Djebel Onk-Djemi Djema sont des phosphates en grains, sableux (pseudoolithes et pellets), souvent à support organique (diatomées radiolaires principalement), dont la granulométrie appartient le plus souvent à la classe des arénites (grains inférieurs à 2 mm), plus rarement à celle des rudites (proportions de grains supérieurs à 2 mm). Les faciès sont homogènes, à grains fins (200 à 300 μm), ou bien hétérogènes, à grains fins et grossiers (jusqu'à 2 à 3 mm). Ils sont pulvérulents à bien lithifiés, et le ciment peut être argileux, calcitique ou dolomitique. Mis à part les grains de phosphates, les autres éléments figurés sont rares (grains de quartz et de glauconie).

Les faciès phosphatés ont une couleur généralement beige à brune, ils peuvent être gris à noir à la base de la couche. Ces teintes sombres, et l'existence de composés organiques, attestent que la couche n'a pas subi d'altération météorique importante et qu'elle a été protégée des phénomènes d'oxydation, ce qui serait responsable de la pigmentation des grains de phosphate.

Ainsi, le phénomène de minéralisation s'exprime de différentes manières :

- Par épigénie de particules organiques (diatomées, radiolaires, coprolithes, micro pellets, particules algaires) ;
- Par phosphatisation de particules non organiques (pellets, lithoclastres, grains de quartz et de glauconie), et par phosphatisation locale de la gangue carbonatée ;
- Par précipitation directe d'apatite dans le réseau inter cristallin [08].

Le gisement qui fait l'objet de notre travail est le gisement de Kef Es Sennoun.

I.3.3 Présentation des phosphates de Kef Es Sennoun

Le gisement de Kef Es Sennoun n'est situé qu'à 2 Km à l'Ouest de la carrière de Djemi Djema [12].

C'est un gisement géologiquement bien connu et qui présente des conditions minières qui permettent une exploitation à ciel ouvert mécanisée classique :

L'importance du gisement se résume dans :

- la qualité de son minerai.
- Ses réserves.
- Ses conditions géo minières favorables.
- Ses paramètres techniques simples.
- Sa simplicité de point de vue exploitation (profondeur moins de 100 m, forte puissance de 25 à 35 m).

Le gisement de Kef Essenoun est caractérisé par :

- Une zone Nord dressant très accidentée.
- Un prolongement monoclin des couches vers le Sud sous un angle de pendage (10-12°) au-delà des affleurements et une autre Asexué plonge les couches phosphatées qui sont plus profondes.
- Un minerai riche en P₂O₅ qui varie entre 25,05 à 27,94 % pour une moyenne de 26,53 % et pauvre en MgO dont la teneur varie entre 1,3 et 3 % pour une moyenne de 2,61%.
- Absence de sable.
- Accès facile vers les autres parties (extension et avancement) [DED].

I.3.3.1. Extension et épaisseur de la couche productive

La couche de phospharénite a été recoupée par tous les sondages de Kef Es Sennoun. Elle présente donc une vaste extension latérale supérieure à 32 Km² [12].

I.3.3.2 Composition lithologique

La majeure partie du gisement est constituée par une couche unique de phosphate sombre gris-noir, sans intercalaire carbonatés stériles, toute au plus quelques niveaux phosphatés plus dolomitiques. La partie inférieure est généralement plus fine que la partie supérieure, et peut en outre renfermer les lamines bitumeuses.

Dans le détail, la couche est hétérogène et il existe de nombreuses variations verticales et latérales à l'intérieure des phosphates de granulométrie moyenne, à grossière, s'organisent en mégalentielles, en fonction des conditions hydrodynamiques locales.

Vers le Nord Est du gisement, apparaît une couche de phosphate claire, brun-beige, oxydée sus-jacent à la couche de phosphate noir [12].

Les faciès phosphaté sombre, gris-noir de Kef Es Sennon présentent par passes métriques, des caractéristiques chimiques assez constantes : Teneurs élevées en P₂O₅ (26% à 30%), faibles teneurs en MgO, en règle générale moins de 2% à celles des minerais sombres de Djemi Djema Ouest. Les teneurs en fer sont constantes et faibles (1,2 à 1,4%). Les teneurs en SiO₂ sont plus élevées que dans les minerais noirs du gisement de Djemi Djema Ouest, en raison de la présence fréquente d'une matrice argileuse et d'une proportion plus importantes de grains de glauconie. Elles varient entre 3 et 4,5%. Les teneurs en carbone organique et SO₃ sont assez constantes : respectivement de 0,52 à 0,65% et de 2,85 à 3,25%. Ces valeurs sont du même ordre de grandeurs que celles déterminées pour les phosphates clairs, oxydés, du gisement de Djemi Djema Ouest, que l'on aurait eu tendance à considérer comme plus pauvres en matière organiques.

La faible variabilité horizontale et verticale (sur 30 à 40 m d'épaisseur) des caractères pétrographiques et physico-chimiques des minerais sombres de Kef Es Sennoun, est l'indice d'un milieu de sédimentation protégé, sans apport terrigène ou les grains de phosphate, bien classés et bien triés, étaient vannés sur de grandes distances par des courants internes.

Le caractère bien classé et bien trié des différents faciès de phospharénites tend à indiquer une organisation sédimentaire en mégalentilles, régi par l'hydrodynamisme du milieu marin.

Chimiquement, la couche productive est remarquable par ses bonnes teneurs en P_2O_5 et ses faibles teneurs en MgO, caractéristiques qui se trouvent d'ailleurs à l'échelle métrique, aussi bien dans les phosphates sombres que dans les phosphates claires. Les teneurs moyennes en P_2O_5 , par sondage, oscillent entre 25 et 27,9% pour une moyenne générale de 26,53%.

Les teneurs en MgO sont faibles et constantes sur pratiquement toute l'étendue du gisement. Elles sont comprises entre 2 à 3 % (moyenne de 2,61 %) [12].

I.4. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons exposé les origines et les différents types de phosphates naturels, ses principales caractéristiques, ses domaines d'utilisation ainsi qu'un aperçu sur les phosphates Algérien (Djebel-Onk).

CHAPITRE II

TECHNOLOGIE DE FRAGMENTATION

II.1.Introduction

La fragmentation est l'opération par laquelle on cherche à réduire la taille et/ ou à augmenter la surface développée de l'unité de masse (surface spécifique) de particules solides son efficacité est toujours évaluée par une mesure de l'accroissement de la finesse.

La fragmentation cherche toujours à satisfaire des exigences relatives à des utilisations ultérieures [13].

Dans ce second chapitre, nous présenterons en premier lieu quelques généralités sur la fragmentation ainsi que les différentes lois énergétiques, ensuite nous abordons les deux modes de fragmentations.

II.2.Généralités

II.2.1.Choix d'une technologie

Les modes de fragmentation classiques consistent à soumettre le solide à fragmenter à une contrainte créée par des forces de contact. La technologie des appareils de fragmentation tient compte des observations et des déductions suivantes :

- Paramètres intrinsèques du matériau.
- Énergie requise pour fracturer le matériau.
- Vitesse de déformation.
- Réduction des dimensions du matériau.

Il est nécessaire de fragmenter le matériau en plusieurs stades successifs impliquant différents appareils qui travaillent en série. Les critères pouvant guidé le choix d'une technologie sont :

- La consommation énergétique.
- La capacité d'admission qui en fonction de la dimension des plus gros blocs.
- Le rapport de réduction optimale, établi entre la dimension correspondant à 80 ou 85% en masse des produits à l'entrée (D_{80} ou D_{85}) et celle correspondant au même pourcentage des produits à la sortie (d_{80} ou d_{85}).

- L'étalement des granulométries à la sortie.
- Le coefficient de forme moyen des fragments.
- Le cout de la maintenance.
- La nature de la substance à traiter, selon sa sensibilité aux contaminations possibles lors de la fragmentation (notamment l'usure des outils, mais aussi l'eau ou l'air) [13].

II.2.2.Appareils de la fragmentation mécanique

Ils peuvent se classer en :

- Concasseurs : opérant une fragmentation grossière (jusqu'à des calibres 2 et 150 mm).
- Graduateurs : opérant une réduction en fragment de calibre pouvant aller de 6,3 jusqu'à 25 mm.
- Broyeurs : donnant des produits de calibres allant de 0,2 jusqu'à 6,3 mm.
- Pulvérisateurs ou moulin : opérant une réduction en poudre de calibre de 0 à 200 μm .
- Atomiseurs : pouvant donner des calibres descendant jusqu'à l'ordre de μm [13].

II.2.3. Quantification des phénomènes de la fragmentation

Les tentatives de quantification ont fait l'objet de multiples travaux théoriques recouvrant Aussi bien les aspects énergétiques et morphologiques que ceux des transformations ayant lieu dans les appareils de fragmentation [13].

II.2.4.Lois énergétiques

Trois principales théories ont été émises pour décrire la relation liant l'énergie consommée E par le matériau et la réduction de la dimension D de ce matériau lors de la fragmentation. Jusqu'à présent, les hypothèses avancées pour élaborer cette relation ne sont pas rigoureusement prouvées puisque l'on ne sait toujours pas mesurer la quantité d'énergie réellement absorbée par les particules au cours de leur fragmentation. On ne peut mesurer que l'énergie totale consommée par l'appareil de fragmentation [13].

a) Loi de Rittinger

Von Rittinger postule que l'énergie consommée E est directement proportionnelle à la quantité de surface nouvellement créée. Il écrit alors la relation [13].

$$E = K_r (S_2 - S_1) \quad (1)$$

Avec :

K_r : constante qui dépend à la fois du matériau et de l'appareil de fragmentation.

S_1 et S_2 surfaces des particules, respectivement avant et après fragmentation.

Si l'on considère l'énergie spécifique, E' par unité de volume, on peut écrire :

$$E' = \frac{E}{V} = K_r \left(\frac{S_1}{V} - \frac{S_2}{V} \right) \quad (2)$$

$$E' = K_r \left(\frac{1}{D_2} - \frac{1}{D_1} \right) \quad (3)$$

Avec :

D_1 et D_2 dimensions initiale et finale des particules.

V : volume du matériau.

b) Loi de Kick

Pour Kick, l'énergie nécessaire pour fragmenter un matériau homogène est proportionnelle à la variation du volume, donc au rapport de réduction $\mathcal{R} = \frac{D_1}{D_2}$.

Cette deuxième loi de la fragmentation s'écrit alors [13].

$$dE = -K_K dV \quad (4)$$

Soit :

$$dE' = -K_K d \frac{V}{V} = -K_K d \frac{D}{D} \quad (5)$$

Et l'on obtient alors après l'intégration :

$$E' = K_r \ln \frac{D_1}{D_2} = K_r \ln \mathcal{R} \quad (6)$$

c) Loi de Bond

Comme aucune des deux précédentes lois ne s'accordait bien avec l'ensemble des résultats observés lors des opérations de fragmentation industrielle, Bond a proposé, en analysant une multitude de résultats expérimentaux, une troisième loi qui postule que l'énergie spécifique requise est inversement proportionnelle à la racine carrée de la nouvelle

Chapitre II. Technologie de fragmentation

surface produite. Cette loi se veut un compromis entre celles de Rittinger et Kick. La forme générale de la loi de Bond s'écrit :

$$\omega = \omega_i \left(\sqrt{\frac{100}{D_2}} - \sqrt{\frac{100}{D_1}} \right) \quad (7)$$

$$\omega = 10 \omega_i \left(\sqrt{\frac{1}{D_2}} - \sqrt{\frac{1}{D_1}} \right) \quad (8)$$

Avec : D1 et D2 dimensions, en micromètres, des grains respectivement avant et après fragmentation [13].

d) La broyabilité

La broyabilité d'un matériau peut être définie comme la réaction de ce matériau à l'opération de broyage, conditionnée par les caractéristiques de l'installation de broyage. L'analyse de cette propriété peut s'effectuer de façon qualitative ou de façon quantitative :

- L'aspect qualitatif de l'aptitude au broyage se traduit par un classement des produits selon leur dureté, la dimension des grains, l'abrasivité, l'adhésivité.
- L'aspect quantitatif permet d'affecter au produit un indice obtenu après expérimentation, et de le classer par rapport à d'autres échantillons [14].

➤ Indices de Bond (Work Index)

Il correspond au travail nécessaire pour réduire des particules de dimension moyenne, théoriquement infinie, jusqu'à l'obtention de 80% de passants à une ouverture de 100 microns. Comme il a été évoqué précédemment, cet indice a connu un vif succès dans l'industrie. A titre d'exemple quelques valeurs sont regroupées dans le tableau ci-dessous [14].

Tableau II.1 : Indice de Bond correspondant à quelques minéraux [14].

Gypse	Dolomie	Phosphate	Calcaire	Charbon
4,73	11,27	11	12,54	13,00

II.3.Fragmentation Grossière- Concassage

La fragmentation grossière inclut les opérations de pré-concassage et de concassage proprement dits pour les matériaux rocheux. On lui rattache également les opérations de démontage, de tranchage et de déchiquetage[13].

Les technologies des appareils de fragmentation grossière reposent sur la mise en œuvre de forces externes qui peuvent se rattacher à des actions de compression, de cisaillement et d'impact. La classification des appareils tient compte du mode d'action principal. Il est souvent difficile de faire la part exacte de chaque type de force externe agissante car on n'observe que le résultat global. Industriellement, la consommation énergétique de la fragmentation grossière est de l'ordre de 1 à 4 kWh/t [13].

II.3.1. Calcul des concasseurs

a) Concasseurs à mâchoires

La chambre de concassage est constituée (voir Figure II .1) par deux mâchoires disposées en V dont l'une est fixe et l'autre mobile. Cette dernière est articulée autour d'un axe horizontal qui peut être placé à la partie supérieure de l'appareil ou à la partie inférieure. Les mâchoires opèrent entre deux plaques latérales. Les matériaux sont concassés par compression et s'évacuent par gravité. La capacité dépend de la taille des blocs, du débit d'alimentation, des conditions opératoires, des caractéristiques de rupture du matériau, du type de mâchoires et de la vitesse de rotation de l'arbre. Une relation dite de Hersam relie la capacité théorique Q (en t/h) à différents paramètres [13].

$$Q = \frac{30(c^2+2sc)NIH\rho K}{A-S} \quad (9)$$

Avec :

A : Ouverture d'admission (m).

C : Course au bas de la mâchoire mobile (m).

H : Hauteur de la mâchoire fixe (m).

N : Vitesse de l'arbre à l'excentrique (tr/min).

S : Ouverture de décharge en position fermée (m).

K : Coefficient variant de 0,5 à 0,1.

L : Largeur des mâchoires (m).

ρ : Masse volumique apparente du matériau (t/m³) à la sortie du concasseur.

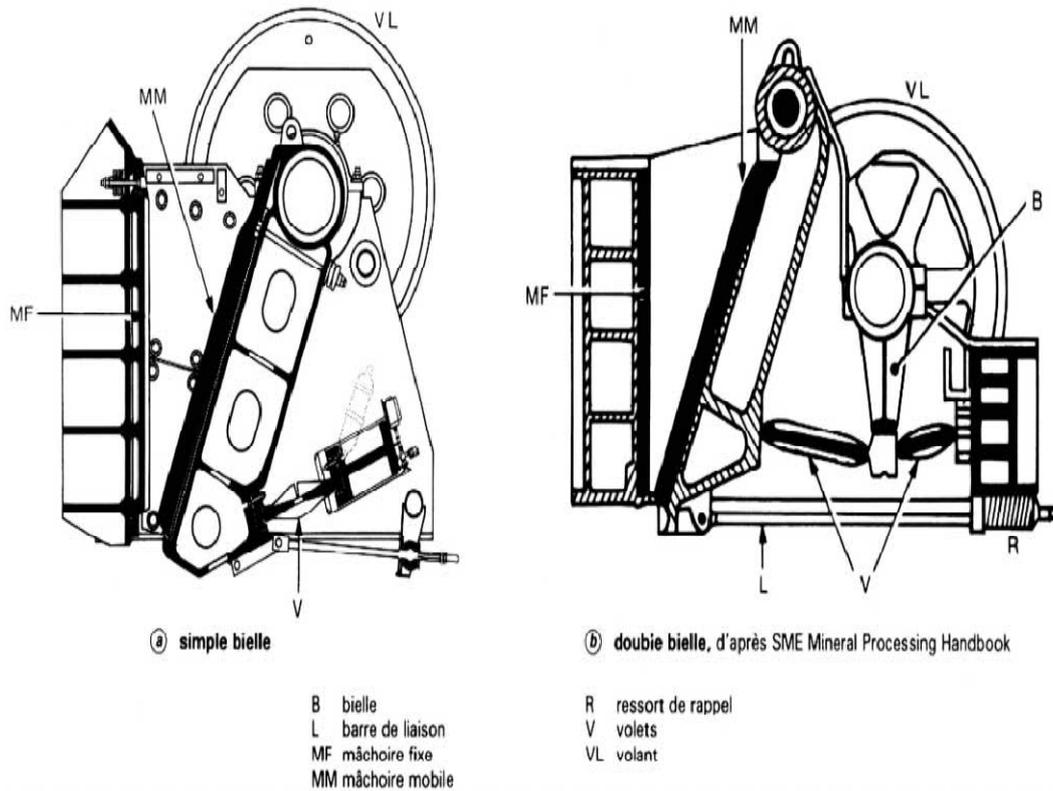


Figure II .1 : Concasseurs à mâchoires [13].

b) Concasseurs giratoires

On caractérise un concasseur giratoire par les paramètres suivants (voir figure II.2 ci-dessous) :

- L'ouverture d'admission $A \times B$.
- Le diamètre à la base de la tête de concassage Φ .
- L'ouverture de décharge S .
- Le nombre de tours par seconde de la tête de concassage.
- Le nombre de tours de l'arbre moteur.
- L'excentricité de l'arbre.
- La puissance.

Cependant, pour une application particulière, il est bon de déterminer la puissance à partir de la formule de Bond modifiée [13].

$$\omega = 10 \omega_i \left(\frac{1}{\sqrt{S}} - \frac{1}{\sqrt{DA}} \right) \quad (10)$$

Avec :

S : Ouverture de décharge (μm).

DA : Dimension (μm) comprise entre $1/2$ et $2/3$ de A.

ω Et ω_i : exprimé avec la même unité, le plus souvent en kWh/sht [13].

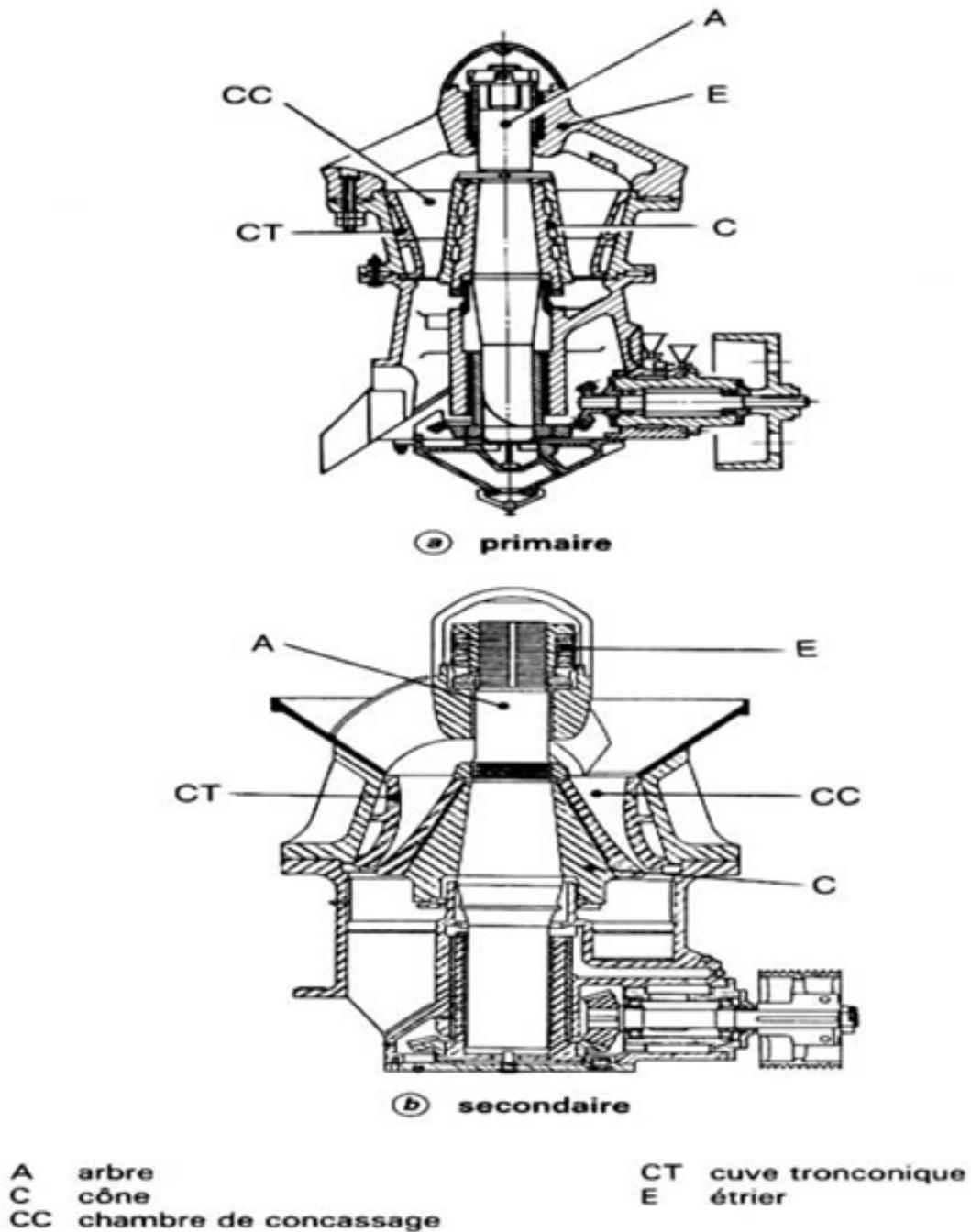


Figure II .2 : Concasseurs giratoires, primaire et secondaire [13].

c) Concasseurs à cône

Dans un circuit multi-étage, on utilise couramment le concasseur à cône tête standard comme concasseur secondaire. On choisit cet appareil en fonction du produit délivré par l'étage primaire en tenant compte des contraintes suivantes :

- Dimension maximale des produits à l'entrée du concasseur : 62,5 cm.
- Dimension maximale des produits à la sortie du concasseur comprise entre 10 et 2 cm.
- Rapport de réduction compris entre 6 et 8[13].

d) Concasseurs à percussion

Les concasseurs à percussion ou concasseurs à impact sont employés à différents stades de la fragmentation. Les appareils à percuteurs rigides ne sont efficaces que si la masse des morceaux à fragmenter est suffisamment importante ; ils sont généralement utilisés comme concasseurs primaires et parfois comme concasseurs secondaires. Les concasseurs à marteaux articulés, pour lesquels la matière séjourne plus longtemps dans la chambre de concassage, peuvent être utilisés, sous certaines réserves, aux stades primaire, secondaire et tertiaire [13].

Les concasseurs à percussion accomplissent leur travail de fragmentation surtout par interaction entre les matériaux et les battoirs fixes ou les marteaux articulés sur un rotor central. L'intérêt de ces appareils réside dans la restitution quasi instantanée de l'énergie cinétique en énergie de fragmentation [13].

e) Concasseurs à cylindres

Le rapport de réduction d'un concasseur à cylindre est très faible en circuit ouvert. Il est compris entre 1,5 et 2. Pour des valeurs supérieures, il est nécessaire de fonctionner en circuit fermé avec un crible [13].

En alimentation libre, c'est-à-dire lorsque le volume de l'alimentation ne dépasse pas le volume du ruban théorique engendré par la rotation des cylindres et que la charge circulante est comprise entre 100 et 300 % de la masse de l'alimentation, on atteint des rapports de réduction compris entre 2 et 5. La production de fines est faible [13].

Les Anglo-Saxons proposent une relation entre le rapport de réduction \mathcal{R} , l'écartement des cylindres T (en pouces) et le diamètre des cylindres Φ (en pouces) pour assurer un angle de prise permettant l'écrasement de particules de taille donnée.

Cette relation s'écrit :

$$\mathcal{R} = (40 T + \Phi) \frac{40}{T} \quad (11)$$

Pour le calcul de T, si D est la dimension du plus gros grain du produit sortant, et F un facteur de forme compris entre 1,7 (roches isotropes) et 2,3 (roches anisotropes), on écrit :

$$T = \frac{D}{F} \quad (12)$$

La formule de Blanc donne la capacité théorique Q (en t/h) du concasseur à cylindres :

$$Q = 3\,600 K v \ell T \rho \quad (13)$$

Avec :

K: Facteur rendement compris entre (0,2 et 0,35).

T : Écartement des cylindres (m).

ℓ : Largeur des cylindres (m).

v : Vitesse de rotation des cylindres (m/s).

ρ : Masse volumique du matériau (t/m^3). [13].

II.4.Fragmentation fine –Broyage

Le broyage est la dernière étape du processus de comminution. Il est accompli par un mécanisme combiné d'abrasion, d'attrition et d'impact soit en milieu sec ou humide (pulpe). Les particules sont réduites d'une dimension entre 5 et 200 mm jusqu'à 5 à 300 μm dans des tambours cylindriques d'acier appelés broyeurs (Mills) qui tournent, dans la plupart des cas, autour de leur axe longitudinal [13].

La fragmentation résulte de l'action (impact sur les particules) d'une charge broyante libre de se déplacer à l'intérieur du broyeur. La charge broyante peut être composée de boulets ou barres en acier, de roches dures ou du minerai même [13].

II.4.1. Définition de broyage

Le broyage est un procédé qui consiste à réduire le minerai concassé d'une granulométrie de 0 à 200 mm à un produit de 0 à 20 mm [13].

II.4.2.Types de broyage

a) Broyage sec

Il est surtout utilisé depuis plus de 70 ans. Un broyage qui diminue les frais de séchage des produits broyés, quand la roche doit être séchée ou calcinée avant d'être transportée. Toutefois, un séchage est indispensable pour amener le taux d'humidité à environ 2% [13].

b) Broyage humide

Les broyeurs opèrent sur des pulpes minérales et remplacent les concasseurs secondaires et les broyeurs à barres dans des installations de minerais non ferreux en effectuant une réduction de taille avec une production d'un minimum de fines afin de faciliter les traitements ultérieurs. Dans les broyeurs, on ajoute généralement, pour les minerais non ferreux, quelques boulets d'acier de 100 et 125 mm de diamètre, soit 2 à 10 % de la charge broyant [13].

En effet, dans de nombreux cas, on observe de telles variations dans l'induration des minerais qu'il est difficile d'obtenir un milieu broyant de qualité constante à partir d'une sélection granulométrique. La charge représente environ 35 % du volume interne du broyeur.

Les barres périphériques sont en acier au Cr-Mo et les plaques d'usure en Ni-Hard. La pulpe, avec 60 à 70 % de solide, est déchargée à travers un diaphragme ou périphériquement. La vitesse de rotation du broyeur est de 70 à 75 % de la vitesse critique [13].

II.4.3. Techniques de broyage

a) Broyage à circuit fermé

Dans les circuits fermés, le matériau de dimension convenable immédiatement retiré de circuit par un classificateur, alors que les morceaux grossiers retournent au broyeur (charge circulante) [13].

b) Broyage à circuit ouvert

Dans les circuits ouverts, le produit du broyeur constitue aussi le produit du circuit. Dans ce type de circuit sans classificateur, on ne peut régler la granulométrie du produit qu'en agissant sur les variables d'entrée du broyeur. Le débit d'alimentation doit être assez faible pour assurer aux particules un temps de séjour dans le broyeur qui permette d'éliminer les grosses particules, mais cela peut donner lieu au sur broyage d'autres particules. En générale, on obtient des répartitions granulométriques de grande dispersion et une utilisation non optimale de l'énergie de broyage [13].

II.4.4.Mécanismes de broyage

Les corps broyant n'ont pas un parcours préétabli comme dans le cas des concasseurs. Ils sont grands, lourds et durs par rapport aux particules mais petits par rapport au volume du broyeur. Ils occupent un peu moins de la moitié du volume du broyeur. Comme résultat de la rotation du broyeur, les corps broyant sont soulevés le long de la paroi intérieure jusqu'à une position d'équilibre dynamique, à partir de laquelle ils descendent vers l'endroit où se trouvent le reste de la charge et les particules (pool). La vitesse de rotation détermine le type de mouvement de la charge [13].

À de faibles vitesses de rotation, la charge descend plutôt par un mouvement en cascade qui favorise la fragmentation par attrition et abrasion, donc la production de particules très fines. À des vitesses plus élevées, la charge décolle de la paroi et tombe suivant une trajectoire parabolique appelée cataracte pour aller frapper le reste de la charge et les particules dans la partie inférieure (toe) du broyeur. Si la vitesse est plus grande encore, la charge frappera le blindage au-dessus des particules, ce qui se traduira par une usure rapide du revêtement du broyeur et par une inefficacité d'opération. Si le broyeur tourne encore plus vite, la charge est "centrifugée" et ne décolle jamais [13].

La vitesse minimale à laquelle ce phénomène se produit est appelée la vitesse critique du broyeur. La vitesse d'opération d'un broyeur doit donc être une fraction de la vitesse critique (entre 50% et 90%) [13].

Le phénomène du broyage est le résultat de divers mécanismes :

- (a) Impact et compression, en raison des forces perpendiculaires aux surfaces.
- (b) Burinage ou écaillage (chipping) à cause des forces obliques.
- (c) Abrasion due à des forces parallèles.

II.5.Calculs des broyeurs

Pour la fragmentation fine, les principaux appareils sont les suivants :

II.5.1.Les broyeurs à corps broyant libres

Ce sont des appareils cylindriques ou cylindro-coniques tournant autour de leur axe horizontale et contenant des corps broyant qui peuvent être des boulets, des barres ou des galets, ils sont utilisés à 95% dans les industries. Le volume occupé par les corps broyant et la

matière à broyer peut atteindre la moitié du volume inter-blindage de broyeur, La vitesse de rotation des broyeurs à corps broyant libres est un paramètre important, aussi bien pour la détermination de la puissance du moteur à installer que pour l'usure des corps broyant et du blindage [13].

Cette vitesse est une fraction de la vitesse critique V_c (en tr/min) donnée par la relation :

$$V_c = \frac{42,3}{\sqrt{\Phi}} \quad (14)$$

Avec : Φ diamètre inter-blindage (m) du broyeur (diamètre intérieur de la virole blindée).

a) Le broyeur planétaire

Les broyeurs planétaires constituent un équipement incontournable dans les laboratoires du monde entier, et ceci dans les applications les plus diverses. Le broyage est ultrafin, rapide et sans perte, de simplicité de manipulation, de parfaite reproductibilité, de fiabilité et de longévité [15].

Les broyeurs planétaires classique se distinguent par leur facilité de mise en œuvre, leur sûreté de fonctionnement avec un dispositif de blocage des bols parfaitement sécurisé et enfin une facilité du nettoyage [15].

Le broyage peut s'effectuer par voie sèche, en suspension ou encore sous atmosphère contrôlé selon la granulométrie finale recherchée. En plus du broyage, les broyeurs planétaires classiques sont mis en œuvre pour le mélange et l'homogénéisation d'émulsions ou de pâtes ou encore pour le broyage réactif et la mécanosynthèse [15].

➤ Principe de fonctionnement

Dans les broyeurs planétaires à billes, la pulvérisation de l'échantillon se fait essentiellement par effets d'impact de billes à haute énergie cinétique. Les deux bols (ou jarres) de broyage contenant les échantillons à traiter et les billes sont disposés sur un disque en rotation rapide, les bols tournant sur eux-mêmes en sens inverse [15].

Dans cette configuration les effets de la force centrifuge provoquent à partir d'une certaine vitesse le détachement de l'échantillon et des billes de la paroi interne du bol. Les billes de broyage circulent à haute vitesse à l'intérieur du bol, désagglomèrent, concassent

Et pulvérisent l'échantillon par des chocs multiples et incessants dans toutes les directions [15].

- La caractéristique d'un broyeur planétaire est de présenter deux rotations combinées effectuées selon des axes verticaux du plateau et celle des bols de broyages excentrés par rapport au centre du plateau (figure II. 3). Les bols de broyage sont placés en opposition sur leur post respectif pour ne pas déséquilibrer l'appareil. La vitesse de rotation du plateau est notée Ω et celle des bols est notée ω [15].

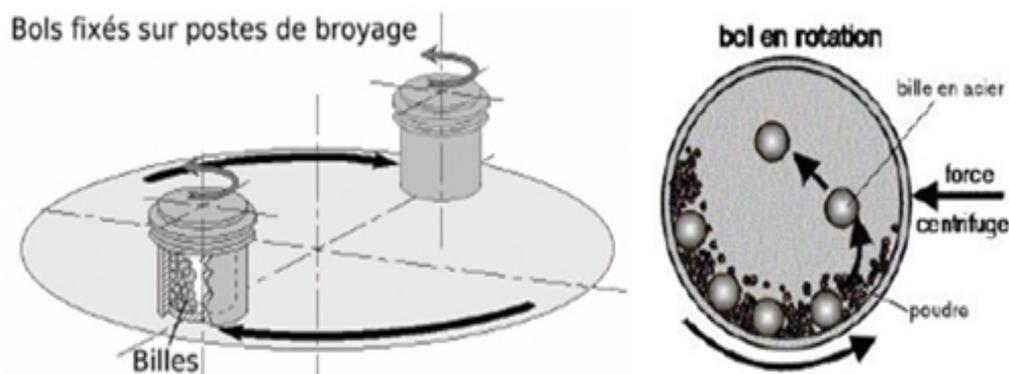


Figure II.3 : broyeur planétaire [15].

Les bols de broyage contiennent des billes comme corps broyant.

Dans un broyeur à boulets classique, le mouvement des boulets, utilisés en continu, discontinu, en voie humide ou en voie sèche, est fonction de la vitesse de rotation et du diamètre interne du broyeur. Ce mouvement a une influence sur les modes de broyage mis en jeu pour broyer la poudre : percussion, l'impact et le frottement. Pour un même diamètre de broyeur, lorsque la vitesse augmente, les billes passent d'un régime dans lequel elles restent plaquées contre les parois du broyeur (figure II.4) [15].

Il existe plusieurs états de broyage selon la vitesse de rotation. Parmi eux :

- Si la vitesse est faible, un état de glissement de la matière (figure II.4a) donne lieu à un broyage par frottement.
- Lorsque la vitesse est trop importante, toute la matière est plaquée contre les parois du broyeur (figure II.4b), et la fragmentation ne peut se produire.
- Dans un broyeur à boulets ayant une vitesse intermédiaire entre les deux précédentes, le régime de cascade est atteint (figure II.4c) [15].

Les nodules de matière sont réduits grâce aux modes de broyage par percussion, par impact et par frottement. La zone A sur le schéma de la figure correspond à l'endroit privilégié pour les modes d'impact et de percussion, alors que la zone B est le lieu de broyage par frottement [15].

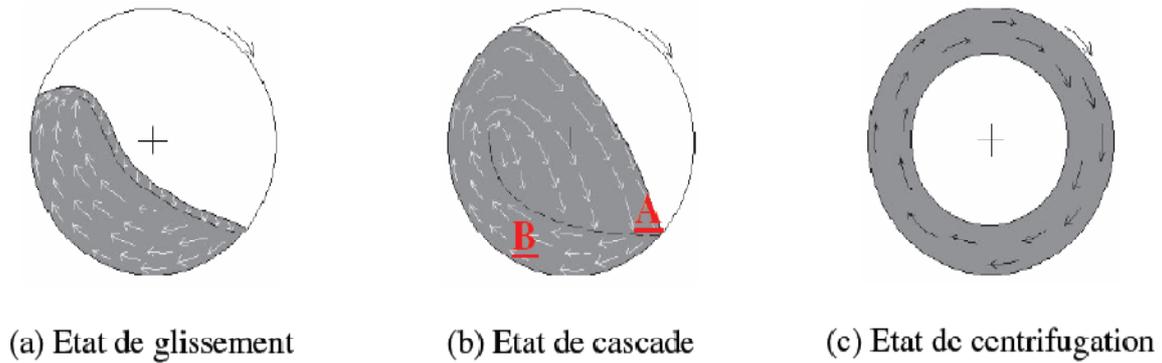


Figure II.4: Trois régimes différents possibles dans un broyeur à boulets : la vitesse de rotation croît de (a) à (c) [15].

c) Broyeurs à boulets et à barres

L'énergie (en kWh) nécessaire à l'arbre du moteur pour entraîner l'appareil à vide est calculé par tonne de corps broyant respectivement pour les broyeurs à boulets (ω_b) et pour les broyeurs à barres (ω_r) (voir Figure II.5 ci-dessous) à partir des relations, avec Φ en mètres :

$$\omega_b = 4,879 \Phi^{0,3} (3,2 - 3 V_P) \left(1 - \frac{0,1}{2} (9 - 10F)\right) + Z \quad (15)$$

$$\omega_r = 1,752 \Phi^{\frac{1}{3}} (6,3 - 5,4 V_P) F \quad (16)$$

Avec : VP taux de remplissage du broyeur (fraction du volume du broyeur occupée par les corps broyant), variant entre 0,35 et 0,45 pour les broyeurs à barres et entre 0,40 et 0,50 pour les broyeurs à boulets.

F : Fraction de la vitesse critique N_C à laquelle tourne le broyeur, fonction du diamètre inter-blindage du broyeur (0,64 à 0,76 pour les broyeurs à barres et 0,66 à 0,80 pour les broyeurs à boulets) ;

Z : Est un facteur tenant compte de la taille des boulets pour les broyeurs de diamètre inter-blindage supérieur à 3,3 m, déterminé par la relation :

$$Z = 0,022 (B - 12,5\Phi) \quad (17)$$

Chapitre II. Technologie de fragmentation

Avec : Φ en mètres et B diamètre des boulets en millimètres ;

Cette énergie doit être corrigée par un facteur multiplicatif de :

- 1,16 pour les broyeurs à boulets travaillant en voie humide, à décharge par grille à niveau bas.
- 1,08 pour les broyeurs à boulets travaillant en voie sèche, à décharge par grille par débordement.
- 1,06 si le blindage n'est pas neuf.

Les plus gros diamètres des corps broyant, en millimètres, sont déterminés à partir des relations, respectivement pour les barres B_r et les boulets B_b . Les diamètres donnés par ces relations ne correspondent pas toujours à des fabrications industrielles et l'on choisit alors les tailles industrielles les plus proches des valeurs calculées. On a (avec D_{80} en μm , W_i en kWh/sht et Φ en m).

$$B_r = 0,16 D_{80}^{0,75} \sqrt{\frac{W_i \rho}{100 f \sqrt{3,281 \Phi}}} \quad (18)$$

$$B_b = 25,4 \sqrt{\frac{D_{80}}{K}} \sqrt[3]{\frac{W_i \rho}{100 f \sqrt{3,281 \Phi}}} \quad (19)$$

Avec f : fraction de la vitesse critique ;

ρ : Masse volumique du corps broyant (g/cm^3) ;

K : Facteur égal à 350 pour un broyeur à décharge par débordement, travaillant en humide ; 330 pour un broyeur à décharge par diaphragme, travaillant en humide ; 335 pour un broyeur à décharge par diaphragme, travaillant à sec ;

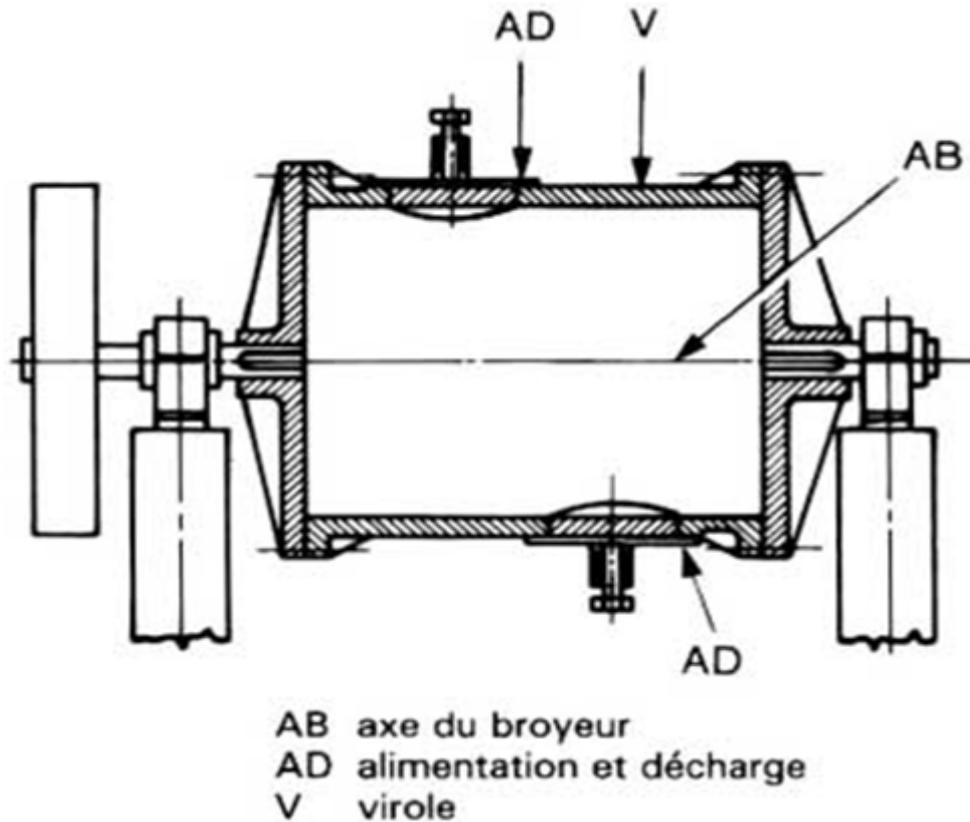


Figure II.5 : broyeur à boulet [13].

c) Broyeurs autogènes

Le broyage autogène consiste à utiliser comme corps broyant le minerai lui-même. (Voir Figure II.5 ci-dessous) Lorsque le milieu broyant est constitué par des morceaux de minerai auxquels on ajoute des boulets d'acier, le broyage est dit semi-autogène [13].

Le broyage autogène a deux avantages évidents :

- Il est moins consommateur d'acier que les procédés classiques.
- Il réduit le nombre d'étages de concassage et de broyage.

Le minerai entrant dans le broyeur autogène doit contenir au moins 25 % en masse de morceaux de taille supérieure à 150-200 mm. Le produit sortant est caractérisé par l'importance des particules correspondant à des éléments constitutifs de la roche non affectés par la fissuration (celle-ci s'exprimant surtout au niveau des joints inter-cristallins) [13].

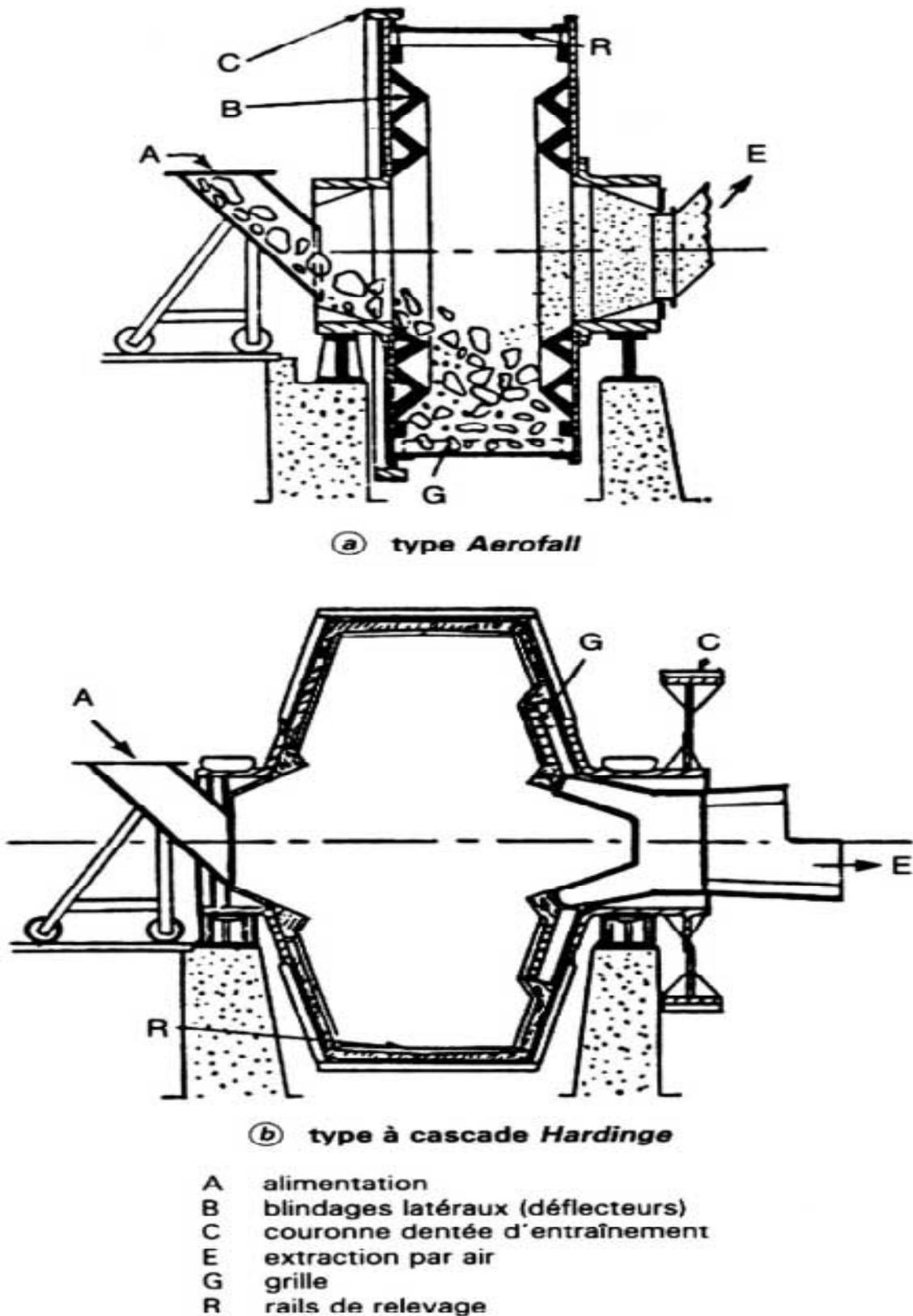


Figure II.6 : broyeur autogène [13].

d) Broyeurs à cylindres

Les cylindres peuvent être lisses ou striés de fines cannelures et tournent presque l'un au contact de l'autre à des vitesses différentielles ou synchrones (voir Figure II.7 ci-dessous). Dans certains appareils où les surfaces doivent être soigneusement polies, une rectifieuse automatique montée sur le broyeur permet de maintenir l'état de surface des cylindres. De même, pour le traitement des produits collants, des racloirs réglables sont prévus sur les appareils. Le réglage de l'écartement des cylindres se fait par un système de coins ou par vis micrométrique. La pression de broyage est généralement obtenue par voie hydraulique [13].

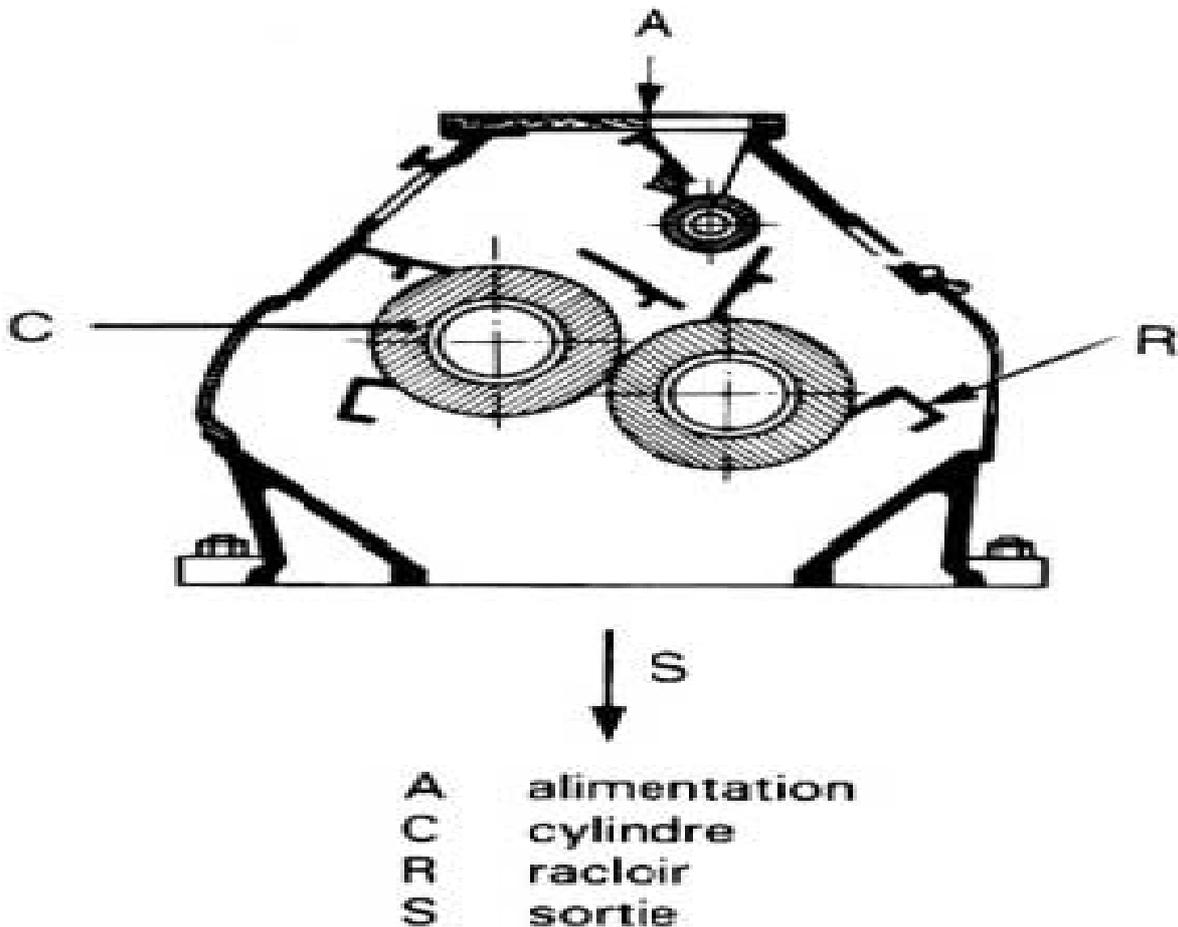


Figure II.7 : broyeur à cylindre [13].

II.6. Les conséquences physicochimiques du broyage

L'effet du broyage a été analysé en suivant l'évolution des propriétés suivantes:

- La surface spécifique.
- La densité.
- La modification des pics de diffraction X (microcontraintes).
- Le comportement thermique des matériaux.
- La modification des propriétés de surface [14].

II-6.1. Evolution de la surface spécifique

Le mode de broyage, humide ou sec, a une grande importance sur l'évolution de la surface spécifique. D'une manière générale on remarque que la surface tend le plus souvent vers un maximum [14].

II.6.2 .Variation de la densité

Comme pour la surface spécifique, le broyage prolongé peut se traduire par une diminution de la densité.

II.6.3 .Modification des pics de diffraction X et d'Infrarouge

L'analyse des diffractogrammes RX de produits broyés a été beaucoup utilisée et a permis d'étudier l'altération ou la modification de l'état de cristallinité des matériaux [14].

II.6.4. Le comportement thermique des produits broyés

De nombreux travaux ont montré que le broyage modifiait le comportement thermique. La transformation du quartz qui se produit à 575⁰ C aurait tendance à disparaître. Les hydrates, les carbonates et les nitrates voient leurs températures de décomposition s'abaisser [14].

II.6.5. Modification des propriétés de surface du matériau

En règle générale, les propriétés superficielles sont modifiées lors du processus de fragmentation. Le broyage entraîne une augmentation des phénomènes d'adsorption, suite au développement de surface. Mais la réactivité superficielle des produits se trouve diminuée [14].

II.7. Conclusion

Dans ce présent chapitre, nous avons exposé les différentes lois énergétiques qui décrivent l'énergie consommé par le matériau lors de la fragmentation, ainsi que un aspect globale sur les deux modes de fragmentation.

CHAPITRE III

METHODES ET MATERIEL

III.1.Introduction

Dans ce chapitre, on présente les différentes méthodes et matériels utilisées pour l'optimisation des paramètres de broyage en voie humide et sèche sur un minerai de phosphate noir de gisement de Kef essennoun de la mine de Djebel Onk. Cette étude est inscrite suite à des travaux antérieurs qui ont été réalisés au laboratoire de Technologie des Matériaux et de Génie des Procédés (LTMGP) actuellement le laboratoire des Mines et Géologie. Ces études ont montré que le traitement mécanique est une étape et opération primordiale pour la valorisation des matériaux et donc la libération des éléments utiles constituant un minerai (en exogangue et/ou en endogangue). Cette opération est forcément influencée par des paramètres susceptibles d'influencer le phénomène de rupture des grains sont:

- 1) La forme des grains (arrondis ou anguleux).
- 2) La taille des grains.
- 3) La répartition granulométrique.
- 4) La présence d'eau (l'humidité)
- 5) L'altération naturelle des grains (hétérogénéité ou homogénéité)
- 6) La compacité (ou la porosité)
- 7) L'écrasement en fonction du temps (temps de broyage)
- 8) La vitesse de broyage.
- 9) le rapport massique de la charge minerai/boulets.

Suite à cela nous avons réalisé des opérations broyage – tamisage successivement en variant quelques toutes en fixant d'autres à savoir :

- Rapport massique de la charge minerai/billes (ϕ_m) (20 %, 30%, 40% et 50 %) on fixant le temps de broyage à 60 min et la vitesse de broyage à 60 tr/min (50 % de la vitesse critique du broyeur)
- Temps de broyage (30, 60, 90, 120, 150, et 180 min) on fixant le rapport massique ϕ_m à 50 % et la vitesse de broyeur à 60 tr/min.

- Vitesse de broyeur (115, 140, 160 et 180 tr/min) on fixant le rapport massique ϕ_m à 50 % et le temps de broyage à 60 min.

Le protocole expérimental suivi est schématisé sur la figure ci-dessous :

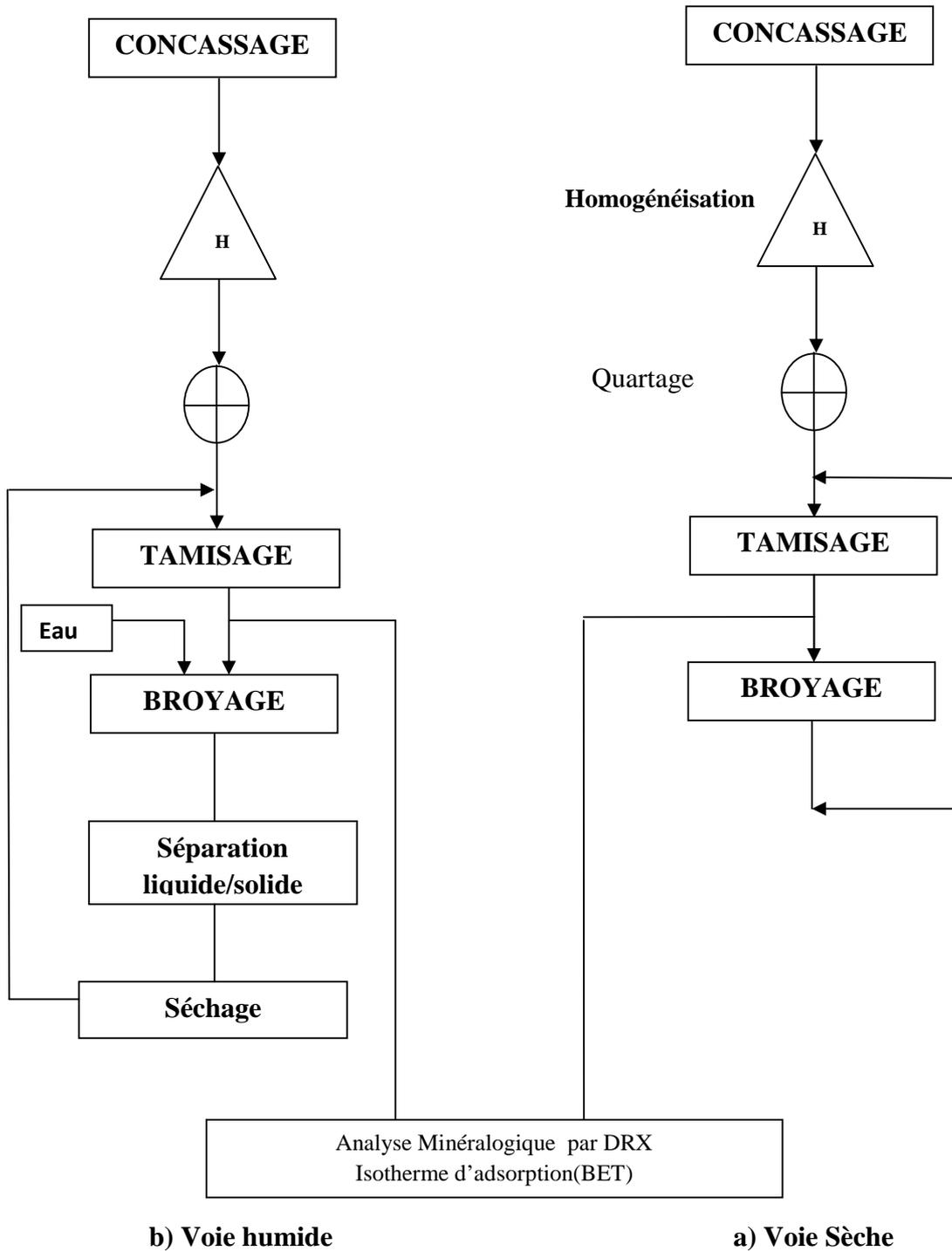


Figure III.1: Schéma de protocole expérimental de broyage par voie sèche (a) et par voie humide (b)

Pour réaliser cette étude, le matériel ci-dessous a été utilisé :

- Concasseur à mâchoire de marque FRITSCH.
- Broyeur planétaire à billes.
- Tamiseuse électrique.
- Balance électronique.

III.2.Traitement et préparation de la matière première

Les échantillons de minerai de phosphate vont subir au préalable un traitement mécanique par concassage, broyage et tamisage avant leurs caractérisations granulométrique, minéralogiques et texturales.

III.2.1.Préparations mécaniques

1. Concassage

Le concassage est un traitement mécanique qui sert à réduire le diamètre des grains de la matière première à un diamètre inférieure, grâce à un concasseur à mâchoire de type FRITSCH(01.302), (Tableau IV.1 et Figure VI.2). La matière première est sous forme de pierre de diamètre supérieur à 10 cm. A l'aide du concassage, le diamètre des grains subit une réduction à un diamètre d'ordre de 4 mm.

Tableau III.1 : caractéristiques du concasseur à mâchoire.

Série	1097
Voltage	220 V
Fréquence	50/60 Hz
Puissance	75KW
Intensité	7,3 A



Figure III.2 : concasseur à mâchoire.

2. Homogénéisation

L'homogénéisation est une opération indispensable pour avoir un bon mélange et une meilleure représentativité de l'échantillon. Dans notre cas, cette opération vient juste après le concassage. Donc, Le matériau concassé subi une homogénéisation afin d'avoir une distribution minéralogique homogène des éléments composants l'échantillon.

3. Quartage

Le quartage est une opération indispensable pour une meilleure représentativité de l'échantillon. Avant cette opération, il est nécessaire de procéder à une homogénéisation du minerai, par transformation petit à petit en une galette circulaire, puis on la partage en quatre quarts égaux, dont on prélève deux quarts opposés. Les deux autres quarts seront ainsi gardés comme témoins. La même procédure est suivie jusqu'au quartage finale.

L'échantillonnage obéit à une loi bien définie qui est la loi de **RICHARDS** (figure III.2 : annexe) :

$$Q_i \geq K \cdot d^2 \quad (1)$$

$$m < Q_i / K \cdot d^2 \quad (2)$$

$$m = 2^n \Rightarrow n = \ln(m) / \ln(2) \quad (3)$$

- Q_i : masse de l'échantillon vérifiant la loi de Richards en (kg) ;
- D : diamètre du plus gros grain qui est égale à 4 mm ;
- K : coefficient de répartition de la minéralisation qui est égale à 0,1 ;

- n : le nombre de quartages.
- m : masse après le quartage qui est égale à 3 kg ;

La représentativité de l'échantillon est déterminée par la loi de RICHARDS :

$$Q_i = p \text{ et } Kd^2 = p'.$$

$Q_i \geq Kd^2 \Rightarrow p \geq p'$ la loi de RICHARDS est vérifiée donc l'échantillon est représentatif.

La figure jointe en annexe représente le traitement de l'échantillon d'une masse initiale 3000 g et de diamètre de 4 mm de phosphate noir de Kef Es Sennoun, de la mine de Djebel Onk.

4. Broyage

On effectue un broyage en voie sèche et humide dont le but est de réduire les diamètres des grains de la matière première afin de favoriser la représentativité lors de l'analyse chimique. Il a été réalisé par un broyeur planétaire.

Les broyeurs planétaires constituent un équipement incontournable dans les laboratoires du monde entier, et ceci dans les applications les plus diverses. Le broyage est ultrafin, rapide et sans perte, de simplicité de manipulation, de parfaite reproductibilité, de fiabilité et de longévité.

Les broyeurs planétaires classique se distinguent par leur facilité de mise en œuvre, leur sûreté de fonctionnement avec un dispositif de blocage des bols parfaitement sécurisé et enfin une facilité du nettoyage.

Le broyage peut s'effectuer par voie sèche, en suspension ou encore sous atmosphère contrôlée selon la granulométrie finale recherchée. En plus du broyage, les broyeurs planétaires classiques sont mis en œuvre pour le mélange et l'homogénéisation d'émulsions ou de pâtes ou encore pour le broyage réactif et la mécanosynthèse.

4.1 Principe de fonctionnement

Dans les broyeurs planétaires à billes, la pulvérisation de l'échantillon se fait essentiellement par effets d'impact de billes à haute énergie cinétique. Les deux jarres de broyage contenant les échantillons à traiter et les billes sont disposés sur un disque en rotation rapide, les bols tournant sur eux-mêmes en sens inverse.

Chapitre III. Méthodes et matériel

Dans cette configuration les effets de la force centrifuge provoquent à partir d'une certaine vitesse le détachement de l'échantillon et des billes de la paroi interne du bol. Les billes de broyage circulent à haute vitesse à l'intérieur du bol, désagglomèrent, concassent et pulvérisent l'échantillon par des chocs multiples et incessants dans toutes les directions. Les principales caractéristiques du broyeur planétaire utilisé sont rassemblées dans le tableau ci-dessous :

Tableau III.2 : Caractéristiques de broyeur planétaire utilisé au laboratoire Mines et Géologie (ex Technologie des Matériaux).

Principe	par impact
Contenance des bols de broyage	300ml
Diamètres des billes de broyage	~ 10mm
Masse d'une bille	2,5 g
Diamètre de la jarre	75mm
Hauteur de la jarre	68mm
Masse de pot	2270 g
Granulométrie max des matières à traiter (selon la nature de l'échantillon)	10mm
Quantité min d'échantillon	10ml
Quantité max d'échantillon	300ml
Finesse final	<1 μ m
Vitesse de rotation de disque	50-500 tr/min
Processus de broyage	voie humide/voie sèche
Ratio de vitesse entre bol de broyage/disque planétaire	200mm
Raccordement électrique	100-120/200-240V/1 \sim 50-60Hz, 1300-1600W
Puissance de moteur selon VDE0530 EN 60034	0,6Kw
Dimensions larg. x prof, haut	45 x 47,70 cm

- La caractéristique d'un broyeur planétaire est de présenter deux rotations combinées effectuées selon des axes verticaux : celle du plateau et celle des bols de broyages excentrés par rapport au centre du plateau (figure III.3). Les bols de broyage sont placés en opposition sur leur post respectif pour ne pas déséquilibrer l'appareil. La vitesse de rotation du plateau est notée Ω et celle des bols (jarres) est notée ω .

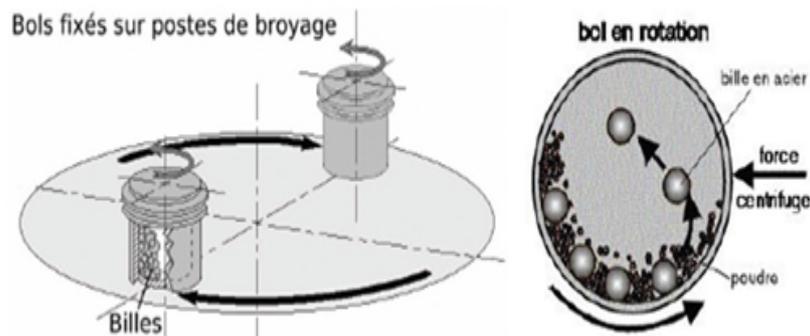


Figure III.3 : Broyeur planétaire.[15]

Les bols de broyage contiennent des billes comme corps broyant. Dans un broyeur à boulets classique, le mouvement des boulets, utilisés en continu, discontinu, en voie humide ou en voie sèche, est fonction de la vitesse de rotation et du diamètre interne du broyeur. Ce mouvement a une influence sur les modes de broyage mis en jeu pour broyer la poudre : percussion, l'impact et le frottement. Pour un même diamètre de broyeur, lorsque la vitesse augmente, les billes passent d'un régime dans lequel elles restent plaquées contre les parois du broyeur [15].

Il existe plusieurs états de broyage selon la vitesse de rotation. Parmi eux :

- Si la vitesse est faible, un état de glissement de la matière donne lieu à un broyage par frottement.
- Lorsque la vitesse est trop importante, toute la matière est plaquée contre les parois du broyeur, et la fragmentation ne peut se produire.
- Dans un broyeur à boulets ayant une vitesse intermédiaire entre les deux précédentes, le régime de cascade est atteint.

Les nodules de matière sont réduits grâce aux modes de broyage par percussion, par impact et par frottement. La zone A sur le schéma de la figure (Figure III.4) correspond à

l'endroit privilégié pour les modes d'impact et de percussion, alors que la zone B est le lieu de broyage par frottement [15].

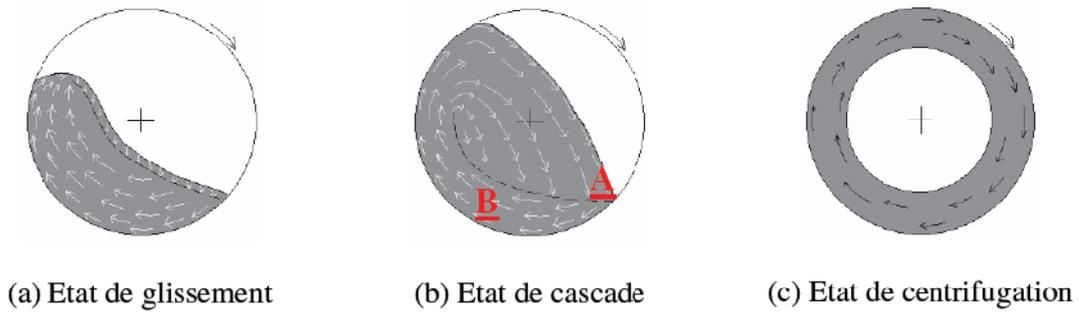


Figure III.4 : Trois régimes différents possibles dans un broyeur à boulets : la vitesse de rotation croît de (a) à (c) [15].



Figure III.5 : broyeur planétaire à billes.



Figure III.6 : corps broyant.

5. Analyse granulométrique

L'analyse granulométrique sert à déterminer la distribution pondérale des particules constituant l'échantillon de phosphate suivant leur dimension, le tamisage est l'une des méthodes d'analyse qui est utilisée, le principe consiste à prendre l'échantillon sec et le verser dans une colonne de tamis classés par ordres décroissant des ouvertures de : 4 ; 2 ; 1,6 ; 1 ; 0,5 ; 0,25 ; 0,125 mm en suite on effectue le tamisage pendant 30 minutes sur une tamiseuse électrique (voir Figure III.7) de marque FRITSCH avec des caractéristiques bien définies (voir Tableau III.3), et on pèse les refus sur les tamis à l'aide d'une balance électronique (voir Figure VI.7) qui nous permettra de tracer la courbe granulométrique.

6. Définitions

- **Granulométrie** : Détermination des dimensions des grains.
- **Refus sur un tamis** : minerai qui est retenu sur le tamis.
- **Granularité** : Distribution dimensionnelle des grains d'un minerai.
- **Tamisât (ou passant)** : minerai qui passe à travers les mailles d'un tamis.
- **Tamis** : Les toiles métalliques dans les tamis de contrôle sont désignées selon la dimension nominale de l'ouverture de maille carrée.

Tableau III.3 : caractéristiques de la tamiseuse électrique.

Série N°	03.502/9377
Fréquence	50Hz
Voltage	220V
Intensité	2,3 A
Puissance	500W



Figure III.7: tamiseuse électrique.



Figure III.8: balance électronique.

III.2.2. Etude de la variation des paramètres de broyage sur les caractéristiques minéralogiques du minerai de phosphate noir de la mine de Djebel Onk.

III.2.2.1 Paramètres de broyage

L'influence des paramètres de broyage à savoir la broyabilité, la charge massique minerai/boulets (ou rapport de masse minerai /boulets), la vitesse de broyage, le temps de broyage et le mode de broyage (en voie humide et/ou en voie sèche) sur l'efficacité de fragmentation a été étudié expérimentalement on utilisant un broyeur planétaire type pulvérisette de laboratoire Mines et Géologie. Les différentes caractéristiques granulaires et la

composition minéralogique a été déterminé pour chaque variable utilisée et les énergies consommées ainsi que les coefficients énergétiques ont été calculé et évalué en détail.

Enfin les conditions optimum pour le broyage de type de minerai étudié dans un broyeur planétaire ont été obtenues.

1. Influence du rapport de masse minerai /bille ω_m (%)

Afin d'étudier l'influence de la quantité de minerai par rapport à la masse des boulets donc à la charge de minerai (minerai+ boulet), différents échantillons ayant les masses portées sur le tableau (Tableau III.4) ont été préparés à partir d'un quartage et homogénéisation d'un échantillon global de 350 g, La figure jointe en annexe représente le traitement de l'échantillon. Après homogénéisation chaque échantillon subit le cycle tamisage –broyage et tamisage, donc un tamisage avant et après broyage pendant 60 min et à une vitesse de rotation de broyeur de 60 tr/min.

Tableau III.4 : Quantités d'échantillons utilisés pour des rapports en masse (φ_m) différents.

φ_m (%)	20%	30%	40%	50%
M_m (g)	31,20	53,57	83,33	127,55
M_b (g)	125	125	125	125
ρ_c (g/ cm ³)	4,55	4,17	3,85	3 ,48

Avec : M_m : masse de minerai en gramme ;

M_b : masse des billes (boulets) en gramme ;

ρ_m : Masses volumique du minerai ($\rho_m= 2.5\text{g/cm}^3$)

ρ_b : Masses volumique de boulets ($\rho_b = 5.715 \text{ g/cm}^3$)

φ_m (%) et φ_b (%) : fractions massiques de minerai et de boulets respectivement dans la charge (minerai+ boulets) avec : φ_b (%) = $1- \varphi_m$ (%) ;

$$\rho_c : \text{masse volumique de la charge } \rho_c = \frac{1}{\frac{\varphi_m}{\rho_m} + \frac{\varphi_b}{\rho_b}}$$

2. Influence du temps de broyage

Dans l'objectif d'étudier l'influence du temps de broyage, des essais de broyage à une vitesse de 60 tr/min et un rapport de masse $\varphi_m = 50\%$ ont été réalisé sur différents échantillons E1, E2, E3, E4, E5 et E6 on variant la durée de broyage de 30, 60, 90, 120, 150 et 180 min.

3. Influence de la vitesse de broyage

A l'instar du broyeur à boulets dont la vitesse de rotation prend une valeur critique définie précédemment, il existe une valeur critique pour ω/Ω qui peut être estimée grâce à une équation qui est déterminée au moment où les deux forces centrifuges opposées, dues à la rotation du plateau et à la rotation du bol, s'annulent (figure III.9) :

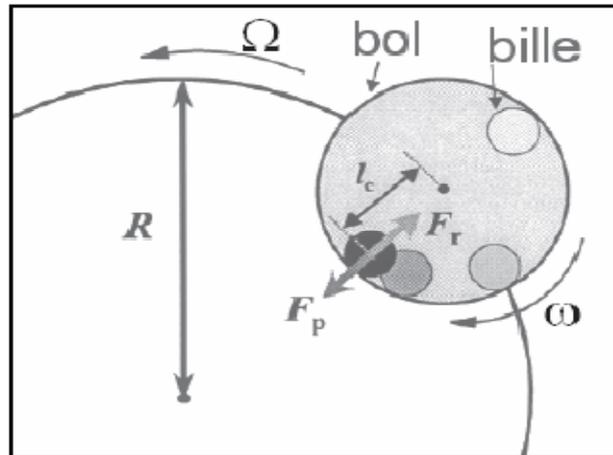


Figure II.9 : schéma représentant les deux forces centrifuges F_r et F_p appliquées à une bille.

Les vitesses choisies présentent des % de la vitesse critique définie pour le broyeur planétaire. La vitesse critique est donnée par l'équation de Rose et Sullivan qui s'exprime par :

$$N_c = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{2g}{D-2r}} \quad (\text{tr/s})$$

Avec : D : Diamètre de la jarre (pot) (m) ;

r : Rayons des billes (m) ;

D'où $N_c = 4.46 \text{ tr/s} = 267.5 \text{ tr/mn}$

On pose $x\% = \frac{N_r}{N_c} * 100$

Avec : x : le % de la fraction de la vitesse critique.

N_r : vitesse de révolution de disque (broyeur) en tr/mn et Ω en (rad/s) avec

$$\Omega \text{ (rad/s)} = 2\pi N_r \text{ (tr/s)}$$

On définit :

N_p : vitesse de rotation de pot (jarre) en (tr/mn) et ω en (rad/s) et v (m/s) :

$$\omega \text{ (rad/s)} = 2\pi N_p \text{ (tr/s)}$$

$$V \text{ (m/s)} = \frac{2\pi}{60} N_p \cdot R \text{ (m)}$$

La relation entre la vitesse de disque et celle de pot en rad/s est calculée, on établissant la deuxième loi de Newton sur un boulet dans la jarre tournant sur le disque du broyeur, on a :

$$\omega = \Omega \cdot r_c \text{ (en rad/s)}$$

Avec :

$$r_c = \sqrt{\frac{R}{I_c} - 1} \quad \text{et} \quad I_c = \frac{d_j}{2} - \frac{d_B}{2}$$

r_c : rapport critique des vitesses (révolution / rotation).

R : rayon de disque (mm).

d_j : diamètre de la jarre (mm).

d_B : diamètre de boulet (mm).

$$R = 200\text{mm} = 0,2\text{m}$$

Dans l'objectif de déterminer l'influence de la vitesse de broyage sur l'efficacité de la fragmentation réalisé sur le minerai de phosphate noir brut, des essais de broyage ont été réalisés à différentes vitesses de broyeur (donc de disque N_r (tr/mn) tout en fixant la durée qui est de 60 mn et le rapport massique de ϕ_m de 50%. Le choix des vitesses de 60, 115, 140, 160 et 180 tr/mn est lié à la valeur de la vitesse critique du broyeur et qui présentent des % en vitesse critique rassemblées dans le tableau III. 5, et tout en respectant la vitesse effective autorisée (maximum 76 % de la vitesse critique). De ces vitesses on déduit celles des pots dont nos échantillons sont broyés en (tr/mn) et en (m/s).

Tableau III.5 : La relation entre la vitesse de révolution de disque et la fraction de la vitesse critique.

N_r (tr/min)	V (m/s)	N_p (tr/min)	$x\%$
60	2,83	135,6	22.4
115	5,44	259,9	43
140	6,62	316,4	52.3
160	7,56	361,6	60
180	8,51	406,8	67

Tableau III.6: La relation entre la vitesse de disque et celle de pot en rad/s.

N_p (tr/min)	Ω (rad/s)	ω (rad/s)
135,6	6,28	14,19
259,9	12,03	27,2
316,4	14,65	33,12
361,6	16,74	37,85
406,8	18,84	42,58

III.2.2.2) Détermination des caractéristiques granulométriques

a) Diamètres caractéristiques

Les diamètres caractéristiques de la granulométrie de minerai sont définies par différents diamètres des fractions ayant les % en tamisât massique (% cumulatif passant) égale à 80, 60, 50, 30 et 10 symbolisées par d_{80} , d_{60} , d_{50} , d_{30} , d_{10} respectivement. Ces diamètres sont directement déduits des méthodes de caractérisation granulaire correspondant à des grains fragmentables. Ces paramètres sont utilisés pour qualifier la fragmentation.

b) Le rapport de réduction

Le rapport de réduction est le rapport entre le diamètre de minerai frais et de minerai broyé donc du diamètre de minerai avant et après broyage. Il est défini généralement par :

$$R_R = \frac{D_{ref}}{d_{ref}}$$

Avec D_{ref} et d_{ref} sont respectivement le diamètre de % de référence en passant avant et après broyage respectivement.

Selon la théorie de fragmentation de Bond le D_{ref} est le diamètre de 80 % passant donc $R_R = \frac{D_{80}}{d_{80}}$. Mais cette théorie a été contredit par d'autres auteurs qui définissent le D_{ref} par la moyenne des diamètres caractéristiques de la granulométrie du minerai $d_{90}, d_{80}, d_{70}, d_{60}, d_{50}, d_{30}, d_{10}$ selon le cas étudié.

En revanche d'après les résultats obtenus le D_{80} et d_{80} ne sont pas définis dans les conditions de broyage en voie sèche choisis, pour cela on définit un autre diamètre de référence \bar{D}_{ref} et \bar{d}_{ref} avant et après broyage calculés à partir des diamètres caractéristiques selon le cas.

c) Les coefficients caractéristiques

- Coefficients d'uniformité (coefficient de Hazan) C_u

Le coefficient d'uniformité représente le rapport du diamètre des grains plus grossiers sur celui des grains plus petits d'un minerai donné. Plus le minerai est homogène, plus le coefficient d'uniformité est petit. À l'extrême, si un minerai était constitué de billes identiques, son coefficient d'uniformité serait de 1, ces billes étant toutes de même diamètre. L'importance des vides entre celles-ci se trouve alors maximisée. À l'inverse, un trop grand étalement de la granulométrie est présent. Dans un tel cas, les plus petits grains se placent entre les grains plus gros pour combler une partie des vides.

- coefficient de Hazan C_u

Permet de savoir si la granulométrie d'un matériau est étalée ou serrée :

Si $C_u > 2$: la granulométrie est étalée

Si $C_u < 2$: la granulométrie est serrée

- Coefficient de courbure C_c

Le coefficient de courbure vient en complément de coefficient de Hazan et permet de déterminer si la granulométrie est bien graduée ou mal graduée :

$1 < C_c < 3$: la granulométrie bien graduée (continuité bien répartie)

$C_c < 1, C_c > 3$: la granulométrie est mal graduée (continuité mal graduée)

Ils sont généralement définis comme suit : $C_u = \frac{d_{60}}{d_{10}}$ et $C_c = \frac{(d_{30})^2}{d_{10} \times d_{60}}$

d) Aire sous la courbe granulométrique

Les distributions granulométriques sont habituellement présentées en portant en graphique la fraction cumulée passante en fonction de la dimension des particules. Cependant, la comparaison de plusieurs courbes peut s'avérer difficile en utilisant cette approche. Pour obtenir une évaluation préliminaire de la réduction granulométrique suite à une opération de fragmentation, il est possible de porter en graphique les pourcentages cumulatifs passant d'un produit de broyage (Y) en fonction de ceux de l'alimentation (X). Les résultats sont rassemblés dans le tableau et présenté par la courbe de la figure.

Les résultats montrent que lorsque le minerai n'a pas encore été broyé, la courbe obtenue correspond à la diagonale (Alimentation). Le broyage déplace la courbe de la diagonale. Plus la courbe est déplacée vers la gauche plus l'aire est importante et plus le

broyage est efficace. Une méthode numérique simple peut être utilisée pour déterminer l'aire sous la courbe (Bazin et Houdouin, 2004). L'aire au dessous de la diagonale vaut la moitié de celle du carré 100×100 , soit 5000%.

Plus l'aire sous la courbe entre la diagonale et la courbe de réduction $S(t)$ est élevée, plus importante est la réduction imposée à l'alimentation. L'indice de réduction est donné par Le ration :

$$I_R = 100 \cdot \frac{S(t)}{5000}$$

La variation dans le temps de la réduction granulométrique ΔS_{tmin} est donnée par :

$$\Delta S = \frac{S(t_i) - S(t_{i-1})}{t_i - t_{i-1}}$$

Avec $S(t_i)$: aire de la courbe granulométrique à l'instant t_i

$S(t_{i-1})$: Aire sous la courbe granulométrique à l'instant précédent l'instant t_{i-1}

t_i : Temps de broyage à l'instant (i).

t_{i-1} : Temps de broyage à l'instant (i-1).

III.2.2.3 Détermination des énergies consommée par fragmentation (W, E)- Grindabilité (Gr)(ou broyabilité)- coefficient énergétique (η)

La quantité d'énergie dépensée durant le broyage se répartit en divers postes : mise en mouvement des parties mobiles de l'appareillage, transfert de matériau dans la zone de broyage (dispersion et pré mélange), énergie nécessaire à la fragmentation de la matière à broyer. Nous évoquons que la quantité d'énergie réellement utilisée pour rompre les particules est de 1 à 7 % de l'énergie totale dépensée. Une proportion importante de l'énergie est perdue sous forme de chaleur provenant des collisions billes-billes. Ce qui signifie l'importance de remplissage correct de broyeur par rapport au volume et la taille des billes, au volume fourni ainsi que celle de la dispersion des particules dans le cas de broyage humide.

De nombreux travaux ont été réalisés pour la corrélation de la quantité de l'énergie consommée durant le broyage aux propriétés de produits final (diamètres). La procédure empirique de Bond est souvent utilisée pour l'estimation de l'énergie d'un minerai de taille intermédiaire. Elle s'exprime par :

$$\omega = 10 \omega_i \left(\sqrt{\frac{1}{D2}} - \sqrt{\frac{1}{D1}} \right)$$

Avec : D1 et D2 dimensions, en micromètres, des grains respectivement avant et après fragmentation [16].

En fonction de la puissance de l'appareil, de temps de broyage et de la masse à broyer, l'énergie consommée est calculée par la relation ci dessous:

$$E = \frac{P.t}{M} \quad (\text{Wh/kg})$$

Avec P : Puissance de l'appareil en Watt (W)

T : temps de broyage en heure (h)

M : Masse de matériau broyé (Kg)

CHAPITRE IV RESULTATS ET DISCUSSIONS

IV.1. Influence des paramètres de broyage sur l'efficacité de la fragmentation

IV.1.1 Broyage en voie sèche

IV.1.1.1. Influence de rapport de masse (minerai/billes)

Pour étudier l'influence de rapport de la masse de minerai / charge (minerai-billes), différents échantillons (E1, E2, E3 et E4) ont été préparés avec des rapports de masse de $\varphi_m = 20\%, 30\%, 40\%$ et 50% respectivement pour effectuer des essais de broyage pendant $t=60$ minutes et à une vitesse de broyage $N_r= 60$ tr/min.

Les rapports de masse $\varphi_m(\%) = \frac{m_m}{m_m+m_b} \times 100$ sont calculés tout en fixant % de remplissage (Δ) de broyeur (jarre de volume de 300 cm^3) à 40% pour une meilleure efficacité de broyage avec :

$$\Delta(\%) = \frac{\text{Volume de la charge}}{\text{Volume de broyeur}} \times 100 = \frac{V_c}{V_B} \times 100$$

Pour chaque paramètre étudié, le volume de la charge (minerai+ billes) doit être égale à

$$V_c = \frac{40}{100} V_B = 120 \text{ cm}^3 \text{ et une masse } m_c = m_m + m_b = \rho_c \times V_c$$

Avec

m_m : La masse de minerai en (g) de masse volumique $\rho_m = 2.5 \text{ g/cm}^3$ et de fraction massique φ_m (%)

m_b : La masse des billes en (g) de masse volumique $\rho_b = 5.69 \text{ g/cm}^3$ de fraction massique φ_b (%) = $1 - \varphi_m$ (%)

ρ_c : Masse volumique de la charge en (g/cm³) variable avec φ_m (%) sachant que

$$\rho_c = \frac{1}{\frac{\varphi_m}{\rho_m} + \frac{\varphi_b}{\rho_b}}$$

Les valeurs de masse de minerai et de billes pour les différents rapports sont rassemblées dans le tableau N°1 suivant :

Tableau IV.1: Valeurs des rapports de masse de la charge minerai (En)/boulets.

$\varphi_m(\%)$	20	30	40	50
Echantillons	E4	E3	E2	E1 :
$M_m(\text{g})$	31,2	53,57	83,33	27,55
$M_b(\text{g})$	125	125	125	125
ρ_c	4,55	4,17	3,85	3,48

Chapitre IV. Résultats et discussions

Les différents échantillons étudiés ont subi le circuit tamisage – broyage pour chaque paramètre expérimentale. Les analyses granulométriques moyennes des essais effectués servent de base à tous les calculs présentés dans ce chapitre, à savoir la détermination de l'aire de la courbe granulométrique, les caractéristiques et les coefficients granulaires en premiers lieux, ensuite l'exploitation des différents résultats pour le calcul des énergies consommées pour la fragmentation de type de minerai, les coefficients énergétiques, la broyabilité et on termine par la modélisation de phénomène de broyage de minerai.

Les résultats des travaux effectués sont analysés au fur et à mesure que la méthodologie est présentée.

a) Analyse granulométriques avant et après broyage

Les résultats d'analyse granulométrique pour chaque condition opératoire fixée sont illustrés sur les tableaux suivants :

Tableau IV.2 : Analyse granulométrique des échantillons avant broyage préparé à différents rapport de masse (minerai/boulet) (temps de broyage=60 min, Nr= 60 tr/mn).

Ouvertures des tamis (mm)	% Cumulatif passant avant broyage/En			
	E1	E2	E 3	E4
4	43,8	55,53	69,4	73,29
2	33,72	46,69	57,09	62,59
1,6	31,84	44,66	54,26	59,4
1	29,41	41,27	50,37	55,41
0,5	26,24	38,54	45,52	50,24
0,25	20,72	34,1	45,06	47,9
0,125	3,85	8,47	9,28	10,1
<0,125	0,01	0,01	0,01	0,01

Tableau IV.3 : Analyse granulométrique des échantillons après broyage pour différents rapport de masse (minerai/boulets) (Temps de tamisage 30 min).

Ouverture des tamis (mm)	%Cumulatif passant après broyage / Echantillon En			
	E1	E2	E3	E4
4	50,66	58,72	74,51	74,84
2	39,86	50,71	63,1	65,24
1,6	37,95	48,74	60,42	62,52
1	35,46	46,55	56,62	59,36
0,5	32,6	43,9	51,86	54,88
0,25	25,9	41,8	49,7	54,66
0,125	6,7	11,37	11,88	12,33
<0,125	0,01	0,02	0,01	0

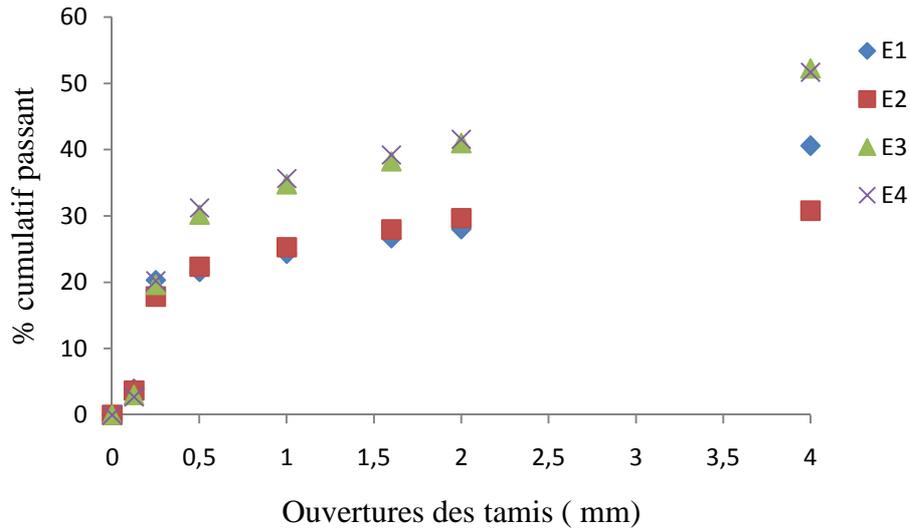


Figure IV.1 : Courbe granulométrique des échantillons de minerai avant broyage à différents rapport de masse (minerai/boulets).

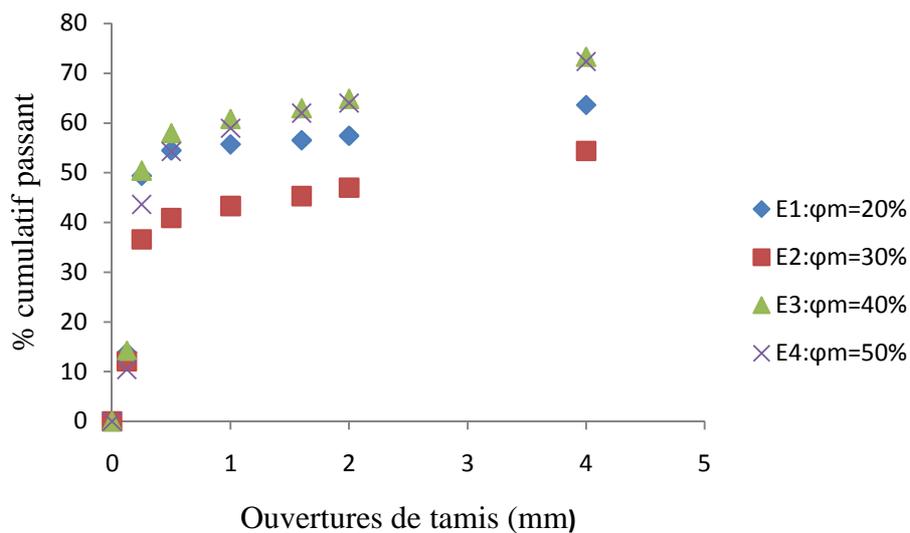


Figure IV.2 : Courbe granulométrique des échantillons de minerai après broyage à différents rapports de masse (minerai/boulets)(temps de broyage=60 mn, Nr=60tr/mn).

Les résultats granulométriques après broyage montrent la variation de la masse des fractions fines de minerai en fonction du rapport en masse minerai/boulets. Ceci est certainement à la fragmentation et rupture des particules grossières, Néanmoins le phénomène d'agglomération est apparu probablement due à l'humidité de minerai d'où la nécessité d'utilisation d'un adjuvant de mouture.

Chapitre IV. Résultats et discussions

Dans un broyeur planétaire, les particules sont emprisonnées soit entre les billes ou entre la bille et la paroi de la jarre, et sont soumises aux différentes déformations plastiques qui font augmenter leurs forces mécaniques accompagnées d'une élévation de la température.

Durant la collision, les particules sont soumises à une forte contrainte. La rupture tend alors à diminuer leur taille moyenne. Les petites particules résistent à la déformation sans être fracturées (cas de la fraction de 0.125 mm) et tendent à s'agglomérer et atteindre une taille intermédiaire.

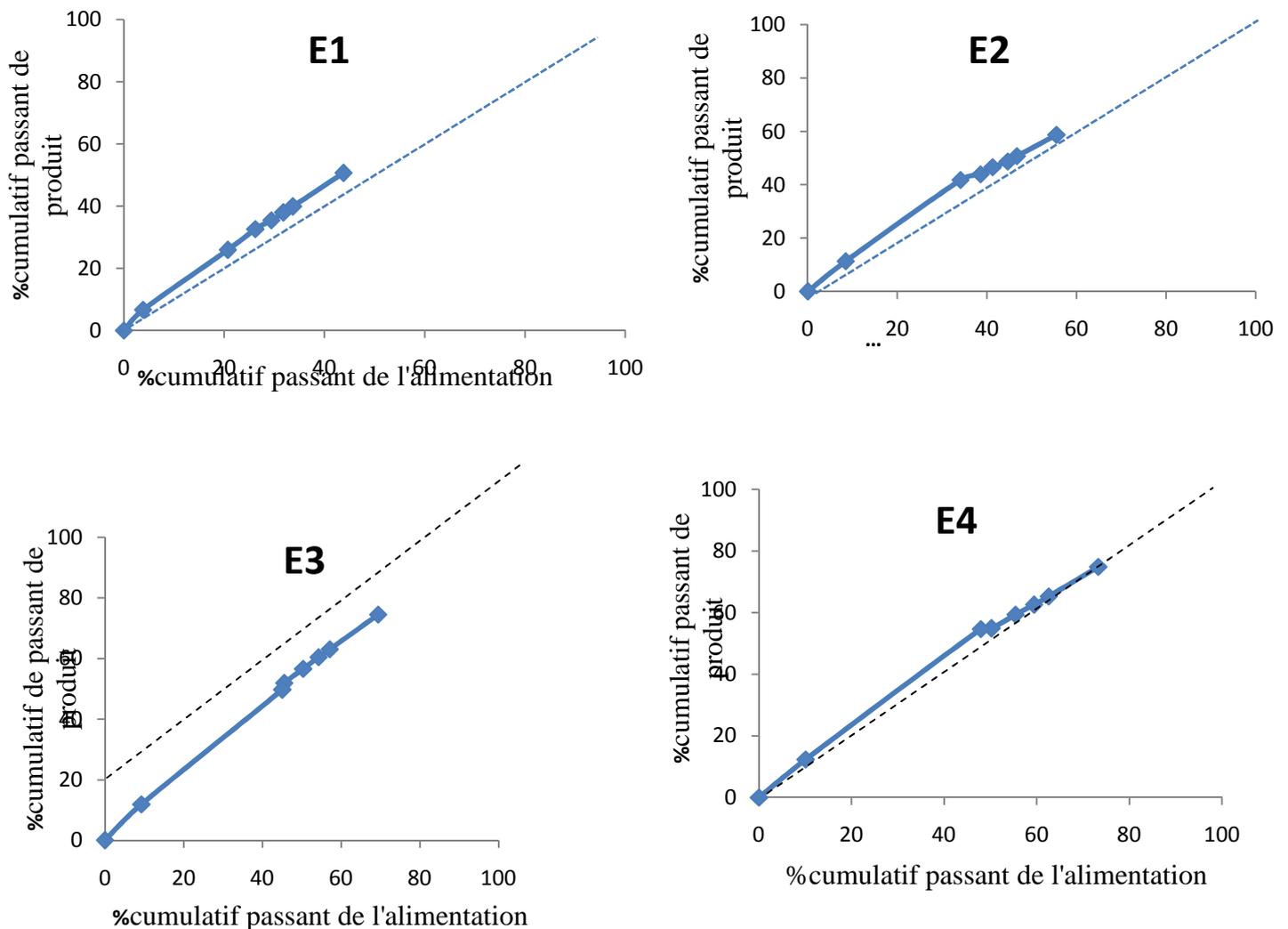


Figure IV.3 : Variation de % cumulatif passant de produit broyé en fonction de % cumulatif passant de l'alimentation (E1 : $\varphi_m = 20\%$, E2: $\varphi_m = 30\%$, E3 : $\varphi_m = 40\%$, E4: $\varphi_m = 50\%$) (Nr=60 tr/mn=22.4%Nc, t=30 min).

1.2. Détermination des caractéristiques granulométriques

a) Diamètres caractéristiques et rapport de réduction

Les diamètres caractéristiques de la granulométrie de minerai sont rassemblés dans les tableaux (IV.4, 5, 6,7) Le rapport de réduction est directement déduit à partir des diamètres de référence défini pour chaque cas.

Tableau IV.4: Diamètres caractéristiques granulaire de minerai avant et après broyage à un rapport de masse $\varphi_m = 50\%$

Diamètres (mm)	D ₈₀	D ₆₀	D ₅₀	D ₃₀	D ₁₀	$\bar{D}_{réf}^{**}$	R _R
Avant broyage	nd	Nd	nd	1.2	0.19	0.7	2.6
Après broyage	nd	Nd	3,86	0.4	0.14	0.27	

$$** \bar{D}_{réf} = \frac{d_{10}+d_{30}}{2}$$

Tableau IV.5 : Diamètres caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon avant et après broyage à un rapport de masse $\varphi_m = 40\%$

Diamètres (mm)	D ₈₀	D ₆₀	D ₅₀	D ₃₀	D ₁₀	$\bar{D}_{réf}^{**}$	R _R
Avant broyage	nd*	Nd	2,76	0.23	0.13	1,04	1,47
Après broyage	nd	Nd	1,84	0.21	0.11	0.707	

$$** \bar{D}_{réf} = \frac{d_{10}+d_{30}+d_{50}}{3}$$

Tableau IV. 6 : Diamètres caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon avant et après broyage à un rapport de masse $\varphi_m = 30\%$

Diamètres (mm)	D ₈₀	D ₆₀	D ₅₀	D ₃₀	D ₁₀	$\bar{D}_{réf}^{**}$	R _R
Avant broyage	nd*	2,49	0,98	0,2	0,12	0,43	1,83
Après broyage	nd	1,56	0,29	0.18	nd	0.235	

$$\bar{D}_{réf} = \frac{d_{10}+d_{30}+d_{50}}{3}$$

Tableau IV. 7: Diamètres caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon avant et après broyage à un rapport de masse $\varphi_m = 20\%$

Diamètres (mm)	D ₈₀	D ₆₀	D ₅₀	D ₃₀	D ₁₀	$\bar{D}_{réf}^{**}$	R _R
Avant broyage	nd*	1,68	0,48	0,19	0,13	0,27	1,32
Après broyage	Nd	1,09	0,23	0,18	nd	0.205	

$$** \bar{D}_{réf} = \frac{d_{10} + d_{30} + d_{50}}{3}$$

b) Les coefficients caractéristiques - Coefficients d'uniformité (C_u)- Coefficient de courbure C_c

Les coefficients d'uniformité et de courbures sont déterminés pour chaque rapport massique φ_m (%), et les résultats sont illustrés dans les tableaux (IV.8, 9, 10,11).

Tableau IV.8 : Coefficients caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon (C_c et C_u) avant et après broyage à un rapport de masse $\varphi_m = 50\%$

Coefficients caractéristiques	C _c *	C _u **
Avant broyage	< 1,89	>21.05
Après broyage	< 0,28	> 28,57

D'après les résultats le d₆₀ n'est pas défini pour cela on le prend approximativement supérieur à 4mm d'où la valeur estimée de C_u sera :

$$C_u > \frac{d_{60}}{d_{10}} \quad \text{de même} \quad C_c < \frac{(d_{10})^2}{d_{10} \times d_{60}}$$

Les résultats trouvés montrent clairement que la granulométrie est étalée et bien graduée (continuité bien répartie) avant broyage; et elle est étalée et mal graduée (continuité mal répartie) après broyage. L'importance de l'étalement de la courbe granulométrique enregistrée après broyage signifie une faible déformation avec un faible écrasement des grains d'où une mauvaise répartition des grains.

Tableau IV.9 : Coefficients caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon (C_c et C_u) avant et après broyage à un rapport de masse $\varphi_m = 40\%$

Coefficients caractéristiques	C _c *	C _u **
Avant broyage	< 0,10	>30,77
Après broyage	< 0,10	> 36,36

Chapitre IV. Résultats et discussions

D'après les résultats le d_{60} n'est pas défini pour cela on le prend approximativement supérieur à 4mm d'où la valeur estimée de C_u sera :

$$C_u > \frac{d_{60}}{d_{10}} \quad \text{de même} \quad C_c < \frac{(d_{30})^2}{d_{10} \times d_{60}}$$

Dans ces conditions il apparaît que avant et après broyage la granulométrie est toujours étalée et mal graduée (continuité mal répartie).

Conclusion

Les résultats des différents coefficients illustrés dans le tableau ci-dessus montre l'importance de l'étalement de la courbe granulométrique après broyage ceci est provoqué par une faible déformation avec un faible écrasement des grains d'où une mauvaise répartition des grains.

Tableau IV.10 : Coefficients caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon (C_c et C_u) avant et après broyage à un rapport de masse $\varphi_m=30\%$

Coefficients caractéristiques	C_c^*	C_u^{**}
Avant broyage	0,13	20,75
Après broyage	< 0,17	> 13

D'après les résultats le d_{10} n'est pas défini pour cela on le prend approximativement supérieur à 0,12mm d'où la valeur estimée de C_u sera :

$$C_u > \frac{d_{60}}{d_{10}} \quad \text{de même} \quad C_c < \frac{(d_{30})^2}{d_{10} \times d_{60}}$$

Les résultats montre clairement que avant et après broyage la granulométrie est étalée et mal graduée (continuité mal répartie) donc la rupture ou l'écrasement des grains est faible;

Conclusion : Les résultats montrent que pour mode de fragmentation différent, on a un étalement important avant qu'après broyage. La granulométrie est mal répartie.

Tableau IV.11 : Coefficients caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon (C_c et C_u) avant et après broyage à un rapport de masse $\varphi_m = 20\%$

Coefficients caractéristiques	C_c^*	C_u^{**}
Avant broyage	0,19	12,92
Après broyage	< 0,26	> 10,27

Chapitre IV. Résultats et discussions

D'après les résultats le d_{10} n'est pas défini pour cela on le prend approximativement supérieur à 0,11mm d'où la valeur estimée de C_u sera : $C_u > \frac{d_{60}}{d_{10}}$ *de même $C_c < \frac{(d_{30})^2}{d_{10} \times d_{60}}$

Les résultats confirment qu'avant et après broyage la granulométrie est étalée et mal graduée (continuité mal répartie) et sont résumés dans le tableau suivant :

Tableau IV.12 : Récapitulatif des coefficients granulaires en fonctions de rapport massique minéral/boulets ($\varphi_m(\%)$).

Rapport de masse minéral/boulets $\varphi_m(\%)$	C_c (Avant/Après)	C_u (Avant /après)	Granulométrie
20	0.19/0.26	12.92/>10.27	Étalée et mal graduée
30	0.13/ <0.17	20.75 / >13	//
40	<0.10 / <0.10	>30.77 />36.36	//
50	<1.89/0.28	>21.05/>28.57	//

Conclusion : les différentes valeurs de coefficient de courbure C_c calculées varient dans l'intervalle de 0.1 à 1.89 avant broyage et de 0.10 à 0.28 après broyage, ce qui traduit une granulométrie mal graduée pour tous les rapports de masse choisis. De même le coefficient d'uniformité C_u varie 12.92 à plus de 30.77 avant broyage et de >10.27 à plus de 36.36 après broyage ce qui traduit l'étalement important de la courbe granulométrique et donc le broyage de minéral.

En revanche, l'étalement des courbes granulométriques évolue en fonction du rapport massique minéral/boulets.

c) Détermination de la consommation énergétique

La consommation énergétique a été déduite directement à partir des formules empiriques données dans le chapitre précédent, les résultats sont rassemblés dans le tableau (IV.13).

Tableau IV.13: Influence de rapport de masse (minéral/boulet) sur l'énergie consommée.

$\varphi_m(\%)$	M(g)	D_{80}	d_{80}	R_R	$W = 10W_i \left(\frac{1}{d_{80}^{1/2}} - \frac{1}{D_{80}^{1/2}} \right)$ (kwh)	$E = \frac{P.t}{m}$ (kwh/Kg)
50	125,42	0,7	0,27	2,6	2,52	4783,92
40	80,81	1,04	0,707	1,47	0,721	7424,82
30	50,13	0,43	0,235	1,83	2,186	11968,88
20	30,36	0,27	0,205	1,32	0,982	19762,84

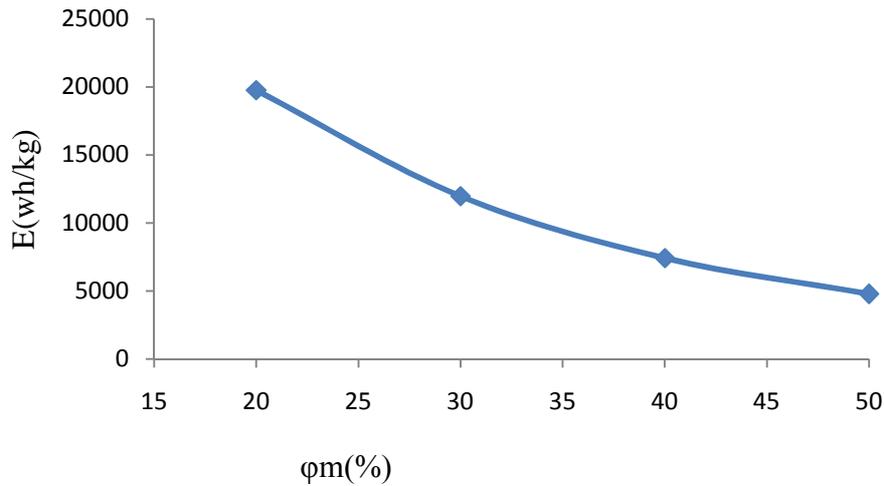


Figure IV.4: Variation de l'énergie consommée en fonction de rapport de masse minéral/boulets(%).

Conclusion : Les résultats illustrés sur la figure ci-dessus nous indiquent clairement une diminution importante et progressive en consommation énergétique en fonction de rapports massiques, qu'on peut justifier par la courte durée de broyage et une faible vitesse de rotation du broyeur.

d) Détermination des diamètres équivalent moyens (en volume et en surface /volume, surface spécifique).

Les diamètres équivalents en volume et en surface /volume ainsi que la surface spécifique sont déterminés pour chaque rapport massique ϕ_m (%) avant et après broyage, et les résultats sont illustrés dans le tableau (IV.14).

Tableau IV.14 : les diamètres équivalents et la surface spécifique.

φ_m (%)	/	$d_v = \frac{\sum_1^n mid_i}{\sum_1^n mi}$	$d_{s/v} = \frac{\sum_1^n mi}{mi/d_i}$	$S = \frac{6}{ds/v}$	$\Delta s = (s_1 - s_0)^*$
50	avant	0,433	0,595	10,084	4,17
	après	0,470	0,421	14,25	
40	avant	0,432	0,339	17,70	3,81
	après	0,397	0,279	21,51	
30	avant	0,223	0,285	21,052	3,64
	après	0,243	0,243	24,69	
20	avant	0,653	0,256	23,43	3,60
	après	0,542	0,222	27,027	

* s_0 et s_1 : surface spécifique avant et après broyage

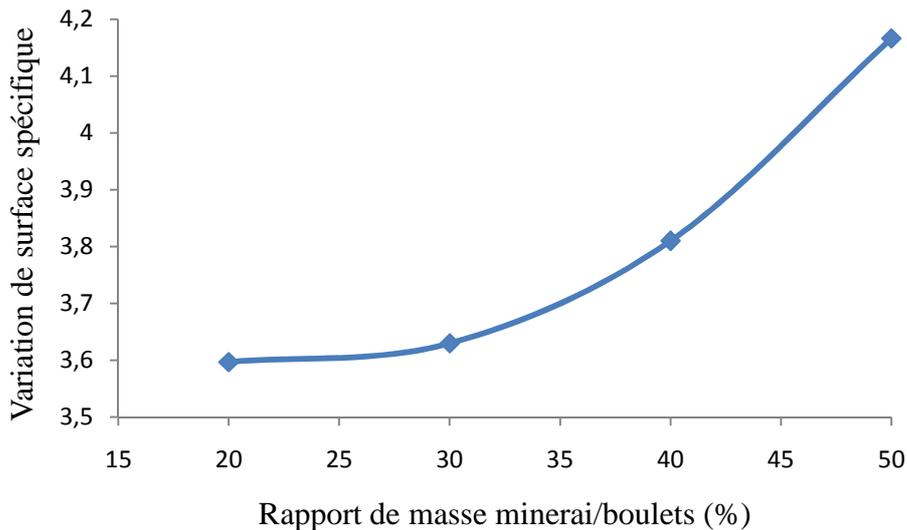


Figure IV.5 : variation de la surface spécifique en fonction de rapport masse minerai/boulets (%).

Conclusion : A partir de la figure ci-dessus on remarque que la surface spécifique augmente en fonction de rapport de masse, les résultats montre clairement que cette augmentation est importante à $\varphi_m = 50\%$ cela justifie qu'il y'a fragmentation du minerai et libération des grains.

e) Détermination de la grindability et le coefficient énergétique.

Le coefficient énergétique η et la grindability G_r sont déduits pour chaque rapport de masses les résultats sont illustrés dans le tableau (IV.15).

Tableau IV.15 : les Coefficient énergétique et la grindabilité de l'échantillon après broyage pour les différents rapports de masses.

$\varphi_m(\%)$	Δ_F	d_{50}	$R = \frac{\Delta_F}{d_{50}}$	$\eta = \frac{\Delta_S}{E}$	$G_r = \frac{R}{E}$
50	>4	3,87	1,03	$8,7 \times 10^{-4}$	$2,15 \times 10^{-4}$
40	2,76	1,84	1,5	$5,13 \times 10^{-4}$	$2,02 \times 10^{-4}$
30	0,98	0,29	3,38	$3,03 \times 10^{-4}$	$2,82 \times 10^{-4}$
20	0,48	0,23	2,09	$1,82 \times 10^{-4}$	$1,06 \times 10^{-4}$

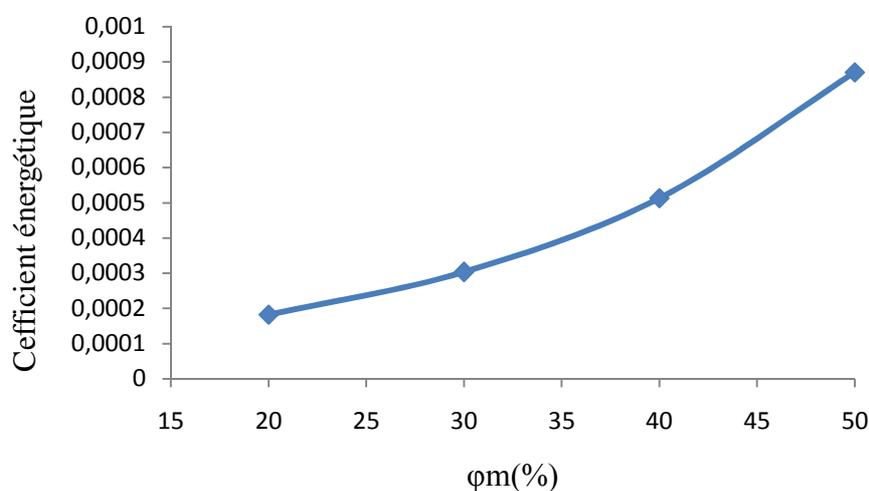


Figure IV.5 : Variation du Coefficient énergétique en fonction de rapport de masse minéral/boulets (%).

Conclusion : La figure ci-dessus de la variation du coefficient énergétique en fonction de rapport de masse montre clairement l'élévation des diamètres des grains du minéral broyé, cela s'explique par l'augmentation de la surface spécifique causé par le procédé de fragmentation.

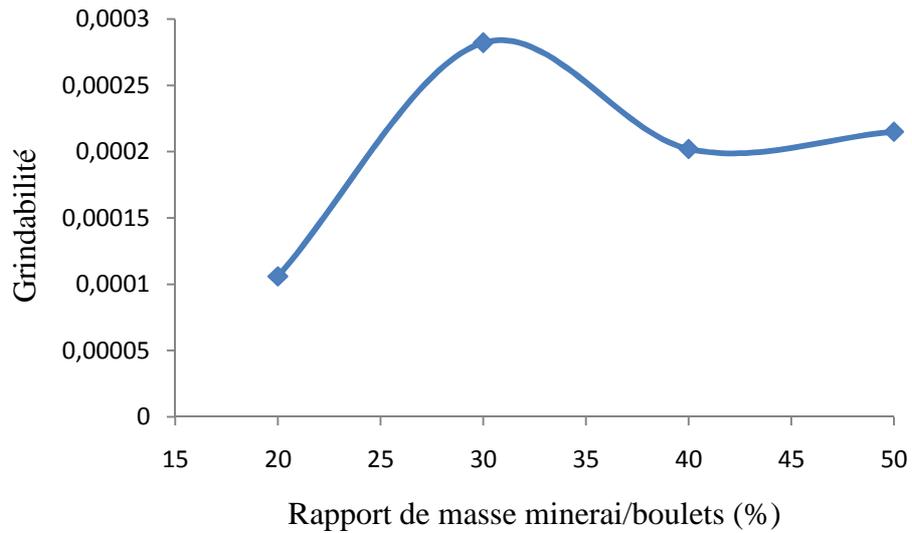


Figure IV.6: Variation de la Grindabilité en fonction de rapport de masse minéral/boulets (%).

Conclusion : D'après les résultats et la figure obtenue on conclue que la broyabilité augmente avec l'augmentation de rapport de masse en suite elle diminue légèrement à $\varphi_m = 40\%$ cela revient à la libération des particules lors de la fragmentation à un diamètre important.

IV.1.1.2. Influence du temps de broyage

Pour étudier l'influence du temps de broyage, des essais de broyage à une vitesse de 60 tr/min et un rapport de masse $\varphi_m = 50\%$ ont été réalisés sur différents échantillons E1, E2, E3, E4, E5 et E6 pour une durée de broyage de 30, 60, 90, 120, 150 et 180 min respectivement. Les résultats obtenus sont illustrés sur les tableaux et figures suivantes :

Chapitre IV. Résultats et discussions

Tableau IV.16 : Analyse granulométrique des échantillons avant broyage à différents temps

(Nr= 60 tr/mn, $\varphi_m = 50\%$)

Ouverture des tamis (mm)	% Cumulatif passant avant broyage					
	E1	E2	E3	E4	E5	E6
4	37	43,72	52,18	38,68	63,43	58,61
2	26,36	33,72	38,89	29,89	49,46	45,16
1,6	24,37	31,84	36,27	28,37	46,65	42,35
1	21,99	29,41	33,08	26,4	42,64	38,44
0,5	19,5	26,24	28,86	23,78	37,24	33,53
0,25	14,43	20,72	16,28	14,97	18,97	16,89
0,125	2,85	3,85	2,23	2,2	2,27	2,1
<0,125	0	0,01	0	0,01	0,01	0,01

Tableau IV.17 : Analyse granulométrique des échantillons après broyage à différents temps

(Nr= 60 tr/mn, $\varphi_m = 50\%$)

Ouverture des tamis (mm)	%cumulatif passant après broyage					
	E1	E2	E3	E4	E5	E6
4	40,07	50,66	57,31	44,89	73,31	63,26
2	29,03	39,86	42,76	36,39	58,73	50,61
1,6	27,14	37,95	40,31	35,09	55,53	47,48
1	25,04	35,46	37,4	33,26	51,47	43,86
0,5	22,94	32,6	33,72	31,02	46,46	39,49
0,25	19,44	25,9	26,99	25,54	35,82	31,41
0,125	6,14	6,7	6,68	6,41	7,95	7,11
<0,125	0	0,01	0	0	0	0

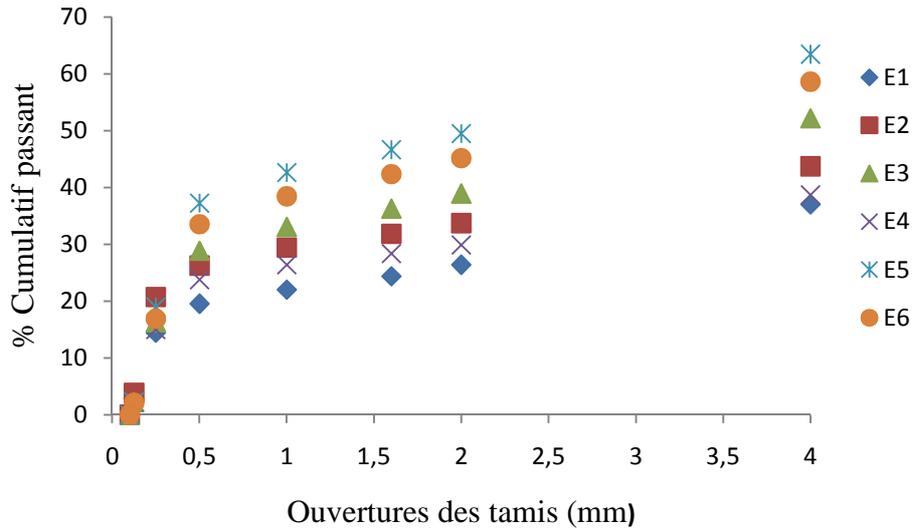


Figure IV.7 : Courbe granulométrique des échantillons de minerai avant broyage à différents temps (Nr= 60 tr/mn, $\varphi_m = 50\%$)

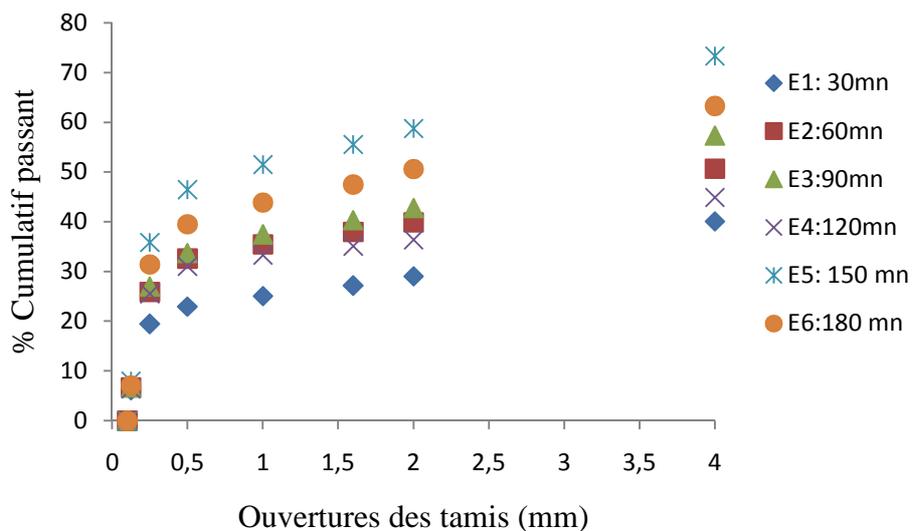


Figure IV.8 : Courbe granulométrique des échantillons de minerai après broyage à différents temps (Nr= 60 tr/mn, $\varphi_m = 50\%$)

De ces résultats, on déduit que le % des fractions fines a augmenté significativement après broyage pour les 3 échantillons E3, E4 et E5 principalement. Ce qui confirme que dans le broyage rapide (courte durée) ou un broyage long (durée élevée) un phénomène apparaît et perturbe l'augmentation de la finesse, cela est lié à la forte agglomération des grains entre eux, qui forme des particules assez cohésives. Ceci a été confirmé par les différentes observations de l'état des bols après chaque opération de broyage permettant d'évaluer l'état

de recouvrement de leurs parois et des billes. Plus les surfaces (en céramique) sont recouvertes de poudre et moins le broyage est efficace.

1. Evolutions des caractéristiques granulaires en fonction du temps de broyage

L'exploitation des résultats d'analyse granulométrique nous permettra de calculer l'aire au dessous de la courbe granulométrique et son évaluation en fonction du temps pour une première évaluation de l'efficacité de broyage, ensuite définir les caractéristiques des différents échantillons préparés et leurs évolutions en fonction du temps pour une vitesse de broyage imposée en premier lieu à $N_r=60$ tr/mn qui présente 22.4 % de la vitesse critique.

L'ensemble des résultats sont illustrés dans les tableaux suivants :

1.1 Aire sous la courbe granulométrique

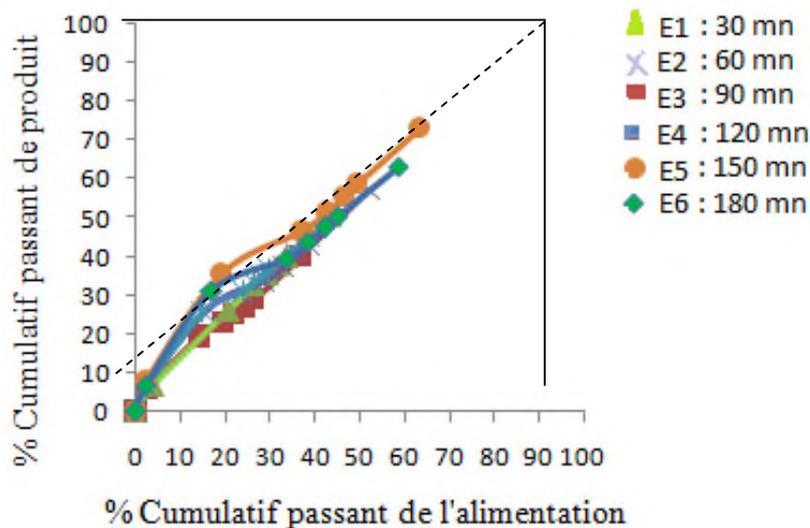


Figure IV.9 : Variation de % cumulatif passant de produit en fonction de % cumulatif passant de l'alimentation à différents temps de broyage ($N_r=60$ tr/mn).

De la figure précédente, on déduit que l'aire correspondant à la courbe granulométrique de % cumulatif passant de produit en fonction de % cumulatif passant de l'alimentation pour un broyage en voie sèche à différentes périodes, a légèrement augmenté après un broyage de 150 mn expliqué par le déplacement de la courbe au dessus de la diagonale. Mais nous signalons que ce mode de broyage en voie sèche nous a pas permis de fixer réellement les paramètres optimum de broyage. Ce mode de broyage en voie sèche souvent moins efficace que le broyage en voie humide.

1.2 Détermination des caractéristiques granulaire

L'évaluation des diamètres caractéristiques de minerai avant et après broyage sont déterminés pour chaque durée de broyage à 60 tr/mn. Les résultats sont illustrés dans les tableaux et figures suivantes :

Tableau IV.18: Diamètres caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon avant et après broyage à t = 30min

Diamètres (mm)	D ₈₀	D ₆₀	D ₅₀	D ₃₀	D ₁₀	$\bar{D}_{réf}^{**}$	R _R
Avant broyage	nd*	nd	nd	2,68	0,2	1,44	1,24
Après broyage	nd	nd	nd	2,16	0,16	1,16	

$$** \bar{D}_{réf} = \frac{d_{10} + d_{30}}{2}$$

Tableau IV .19 : Diamètres caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon avant et après broyage à t = 60min

Diamètres (mm)	D ₈₀	D ₆₀	D ₅₀	D ₃₀	D ₁₀	$\bar{D}_{réf}^{**}$	R _R
Avant broyage	nd*	nd	nd	1,2	0,19	0,7	2,6
Après broyage	nd	nd	3,86	0,4	0,14	0,27	

$$** \bar{D}_{réf} = \frac{d_{10} + d_{30}}{2}$$

Tableau IV.20 : Diamètres caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon avant et après broyage à t = 90min

Diamètres (mm)	D ₈₀	D ₆₀	D ₅₀	D ₃₀	D ₁₀	$\bar{D}_{réf}^{**}$	R _R
Avant broyage	nd*	nd	3,66	0,63	0,19	1,49	1,27
Après broyage	nd	nd	3	0,37	0,14	1,17	

$$** \bar{D}_{réf} = \frac{d_{10} + d_{30} + d_{50}}{3}$$

Tableau IV .21 : Diamètres caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon avant et après broyage à t = 120min

Diamètres (mm)	D ₈₀	D ₆₀	D ₅₀	D ₃₀	D ₁₀	$\bar{D}_{réf}^{**}$	R _R
Avant broyage	nd*	nd	Nd	1,99	0,2	1,095	3,67
Après broyage	nd	nd	Nd	0,46	0,15	0,305	

$$** \bar{D}_{réf} = \frac{d_{10}+d_{30}}{2}$$

Tableau IV .22 : Diamètres caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon avant et après broyage à t = 150min

Diamètres (mm)	D ₈₀	D ₆₀	D ₅₀	D ₃₀	D ₁₀	$\bar{D}_{réf}^{**}$	R _R
Avant broyage	nd*	3,51	2,09	0,41	0,18	0,9	2,25
Après broyage	nd	2,19	0,86	0,22	0,13	0,4	

$$** \bar{D}_{réf} = \frac{d_{10}+d_{30}+d_{50}}{3}$$

Tableau IV.23 : Diamètres caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon avant et après broyage à t = 180min

Diamètres (mm)	D ₈₀	D ₆₀	D ₅₀	D ₃₀	D ₁₀	$\bar{D}_{réf}^{**}$	R _R
Avant broyage	nd*	nd	2,73	0,46	0,19	1,13	1,48
Après broyage	nd	3,47	1,92	0,23	0,13	0,76	

$$** \bar{D}_{réf} = \frac{d_{10}+d_{30}+d_{50}}{3}$$

a) **Les coefficients caractéristiques - Coefficients d'uniformité (C_u)- Coefficient de courbure C_c**

De même, les coefficients granulaires sont rassemblés ci-dessous :

Tableau IV.24 : Coefficients caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon (C_c et C_u) avant et après broyage à t = 30min

Coefficients caractéristiques	C _c *	C _u **
Avant broyage	< 9	>20
Après broyage	< 7,29	> 25

Chapitre IV. Résultats et discussions

D'après les résultats le d_{60} n'est pas défini pour cela on le prend approximativement supérieur à 4mm d'où la valeur estimée de C_u sera :

$$C_u > \frac{d_{60}}{d_{10}} \quad \text{de même} \quad C_c < \frac{(d_{30})^2}{d_{10} \times d_{60}}$$

Conclusion : La granulométrie est étalé et mal graduée avant après et broyage ce qui signifie moins de cassure des grains.

Tableau IV.25 : Coefficients caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon (C_c et C_u) avant et après broyage à $t = 60\text{min}$

Coefficients caractéristiques	C_c^*	C_u^{**}
Avant broyage	< 1,89	>21,05
Après broyage	< 0,28	> 28,57

D'après les résultats le d_{60} n'est pas défini pour cela on le prend approximativement supérieur à 4mm d'où la valeur estimée de C_u sera :

$$C_u > \frac{d_{60}}{d_{10}} \quad \text{de même} \quad C_c < \frac{(d_{30})^2}{d_{10} \times d_{60}}$$

La granulométrie est étalée et mal graduée avant et après broyage;

Conclusion : Un étalement important après broyage provoque une faible déformation et moins de cassure des particules

Tableau IV.26 : Coefficients caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon (C_c et C_u) avant et après broyage à $t = 90\text{min}$

Coefficients caractéristiques	C_c^*	C_u^{**}
Avant broyage	< 0,52	>21,05
Après broyage	< 0,24	>28,57

D'après les résultats le d_{60} n'est pas défini pour cela on le prend approximativement supérieur à 4mm d'où la valeur estimée de C_u sera :

$$C_u > \frac{d_{60}}{d_{10}} \quad \text{de même} \quad C_c < \frac{(d_{30})^2}{d_{10} \times d_{60}}$$

La granulométrie est étalée et mal graduée (continuité mal répartie) avant et après broyage;

Chapitre IV. Résultats et discussions

Conclusion : Un étalement important après broyage provoque une faible déformation et moins de cassure des particules.

Tableau IV.27 : Coefficients caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon (Cc et Cu) avant et après broyage à t = 120min

Coefficients caractéristiques	Cc*	Cu**
Avant broyage	< 4,95	>20
Après broyage	<0,35	>26,67

D'après les résultats le d_{60} n'est pas défini pour cela on le prend approximativement supérieur à 4mm d'où la valeur estimée de Cu sera :

$$C_u > \frac{d_{60}}{d_{10}} \quad \text{de même} \quad C_c < \frac{(d_{30})^2}{d_{10} \times d_{60}}$$

Conclusion : L'étalement de la courbe granulométrique devient important après le broyage, qu'a provoqué une meilleure distribution des forces inter-granulaires donc moins de cassure des grains et leur distribution mal graduée.

Tableau IV.28 : Coefficients caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon (Cc et Cu) avant et après broyage à t = 150min

Coefficients caractéristiques	Cc*	Cu**
Avant broyage	0,27	20,05
Après broyage	0,17	16,85

D'après les résultats le d_{60} n'est pas défini pour cela on le prend approximativement supérieur à 4mm d'où la valeur estimée de Cu sera :

$$C_u > \frac{d_{60}}{d_{10}} \quad \text{de même} \quad C_c < \frac{(d_{30})^2}{d_{10} \times d_{60}}$$

Conclusion : La courbe granulométrique est toujours étalée avant le broyage mais elle a diminué après le broyage donc il y'a un écrasement des particules avec une mauvaise répartition des grains.

Chapitre IV. Résultats et discussions

Tableau IV.29 : Coefficients caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon (Cc et Cu) avant et après broyage à t = 180min

Coefficients caractéristiques	Cc*	Cu**
Avant broyage	< 0,28	>21,05
Après broyage	0,12	26,69

D'après les résultats le d_{60} n'est pas défini avant le broyage pour cela on le prend approximativement supérieur à 4mm d'où la valeur estimée de Cu sera :

$$C_u > \frac{d_{60}}{d_{10}} \quad \text{de même} \quad C_c < \frac{(d_{30})^2}{d_{10} \times d_{60}}$$

Conclusion : Après le broyage la granulométrie devient plus étalée qui provoque une meilleure redistribution des forces inter-granulaires donc moins de cassure des grains.

Les résultats ont été résumés dans le tableau récapitulatif suivant :

Tableau IV.30 : Récapitulatif des coefficients granulaires en fonctions de temps de broyage.

Temps de broyage (mn)	Cc (Avant/Après)	Cu (Avant /après)	Granulométrie
30	< 9/ <7.29	>20 / >25	Étalée et mal graduée
60	<1.89 / 0.28	>21.05 / >28.5	//
90	<0.82 / <0.24	>21.05/>28.57	//
120	<4.95 / 0.35	>20 / >26.67	//
150	0.27 / 0.17	20.05 / 16.85	//
180	<0.28 / 0.12	21 / 26.69	//

b) Détermination de la consommation énergétique

L'évaluation de la consommation énergétique a été déterminée après broyage pour chaque durée à une vitesse de 60 tr/min, les résultats obtenus sont illustrés dans le tableau suivant :

Tableau IV.31 : Influence de temps de broyage sur l'énergie consommée.

T (min)	M(g)	D ₈₀	d ₈₀	R _R	W (kwh)	E (kwh/Kg)
30	126,53	1,44	1,16	1,24	0,328	4741,96
60	125,42	0,7	0,27	2,6	2,52	4783,93
90	127,13	1,49	1,17	1,27	0,363	4719,58
120	126,59	1,095	0,305	3,67	2,95	4739,71
150	126,08	0,9	0,4	2,25	1,82	4758,88
180	125,6	1,13	0,76	1,48	0,713	4777,07

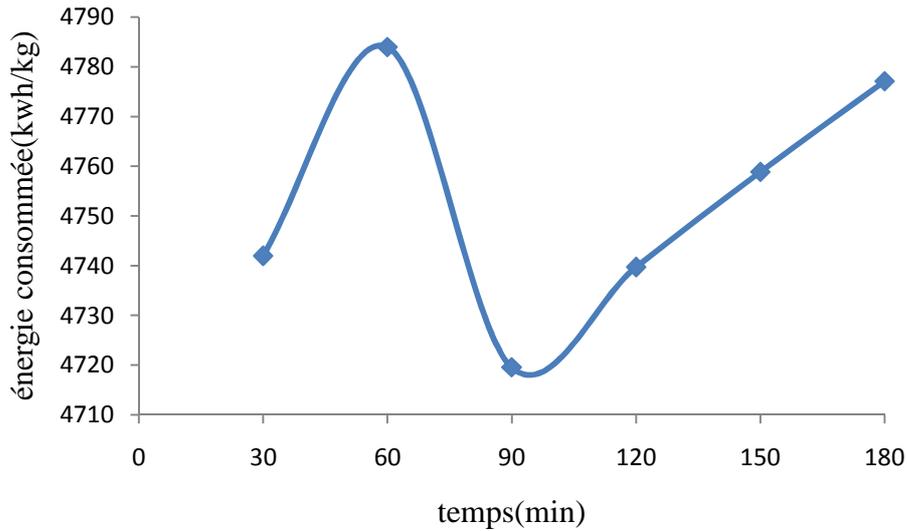


Figure IV.10: variation de l'énergie consommée en fonction du temps de broyage.

Conclusion : La figure ci dessus montre clairement l'augmentation de la consommation énergétique, puis une légère diminution à $t= 90$ en suite elle augmente progressivement lors d'une fragmentation de longue durée.

c) Détermination des diamètres équivalents (en volume et en surface /volume, surface spécifique).

Les résultats des différents diamètres équivalents avant après broyage correspondons à chaque durée sont illustrés dans le tableau ci-dessous.

Tableau IV.31 : les diamètres équivalents et la surface spécifique.

temps	/	$d_v = \frac{\sum_1^n m d_i}{\sum_1^n m_i}$	$d_{s/v} = \frac{\sum_1^n m_i}{\sum_1^n m_i / d_i}$	$S_0 = \frac{6}{d_{s/v}}$	$\Delta S = (s_2.s_1)$
30	avant	0,764	0,451	7,85	1,85
	après	0,448	0,618	9,70	
60	avant	0,433	0,595	10,084	4,17
	après	0,470	0,421	14,25	
90	avant	0,594	0,640	9,38	5,41
	après	0,613	0,406	14,79	
120	avant	0,395	0,738	8,13	5,51
	après	0,391	0,440	13,64	
150	avant	0,668	0,525	11,42	7,81
	après	0,735	0,312	19,23	
180	avant	0,633	0,580	10,34	6,42
	après	0,596	0,358	16,76	

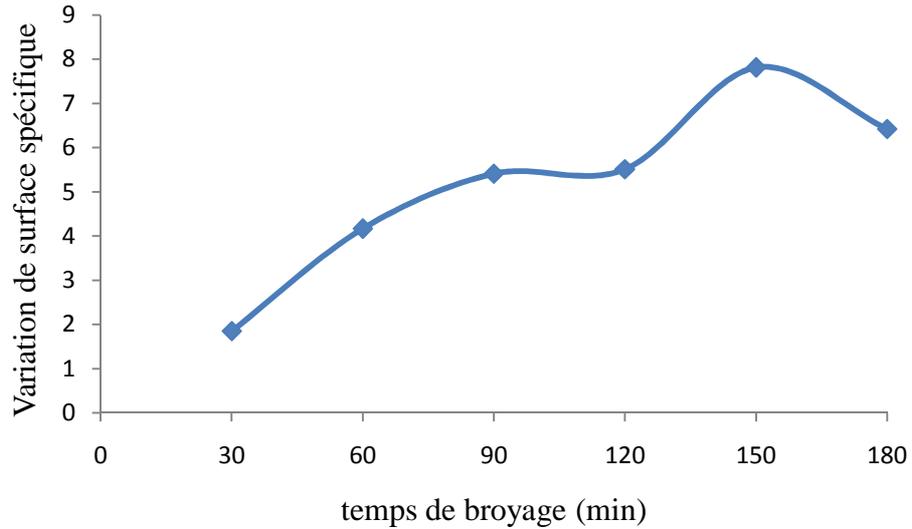


Figure IV.11 : variation de la surface spécifique en fonction du temps de broyage (min).

Conclusion : Les résultats portés sur la figure montrent l'évolution de la surface en fonction du temps de broyage et une diminution par fois, cela est à la libération des grains lors de la fragmentation du minéral.

d) Détermination de Coefficient énergétique et la grindabilité

Le tableau illustré ci-dessous regroupe les résultats du coefficient énergétique η et la grindabilité Gr après broyage à différentes durées.

Tableau IV.32 : Coefficient énergétique et la grindabilité après broyage.

T (min)	Δ_F	d_{50}	$Gr = \frac{R}{E}$	$\eta = \frac{\Delta s}{E}$	$Ratio = \frac{\Delta_F}{d_{50}}$
30	>4	>4	$2,1 \times 10^{-4}$	$3,9 \times 10^{-4}$	>1
60	>4	3,87	$2,15 \times 10^{-4}$	$8,7 \times 10^{-4}$	>1,01
90	3,66	3	$2,58 \times 10^{-4}$	$1,5 \times 10^{-3}$	1,22
120	>4	>4	$2,1 \times 10^{-4}$	$1,16 \times 10^{-3}$	>1
150	2,09	0,86	$5,1 \times 10^{-4}$	$1,64 \times 10^{-3}$	2,43
180	2,73	1,92	$2,97 \times 10^{-4}$	$1,34 \times 10^{-3}$	2,42

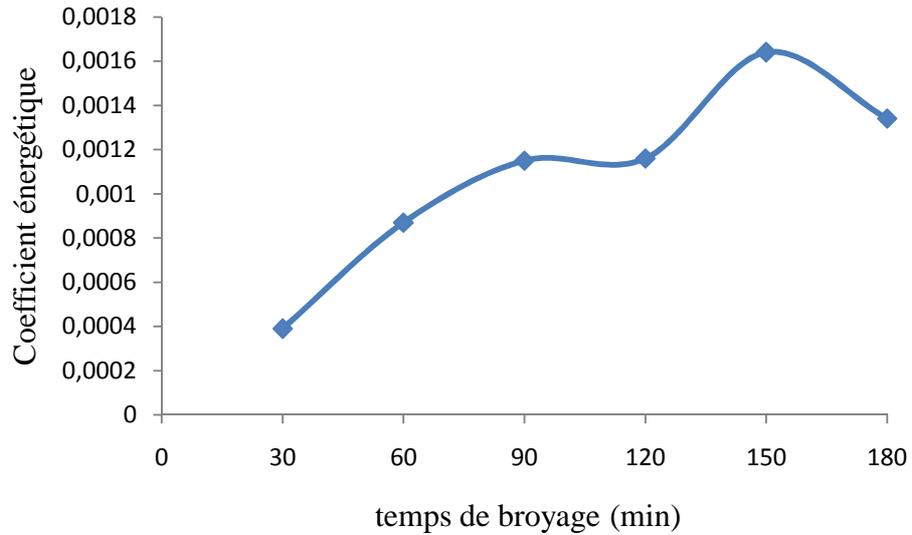


Figure IV.12 : variation du coefficient énergétique en fonction du temps de broyage (min).

Conclusion : Les résultats illustrés sur la figure ci-dessus montrent clairement l'augmentation du coefficient énergétique avec l'évolution de la surface spécifique donc le broyage à une certaine influence sur le coefficient énergétique en fonction de la surface spécifique développée.

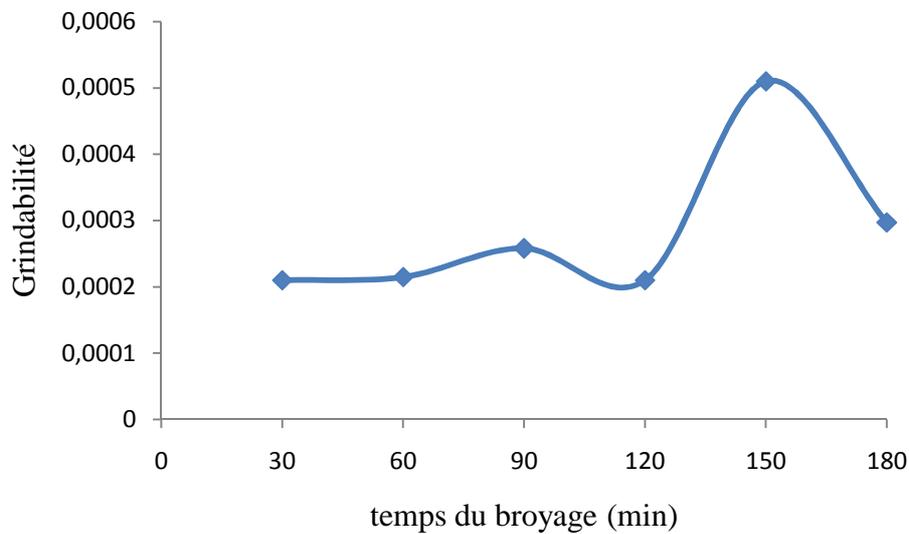


Figure IV.13 : Variation de la Grindabilité en fonction du temps de broyage (min).

Conclusion : Selon la figure ci-dessus, la grindabilité augmente en augmentant la vitesse de broyage donc elle est proportionnelle à la vitesse, en diminuant l'énergie consommée la grindabilité augmente

IV.1.1.3 Influence de la vitesse de broyage

Pour étudier l'influence de la vitesse, des essais de broyage pendant 60 minutes à un rapport de masse $\varphi_m = 50\%$ ont été réalisés sur différents échantillons E1, E2, E3, E4, E5 et E6 pour différentes vitesses de broyeurs $N_r = 60, 115, 140, 160$ et 180 tr/mn respectivement.

Tableau IV.33: vitesses de rotation de la jarre en fonction de la vitesse de disque de broyeur en (tr/mn) et en (m/s)

Nr (tr/mn)	x%	V (m/s)	Np tr/mn)
60	22.4	2.84	135.6
115	43	5.44	260
140	52.3	6.62	316.4
160	60	7.37	361.6
180	67	8.52	406.8

Les résultats obtenus sont illustrés sur les tableaux suivants :

Tableau IV.34 : Analyse granulométrique des échantillons préparés au broyage à différents temps.

Ouverture des tamis (mm)	%cumulatif passant avant broyage				
	E1	E2	E3	E4	E5
4	43,72	62,39	63,81	49,89	53,09
2	33,72	49,44	51,63	38,79	41,32
1,6	31,84	46,58	48,64	37,05	38,08
1	29,41	42,49	44,78	34,48	36
0,5	26,24	37,2	39,24	31,03	32,08
0,25	20,72	20,53	23,86	21,11	18,69
0,125	3,85	2,73	3,22	3,59	2,68
<0,125	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01

Tableau IV.35 : Analyse granulométrique des échantillons après broyage à différents temps.

Ouverture des tamis (mm)	%cumulatif passant après broyage				
	E1	E2	E3	E4	E5
4	50,66	81,98	96,92	94,05	98,66
2	39,86	77,47	96,42	93,86	98,66
1,6	37,95	77,03	96,35	93,86	98,66
1	35,46	76,23	96,04	93,66	98,57
0,5	32,6	85,05	95,68	93,12	98,16
0,25	25,9	72,2	94,21	90,31	95,9
0,125	6,7	29,07	60,96	66	70,25
<0,125	0,01	0,01	0,02	0,02	0

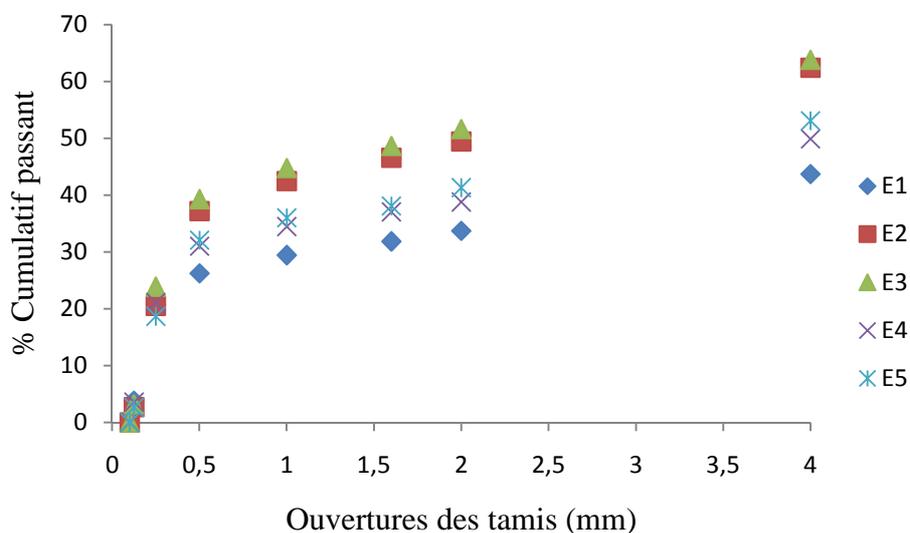


Figure IV.14 : Courbe granulométrique des échantillons de minerai avant broyage
($\varphi_m=50\%$, $t=60$ mn).

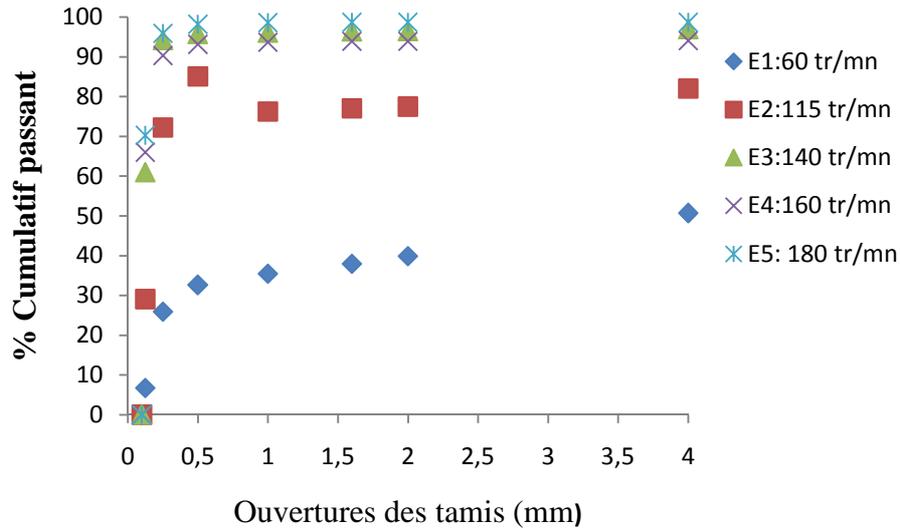


Figure IV.15 : Courbe granulométrique des échantillons de minerai après broyage à différents temps ($\phi_m=50\%$, $t=60$ mn).

De ces résultats on conclut que la vitesse de broyage est un paramètre très important et très influençant sur l'efficacité de broyage et principalement à partir de $N_r=115$ tr/mn jusqu'à 180 tr/mn ce qui constitue environ de 40% à 70% de la vitesse critique. Domaine d'utilisation par la majorité des industries. Dans cet intervalle le broyage est très efficace.

a) Aire au dessous de la courbe granulométrique

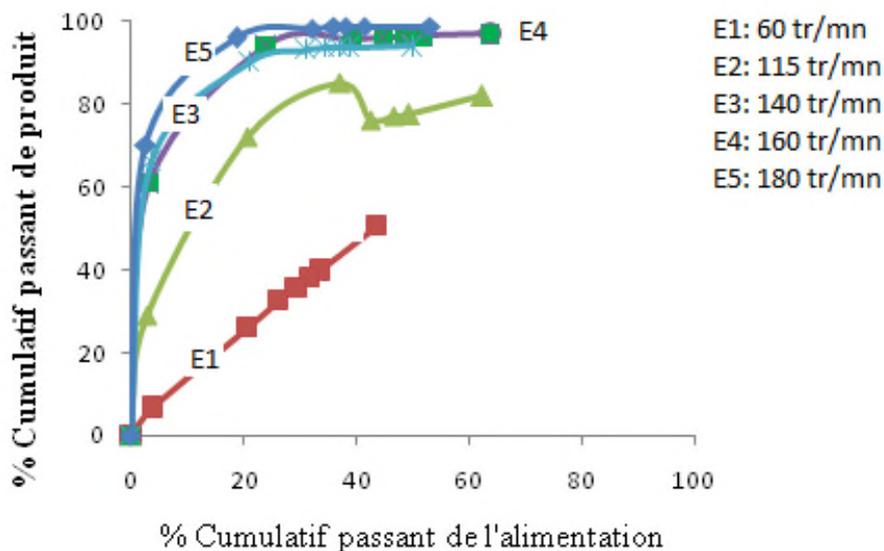


Figure IV.16 : Variation de % cumulatif passant de produit en fonction de % cumulatif passant de l'alimentation à différentes vitesses de broyage($t=60$ mn).

Chapitre IV. Résultats et discussions

La courbe ci-dessus montre que l'aire de la courbe granulométrique évolue par l'augmentation de la vitesse de 115 tr/mn à 180 tr/mn. L'importance de l'aire est due à l'efficacité de la fragmentation qui augmente par augmentation de la vitesse qui reste dans l'intervalle de valeur de vitesse autorisée au niveau des industries (de 40 à 70 % de la vitesse critique du broyeur).

b) Caractéristiques granulométriques

Les caractéristiques granulométriques déduites de la courbe granulométrique avant et après broyage à $\varphi_m = 50\%$ et temps de broyage de 60 mn à différentes vitesses de broyeur (115tr/mn, 140 tr/mn, 160 tr/mn et 180 tr/mn) sont rassemblées dans les tableaux suivants :

Tableau IV.36 : Diamètres caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon avant et après broyage à $V = 115\text{tr/min}$

Diamètres (mm)	D ₈₀	D ₆₀	D ₅₀	D ₃₀	D ₁₀	R _R
Avant broyage	>4	3,59	2,06	0,39	0,18	>1,29
Après broyage	3,09	0,23	0,19	0,12	nd	

Tableau IV.37 : Diamètres caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon avant et après broyage à $v = 140\text{tr/min}$

Diamètres (mm)	D ₈₀	D ₆₀	D ₅₀	D ₃₀	D ₁₀	R _R
Avant broyage	>4	3,62	2,07	0,4	0,18	>21,05
Après broyage	0,19	nd*	nd	nd	nd	

Tableau IV.38 : Diamètres caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon avant et après broyage à $V = 160\text{tr/min}$

Diamètres (mm)	D ₈₀	D ₆₀	D ₅₀	D ₃₀	D ₁₀	R _R
Avant broyage	>4	>4	4	0,46	0,16	>21,05
Après broyage	0,19	<0,125	<0,125	<0,125	<0,125	

Tableau IV.39 : Diamètres caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon avant et après broyage à $V = 180\text{tr/min}$

Diamètres (mm)	D ₈₀	D ₆₀	D ₅₀	D ₃₀	D ₁₀	R _R
Avant broyage	>4	>4	3,5	0,45	0,18	>23,53
Après broyage	0,17	<0,125	<0,125	<0,125	<0,125	

c) Les coefficients caractéristiques

Tableau IV.40 : Coefficients caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon (Cc et Cu) avant et après broyage à V= 115tr/min

Coefficients caractéristiques	Cc*	Cu**
Avant broyage	0,6	19,94
Après broyage	<0,042	>19,16

D'après les résultats le d_{10} n'est pas défini pour cela on le prend approximativement supérieur à 0,11mm d'où la valeur estimée de Cu sera : $C_u > \frac{d_{60}}{d_{10}}$ de même $C_c < \frac{(d_{30})^2}{d_{10} \times d_{60}}$

Conclusion : L'étalement de La courbe granulométrique diminue un peu après le broyage donc il y'a une rupture légère des grains et les fines grains comble les vides entre les gros grains, cela justifie la répartition mal des grains.

Tableau IV.41: Coefficients caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon (Cc et Cu) avant et après broyage à V = 140tr/min

Coefficients caractéristiques	Cc*	Cu**
Avant broyage	0,25	20,11
Après broyage	<1	>1

D'après les résultats le d_{10} , d_{30} , d_{60} ne sont pas défini pour cela on les prend approximativement supérieur à 0,12mm d'où la valeur estimée de Cu sera :

$$C_u > \frac{d_{60}}{d_{10}} \quad \text{de même} \quad C_c < \frac{(d_{30})^2}{d_{10} \times d_{60}}$$

Conclusion : L'étalement est important avant broyage, et une granulométrie serrée après, donc ce paramètre caractérise un mode de fragmentation correspondant à des grains fragmentable.les valeurs de Cc montre une mal répartition des granulométrique, dans ce cas la vitesse influence sur les caractéristiques granulaires de l'échantillon pour ce mode de fragmentation.

Tableau IV.42 : Coefficients caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon (Cc et Cu) avant et après broyage à Nr = 160tr/min

Coefficients caractéristiques	Cc*	Cu**
Avant broyage	<0,33	>25
Après broyage	<1	>1

D'après les résultats le d_{10} , d_{30} , d_{60} ne sont pas définis pour cela on les prend approximativement supérieur à 0,12mm d'où la valeur estimée de Cu sera :

$$C_u > \frac{d_{60}}{d_{10}} \quad \text{de même } C_c < \frac{(d_{30})^2}{d_{10} \times d_{60}}$$

Conclusion : L'étalement granulométrique avant broyage se traduit à une granulométrie serrée après ce qui engendre plus de rupture des grains pendant la fragmentation, cependant les valeurs de Cc et Cu vérifient l'influence de la vitesse sur les caractéristiques de l'échantillon pour ce mode de fragmentation.

Tableau IV.43 : Coefficients caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon (Cc et Cu) avant et après broyage à V = 180tr/min

Coefficients caractéristiques	Cc*	Cu**
Avant broyage	<0,28	>22,22
Après broyage	<1	>1

D'après les résultats le d_{10} , d_{30} , d_{60} ne sont pas définis pour cela on les prend approximativement supérieur à 0,12mm d'où la valeur estimée de Cu sera :

$$C_u > \frac{d_{60}}{d_{10}} \quad \text{de même } C_c < \frac{(d_{30})^2}{d_{10} \times d_{60}}$$

Conclusion : L'étalement granulométrique avant broyage se traduit à une granulométrie serrée après ce qui engendre plus de rupture des grains pendant la fragmentation, cependant les valeurs de Cc et Cu vérifient l'influence de la vitesse sur les caractéristiques de l'échantillon pour ce mode de fragmentation.

Les résultats confirment qu'avant et après broyage la granulométrie est serrée et sont résumés dans le tableau suivant :

Chapitre IV. Résultats et discussions

Tableau IV.44 : Récapitulatif des coefficients granulaires en fonctions de rapport massique minéral/boulets ($\phi_m(\%)$).

$\phi_m(\%)$	Cc (Avant/Après)	Cu (Avant /après)	Granulométrie
60	<1.89/<0.28	>21.05/28.57	étalée mal graduée
115	0.6/<0.042	19.94/>19.16	bien graduée-continuité bien répartie
140	0.25/<1	20.11/>1	étalée et mal graduée
160	<0.33/<1	>25/>1	serrée, et graduation mal réparti
180	<0.28/<1	>22.22/>1	bien graduée et plus au moins serrée

d) Détermination de la consommation énergétique

Les résultats de l'énergie consommée déduit pour les différentes valeurs de la vitesse sont illustrés dans le tableau suivant :

Tableau IV.45 : Influence de la vitesse de broyage sur l'énergie consommée.

Nr (tr/min)	M(g)	D₈₀	d₈₀	R_R	W (kwh)	E (kwh/kg)
115	126,15	>4	3,09	>1,29	0,238	4762,24
140	125,69	>4	0,19	>21,05	6,201	4773,65
160	126,15	>4	0,19	>21,02	6,201	4756,24
180	125,97	>4	0,17	>23,53	6,655	4763,03

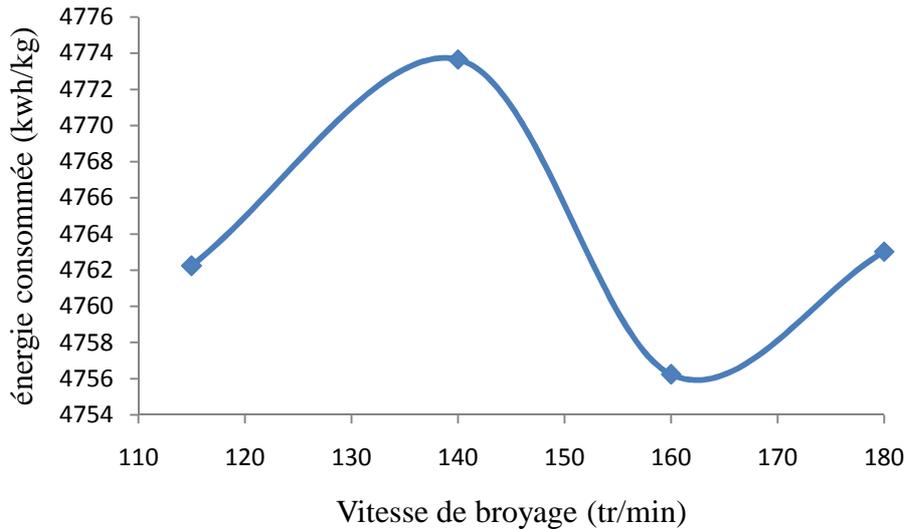


Figure IV.17 : Variation de l'énergie consommée en fonction de la vitesse de broyage. (tr/min).

Conclusion : De la courbe on déduit que l'énergie nécessaire pour la fragmentation du minerai augmente avec l'augmentation de la vitesse en suite une diminution de la consommation énergétique est enregistré à $V= 160\text{tr/min}$, après elle augmente progressivement cela montre qu'il y'a fragmentation et libération des grains.

e) Détermination des diamètres équivalent (en volume et en surface /volume, surface spécifique).

Le tableau suivant illustre les résultats des différents diamètres équivalents pour chaque valeur de la vitesse avant et après broyage.

Tableau IV.46 : les diamètres équivalents et la surface spécifique.

vitesse	/	$d_v = \frac{\sum_1^n m_i d_i}{\sum_1^n m_i}$	$d_{s/v} = \frac{\sum_1^n m_i d_i}{\sum_1^n m_i / d_i}$	$S_0 = \frac{6}{s/v}$	$\Delta s = (s_2 - s_1)$
115	avant	0,631	0,502	11,95	30,6
	après	0,272	0,141	42,55	
140	avant	0,592	0,493	12,17	57,6
	après	0,125	0,086	69,77	
160	avant	0,490	0,531	11,30	60,13
	après	0,101	0,084	71,43	
180	avant	0,500	0,758	7,92	68,03
	après	0,105	0,079	75,95	

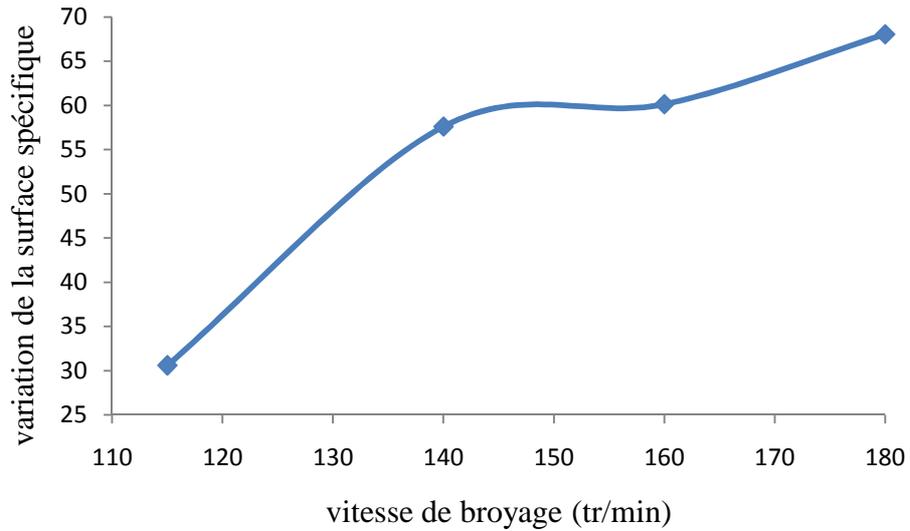


Figure IV.18: variation de la surface spécifique en fonction de la vitesse de broyage (tr/min).

Conclusion : Les résultats illustrés sur la figure montrent clairement une augmentation de la surface spécifique avec l'évolution de la valeur des vitesses de broyage, cela nous permet de déduire qu'il y a fragmentation en suite libération des grains lors de l'augmentation de la vitesse de broyage.

f) Détermination de coefficient énergétique et la grainabilité

Les résultats du coefficient énergétique et de la grainabilité à différentes vitesses après broyage sont illustrés dans le tableau suivant :

Tableau IV.47 : le coefficient énergétique la grainabilité après broyage.

Nr (tr/min)	Δ_F	d_{50}	$R = \frac{\Delta_F}{d_{50}}$	$\eta = \frac{\Delta S}{E}$	$Gr = \frac{R}{E}$
115	2,06	0,19	10,84	$6,43 \times 10^{-3}$	$2,28 \times 10^{-3}$
140	2,07	<0,125	<17,25	$1,21 \times 10^{-2}$	$3,61 \times 10^{-3}$
160	4	<0,125	<32	$1,26 \times 10^{-2}$	$6,73 \times 10^{-3}$
180	3,5	<0,125	<28	$1,43 \times 10^{-2}$	$5,87 \times 10^{-3}$

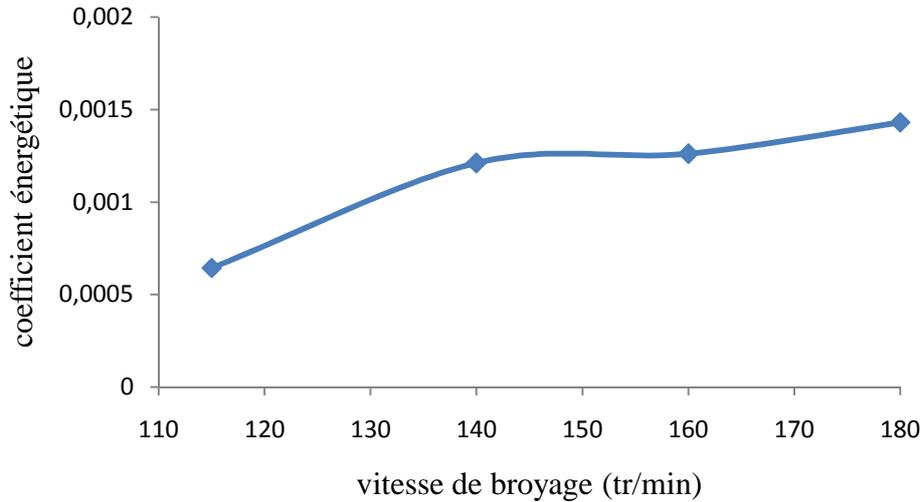


Figure IV.19 : Variation du coefficient énergétique en fonction de la vitesse de broyage (tr/min).

Conclusion : Les résultats illustrés sur la figure montrent clairement une augmentation de coefficient énergétique avec l'évolution de la valeur des vitesses de broyage, cela nous permet de déduire qu'il y'a fragmentation en suite libération des grains lors de l'augmentation de la vitesse de broyage.

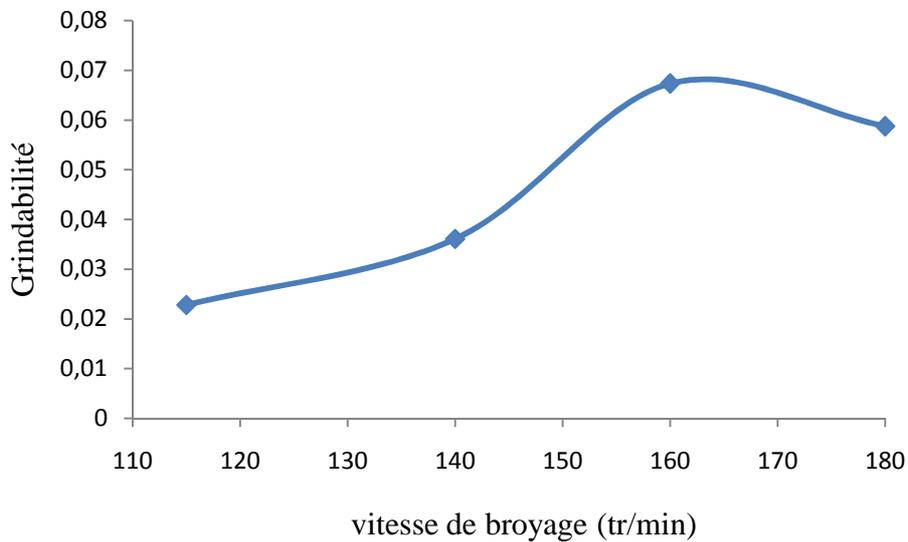


Figure IV.20 : Variation de la Grindabilité en fonction de la vitesse de broyage (tr/min).

Conclusion Selon la figure ci-dessus, la grindabilité augmente en augmentant la vitesse de broyage donc elle est proportionnelle à la vitesse, en diminuant l'énergie consommée la grindabilité augmente

IV.2. Broyage par voie humide :

IV.2. 1. Influence de rapport de masse (minerai/charge)

Tableau IV.47 : Analyse granulométrique des échantillons préparé avant broyage à différents Rapport de masse (minerai/boulets).

Ouverture des tamis (mm)	% Cumulatif passant avant broyage			
	E4	E3	E2	E1
4	40,57	30,8	52,24	51,66
2	28,01	29,68	40,95	41,56
1,6	26,62	27,96	38,22	39,19
1	24,3	25,28	34,75	35,64
0,5	21,56	22,34	30,19	31,21
0,25	20,33	17,85	19,6	20,21
0,125	3,89	3,68	2,99	2,73
<0,125	0,02	0,02	0,01	0

Pour étudier l'influence de rapport de la masse de minerai par rapport à la charge:(minerai-charge), des essais de broyage humide pendant 60 minutes à une vitesse de 60 tr/min ont été réalisé avec différents rapport de masse (minerai/charge), les résultats obtenus sont illustrés sur les tableaux suivants :

Tableau IV. 48: Analyse granulométrique des échantillons de minerai après broyage à différent rapport de masse (minerai/ boulets).

Ouvertures des tamis (mm)	% Cumulatif passant après broyage			
	E4	E3	E2	E1
4	63,57	54,33	73,3	72,31
2	57,39	46,98	64,86	63,97
1,6	56,49	45,26	62,96	61,96
1	55,67	43,27	60,81	58,92
0,5	54,44	40,87	57,96	54,22
0,25	49,35	36,56	50,43	43,6
0,125	13,79	12,04	14,18	10,42
<0,125	0,01	0	0	0,01

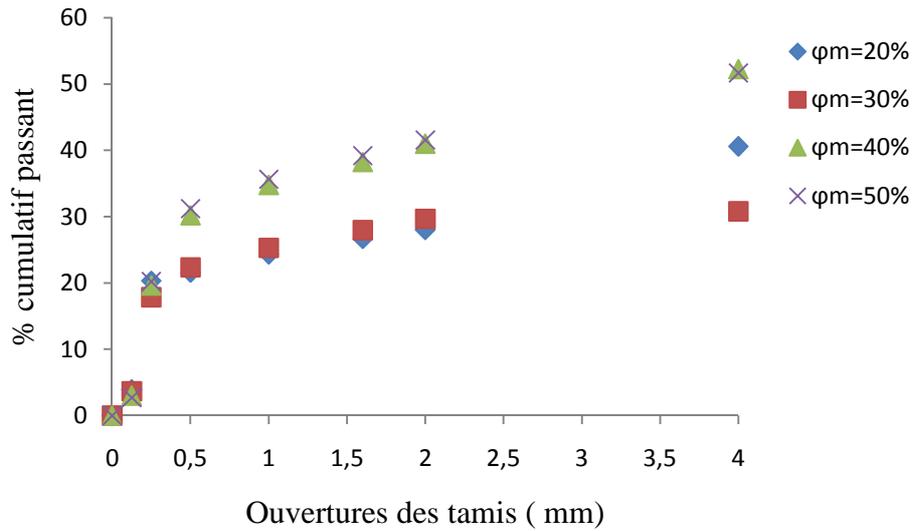


Figure IV.22 : Courbe granulométrique des échantillons avant broyage pour différents rapport de masse minerais/Boulets.

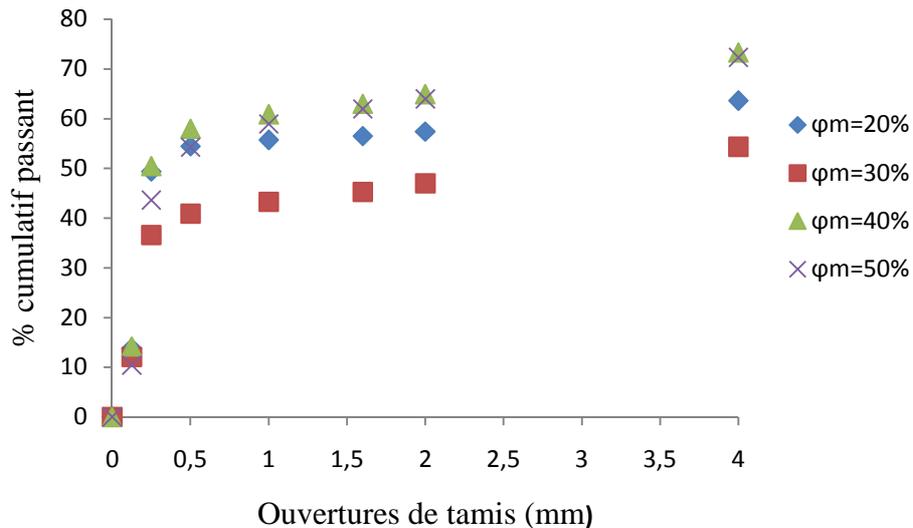


Figure IV.23 : Courbe granulométrique des échantillons après broyage pour différents rapport de masse minerais/Boulets

Les résultats granulométrique après broyage montrent la variation de la masse des fractions fines de minerais en fonction du rapport en masse minerais/boulets. Ceci est certainement à la fragmentation et rupture des particules grossières, Néanmoins le phénomène d'agglomération est apparu probablement due à l'humidité de minerais d'où la nécessité d'utilisation d'un adjuvant de mouture.

Dans un broyeur planétaire, les particules sont emprisonnées soit entre les billes ou entre la bille et la paroi de la jarre, et sont soumises aux différentes déformations plastiques qui font augmenter leurs forces mécaniques accompagnées d'une élévation de la température.

Durant la collision, les particules sont soumises à une forte contrainte. La rupture tend alors à diminuer leur taille moyenne. Les petites particules résistent à la déformation sans être fracturées (cas de la fraction de 0.125 mm) et tendent à s'agglomérer et atteindre une taille intermédiaire.

1. Aire sous la courbe granulométrique

De l'ensemble de ces résultats, on enregistre que l'aire la plus importante est obtenue pour un rapport de masse minerai/boulets de 50% ce qui correspond à un indice de réduction le plus important.

En plus, les résultats de tamisage illustrés dans le tableau 47 et les figures 22 et 23 montrent clairement l'importance des particules grossières de dimensions allant de 0.25 à 4 mm avant le broyage.

Ces résultats nous ont permis la détermination des différentes caractéristiques granulaires des échantillons avant et après fragmentation par broyage.

Cependant, les résultats précédents semblent montrer que pour un broyeur et un minerai donnée, il existe une charge en minerai / boulet optimale, pour laquelle les boulets donnent un rendement maximal dans les conditions posées. Néanmoins d'autres paramètres influencent certainement sur l'aire de réduction et la condition optimale ne soit pas encore définie.

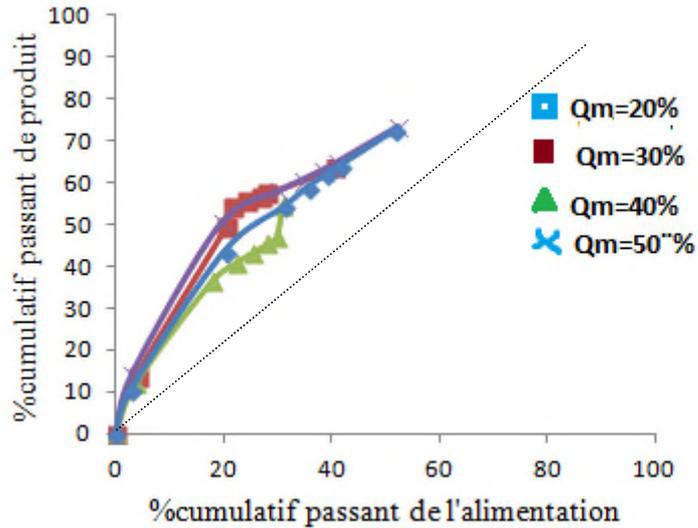


Figure IV.24 : Variation de %cumulatif passant de produit en fonction de %cumulatif passant de l'alimentation à différents rapport de masse minéral/boulets.

2. Caractéristique granulaires des échantillons

Les résultats obtenus sont présentés dans les tableaux suivants :

Tableau IV .49 : Diamètres caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon avant et après broyage de rapport de $\varphi_m = 50\%$

Diamètres (mm)	D ₈₀	D ₆₀	D ₅₀	D ₃₀	D ₁₀	$\bar{D}_{réf}^{**}$	R _R
Avant broyage	nd*	nd	3,71	0,46	0.18	1,45	6,04
Après broyage	nd	1,21	0,4	0.19	0.12	0,24	

$$** \bar{D}_{réf} = \frac{d_{10} + d_{30} + d_{50}}{3}$$

Tableau IV.50 : Diamètres caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon avant et après broyage de rapport de $\varphi_m = 40\%$

Diamètres (mm)	D ₈₀	D ₆₀	D ₅₀	D ₃₀	D ₁₀	$\bar{D}_{réf}^{**}$	R _R
Avant broyage	nd*	Nd	3,52	0,51	0.17	1,43	6,81
Après broyage	nd	0,83	0,24	0,18	nd	0,21	

$$** \bar{D}_{réf} = \frac{d_{10}+d_{30}+d_{50}}{3}$$

Tableau IV.51: Diamètres caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon avant et après broyage de rapport de masse de $\varphi_m=30\%$

Diamètres (mm)	D ₈₀	D ₆₀	D ₅₀	D ₃₀	D ₁₀	$\bar{D}_{réf}^{**}$	R _R
Avant broyage	nd*	nd	nd	2,96	0.18	1,54	1,05
Après broyage	nd	nd	2,78	0,22	nd	1,5	

Tableau IV .52: Diamètres caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon avant et après broyage de rapport de masse de $\varphi_m=20\%$

Diamètres (mm)	D ₈₀	D ₆₀	D ₅₀	D ₃₀	D ₁₀	$\bar{D}_{réf}^{**}$	R _R
Avant broyage	nd*	nd	nd	2,32	0.16	1,24	5.17
Après broyage	nd	2,87	0,3	0,18	Nd	0.24	

$$** \bar{D}_{réf} = \frac{d_{10}+d_{30}}{2}$$

➤ **Les coefficients caractéristiques**

Les valeurs des coefficients granulométriques calculés sont rassemblées dans les tableaux suivant :

Tableau IV.53 : Coefficients caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon (Cc et Cu) avant et après broyage à un rapport de masse $\varphi_m = 50\%$

Coefficients caractéristiques	Cc*	Cu**
Avant broyage	< 1,89	>21.05
Après broyage	< 0,28	> 28,57

** D'après les résultats le d₆₀ n'est pas définit pour cela on le prend approximativement supérieur à 4mm d'où la valeur estimée de Cu sera : $C_u > \frac{d_{60}}{d_{10}}$ *de même

$$C_c < \frac{(d_{10})^2}{d_{10} \times d_{60}}$$

Les résultats trouvés montrent clairement que la granulométrie est étalée et bien graduée (continuité bien répartie) avant broyage; et elle est étalée et mal graduée (continuité

Chapitre IV. Résultats et discussions

mal répartie) après broyage. L'importance de l'étalement de la courbe granulométrique enregistrée après broyage signifie une faible déformation avec un faible écrasement des grains d'où une mauvaise répartition des grains.

Tableau IV.54 : Coefficients caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon (C_c et C_u) avant et après broyage de rapport de masse de $\varphi_m=40\%$

Coefficients caractéristiques	C_c^*	C_u^{**}
Avant broyage	< 0,38	>23,53
Après broyage	< 0,33	> 6,92

** D'après les résultats le d_{60} d_{10} ne sont pas définis pour cela on les prend approximativement supérieur à 4 et inférieur à 0,12mm d'où la valeur estimée de C_u sera :

$$C_u > \frac{d_{60}}{d_{10}} \text{ *de même } C_c < \frac{(d_{10})^2}{d_{10} \times d_{60}}$$

La granulométrie est étalée, mal graduée (continuité mal répartie) avant broyage, elle est étalée et mal graduée après broyage on constate qu'il y'a une mauvaise répartition des grains une légère déformation des grains.

Tableau IV.55 : Coefficients caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon (C_c et C_u) avant et après broyage de rapport de masse de $\varphi_m=30\%$

Coefficients caractéristiques	C_c^*	C_u^{**}
Avant broyage	< 12,17	>22,22
Après broyage	< 0,1	> 33,33

** D'après les résultats le d_{60} n'est pas défini pour cela on le prend approximativement supérieur à 4mm d'où la valeur estimée de C_u sera : $C_u > \frac{d_{60}}{d_{10}}$ *de même

$$C_c < \frac{(d_{10})^2}{d_{10} \times d_{60}}$$

Conclusion : Les résultats trouvés montrent clairement que la granulométrie est étalée et bien graduée (continuité bien répartie) avant broyage; et elle est étalée et mal graduée

Chapitre IV. Résultats et discussions

(continuité mal répartie) après broyage. L'importance de l'étalement de la courbe granulométrique enregistrée après broyage signifie une faible déformation avec un faible écrasement des grains d'où une mauvaise répartition des grains.

Tableau IV.56 : Coefficients caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon (Cc et Cu) avant et après broyage de rapport de masse de $\varphi_m=20\%$

Coefficients caractéristiques	Cc*	Cu**
Avant broyage	< 8,41	>25
Après broyage	< 0,09	> 23,92

** D'après les résultats le d_{60} n'est pas défini pour cela on le prend approximativement supérieur à 4mm d'où la valeur estimée de Cu sera :

$$C_u > \frac{d_{60}}{d_{10}}, \quad \text{*de même} \quad C_c < \frac{(d_{10})^2}{d_{10} \times d_{60}}$$

Conclusion : La granulométrie est étalée, mal graduée (continuité mal répartie) avant le broyage, elle est étalée mal graduée (continuité mal répartie) après broyage, une distribution des forces inter-granulaire, moins de cassure des grains et une mauvaise répartition des grains

Tableau IV.57 : Récapitulatif des coefficients granulaires en fonctions de rapport massique minerai/boulets ($\varphi_m(\%)$).

Rapport de masse minerai/boulets $\varphi_m(\%)$	Cc (Avant/Après)	Cu (Avant /après)	Granulométrie
20	<8,41/0.09	>24/>23.92	Étalée et mal graduée
30	<12,17/ <0.1	>22.22 / >33,33	//
40	<0.38 / <0.33	>23,53 />6.92	//
50	<1.89/0.28	>21.05/>28.57	//

Conclusion : Les différentes valeurs de coefficient de courbure Cc calculées varient dans l'intervalle de 0.1 à 1.89 avant broyage et de 0.10 à 0.28 après broyage, ce qui traduit une granulométrie mal gradué pour tous les rapports de masse choisis. De même le coefficient d'uniformité Cu varie 12.92 à plus de 30.77 avant broyage et de >10.27 à plus de 36.36 après broyage ce qui traduit l'étalement important de la courbe granulométrique et donc le broyage de minerai.

En revanche, l'étalement des courbes granulométriques évolue en fonction du rapport massique minéral/boulets.

3. Influences de l'énergie consommée à différents rapport de masses

Pour fragmenter un matériau il consomme d'énergie, cette énergie est calculer selon Bond comme suit. $W = 10W_i \left(\frac{1}{\sqrt{d_{80}}} - \frac{1}{\sqrt{D_{80}}} \right)$. $E = \frac{Pt}{m}$ Les résultats obtenus sont illustrés dans les tableaux suivants :

Tableau IV.58 : Variation de l'énergie consommée en fonction de rapport massique.

φ (%)	M(g)	D ₈₀ (µm)	d ₈₀ (µm)	W (kwh)	E (wh/kg)
50	125,24	1450	240	4,211	4783,92
40	80,81	1430	210	4,682	7424,82
30	50,13	1540	1500	3,599	11968,88
20	30,36	1240	240	3,976	19762,28

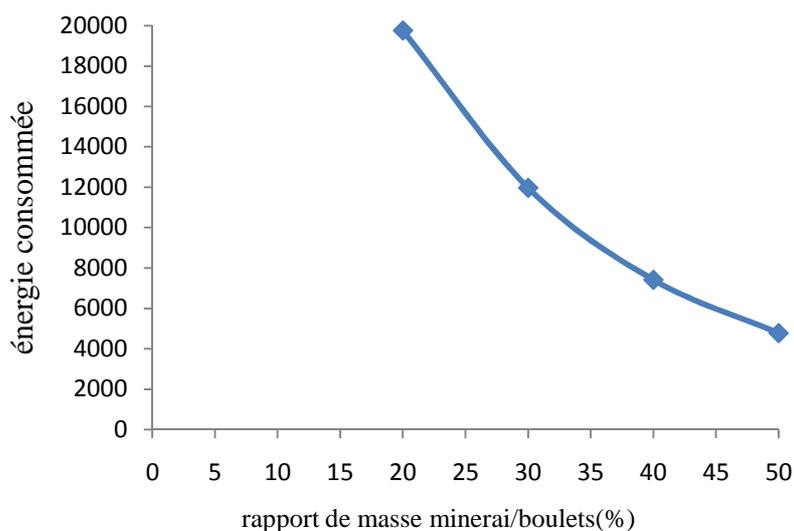


Figure IV.25 : Courbe de l'énergie consommée en fonction de rapport massique $\varphi =$ (%)

Conclusion : L'énergie consommée (E) varie en fonction de rapport de masse comme le montre la figure (IV.25) la plus importante est celle de rapport de $\varphi m = 20\%$, donc on peut déduire que, quand on augmente la masse de minéral l'énergie diminue.

Tableau IV.59 Diamètres équivalents et surfaces spécifiques

$\Phi_m(\%)$	/	$d_v = \frac{\sum_{i=1}^n m_i d_i}{\sum_{i=1}^n m_i} (mm)$	$d_{s/v} = \frac{\sum_{i=1}^n m_i}{\sum_{i=1}^n \frac{m_i}{d_i}} (mm^{-1})$	$S_0 = \frac{6}{d_{sv}} (m^{-2})$	ΔS
50	avant	0,502	0,557	10,77	12,22
	après	0,468	0,261	22,99	
40	avant	0,540	0,560	10,71	16,32
	après	0,416	0,22	27,03	
30	avant	0,372	0,379	15,83	4,1
	après	0,366	0,301	19,93	
20	avant	0,491	0,612	9,80	17,95
	après	0,316	0,233	27,75	

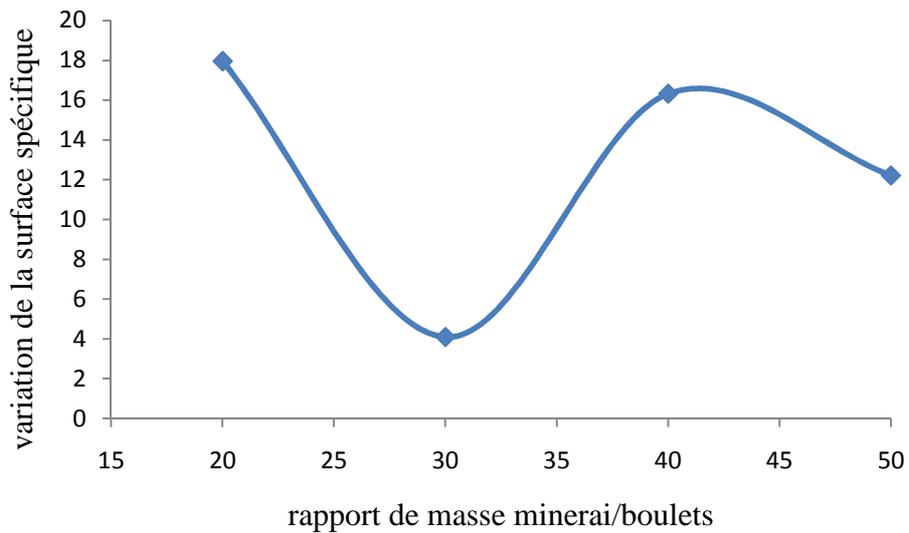


Figure IV.26 : Courbe de variation de surface spécifique en fonction de rapport de masse minerai/boulets

Conclusion : la surface spécifique varie d'un rapport à un autre, la plus grande est celle de 20%, donc quand le nombre des particules est suffisant, il y'aura un écrasement des grains et l'augmentation de la surface spécifique

Chapitre IV. Résultats et discussions

Tableau IV.60 : Résultats de calcul de Grindabilité et coefficient énergétique à différents rapport massique $\varphi m(\%)$

$\varphi(\%)$	Δ_F	d_{50}	$R = \left(\frac{\Delta_F}{d_{50}}\right)$	$Gr = \frac{R}{E}$	$\eta = \frac{\Delta S}{E}$
50	3,71	0,4	9,27	$1,93 \times 10^{-3}$	$2,55 \times 10^{-3}$
40	3,52	0,24	14,66	$1,97 \times 10^{-3}$	$2,19 \times 10^{-3}$
30	>4	2,78	>1,44	$1,2 \times 10^{-4}$	$3,43 \times 10^{-4}$
20	>4	0,3	>1,33	$6,73 \times 10^{-5}$	$9,08 \times 10^{-3}$

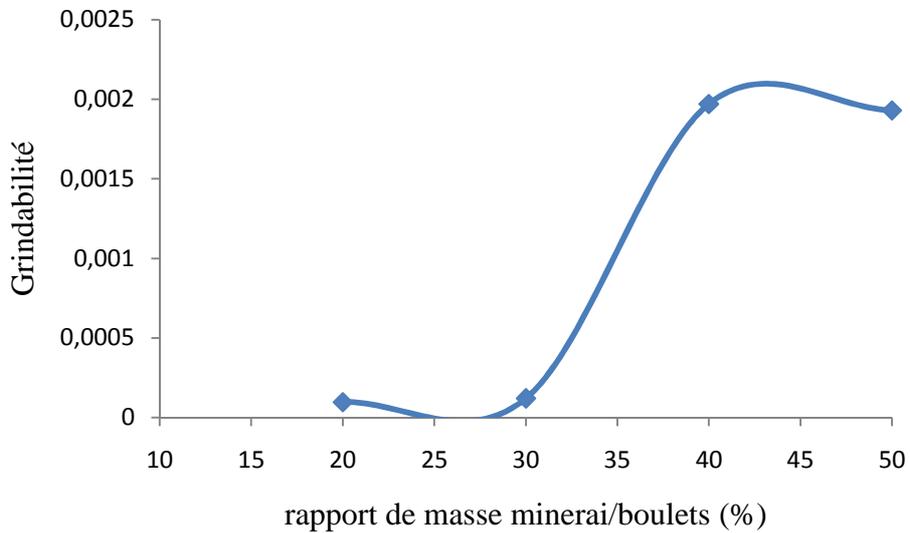


Figure IV.27 : Courbe de Grindabilité en fonction de rapport de masse minerai/boulets (%)

Conclusion : la grindabilité augmente avec l'augmentation de rapport de masse minerai/boulets don elle est proportionnelle avec le rapport

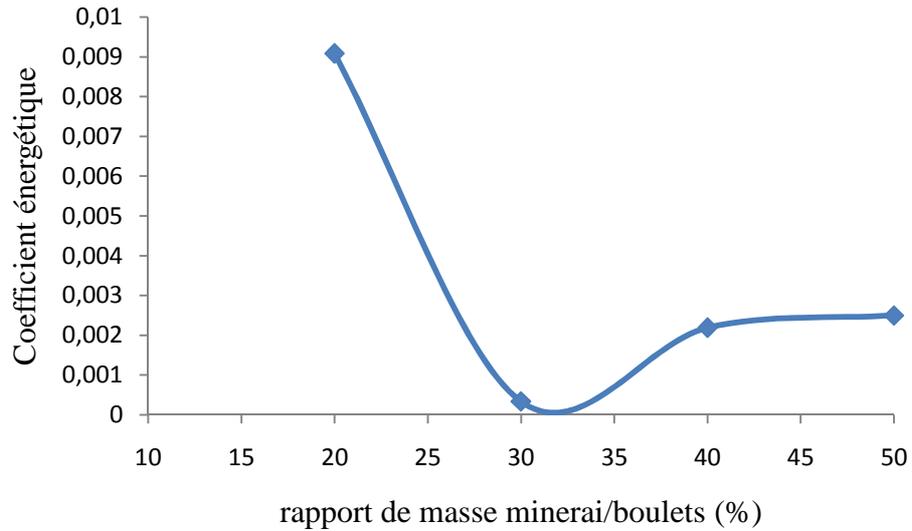


Figure IV.28 : Courbe de coefficient énergétique en fonction de rapport de masse minerai/boulets(%)

2. Influence du temps de broyage

Pour étudier l'influence du temps de broyage, des essais de broyage à une vitesse de 60 tr/min et un rapport de masse $\varphi_m = 50\%$ ont été réalisés avec différents échantillons (E1, E2, E3, E4, E5 et E6) à différents temps respectivement (30, 60, 90, 120, 150, et 180), les résultats sont illustrés sur les tableaux et figures suivantes :

Tableau IV.61 : Analyse granulométrique des échantillons préparés pour le broyage à différents temps.

Ouverture des tamis (mm)	% Cumulatif passant avant broyage					
	E1	E2	E3	E4	E5	E6
2	72,3	81,25	73,21	78,99	75,83	71,96
1,6	68,16	77,57	69,74	74,67	72,63	67,83
1	63,33	72,99	65,09	69,42	68,02	63,4
0,5	57,85	62,97	59,73	63,43	62,86	58,41
0,25	41,39	33,76	24,39	47,71	31,46	44,13
0,125	7,6	11,07	3,7	8,92	4,39	8,3
0,1	0,01	0,03	0,01	0	0	0

Tableau IV.62 : Analyse granulométrique des échantillons de minerai après broyage à différents temps.

Ouverture des tamis (mm)	% Cumulatif passant après broyage					
	30 min	60 min	90 min	120 min	150min	180 min
2	88,34	81,44	88,61	91,62	90,07	91,4
1,6	86,17	77,76	86,76	89,84	88,53	89,87
1	83,52	73,17	84,09	87,32	86,45	87,74
0,5	78,97	63,15	78,22	79,45	82,61	81,46
0,25	63,96	39,94	60,2	62,26	68,92	64,84
0,125	15,01	11,25	13,79	13,55	20,4	15,72
< 0,125	0,01	0,2	0,03	0	0	0,02

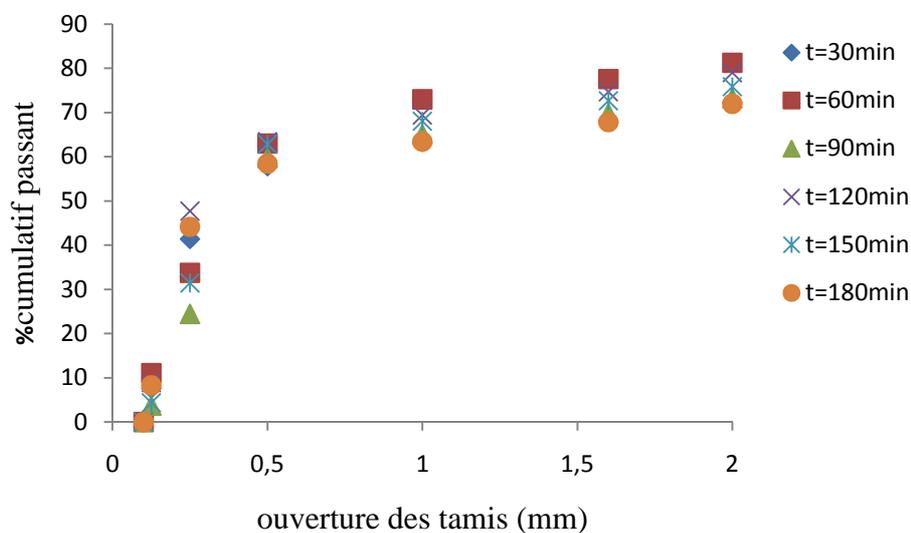


Figure IV.29 : Courbe granulométrique des échantillons de minerai avant broyage à différents temps.

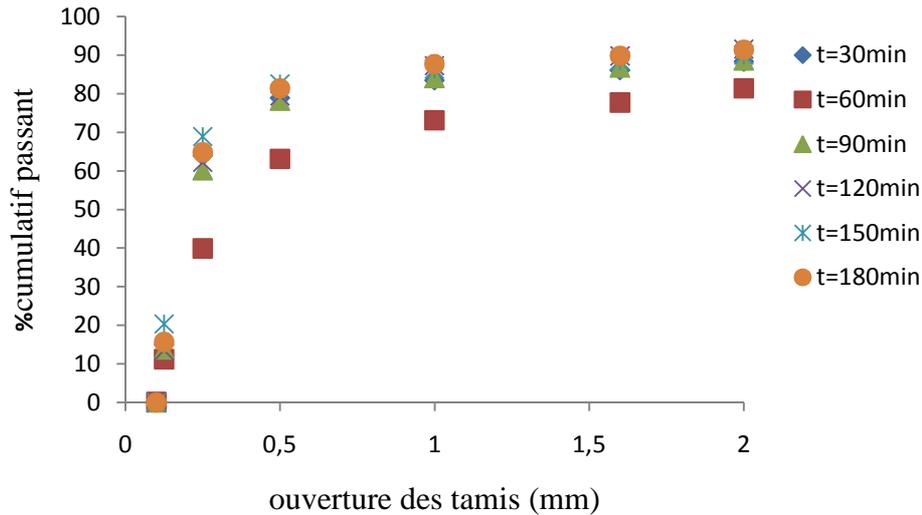


Figure IV.30 : Courbe granulométrique des échantillons de minerai après broyage à différents temps.

De ces résultats, on déduit que le % des fractions fines a augmenté significativement après broyage pour les échantillons E1, E2, E3, E4, E5 et E6 principalement. Ce qui confirme que dans le broyage rapide et humide (courte durée ou un broyage long (durée élevée) un phénomène apparait et perturbe l'augmentation de la finesse, cela est liée à la forte agglomération des grains entre eux, qui formes des particules assez cohésives. Ceci a été confirmé par les différentes observations de l'état des bols après chaque opération de broyage permettant d'évaluer l'état de recouvrement de leurs parois et des billes.

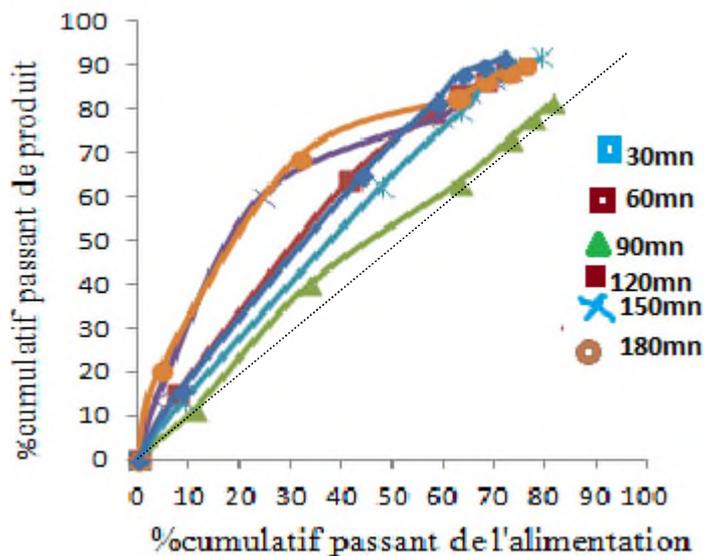


Figure VI.31: Variation de %cumulatif passant de produit en fonction de %cumulatif passant de l'alimentation à différents temps de broyage.

Chapitre IV. Résultats et discussions

De la figure précédente, on déduit que l'aire correspondant à la courbe granulométrique de % cumulatif passant de produit en fonction de % cumulatif passant de l'alimentation pour un broyage en voie humide à différentes périodes, a augmenté après un broyage de 180 mn expliqué par le déplacement de la courbe au dessus de la diagonale.

Tableau IV.63 : Diamètres caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon avant et après broyage pour t= 30 min

Diamètres (mm)	D ₈₀	D ₆₀	D ₅₀	D ₃₀	D ₁₀	R _R *
Avant broyage	>2	0,68	0,37	0,2	0.13	>3.28
Après broyage	0,61	0,24	0,22	0,17	<0,12	

$$* R_R = \frac{D_{80}}{d_{80}}$$

Tableau IV.64 : Diamètres caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon avant et après broyage pour t=60min

Diamètres (mm)	D ₈₀	D ₆₀	D ₅₀	D ₃₀	D ₁₀	R _R
Avant broyage	1.94	0.45	0.36	0.23	0.15	2.59
Après broyage	0.75	0.45	0.37	0.3	0.15	

Tableau IV.65 : Diamètres caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon avant et après broyage pour t =90min

Diamètres (mm)	D ₈₀	D ₆₀	D ₅₀	D ₃₀	D ₁₀	R _R
Avant broyage	>2	0,49	0,43	0,28	0.16	>3,13
Après broyage	0,64	0,24	0,22	0.16	<0 ,125	

$$** \bar{D}_{réf} = \frac{d_{10}+d_{30}+d_{50}}{3}$$

Tableau IV.66 : Diamètres caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon avant et après broyage pour t=120 min

Diamètres (mm)	D ₈₀	D ₆₀	D ₅₀	D ₃₀	D ₁₀	R _R
Avant broyage	>2	0,44	0,28	0,19	0.15	>3,64
Après broyage	0,55	0,24	0,22	0.17	Nd	

$$** \bar{D}_{réf} = \frac{d_{10}+d_{30}+d_{50}}{3}$$

Tableau IV.67 Diamètres caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon avant et après broyage pour t= 150min

Diamètres (mm)	D ₈₀	D ₆₀	D ₅₀	D ₃₀	D ₁₀	R _R
Avant broyage	>2	0,48	0,39	0,24	0.15	5
Après broyage	0,45	0,22	0,2	0.15	<0,125	

Tableau IV.68 : Diamètres caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon avant et après broyage pour t =180min

Diamètres (mm)	D ₈₀	D ₆₀	D ₅₀	D ₃₀	D ₁₀	R _R
Avant broyage	>2	0,65	0,35	0,19	0.13	>4,25
Après broyage	0,47	0,24	0,21	0.16	<0,125	

➤ **Les coefficients caractéristiques**

- **Coefficient de Hazan (d'uniformité) C_u et de courbure C_c**

$$C_u = \frac{d_{60}}{d_{10}}$$

$$C_c = \frac{(d_{30})^2}{d_{10} \times d_{60}}$$

Tableau IV.69 : Coefficients caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon (C_c et C_u) avant et après broyage pour t = 30min

Coefficients caractéristiques	C _c *	C _u **
Avant broyage	0,45	5,23
Après broyage	< 1,39	> 1,92

Chapitre IV. Résultats et discussions

** D'après les résultats le d_{10} n'est pas défini pour cela on le prend approximativement supérieur à 4mm d'où la valeur estimée de C_u sera :

$$C_u > \frac{d_{60}}{d_{10}} \text{ *de même } C_c < \frac{(d_{10})^2}{d_{10} \times d_{60}}$$

Conclusion : La granulométrie est étalée, mal graduée (continuité mal répartie) avant broyage, elle est serrée et bien graduée (continuité bien répartie), donc on passe d'une granulométrie étalée à une granulométrie serrée et une bonne répartition des grains, ce qui favorise une rupture des grains plus élevée.

➤ **Les coefficients caractéristiques**

- **Coefficient de Hazan (d'uniformité) C_u et de courbure C_c**

$$C_u = \frac{d_{60}}{d_{10}}$$

$$C_c = \frac{(d_{30})^2}{d_{10} \times d_{60}}$$

Tableau IV.70 : Coefficients caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon (C_c et C_u) avant et après broyage pour $t=60\text{min}$

Coefficients caractéristiques	C_c	C_u
Avant broyage	0.78	3
Après broyage	1.33	3

Conclusion : Les résultats obtenus montrent que la granulométrie est étalée, mal graduée (continuité mal répartie) avant broyage, elle est étalée et bien graduée (continuité bien répartie) après le broyage, ce qui conduit à une bonne distribution des forces inter-granulaire et moins de cassure, d'où une bonne répartition des grains.

➤ **Les coefficients caractéristiques**

- **Coefficients de Hazan (d'uniformité) C_u et de courbure C_c**

$$C_u = \frac{d_{60}}{d_{10}}$$

$$C_c = \frac{(d_{30})^2}{d_{10} \times d_{60}}$$

Tableau IV.71 : Coefficients caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon (Cc et Cu) avant et après broyage pour t= 90min

Coefficients caractéristiques	Cc*	Cu**
Avant broyage	1	3,06
Après broyage	<1,003	> 1,83

** D'après les résultats le d_{60} n'est pas définit pour cela on le prend approximativement supérieur à 4mm d'où la valeur estimée de Cu sera :

$$C_u > \frac{d_{60}}{d_{10}} \quad \text{*de même} \quad C_c < \frac{(d_{10})^2}{d_{10} \times d_{60}}$$

Conclusion : Les résultats trouvés montrent que la granulométrie est étalée, mal graduée avant broyage, elle est devenue serrée et bien graduée (continuité bien répartie) après broyage ce qui montre l'écrasement des grains et une bonne répartition des grains.

➤ **Les coefficients caractéristiques**

- **Coefficients de Hazan (d'uniformité) C_u et de courbure C_c**

$$C_u = \frac{d_{60}}{d_{10}}$$

$$C_c = \frac{(d_{30})^2}{d_{10} \times d_{60}}$$

Tableau IV.72 : Coefficients caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon (Cc et Cu) avant et après broyage pour t =120min

Coefficients caractéristiques	Cc*	Cu**
Avant broyage	0,55	2,93
Après broyage	<1,003	> 2

** D'après les résultats le d_{10} n'est pas définit pour cela on le prend approximativement inférieur à 0,12mm d'où la valeur estimée de Cu sera :

$$C_u > \frac{d_{60}}{d_{10}} \quad \text{*de même} \quad C_c < \frac{(d_{30})^2}{d_{10} \times d_{60}}$$

Conclusion : La courbe granulométrique avant broyage est étalée ainsi qu'une mauvaise répartition des grains et devenue serrée ainsi qu'une bonne répartition ce qui provoque un écrasement ou déformation des grains.

Les coefficients caractéristiques

- **Coefficients de Hazan (d'uniformité) C_u et de courbure C_c**

$$C_u = \frac{d_{60}}{d_{10}}$$

$$C_c = \frac{(d_{30})^2}{d_{10} \times d_{60}}$$

Tableau IV.73 : Coefficients caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon (C_c et C_u) avant et après broyage pour $t= 150\text{min}$

Coefficients caractéristiques	C_c^*	C_u^{**}
Avant broyage	0,8	3,2
Après broyage	<0,85	> 1,83

** D'après les résultats le d_{10} et d_{60} ne sont pas définis pour cela on les prend approximativement inférieur à 0,12 mm et supérieur à 2mm d'où la valeur estimée de C_u sera :

$$C_u > \frac{d_{60}}{d_{10}} \quad \text{de même} \quad C_c < \frac{(d_{30})^2}{d_{10} \times d_{60}}$$

Conclusion : La granulométrie est étalée, mal graduée (continuité mal répartie) avant le broyage et serrée mal graduée (continuité mal répartie) après broyage, une mauvaise répartition des grains ce qui justifie par un écrasement des grains.

➤ **Les coefficients caractéristiques**

- **Coefficients de Hazan (d'uniformité) C_u et de courbure C_c**

$$C_u = \frac{d_{60}}{d_{10}}$$

$$C_c = \frac{(d_{30})^2}{d_{10} \times d_{60}}$$

Tableau IV.74 : Coefficients caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon (C_c et C_u) avant et après broyage pour $t = 180\text{min}$

Coefficients caractéristiques	C_c^*	C_u^{**}
Avant broyage	0,43	5
Après broyage	<0,89	> 2

Chapitre IV. Résultats et discussions

** D'après les résultats le d_{10} et le d_{60} ne sont pas définis pour cela on les prend approximativement inférieur à 0,12mm et supérieur à 2mm d'où la valeur estimée de C_u sera :

$$C_u > \frac{d_{60}}{d_{10}}, \text{ de même } C_c < \frac{(d_{30})^2}{d_{10} \times d_{60}}$$

Conclusion : Les résultats obtenus avec ce paramètre sont stables, il y a toujours étalement avant et après broyage, donc une meilleure redistribution des forces inter-granulaire alors moins de cassure des grains et une mal répartition.

Tableau. IV.75. Récapitulatif des coefficients granulaires en fonction du temps de broyage (min)

Temps de broyage (min)	C_c (Avant/Après)	C_u (Avant /après)	Granulométrie
30	0,45/<1,39	5,23/>1,92	Étalée et bien graduée
60	0,78/ <1.33	3/3	//
90	1 / <1.003	3,06/>1,83	//
120	0,55/<1.003	2,93/>2	//
150	0,8/<0,85	3,2/>1,83	//
180	0,43/<0,89	5/>2	//

IV.2.3. Influence du temps de broyage sur l'énergie consommée

Tableau IV.75 : Résultats d'énergie consommée à différents temps de broyage

T (min)	M(g)	D_{80}	d_{80}	R_R	W (kwh)	E (wh/kg)
30	126,32	>2	0,61	>3,28	2,58	2374,92
60	126,79	1,94	0,75	2,59	1,51	4743,45
90	125,93	>2	0,64	>3,13	1,88	7146,82
120	126,07	>2	0,55	>3,64	2,22	9518,52
150	124,53	>2	0,4	5	3,02	12045,29
180	126,77	>2	0,47	>4,26	2,59	14225,87

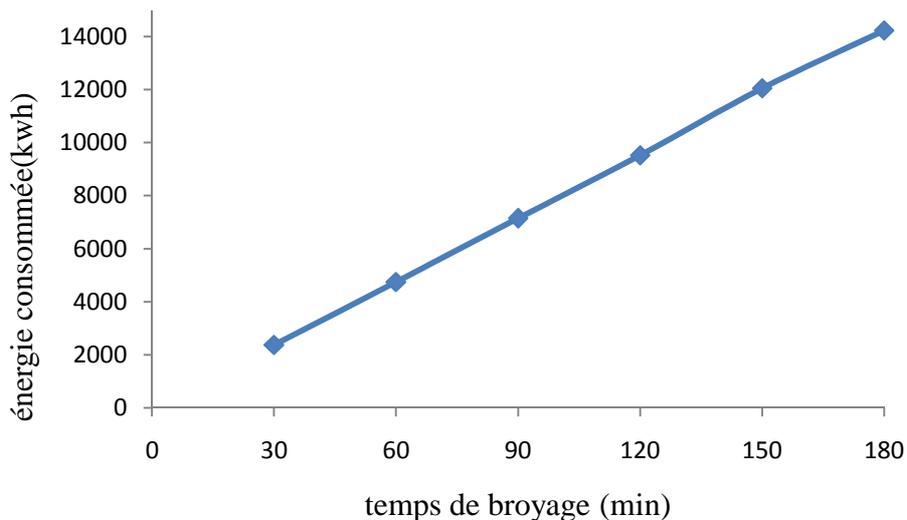


Figure IV.32. Courbe de l'énergie consommée en fonction du temps de broyage (min)

Conclusion : la courbe de l'énergie est une droite qui ne passe pas par l'origine, et en augmentation. En augmentant le temps de broyage

Tableau IV.76. Résultats des diamètres équivalents et la surface spécifique

Temps (min)	/	d_v	$d_{s/v}$	S_0	ΔS
30	avant	0,308	0,279	21,51	11,46
	après	0,265	0,182	32,97	
60	avant	0,502	0,557	10,77	12,22
	après	0,468	0,261	22,99	
90	avant	0,575	0,359	16,71	14,87
	après	0,275	0,190	31,58	
120	avant	0,312	0,212	28,30	3,79
	après	0,288	0,187	32,09	
150	avant	0,328	0,322	18,63	19,11
	après	0,238	0,159	37,74	
180	avant	0,295	0,265	22,64	11,45
	après	0,267	0,176	34,09	

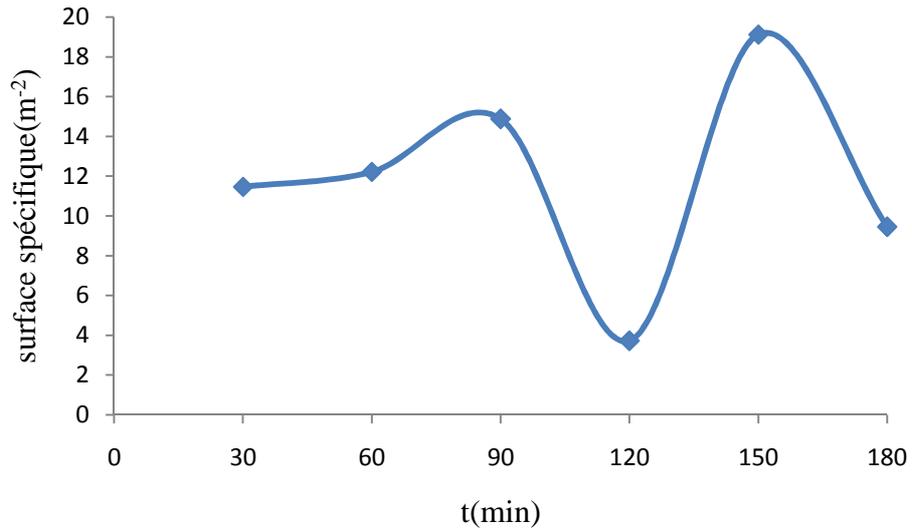


Figure IV.33. Variation de surface spécifique en fonction du temps de broyage (min)

Conclusion : la surface spécifique varie d'un temps à l'autre, et l'augmentation de la surface spécifique du au broyage long durée à 150min.

Tableau IV.77. Résultats de calcul de Grindabilité et coefficient énergétique à différents temps de broyage

T (min)	Δ_F	d_{80}	R	Gr	η
30	0,37	0,22	1,68	$1,38 \times 10^{-3}$	$4,82 \times 10^{-3}$
60	0,36	0,37	0,97	$2,02 \times 10^{-4}$	$2,57 \times 10^{-3}$
90	0,43	0,22	1,95	$4,37 \times 10^{-4}$	$2,08 \times 10^{-3}$
120	0,28	0,22	1,27	$3,81 \times 10^{-4}$	$3,9 \times 10^{-4}$
150	0,39	0,22	1,77	$3,68 \times 10^{-4}$	$1,58 \times 10^{-3}$
180	0,35	0,21	1,66	$2,99 \times 10^{-4}$	$6,64 \times 10^{-4}$

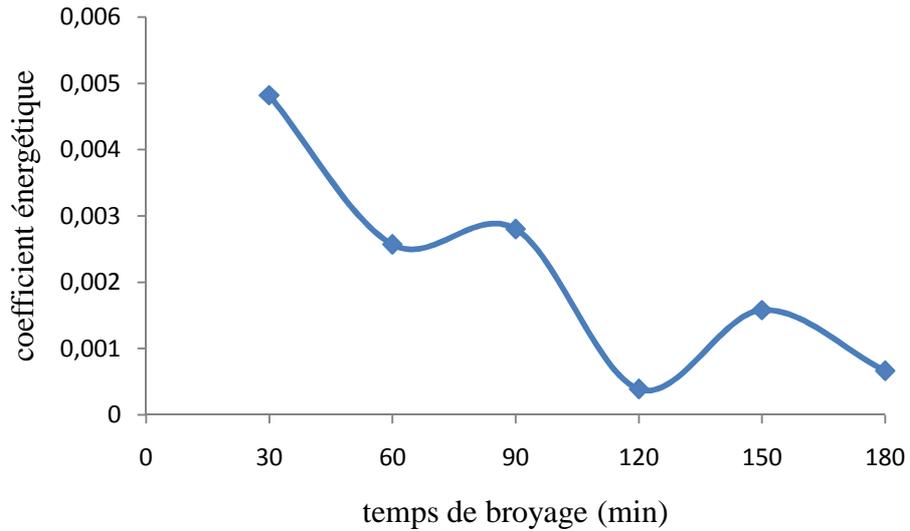


Figure IV.34. Courbe de coefficient énergétique en fonction du temps de broyage (min)

Conclusion : Le coefficient énergétique diminue en fonction du temps

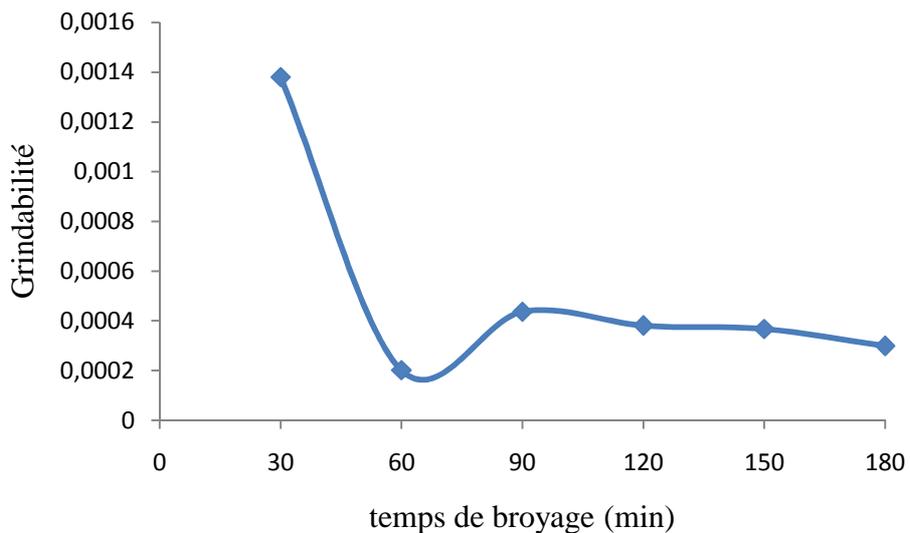


Figure IV.35. Courbe de Grindabilité en fonction du temps broyage (min)

3. Influence de la vitesse de broyage :

Pour étudier l'influence de la vitesse, des essais de broyage pendant 60 minutes à un rapport de masse φ_m 50% ont été réalisés avec différentes vitesses les résultats obtenus sont illustrés sur les tableaux suivants :

Chapitre IV. Résultats et discussions

Tableau IV.78. Analyse granulométrique des échantillons préparés avant broyage pour différents vitesses.

Ouverture des tamis (mm)	%cumulatif passant avant le broyage			
	115tr/min	140tr/min	160tr/min	180tr/min
2	79,47	88,31	83,27	84,16
1,6	74,81	84,68	79,3	79,61
1	69,98	80,01	74,73	73,79
0,5	64,62	73,66	67,94	67,16
0,25	53,6	62,17	56,67	57,28
0,125	13,32	15,5	14,45	14,49
<0,125	0,01	0,03	0,03	0
totale	/	/	/	/

Tableau IV.79. Analyse granulométrique des échantillons après broyage à différentes vitesses.

Ouverture des tamis (mm)	%cumulatif passant après le broyage			
	115tr/min	140tr/min	160tr/min	180tr/min
2	99,71	99,95	99,96	100
1,6	99,54	99,89	99,91	100
1	98,89	99,66	99,69	100
0,5	97,01	98,57	98,97	98,96
0,25	93	93,78	94,39	87,25
0,125	73,96	85,44	86,84	74,44
<0,125	0,03	0,03	0,02	0

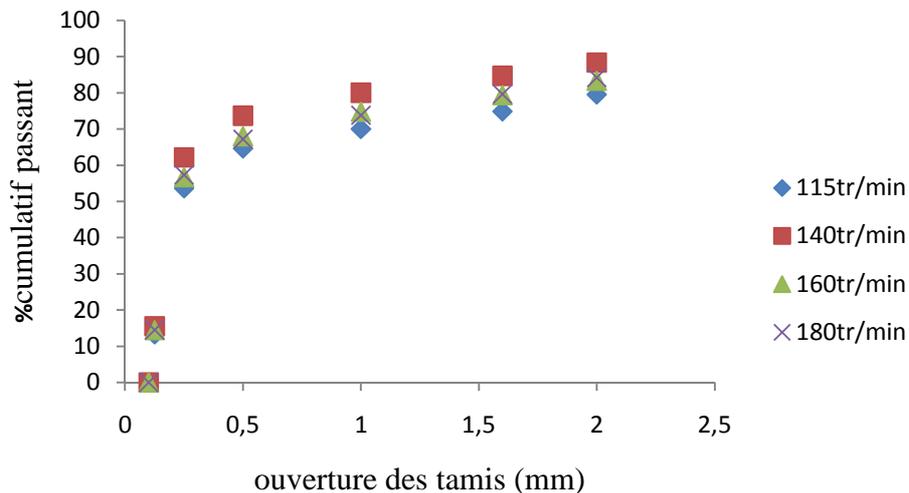


Figure IV .36. Courbe granulométrique des échantillons minerais avant broyage à différentes vitesses.

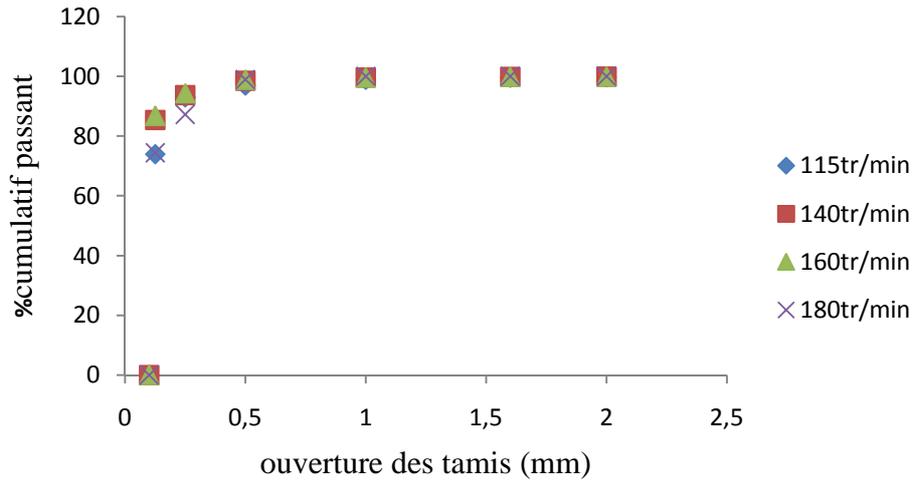


Figure IV.37. Courbe granulométrique des échantillons de minerai après broyage à différentes vitesses.

De ces résultats on conclut que la vitesse de broyage est un paramètre très important et très influençant sur l'efficacité de broyage et principalement à partir de $N_r = 115$ tr/mn jusqu'à 180 tr/mn ce qui constitue environ de 40% à 70% de la vitesse critique. Domaine d'utilisation par la majorité des industries. Dans cet intervalle le broyage est très efficace.

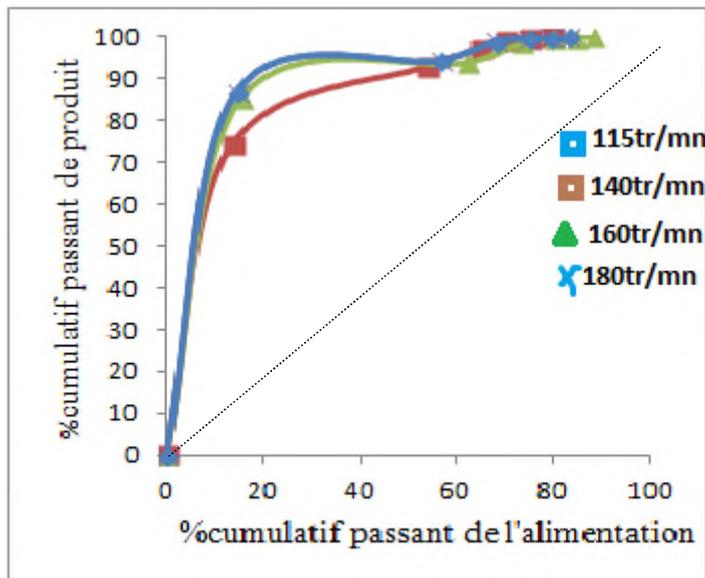


Figure IV.38. Courbes de %cumulatif passant de produit en fonction de %cumulatif passant de l'alimentation à différentes vitesses.

Chapitre IV. Résultats et discussions

Conclusion : La courbe ci-dessus montre que l'aire de la courbe granulométrique évolue par l'augmentation de la vitesse de 115 tr/mn à 180 tr/mn. L'importance de l'aire est due à l'efficacité de la fragmentation qui augmente par augmentation de la vitesse qui reste dans l'intervalle de valeur de vitesse autorisée au niveau des industries (de 40 à 70 % de la vitesse critique du broyeur).

Tableau IV.80. Diamètres caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon avant et après broyage pour $N_r = 115$ tr/min

Diamètres (mm)	D ₈₀	D ₆₀	D ₅₀	D ₃₀	D ₁₀	R _R
Avant broyage	>2	0,39	0,24	0,17	nd	12,5
Après broyage	0,16	nd	nd	nd	nd	

$$** \bar{D}_{ref} = \frac{d_{30} + d_{50}}{2}$$

$$R_R = \frac{D_{ref}}{d_{80}}$$

Tableau IV .81. Diamètres caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon avant et après broyage pour $N_r = 140$ tr/min

Diamètres (mm)	D ₈₀	D ₆₀	D ₅₀	D ₃₀	D ₁₀	\bar{D}_{ref}^{**}	R _R
Avant broyage	0,99	0,24	0,22	0,16	nd	0,19	>8,25
Après broyage	nd*	nd	nd	nd	nd	/	

$$** \bar{D}_{ref} = \frac{d_{30} + d_{50}}{2}$$

$$R_R > \frac{D_{80}}{d_{80}}$$

Tableau IV.82. Diamètres caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon avant et après broyage pour à $N_r = 160$ tr/min

Diamètres (mm)	D ₈₀	D ₆₀	D ₅₀	D ₃₀	D ₁₀	\bar{D}_{ref}^{**}	R _R
Avant broyage	1,68	0,33	0,22	0,17	nd	/	>14
Après broyage	nd*	nd	nd	nd	nd	/	

$$** \bar{D}_{ref} = \frac{d_{30} + d_{50}}{2}$$

$$R_R > \frac{D_{80}}{d_{80}}$$

Tableau VI.83. Diamètres caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon avant et après broyage à Nr =180tr/min

Diamètres (mm)	D ₈₀	D ₆₀	D ₅₀	D ₃₀	D ₁₀	$\bar{D}_{réf}^{**}$	R _R
Avant broyage	1,64	0,32	0,23	0,16	nd*	/	9,11
Après broyage	0,18	nd	nd	nd	Nd	/	

$$** \bar{D}_{réf} = \frac{d_{30} + d_{50}}{2}$$

$$R_R = \frac{D_{80}}{d_{80}}$$

➤ **Les coefficients caractéristiques**

- **Coefficients de Hazan (d'uniformité) C_u et de courbure C_c**

$$C_u = \frac{d_{60}}{d_{10}}$$

$$C_c = \frac{(d_{30})^2}{d_{10} \times d_{60}}$$

Tableau IV.84. Coefficients caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon (C_c et C_u) avant et après broyage pour Nr =115tr/min

Coefficients caractéristiques	C _c *	C _u **
Avant broyage	<0,62	3,25
Après broyage	<1	> 1

** D'après les résultats le d₁₀, d₆₀, d₃₀ ne sont pas définis pour cela on les prend approximativement inférieur à 0,12mm d'où la valeur estimée de C_u sera :

$$C_u > \frac{d_{60}}{d_{10}}$$

de même

$$C_c < \frac{(d_{30})^2}{d_{10} \times d_{60}}$$

Conclusion : L'étalement granulométrique avant broyage se traduit en une granulométrie serrée après broyage dans la même condition donc il y'a une rupture ou bien écrasement des grains, ainsi que une mauvaise répartition des grains.

➤ **Les coefficients caractéristiques**

- **Coefficients de Hazan (d'uniformité) C_u et courbure C_c**

$$C_u = \frac{d_{60}}{d_{10}}$$

$$C_c = \frac{(d_{30})^2}{d_{10} \times d_{60}}$$

Tableau IV.85. Coefficients caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon (Cc et Cu) avant et après broyage pour Nr =140tr/min

Coefficients caractéristiques	Cc*	Cu**
Avant broyage	<0,89	>2
Après broyage	<1	> 1

** D'après les résultats le d_{10} , d_{60} , d_{30} ne sont pas définis pour cela on les prend approximativement inférieurs à 0,12mm d'où la valeur estimée de Cu sera :

$$C_u > \frac{d_{60}}{d_{10}} \quad \text{de même} \quad C_c < \frac{(d_{30})^2}{d_{10} \times d_{60}}$$

Conclusion : La granulométrie est étalée, mal graduée (continuité mal répartie) avant broyage, elle est serrée et mal graduée (continuité mal répartie) après broyage donc écrasement ou rupture des grains et une mauvaise répartition.

➤ **Les coefficients caractéristiques**

- **Coefficients de Hazan (d'uniformité) C_u et de courbure C_c**

$$C_u = \frac{d_{60}}{d_{10}} \qquad C_c = \frac{(d_{30})^2}{d_{10} \times d_{60}}$$

Tableau IV.86. Coefficients caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon (Cc et Cu) avant et après broyage pour Nr = 160tr/min

Coefficients caractéristiques	Cc*	Cu**
Avant broyage	<0,73	>1,94
Après broyage	<1	> 1

** D'après les résultats le d_{10} , d_{60} , d_{30} ne sont pas définis pour cela on les prend approximativement inférieurs à 0,12mm d'où la valeur estimée de Cu sera :

$$C_u > \frac{d_{60}}{d_{10}} \quad \text{*de même} \quad C_c < \frac{(d_{30})^2}{d_{10} \times d_{60}}$$

Conclusion : On conclue que la granulométrie est étalée, mal graduée après broyage, elle est étalée et mal graduée après broyage, cela provoque une faible déformation avec un faible écrasement de grains et une mauvaise répartition des particules.

➤ **Les coefficients caractéristiques**

- **Coefficients de Hazan (d'uniformité) C_u et de courbure C_c**

$$C_u = \frac{d_{60}}{d_{10}}$$

$$C_c = \frac{(d_{30})^2}{d_{10} \times d_{60}}$$

Tableau IV. 88. Coefficients caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon (C_c et C_u) avant et après broyage pour $N_r = 180\text{tr/min}$

Coefficients caractéristiques	C_c^*	C_u^{**}
Avant broyage	<0,7	>2,66
Après broyage	<1	> 1

** D'après les résultats le d_{10} , d_{60} , d_{30} ne sont pas définis pour cela on les prend approximativement inférieur à 0,12mm d'où la valeur estimée de C_u sera :

$$C_u > \frac{d_{60}}{d_{10}} \text{ *de même } C_c < \frac{(d_{30})^2}{d_{10} \times d_{60}}$$

Conclusion : La granulométrie est étalée, mal graduée (continuité mal répartie) avant broyage, elle est serrée et mal graduée (continuité mal répartie), cela provoque une faible déformation avec un faible écrasement de grains et une mauvaise répartition.

Tableau IV.89. Récapitulatif des coefficients granulaires en fonctions de vitesse de broyage N_r (tr/mn).

$\varphi_m(\%)$	C_c (Avant/Après)	C_u (Avant /après)	Granulométrie
60	<1.89/<0.28	>21.05/28.57	étalée mal graduée
115	<0,62/<1	3,25/>1	bien gradue-continuité bien répartie
140	0.89/<1	>2/>1	étalée et mal graduée
160	<0.37/<1	>1,94/>1	serrée, et graduation mal réparti
180	<0.7/<1	>2,66/>1	bien graduée et plus au moins serrée

IV.2.3.1. Influence de l'énergie consommée à différents rapport de masse

Tableau IV.90. Résultats de l'énergie consommée à différentes vitesses de broyage (tr/min)

Nr (tr/min)	M (g)	D ₈₀ (µm)	d ₈₀ (µm)	W (Kwh)	E (Wh/kg)
115	125,5	>2	0,16	6,196	4780,87
140	125,3	0,99	<0,125	6,302	4788,5
160	124,95	1,68	<0,125	7,109	4801,92
180	125,16	1,64	0,18	5,448	4783,86

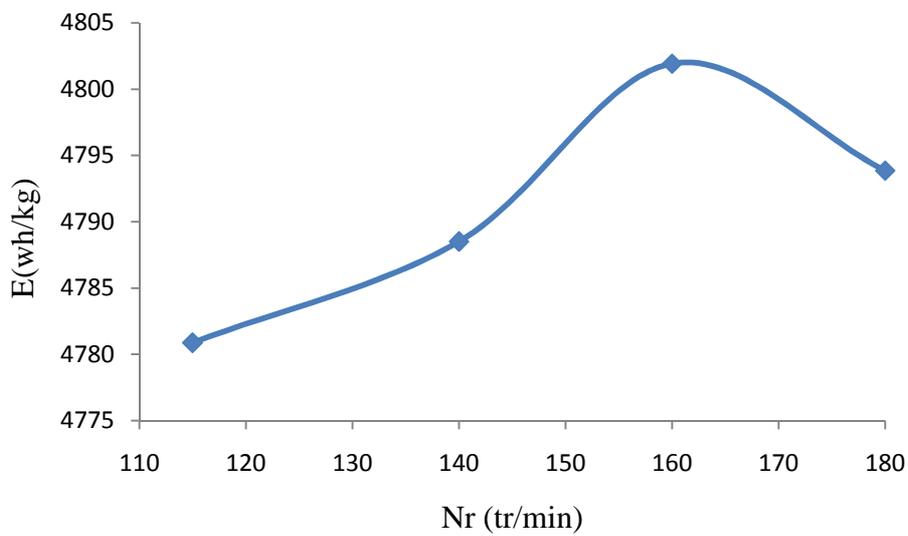


Figure IV.39. Courbe de l'énergie consommée en fonction de la vitesse de broyage (tr/min)

Tableau IV.91. Résultats de calcul des diamètres équivalents et la surface spécifique

vitesse	/	d _v	d _{s/v}	S ₀	ΔS
115	avant	0,312	0,212	28,30	49,62
	après	0,123	0,077	77,92	
140	avant	0,314	0,185	32,43	53,28
	après	0,099	0,070	85,71	
160	avant	0,316	0,201	29,85	57,11
	après	0,095	0,069	86,96	
180	avant	0,334	0,199	30,15	47,77
	après	0,122	0,077	77,92	

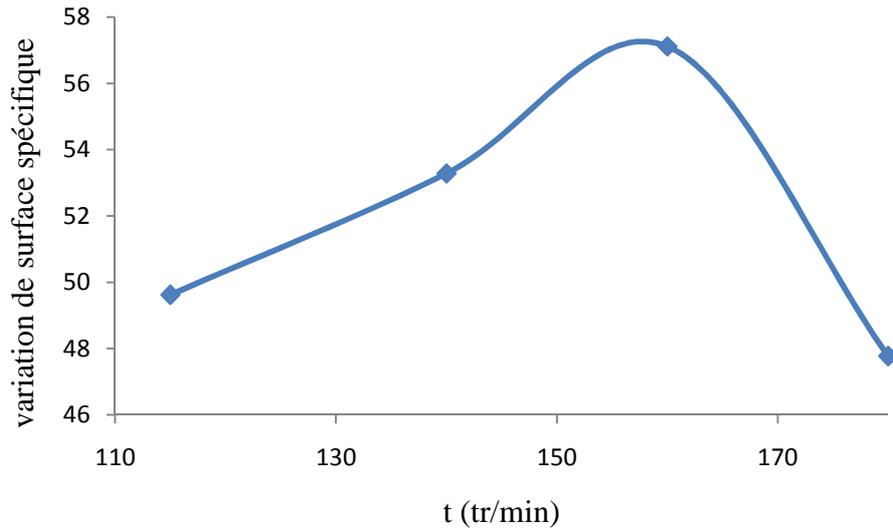


Figure IV.40. Courbe de variation de surface spécifique en fonction vitesse de broyage (tr/min)

Tableau IV.92. Résultats de calcul de Grindabilité et le coefficient énergétique.

Nr (tr/mn)	Δ_F	d_{80}	Ratio	Gr	η
115	0,24	<0,125	<1,92	$4,02 \times 10^{-4}$	$1,04 \times 10^{-2}$
140	0,22	<0,125	<1,76	$3,7 \times 10^{-4}$	$1,1 \times 10^{-2}$
160	0,22	<0,125	<1,76	$3,66 \times 10^{-4}$	$1,18 \times 10^{-2}$
180	0,23	<0,125	<1,84	$3,8 \times 10^{-4}$	$9,96 \times 10^{-3}$

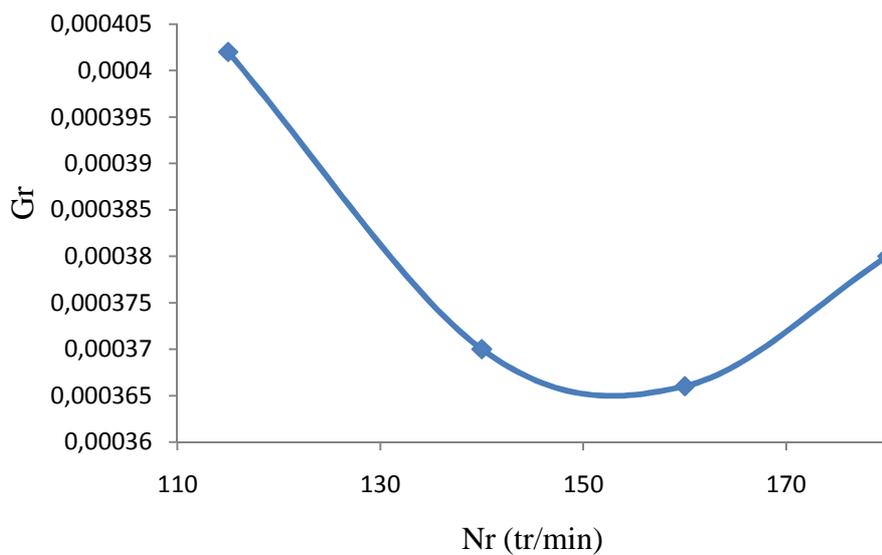


Figure IV.41. Variation de la Grindabilité en fonction de la vitesse de broyage (tr/min).

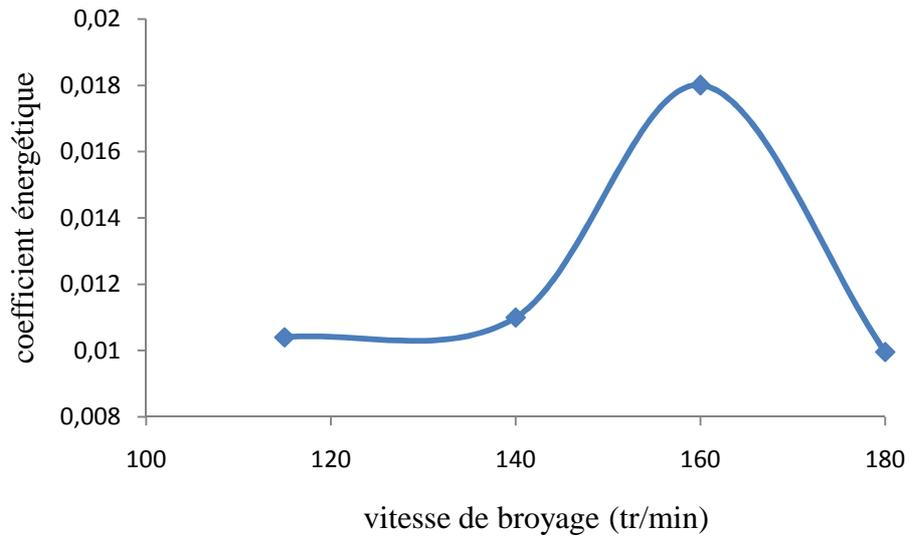


Figure IV.42. Variation du coefficient énergétique en fonction de vitesse de broyage (tr/min).

Conclusion : L'énergie consommée (E) varie en fonction du vitesse de broyage comme le montre la figure (IV.42) la plus importante est celle de la vitesse de , donc on peut déduire que, quand on augmente la masse de minerai l'énergie diminue

CHAPITRE V

CARACTERISATION MINERALOGIQUE ET TEXTURALE

V.1.Introduction

Cette partie est consacrée à traiter les résultats obtenus par les différentes méthodes d'analyse et de caractérisation sur les échantillons de phosphates qui consiste en :

- La diffraction des rayons X (DRX) ;
- La méthode volumétrique (BET) ;

V.2.Caractérisation minéralogique

L'analyse minéralogique a pour objet l'identification et le dosage de minéraux. Son Processus est très différent de celui de l'analyse chimique qui ne donne que la composition élémentaire des matériaux exprimés en oxyde, et de ce fait n'apporte pas de renseignement sur le mode de combinaison des éléments. L'analyse minéralogique moderne a par conséquent recours à un ensemble de moyens instrumentaux, chacun d'eux permettant de plus au moins prés tell ou tell caractéristique spécifique de chaque minéral présent dans les mélanges. En effet, un minérale peut être caractérisé par :

- Sa structure cristalline (répartition des atomes dans les réseaux géométriques qui est mise en évidence grâce au diagramme de monocristaux par diffraction des rayons X (DRX) ;
- Son réseau cristallin qui peut être extrait des diffractomètres des rayons X ;
- Sa teneur dans un mélange qui peut être dosé dans certains cas par diffractométrie quantitative de rayon X par des méthodes dites de l'étalon interne des rayons X ;
- La mesure de la surface spécifique passe par la détermination de la capacité d'adsorption des produits étudiés(BET) ;

V.3.Analyse minéralogique par diffraction de rayons

La diffraction des rayons X permet une identification précise des minéraux, cette méthode demeure indispensable dans le cas de roches et de minéraux à grain très fin. Toutefois, son emploi peut être difficile lorsque la roche comprend de nombreux minéraux.

Il ressort des résultats du minerai de phosphate brut la présence des éléments phosphatés et des éléments de la gangue.

Chapitre V. Caractérisation minéralogique et texturale

Tableau V.1 : Composition minéralogique par DRX du minerai de phosphate brut

Référence	nom	Formule chimique	Numéro de pic
00-002-0845	Fluorapatite	$(\text{CaF}) \text{Ca}_4 (\text{PO}_4)_3$ $\text{CaF}_2 \cdot 3\text{Ca}_3 (\text{PO}_4)_2$	1
00-009-0432	Hydroxylapatite	$\text{Ca}_5 (\text{PO}_4)_3 (\text{OH})$	2
00-034-0517	Dolomite-syn	$\text{Ca} (\text{Mg}, \text{Fe}) (\text{CO}_3)_2$	3
00-034-0010	Hydroxylfluorapatite	$\text{Ca}_5 (\text{PO}_4)_3 (\text{OH})$	4

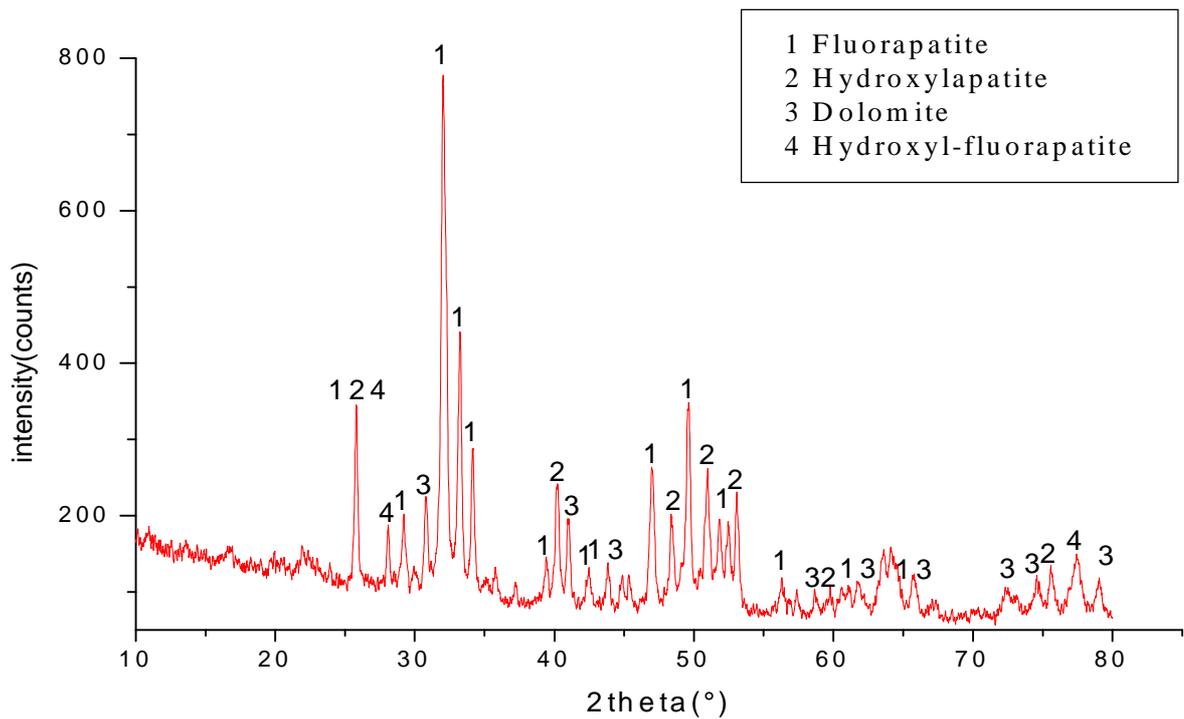


Figure V.1 : Diffractogramme des rayons X du phosphate brut

Chapitre V. Caractérisation minéralogique et texturale

Le spectre de la figure fait ressortir les minéraux suivants : Fluorapatite, Hydroxylapatite, Hydroxylfluorapatite, comme principaux minéraux, présents en quantité importantes avant le broyage nommée par (1), (2), (4), sur le spectre d'intensité différentes, la plus importantes est celle de fluorapatite presque à 800, accompagnés de la Dolomite comme élément de la gangue à différentes intensités nommée par (3) sur le spectre.

Tableau V.2 : Composition minéralogique par DRX de phosphate noir après broyage sec à t=60min.

Référence	Nom	Formule chimique	Numéro de pic
00-003-0736	Fluorapatite	$\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{F}$	1
00-047-1758	Hydroxylapatite -plumboan	$(\text{Ca}, \text{Pb})_{10}(\text{PO}_4, \text{CO}_3)_6(\text{OH}, \text{F}, \text{Cl})_{2.56} \cdot 1.5\text{H}_2\text{O}$	2
00-034-0517	Dolomite-ferroan	$\text{Ca}(\text{Mg}, \text{Fe})(\text{CO}_3)_2$	3
00-015-0100	Carbonate-Hydroxylapatite	$(\text{Ca}, \text{Mg}, \text{Na}, \text{H}_3)_5(\text{P}, \text{C})_3\text{O}_{12}(\text{OH}, \text{F}, \text{Cl})$	4

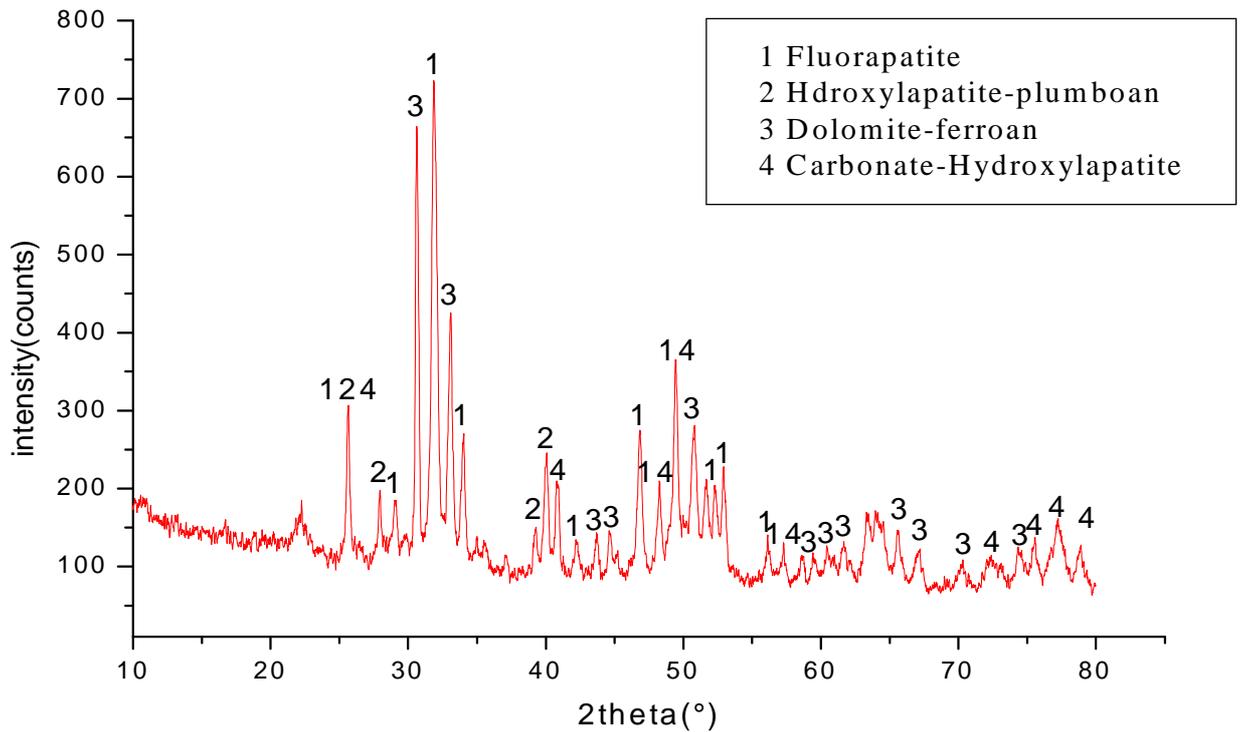


Figure V.2 : Diffractogramme des rayons X de phosphate noir après broyage sec à t=60min.

Le spectre de la figure **V.2**, nous informe sur la présence des minéraux suivants : Fluorapatite, Hydroxylapatite-plumboan, Carbonate-Hydroxylapatite comme principaux minéraux en grand quantité, et la Dolomite-ferroan comme minéral de la gangue, on remarque qu’après le broyage à t = 60min l’intensité de pic de la Dolomite a augmenté ce qui provoque sa présence et sa libération pendant le broyage.

Tableau V.3 : composition minéralogique de minerai après broyage sec à Nr=160tr/min.

Référence	nom	Formule chimique	Numéro de pic
00-021-0145	Carbonatehydroxylapatite	$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_5\text{CO}_3(\text{OH})\text{F}$	1
00-034-0517	Dolomite,ferroan	$\text{Ca}(\text{Mg,Fe})(\text{CO}_3)_2$	2
00-003-0569	Calcite	CaCO_3	3
00-009-0432	Hydroxylapatite,syn	$\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH})$	4

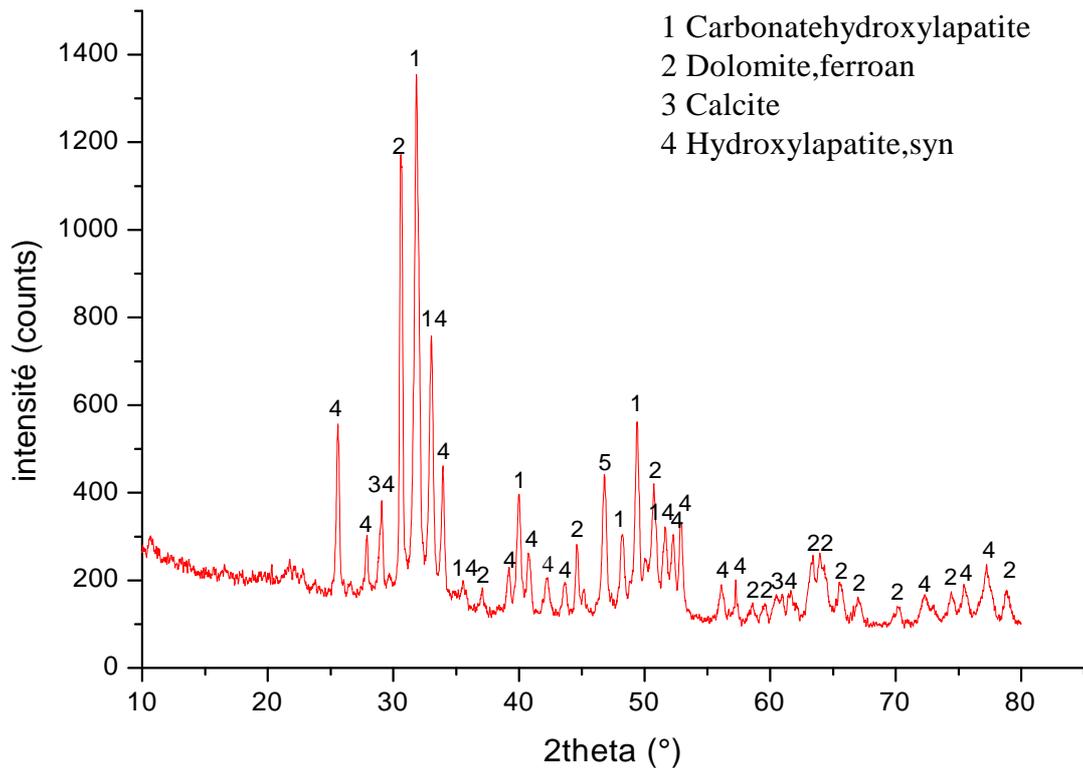


Figure V.3 : Diffractogramme des rayons X de phosphate noir après broyage sec à Nr=160tr/min.

Le spectre de la figureV.3, nous informe sur la présence des minéraux suivants : Carbonatehydroxylapatite-plumboan, hydroxylapatite comme principaux minéraux en grand quantité, et la Dolomite-ferroan, calcite comme minéraux de la gangue, on remarque qu’après le broyage sec à Nr = 160tr/min l’intensité de pic de la Dolomite a augmenté ce qui provoque sa présence et sa libération pendant le broyage.

Tableau V.4 : Composition minéralogique de phosphate noir après broyage humide à $\varphi_m = 30\%$.

Référence	Nom	Formule chimique	Numéro de pic
00-031-0267	Carbonatefluorapatite	$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_5\text{CO}_3\text{F}_{1.5}(\text{OH})_{0.5}$	1
00-034-0517	Dolomite,ferroan	$\text{Ca}(\text{Mg}, \text{Fe})(\text{CO}_3)_2$	2
00-003-0747	Hydroxylapatite	$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$	3
00-034-0011	Fluorapatite,syn	$\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{F}$	4

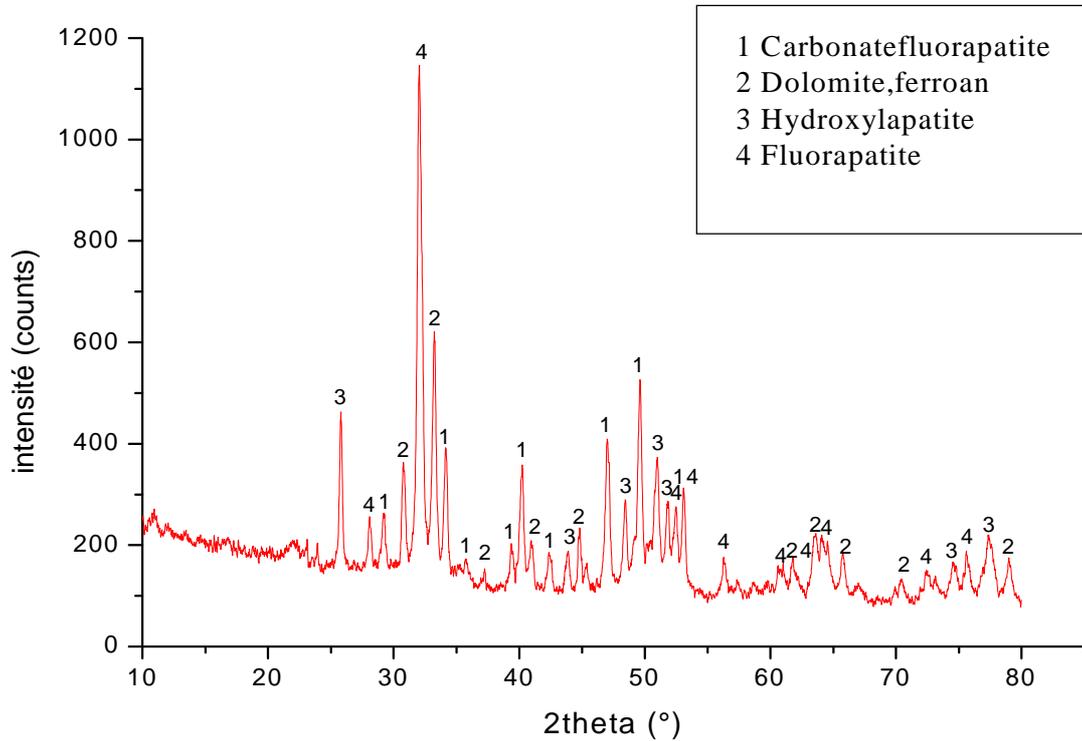


Figure V.4 : Diffractogramme des rayons X de phosphate noir après broyage humide à $\varphi_m = 30\%$.

Le spectre de la figure fait ressortir les minéraux suivants : Carbonatefluorapatite, Hydroxylapatite, fluorapatite, comme principaux minéraux, présents en quantité importantes nommée par (1), (3), (4), sur le spectre de différentes intensités la plus importante est celle de Fluorapatite de 1200 tout ça montre que le rapport massique minerai/boulets en voie sèche a une importance sur la les caractéristique minéralogique de minerai de phosphate noir, accompagnés de la Dolomite comme élément de la gangue.

Tableau V.5. Composition minéralogique de phosphate noir après broyage humide à t=60min.

Référence	Nom	Formule chimique	Numéro de pic
00-021-0141	Carbonate-fluorapatite	$Ca_{10}(PO_4)_5CO_3F_{1.5}(OH)_{0.5}$	1
00-034-0517	Dolomite,ferroan	$Ca (Mg, Fe)(CO_3)_2$	2
00-009-0432	Hydroxylapatite,syn	$Ca_5(PO_4)_3(OH)$	3
00-004-0697	Carbonate- apatite	$Ca_{10}(PO_4, CO_3OH)_6(OH)$	4

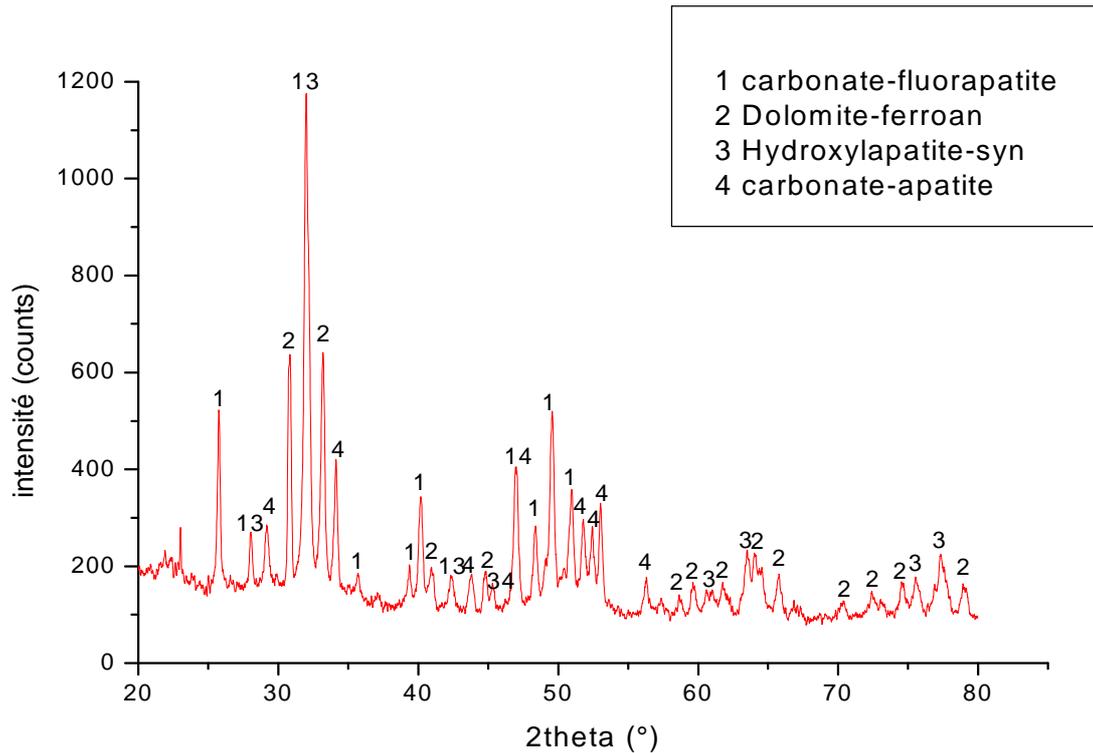


Figure V.5 : Diffractogramme des rayons X de phosphate noir après broyage humide à t=60min.

Le spectre de la figure fait ressortir les minéraux suivants : Carbonatefluorapatite, Hydroxylapatite, fluorapatite, comme principaux minéraux, présents en quantité importantes nommée (1), (2), (3), sur le spectre en différentes intensités, la plus importante et celle de carbonatefluorapatite et de l’hydroxylapatite, elle est presque de 1200 ce qui montre que le temps de broyage en voie humide influe sur la composition minéralogique de minerai accompagnés de la Dolomite comme élément de la gangue,

Tableau V.6 : Composition minéralogique de l’échantillon après broyage humide à Nr=140tr/min.

Référence	Nom	Formule chimique	Numéro de pic
00-0-21-0141	Carbonatefluorapatite	$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_5\text{CO}_3\text{F}_{1,5}(\text{OH})_{0,5}$	1
00-036-0426	Dolomite	$\text{Ca, Mg} (\text{CO}_3)_2$	2
00-009-0432	Hydroxylapatite	$\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH})$	3
00-002-0623	Calcite	CaCO_3	4

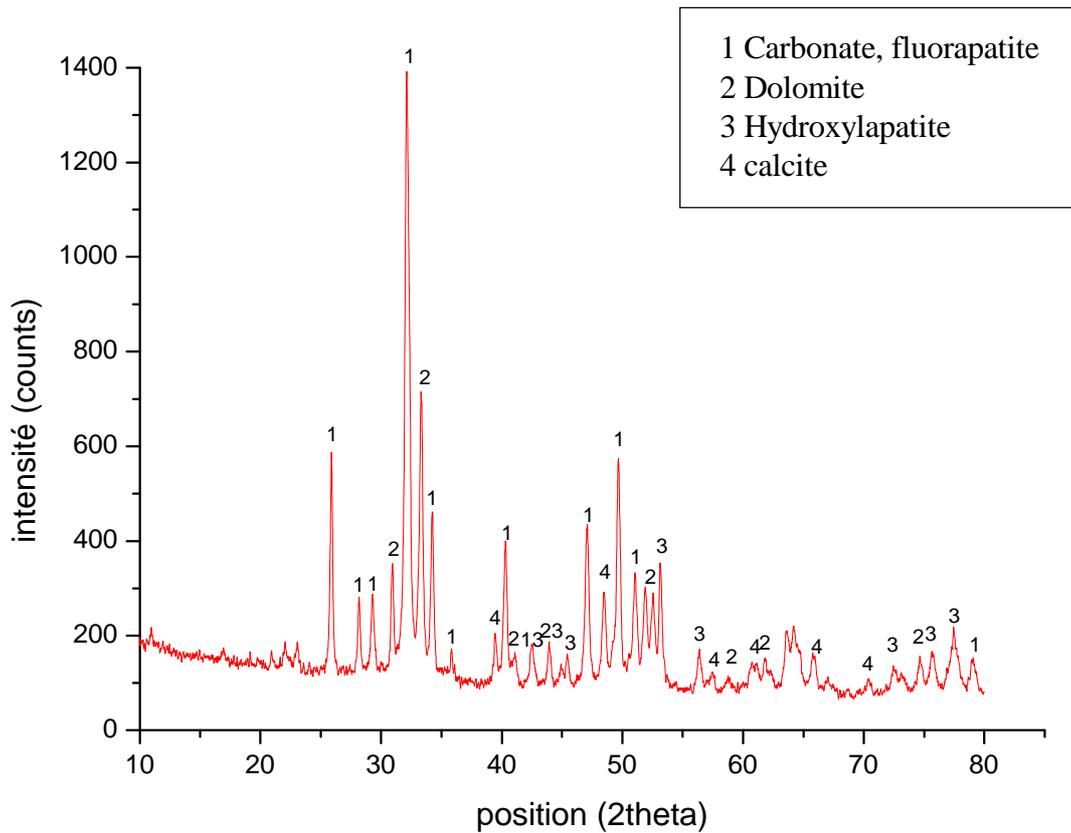


Figure V.6 : Diffractogramme des rayons X de l'échantillon après broyage humide Nr=140tr/min.

Le spectre de la figure fait ressortir les minéraux suivants : Carbonatefluorapatite, hydroxylapatite, comme principaux minéraux, présents en quantité importantes nommée par (1), (3) sur le spectre leurs intensités varies, et la plus importante est celle de carbonatefluorapatite elle est presque de 1400 ce qui montre que la vitesse de broyage influe sur la minéralogie de matériau, accompagné de la Dolomite comme élément de la gangue.

Tableau V.7 : Composition minéralogique de l'échantillon après broyage humide $a\varphi = 30\%$.

Référence	Nom	Formule chimique	Numéro de pic
00-036-0426	Dolomite	C, Mg (CO ₃) ₂	1
00-031-0267	Carbonatefluorapatite	Ca ₁₀ (PO ₄) ₅ CO ₃ F _{1,5} (OH) _{0,5}	2
00-034-0010	Hydroxylfluoroxylapatite	Ca ₅ (PO ₄) ₃ (OH)	3
00-019-072	Carbonatehydroxylapatite	Ca ₁₀ (PO ₄) ₃ (CO ₃) ₃ (OH)	4

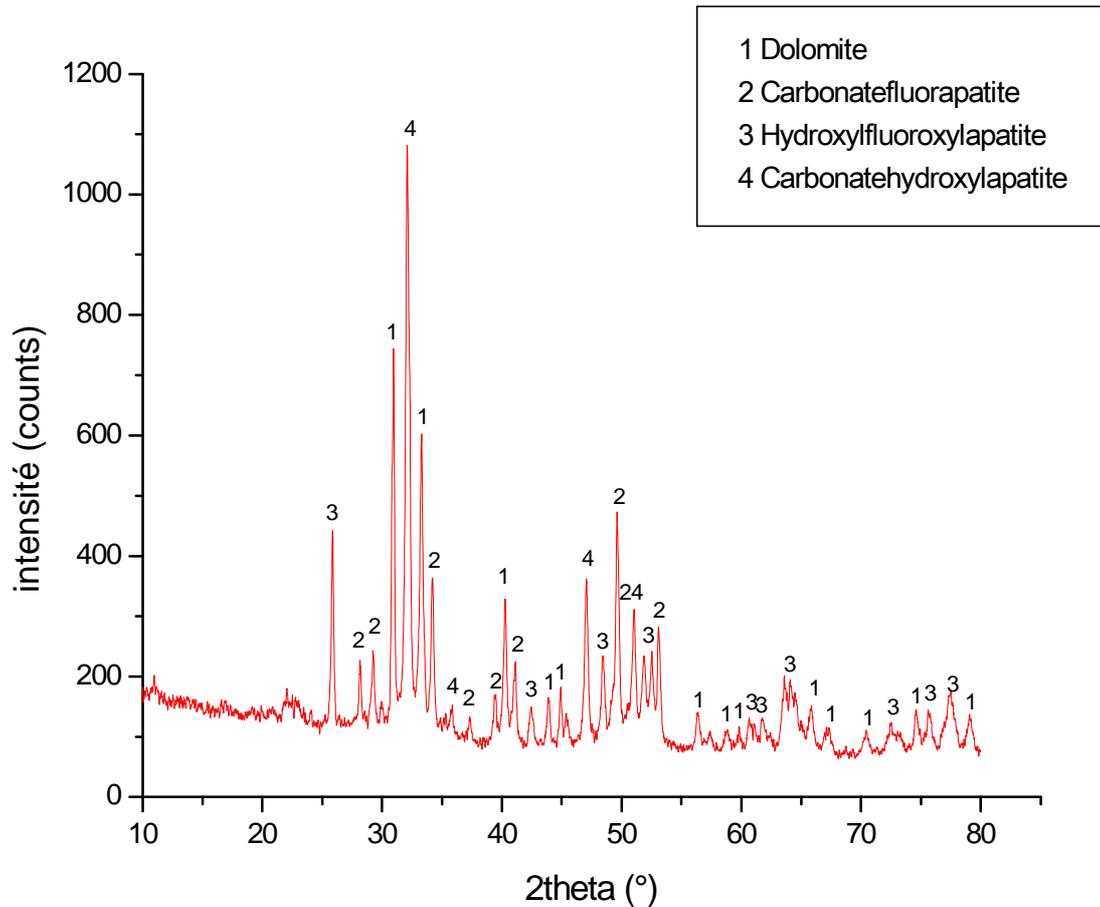


Figure V.7 : Diffractogramme des rayons X pour l'échantillon de rapport de masse minéral/boulets $\varphi = 30\%$.

Le spectre de la figure fait ressortir les minéraux suivants : Carbonatefluorapatite, Hydroxylfluoroxylapatite et carbonatehydroxylapatite comme principaux minéraux, présents en quantité importantes nommée par (2), (3),(4), sur le spectre leurs intensités varient, et la plus importante est celle de carbonatehydroxylapatite elle est presque de 1200 ce qui montre le rapport massique minéral/boulets de broyage en voie humide influe sur les caractéristiques minéralogiques de matériau, accompagné de la Dolomite comme élément de la gangue.

V.4. Caractérisation texturale

La caractérisation de la texture des matériaux repose essentiellement sur les isothermes d'adsorption et de désorption de l'azote à sa température de liquéfaction (77,35 K).

Rappelons que la texture d'un solide peut être définie par sa surface spécifique, son volume poreux, la forme et la taille de ces pores ainsi que la distribution poreuse.

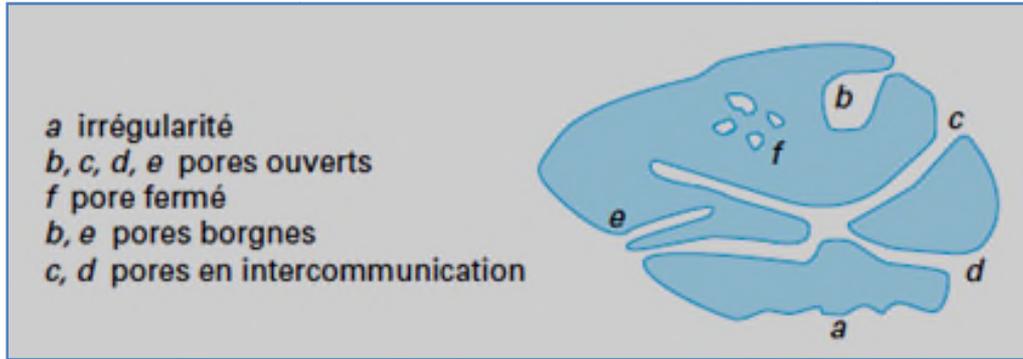


Figure V.8: Schéma d'un grain poreux

Dans tout les cas l'accessibilité des pores ouverts à un fluide (gazeux ou liquide) dépend du rapport de la taille de la molécule à l'ouverture de celui-ci.

L'étendu de l'interface existant entre un solide poreux et une phase fluide doit tenir compte de l'aire latérale de tous les pores : celui-ci est appelée surface interne par opposition à la surface externe qui est, par définition, l'enveloppe des particules. La somme de la surface externe et de la surface interne est la surface totale.

Les propriétés d'un solide poreux dépendent essentiellement de la géométrie et de la taille des pores ainsi que leur distribution. Traditionnellement, on distingue trois types de pores :

- Les macropores dont la largeur est supérieure à 50 nm
- Les mésopores dont la largeur est comprise entre 2 et 50 nm
- Les micropores dont la largeur est inférieure = 2 nm

V.4.1. Isothermes d'adsorption et de désorption d'azote à 77,35 K

L'allure des isothermes d'adsorption est une, parmi les indicateurs des formes et des caractéristiques texturales des matériaux solides. C'est une donnée expérimentale objective qui doit être tout d'abord prise en considération avant de tenter d'obtenir des informations quantitatives.

Les isothermes d'adsorption-désorption d'azote sont tracées, pour l'adsorbant de phosphate noir de Kef Essennoune, en reportant le volume adsorbé par gramme d'adsorbant en fonction de la pression relative.

Les résultats obtenus sont tracés sur les figures ci-dessous :

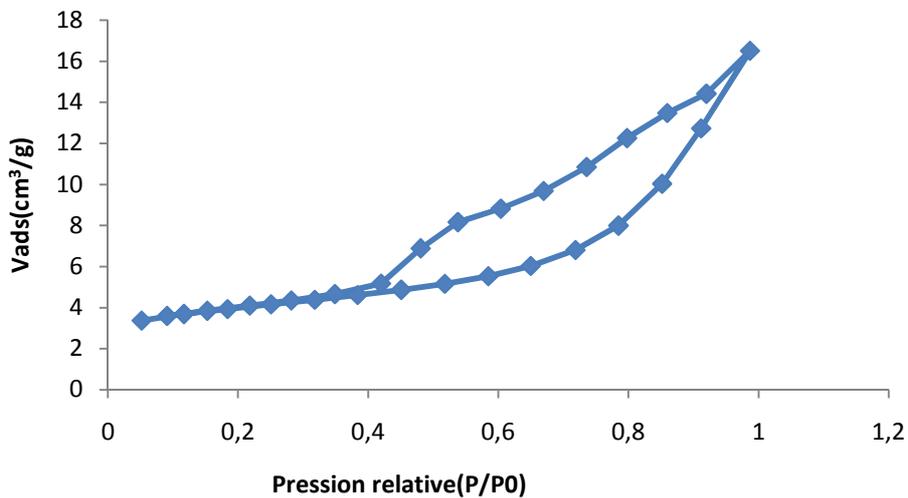


Figure V.9: Isotherme d'adsorption-désorption d'azote par le phosphate noir brut avant le broyage.

La boucle d'hystérésis est observée avec des solides composés d'agrégats de particules plates ou contenant des pores en fente.

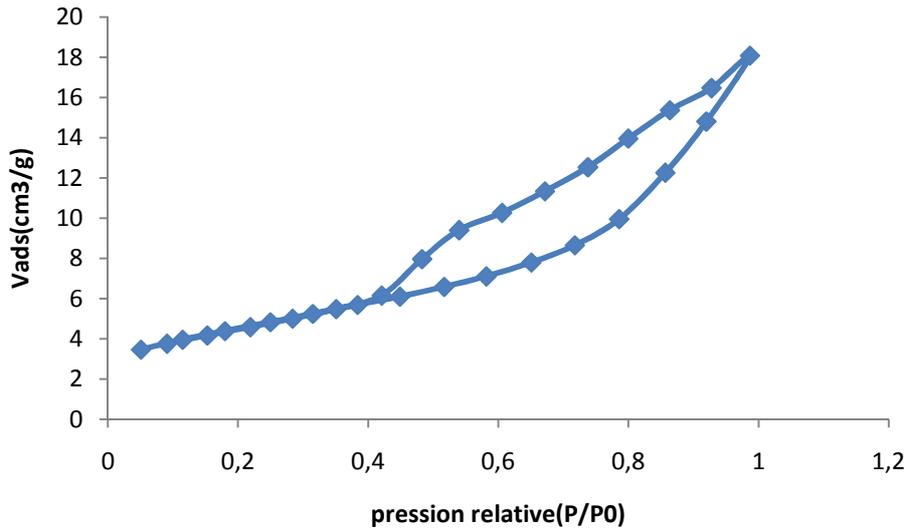


Figure.10 : Isotherme d'adsorption-désorption d'azote par le phosphate

Noir brut après le broyage sec.

La boucle d'hystérésis est observée avec des solides composés d'agrégats de Particules plates ou contenant des pores en fente.

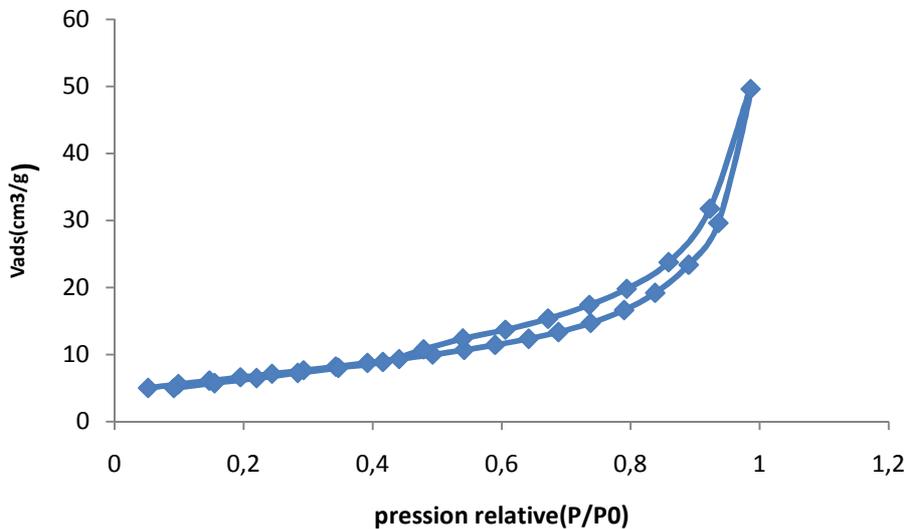


Figure V.11 : Isotherme d'adsorption-désorption d'azote par le phosphate

Noir après le broyage humide.

Les isothermes d'adsorption de gaz azote, obtenues sur les deux matériaux s'apparentent au type IV de la classification de l'IUPAC. Ce type d'isotherme est obtenu avec des adsorbants mésoporeux dont le rayon des pores est compris entre 25 et 500 Å. De plus,

les courbes présentent une hystérésis lors de la désorption. Nous avons identifié la ressemblance de cette hystérésis avec le type H₃ selon la classification. En effet, la boucle d'hystérésis de type H₃ est attribuée aux solides composés d'agrégats de particules plates ou contenant des pores en fente.

V.4.2. Exploitation des isothermes d'adsorption et de désorption d'azote pour l'étude de la texture des matériaux

Cette étude a pour but l'exploitation des isothermes d'adsorption et de désorption d'azote en vue de déterminer les caractéristiques texturales et poreuses de notre matériau avant après traitement mécanique par fragmentation, à savoir; la surface spécifique, le volume poreux total, le rayon moyen des pores et la distribution poreuse.

V.4.2.1. Détermination de la surface spécifique

Malgré les nombreuses réserves formulées par les spécialistes à l'encontre de la théorie de BET, son utilisation demeure encore actuellement à la base de tous les calculs d'aires spécifiques effectués à partir des données expérimentales d'adsorption. En effet, l'équation transformée BET est utilisée comme une équation de référence pour le calcul de la constante C et les quantités de matière (masse, volume ou nombre de mole) nécessaire pour recouvrir entièrement la surface du solide d'une couche monomoléculaire d'adsorbat.

Les résultats d'adsorption-désorption d'azote obtenus sont exploités pour le calcul des surfaces spécifiques en appliquant la théorie de BET. Pour obtenir la surface spécifique de ces Adsorbants, il faut d'abord trouver le domaine de pressions relatives dans lequel l'équation Transformée BET est applicable.

Dans le domaine $0,05 < P/P^0 < 0,35$, la représentation des données expérimentales dans le diagramme $(P/P^0, 1/(V_{ads} (P^0/P-1)))$ est une droite pour le matériau. L'exploitation des pentes et des ordonnées à l'origine de ces droites nous permet d'accéder à la constante C Et à V_m , afin de déduire la surface spécifique de chaque échantillon en appliquant l'équation BET. Les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau V.8.

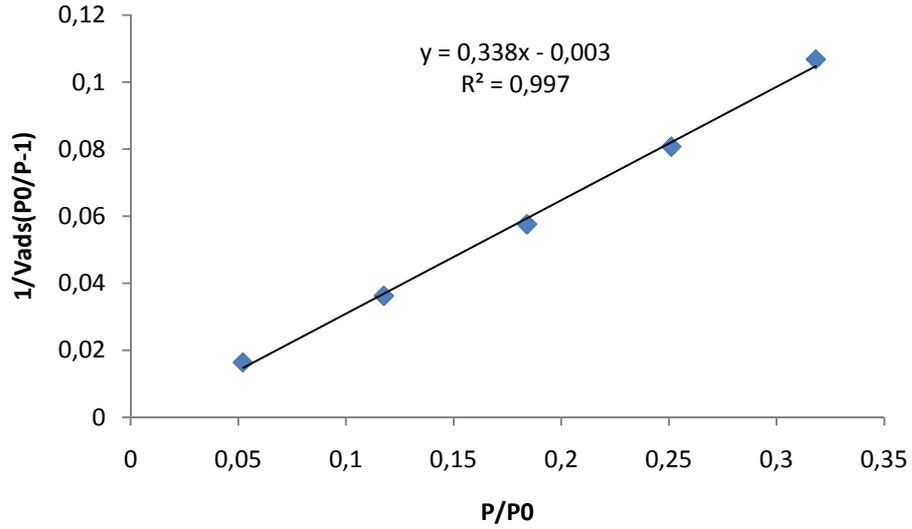


Figure V.12 : Courbe BET de l'adsorption de l'azote à 77,35 K sur le phosphate noir (avant le broyage).

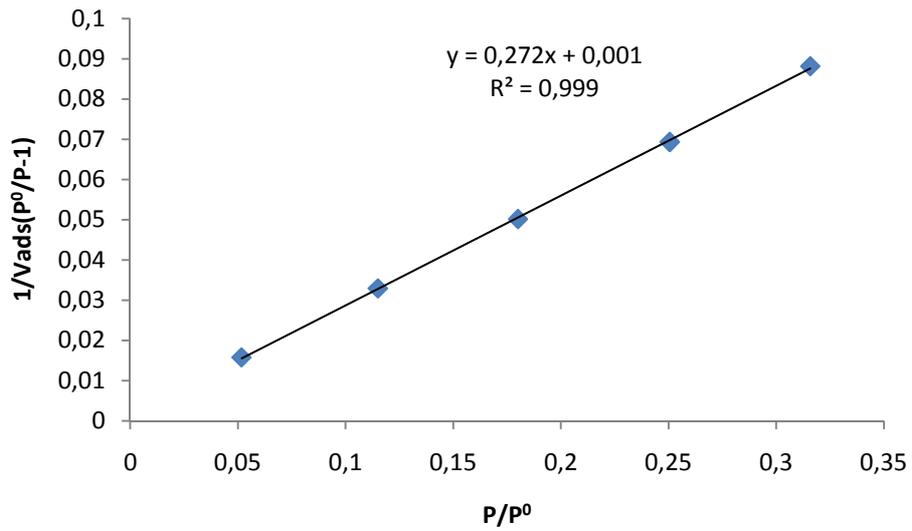


Figure V.13 : Courbe BET de l'adsorption de l'azote à 77,35 K sur le phosphate noir (après le broyage sec)

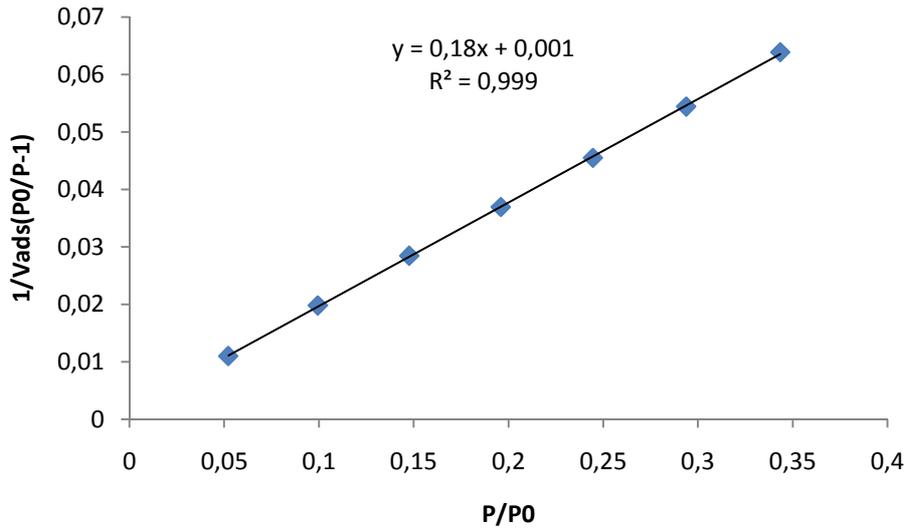


Figure V.14: Courbe BET de l'adsorption de l'azote à 77,35 K sur le phosphate noir (après le broyage humide).

Tableau V.8 : Données du modèle BET.

Adsorbats	Pente (α)	Ordonnée à l'origine (β)	$C = \frac{\alpha}{\beta} + 1$	$V_m = \frac{1}{\alpha + \beta}$ (cc/g d'adsorbat)	$S_{BET} (m^2/g) = 4,356 * V_m$
Phosphate noir brut (avant broyage)	0,3385	-0,003	-111,83	2,98	13
Phosphate noir (après broyage sec)	0,272	0,001	272	3,66	15,94
Phosphate noir (après broyage humide)	0,18	0,001	181	5,52	24,05

Selon la littérature, il est fondamental de vérifier par l'un des tests ci-dessous (a, b et c), pour que les valeurs de C et de V_m calculées à partir de la loi BET sont cohérentes :

Tests de vérification :

➤ **Test a : test permettant de vérifier la cohérence des résultats obtenus :**

La valeur de V_m calculée à partir de l'équation BET doit être comprise entre les valeurs expérimentales du volume adsorbé dans le domaine de pression choisis pour appliquer la loi BET :

- **Pour le phosphate noir brut (avant le broyage) :**

$V_m \notin [3,3656 - 4,37]$, $V_m=2,98$; test non vérifié.

- **Pour le phosphate noir (après le broyage sec à t= 60 min et avec une vitesse 60tr/min) :**

$V_m=3,66 \in [3,4644 - 5,2392]$, $3,4644 < V_m=3,55 \text{ cm}^3 < 5,2392$; test vérifié.

- **Pour le phosphate noir (après le broyage humide à t= 60 min et avec une vitesse 180tr/min) :**

$V_m=5,66 \in [5,0026 - 8,1936]$. $5,0026 < V_m=5,66 < 8,1936$, test vérifié.

➤ **Test b : test permettant de vérifier la cohérence des résultats obtenus :**

On utilise l'équation BET pour calculer, à partir de la valeur de C, la valeur de la pression relative (P/P^0) à laquelle la couche monomoléculaire doit théoriquement se former en

utilisant la relation suivante: $\left[\frac{P}{P^0}\right]_{V_m} = \frac{1}{\sqrt{C+1}}$

La valeur ainsi calculée doit coïncider avec l'abscisse du point lue directement sur l'isotherme d'adsorption et pour lequel $V_{ads} = V_m$

- **Pour le phosphate noir brut (avant le broyage) :**

$C = -111,83 < 0$. $\left(\frac{P}{P^0}\right)_{V_m} = \frac{1}{\sqrt{C+1}}$ indéfini.

Test non vérifié

- **Pour le phosphate noir (après le broyage sec à t= 60min, à une vitesse 60tr/min) :**

$C = 273$, $V_m = 3,66$. $\left(\frac{P}{P^0}\right)_{V_m} = \frac{1}{\sqrt{C+1}} = \frac{1}{\sqrt{273+1}} = 0,0571$

$0,0517 < \left(\frac{P}{P^0}\right)_{V_m=3,66} < 0,1150$. $3,4644 < V_m < 3,9522$ test vérifié.

- **Pour le phosphate noir (après le broyage humide à t= 60min, à une vitesse 180tr/min) :**

$C = 181$ et $V_m = 5,52$ $\left(\frac{P}{P^0}\right)_{V_m} = \frac{1}{\sqrt{C+1}} = \frac{1}{\sqrt{181+1}} = 0,06918$.

$0,052209 < \left(\frac{P}{P^0}\right)_{V_m=0,06918} < 0,099450$ Et $5,0026 < V_m < 5,5747$, test vérifié.

➤ **Test c : test permettant de vérifier la cohérence des résultats obtenus :**

Il est intéressant de noter que, dans le domaine où l'équation transformée BET s'applique, le terme $V_{ads} (1-P/P^0)$ augmente en même temps que P/P^0 pour le phosphate noir avant et après le broyage sec, après le broyage humide). Ce n'est plus le cas pour les autres points expérimentaux, hors de ce domaine, pour lequel ce terme décroît malgré

l'augmentation de P/P_0 . Cette observation peut être utilisée pour limiter automatiquement le nombre de points expérimentaux utilisés pour l'application de la loi BET :

V.4.2.2. Détermination du volume poreux total

Un solide poreux peut être caractérisé à partir du volume de substance adsorbée, supposés liquide, nécessaire pour saturer tous les pores ouverts d'un gramme de solide. Ce volume poreux total est égal au volume d'azote adsorbé à la saturation ($P/P_0 \approx 1$), il est habituellement exprimé en cm^3 de liquide par gramme d'adsorbant. Il est estimé en multipliant la valeur du volume obtenue (valeur donnée en conditions STP) par le coefficient de conversion qui est égal à 0,001547.

A partir des isothermes d'adsorption et de désorption d'azote à 77,35 K, figures **V9**, **V810et V11**, on trouve que le volume d'azote adsorbé à la saturation (à P/P_0) est égal à :

Tableau : Volume total des pores pour les différents échantillons étudiés

Echantillons	Vads (cm^3/g) (à $P/P_0=1$)	V _{pt} (cm^3/g)
Phosphate brut	16,5014	0,0255
Phosphate brut (Après broyage sec)	18,061	0,0279
Phosphate brut (Après broyage humide)	49,5774	0,0767

Ces résultats montrent clairement que le volume total des pores varie par variation de mode de broyage, cette variation est apparue par l'augmentation du volume des pores totale de minerai brut au minerai broyé par voie sèche et ensuite plus importante par voie humide. Cette différence est due principalement à la création des pores par le mode de fragmentation en voie humide et plus exactement la désagrégation et la libération de particules constituant le minerai. Ce qui explique que cette voie fragilise de plus en plus le matériau et constitue l'objectif visé par l'opération.

V.5. Caractérisation de la microporosité et détermination des surfaces spécifiques externes

Afin de mettre en évidence la microporosité, la littérature fait appel à la méthode du diagramme-t (t-plot) qui consiste à décrire l'épaisseur statistique (t) des couches adsorbées en fonction de la pression relative. L'estimation de cette épaisseur t est tirée soit de l'équation de Halsey, soit de l'équation de Harkins-Jura ou bien tirée directement à partir du tableau De Boer.

A titre comparatif, nous avons tracé la variation de l'épaisseur de la couche multimoléculaire en fonction de la pression relative d'équilibre, obtenue à partir de l'équation de Harkins et Jura sur les figures V15, V16 et V17) suivantes :

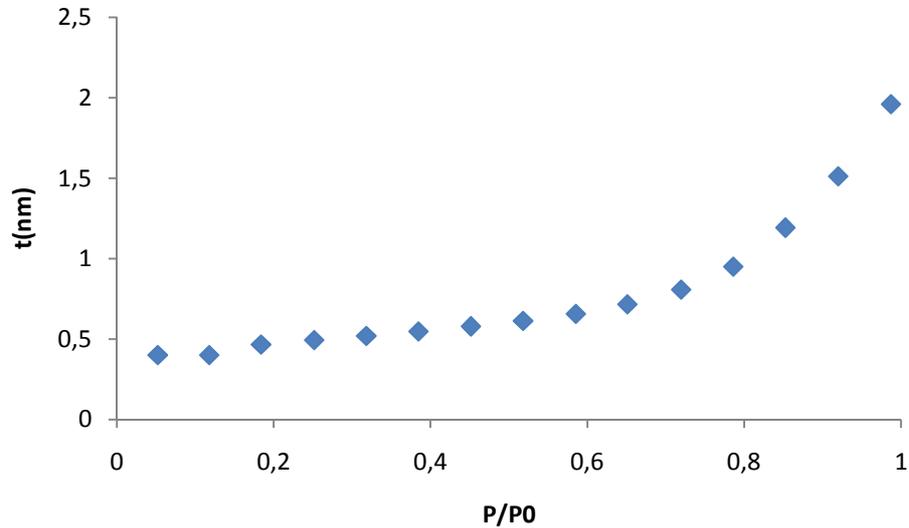


Figure V.15: Variation de l'épaisseur t de la multicouche de phosphate brut (Avant le broyage)

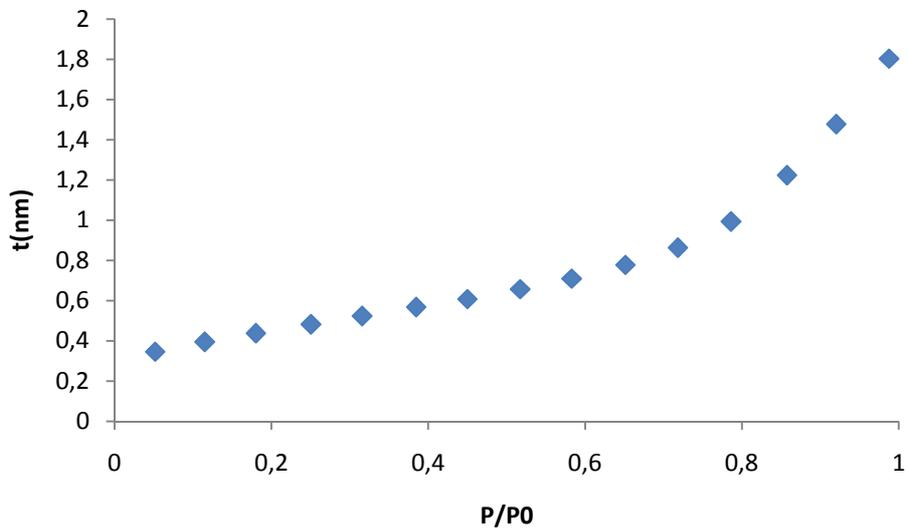


Figure V.16: Variation de l'épaisseur t de la multicouche de phosphate (Après le broyage sec)

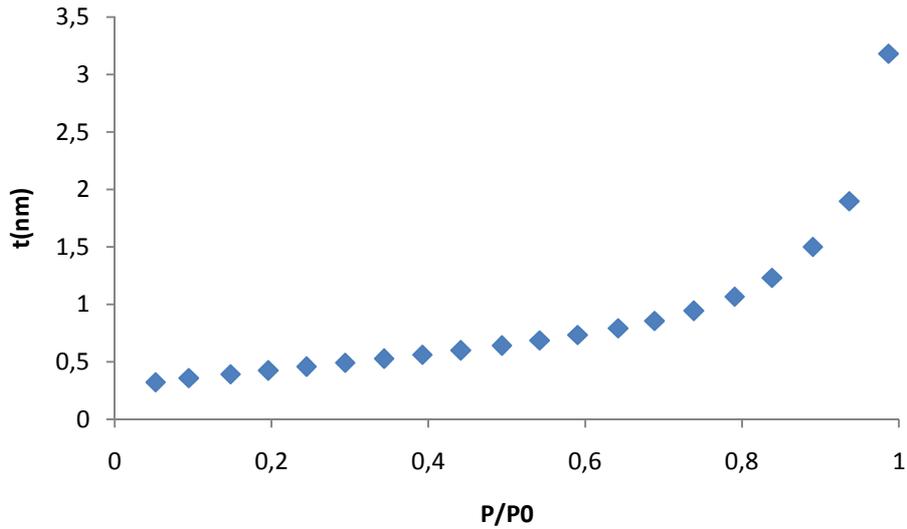


Figure V.17: Variation de l'épaisseur t de la multicouche de phosphate brut
(Après le broyage humide)

Les figures montrent que la courbe universelle (t) de De Boer est bien représentée par l'équation de Harkins et Jura, tant que la pression relative ne dépasse pas 0,8 ; cette équation est souvent utilisée pour le calcul des aires externes par la méthode t .

Pour des pressions relatives d'équilibre supérieures à 0,8, les valeurs expérimentales de De Boer ne sont représentées par aucune équation, cela peut s'expliquer dans la mesure où il peut apparaître une condensation capillaire entre les grains qui se produit à des pressions relatives d'autant plus faibles que les grains sont plus fins.

Nous donnons sur les figures **V18**, **V19** et **V20**, les courbes transformées t , obtenues avec l'équation de Harkins et Jura $3,5 \text{ \AA}^\circ$ et 5 \AA° pour le phosphate noir.

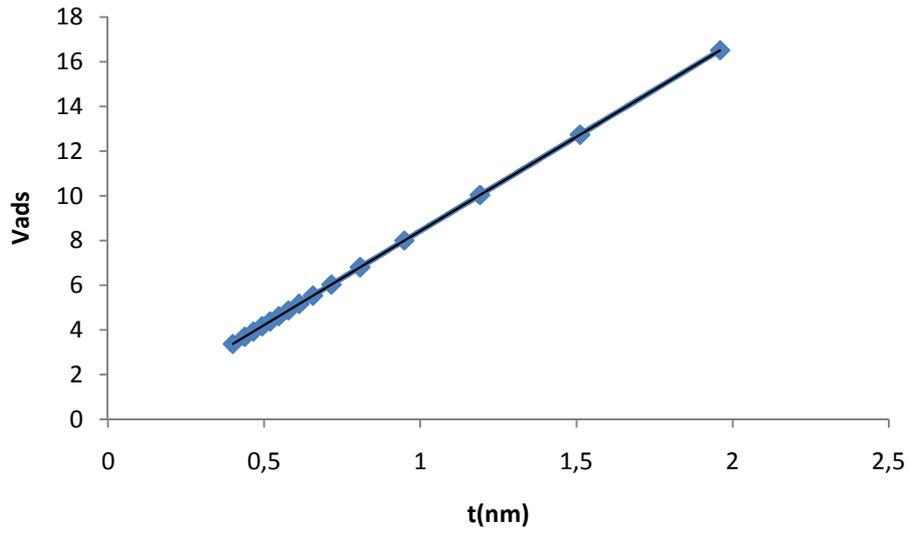


Figure V.18: Diagramme t-plot de phosphate brut (avant le broyage)

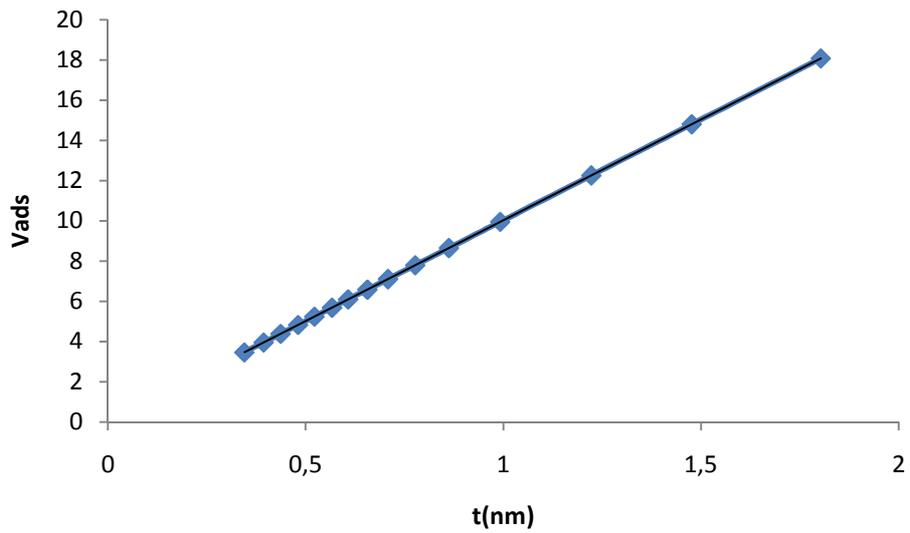


Figure V.19: Diagramme t-plot de phosphate (après le broyage sec)

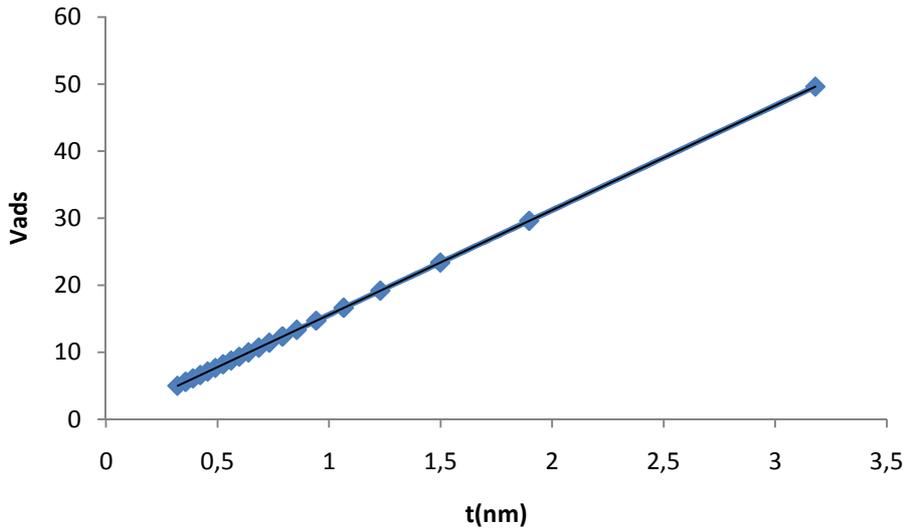


Figure V.20: Diagramme t-plot de phosphate (après le broyage humide)

L'examen des courbes des figures V.18, V.19 et V.20 obtenues sur les échantillons de phosphate noir brut et après broyage sec et après broyage humide, montre que les courbes transformée t correspondent bien à la forme II de De Boer. Cette dernière, est attribuée aux adsorbants mésoporeux. Lorsque la pression augmente, le solide adsorbe une quantité de vapeur plus grande que celle correspondant à la formation de la couche d'épaisseur t. Ceci indique qu'il y a présence d'une condensation capillaire dans les deux matériaux.

L'application de la méthode t-plot nous permet de déterminer d'une part, la surface microporeuse et le volume des ultra-micropores et d'autre part, la surface externe qui représente la surface des mésopores et de la surface non poreuse.

- **La surface externe** S_{ext} est donnée par la pente de la partie linéaire de la courbe t-plot, dans le domaine $3,5\text{\AA} < t < 5\text{\AA}$, en multipliant cette pente par 15,47.
- Quant à la **surface microporeuse** S_{mic} , elle est obtenue en faisant la différence entre la surface totale (BET) et la surface externe.
- Le volume des ultra-micropores V_{umic} est donné par l'ordonnée à l'origine.

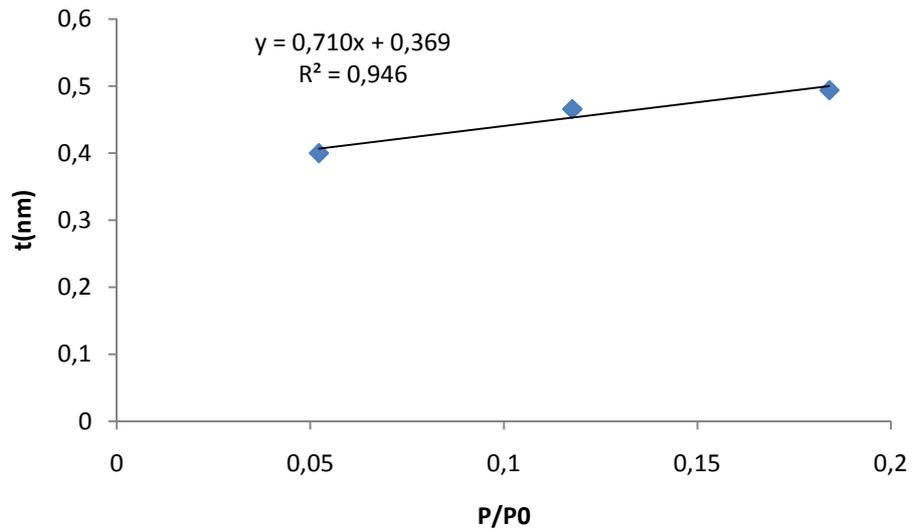


Figure V.21: Courbe t-Plot (partie $3,5 \text{ A}^\circ < t < 5 \text{ A}^\circ$) de phosphate noir brut

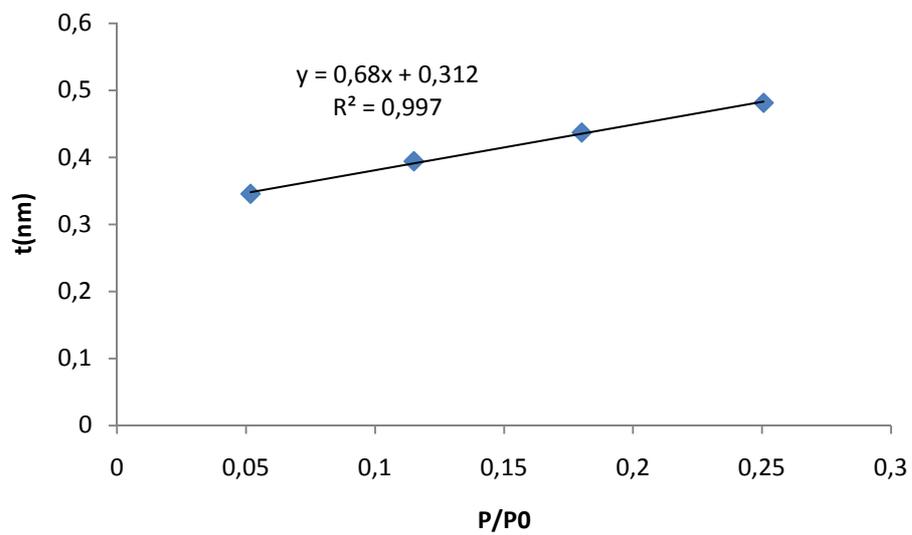


Figure V.22: Courbe t-Plot (partie $3,5 \text{ A}^\circ < t < 5 \text{ A}^\circ$) de phosphate noir (Après le broyage sec).

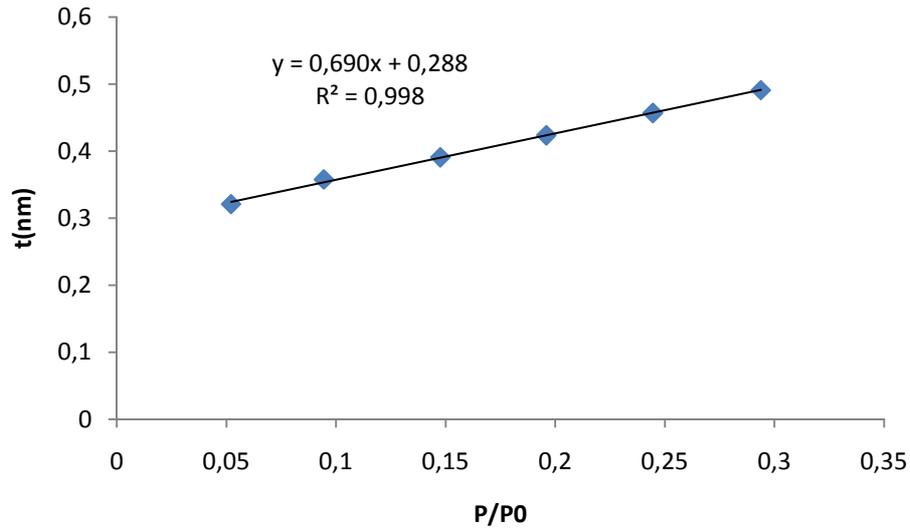


Figure V.23: Courbe t-Plot (partie $3,5 \text{ \AA} < t < 5 \text{ \AA}$) de phosphate noir
(Après le broyage humide)

Les résultats trouvés sont rassemblés dans le tableau V.9 suivant :

Tableau V.9: Résultats de la caractérisation des micropores et de la surface externe

Adsorbants	Phosphate noir brut	Phosphate noir (après le broyage sec)	Phosphate noir (après le broyage humide)
$S_{\text{BET}} \text{ (m}^2\text{/g)}$	13	15,94	24,05
Pente (a)	0,71	0,68	0,69
$S_{\text{ext}} \text{ (m}^2\text{/g)} = a \times 15,47$	10,98	10,52	10,67
Surface microporeuse (interne) $S_{\text{mic}} \text{ (m}^2\text{/g)} = S_{\text{BET}} - S_{\text{ext}}$	2,02	5,42	13,38
Volume ultra micropores (cm ³ /g) Ordonnés à l'origine	0,3691	0,3129	0,2882

Il révèle de ces résultats, l'augmentation importante de la surface microporeuse (de $2 \text{ m}^2\text{/g}$ jusqu'à $13,39 \text{ m}^2\text{/g}$) du à la rupture des connectivités entre les ultra micropores dont leurs volume diminue par effet d'écrasement qui atteint la surface interne du matériau. Ce qui confirme l'efficacité de broyage en voie humide plus qu'en voie sèche.

V.6 . Détermination du volume microporeux

Le volume microporeux peut être déterminé à partir de l'équation de Dubinin-Radushkevich donnée par la formule suivante : $\log V_p = \log V_{mic} - D \left[\log \frac{P_0}{P} \right]^2$

Où V_p : Volume poreux total pour P/P^0 donné (cm^3/g) ; il est donné par l'équation suivante

$$V_p = \frac{V_{ads.M}}{V_M \cdot \rho}$$

Où V_{ads} : Volume du gaz adsorbé pour P/P^0 donné

M : Masse molaire de l'azote (28,0134 g/mol)

V_M : Volume molaire (22414 cm^3/mol)

ρ : Masse volumique de l'azote (N_2) (0,808 g/ cm^3).

V_{mic} : Volume microporeux en cm^3/g (ramené aux conditions normales).

D : Facteur dépendant de la température et du système gaz-solide étudié : il est donné par

l'équation suivante : $D = 2,303 \cdot K \cdot \left[\frac{R \cdot T}{\delta} \right]^2$

Où : R : Constante des gaz parfaits ;

T : Température;

K : Constante caractérisant la dimension des pores du solide ;

δ : Coefficient d'affinité de la vapeur. Il est égal à 0,33 pour l'azote à 77K.

L'ordonnée à l'origine de la droite obtenue en traçant $\log(V_{ads})$ en fonction de $(\log(P^0/P))^2$ dans le domaine de pressions relatives [0,04 – 0,6] nous permet d'accéder au volume microporeux. Les résultats obtenus sont tracés sur les figures **V.24**, **V.25**, **V.26**

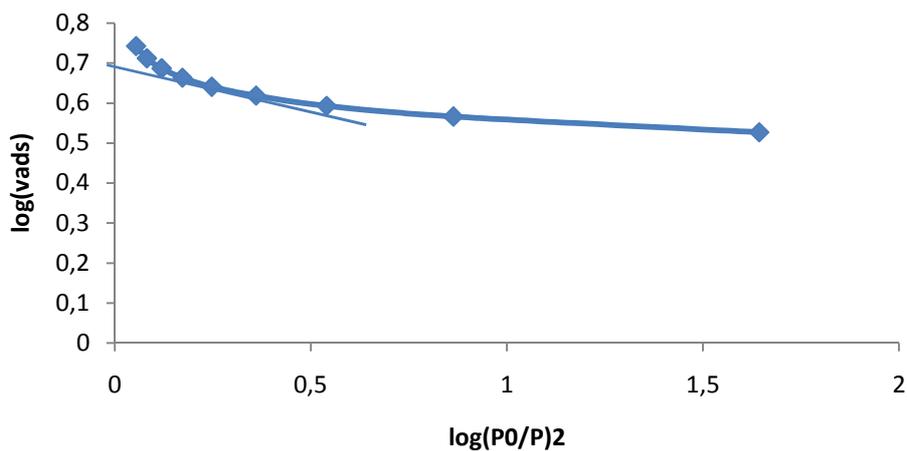


Figure V.24 : Transformée de Dubinin-Radushkevich de phosphate noir brut

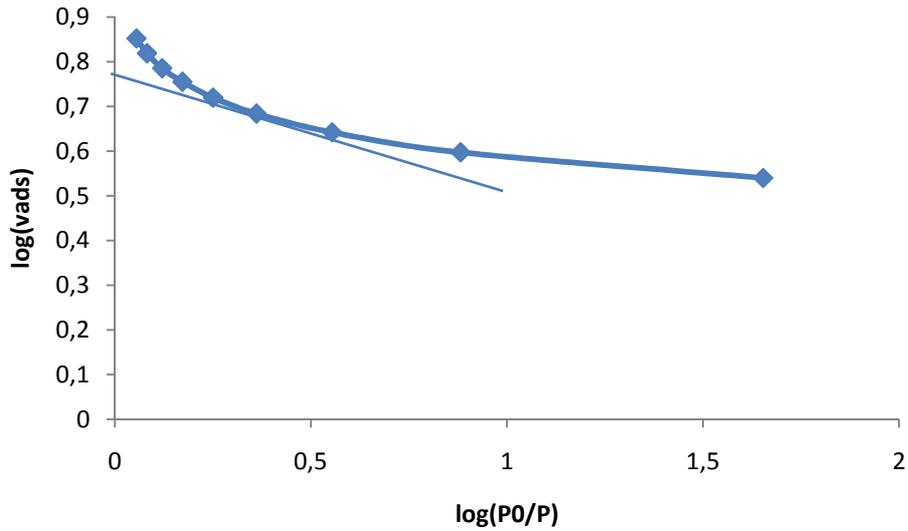


Figure V.25 : Transformée de Dubinin-Radushkevich de phosphate noir
(Après le broyage sec)

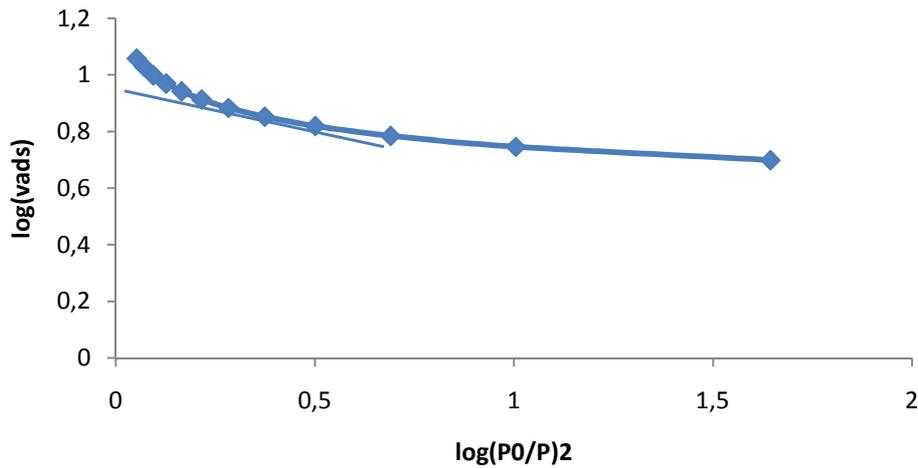


Figure V.26 : Transformée de Dubinin-Radushkevich de phosphate noir
(Après le broyage humide)

Tableau V10 : Volume microporeux de phosphate noir brut, avant broyage et après broyage

Volume des micropores (cm ³ /g)	Phosphate noir brut	Phosphate noir (après broyage sec)	Phosphate après (broyage humide)
Ordonnée à l'origine (log (Vads))	0,7	0,8	0,95
V _{micropores} (cm ³ /g)	2,01	2,23	2,58

V.7 Détermination de la distribution poreuse :

Les indications globales de caractérisation texturale notamment la surface spécifique, le volume poreux et le rayon moyen des pores sont insuffisantes pour une description complète de la texture du solide. Il est souvent plus intéressant de connaître la manière dont la surface et le volume poreux se répartissent entre les différents rayons. Cette étude (volume et surface cumulés des pores, répartition des surfaces et des volumes des pores, le diamètre des pores) a été réalisée par la méthode BJH qui consiste à analyser pas à pas l'isotherme d'adsorption ou de désorption de l'azote à 77,35 K.

Les courbes de répartition des volumes et des surfaces des pores correspondantes aux trois adsorbants phosphate noir brut et après broyage sec et après broyage humide en utilisant l'isotherme d'adsorption, sont tracées sur les figures V27, V28, V29, V30, V31 et V32.

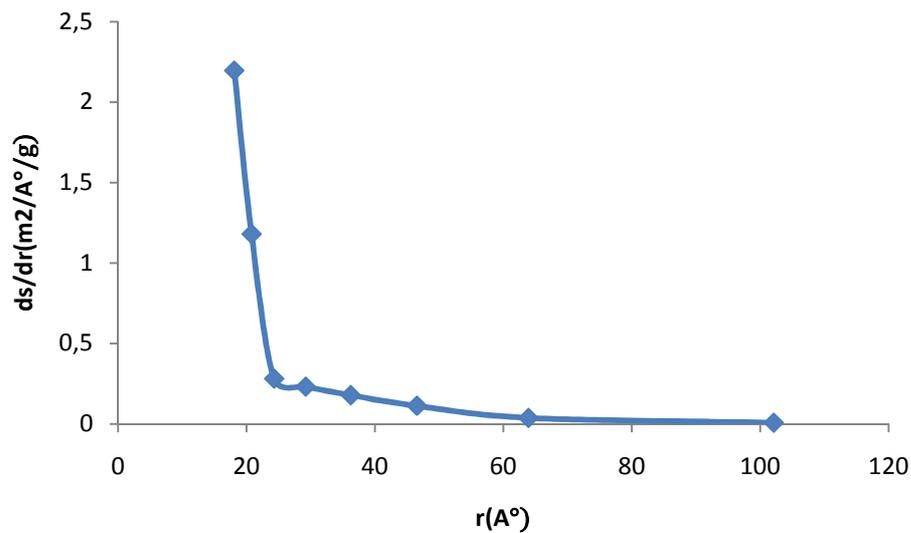


Figure V.27: Répartition de la surface des pores de phosphate noir brut en adsorption (méthode BJH).

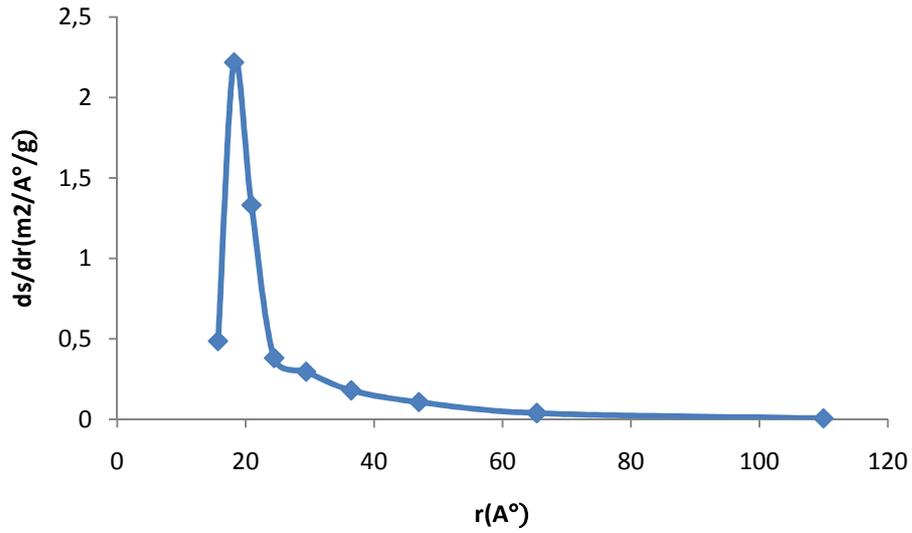


Figure.28: Répartition de la surface des pores de phosphate noir (après broyage sec) en adsorption (méthode BJH).

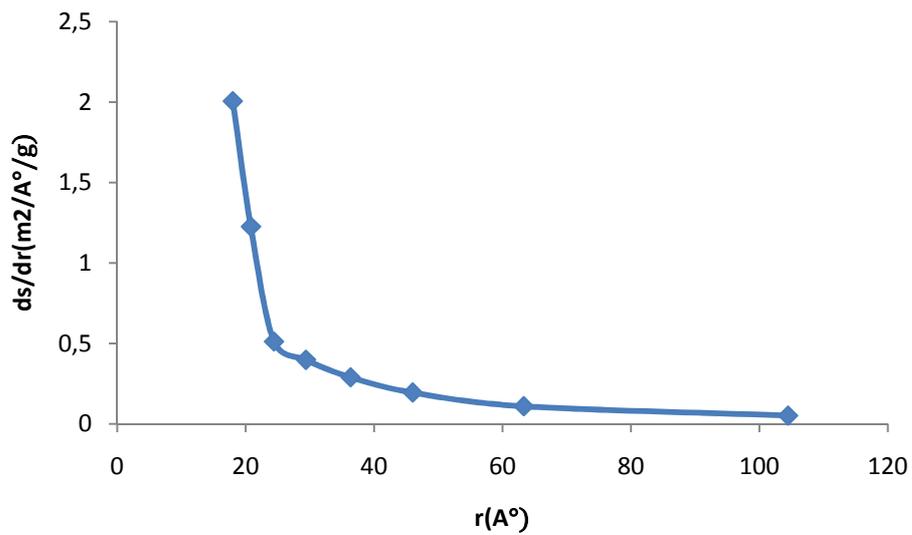


Figure V.29: Répartition de la surface des pores de phosphate noir (après broyage humide en adsorption) (méthode BJH).

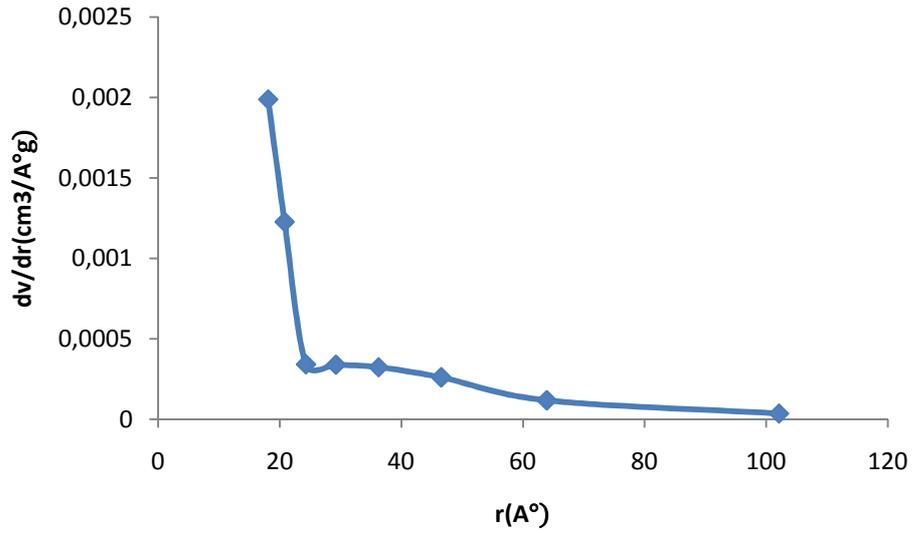


Figure V.30 : Répartition de volume des pores de phosphate noir brut en adsorption (méthode BJH).

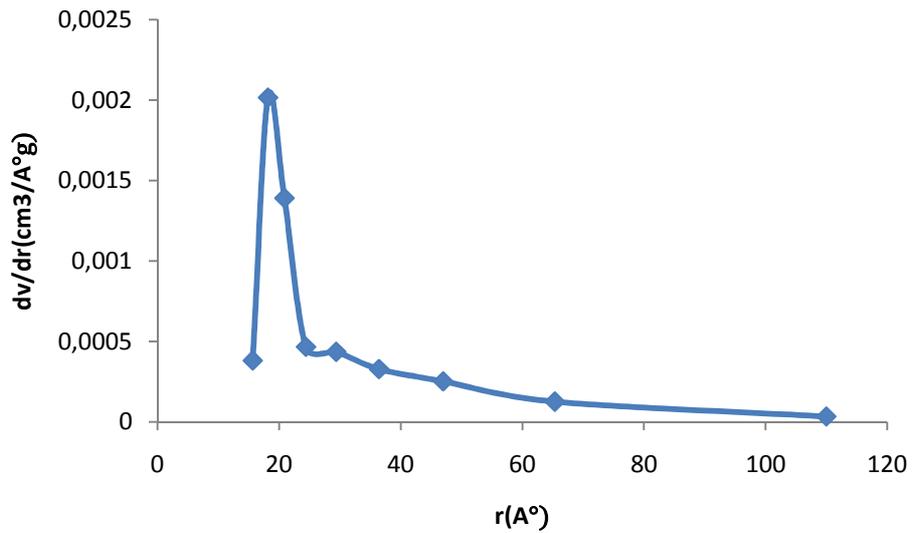


Figure V.31: Répartition de volume des pores de phosphate noir (après broyage sec en adsorption) (méthode BJH).

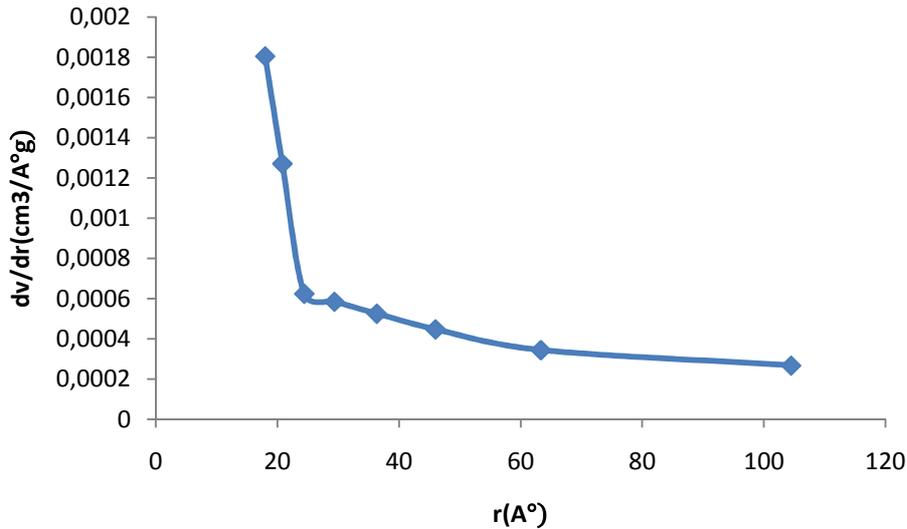


Figure V.32 : Répartition de volume des pores de phosphate noir (après broyage humide)

L'examen des figures représentées ci-dessus montre que les courbes représentatives de la répartition des surfaces et des volumes des pores montrent un maximum pour une valeur de rayon de 18,10 Å pour le phosphate noir brut et 15,68 Å pour le phosphate noir après le broyage sec et de 18 Å pour le phosphate noir après le broyage humide. Ceci indiquerait que le diamètre de pores est voisin de 37 Å pour le phosphate noir brut et 32 Å après le broyage sec et 36 Å après le broyage humide. Ces tailles de diamètre représentent la famille des mésopores ($2 \text{ nm} < d_p < 50 \text{ nm}$) conformément aux résultats précédents.

Pour une description complète de la texture du solide, il est souvent intéressant de connaître la manière dont le volume poreux et la surface spécifique se répartissent entre les pores des différents rayons.

Le procédé de détermination que nous avons utilisé est celui de Barret, Joyner et Halenda, appelé communément la *méthode BJH*. Cette méthode suppose que la forme des pores présents dans le solide est cylindrique.

Les courbes de répartition de la surface spécifique et du volume poreux en fonction du rayon des pores sont obtenues à partir de la branche de désorption (l'isotherme de désorption est la plus représentative de l'équilibre qui existe entre l'azote restant à l'état gazeux et l'azote condensé par capillarité), en portant sur un diagramme les valeurs de S_k ou de V_k en fonction du rayon des pores où S_k est la surface développée par les pores d'un diamètre donné et V_k le volume développé par ces pores.

Chapitre V. Caractérisation minéralogique et texturale

La sommation sur toutes les valeurs de k des surfaces partielles S_k fournit la surface spécifique totale du solide examiné que l'on appelle surface spécifique cumulée notée S_{cum} .

On obtient de même une valeur cumulée du volume poreux noté V_{cum} .

Une étude comparative entre la surface spécifique BET (SBET) et la surface cumulée obtenue par la méthode BJH (S_{cum}) peut nous fournir certaines indications supplémentaires sur la forme des pores présents dans le matériau :

- Si $S_{cum} > SBET$, les pores peuvent être cylindriques fermés à une extrémité, ou être ouverts aux deux extrémités et posséder des parties de section importante séparées par des étranglements ; ils peuvent également être en forme de bouteille.
- Si $S_{cum} < SBET$, les pores contiennent de nombreuses cavités sphéroïdales. De plus, différence importante peut être due à la présence de micropores dans le solide.
- Si $S_{cum} = SBET$, les pores sont de formes tubulaires ouverts aux deux extrémités.

Tableau V.11 : Caractéristiques des pores de phosphate noir avant et après broyage sec et humide.

Minerai de phosphate noir	Phosphate noir brut	Après le broyage sec	Après le broyage humide
Volume cumulé des pores en adsorption $V_{cum}(cm^3/g)$	0,0046	0,0054	0,0058
Volume poreux total $V_{tot}(cm^3/g)$	0,0255	0,0279	0,0767
Surface cumulée des pores en adsorption $S_{cum}(m^2/g)$	4,22	5,04	4,78
$S_{BET}(m^2/g)$	13	15,94	24,05
Diamètre moyen des pores par BET : $D_{mp}=(4V_{tot}/S_{BET})(A^\circ)$	0,00142	0,00136	0,00096

De ces résultats on conclut que le traitement mécanique par broyage humide influe sur la texture des matériaux plus que le broyage sec, augmentant ainsi le volume cumulé des pores (donc le volume total des pores), la surface cumulée et diminuant le diamètre moyen des pores par effet de destruction en profondeur par fragmentation.

Chapitre V. Caractérisation minéralogique et texturale

L'étude comparative entre la surface spécifique BET (SBET) et la surface cumulée obtenue par la méthode BJH (Scum) nous a fournit des indications supplémentaires sur la forme des pores présents dans le type de matériau.

Pour le phosphate noir brut et après le broyage sec ou humide: $Scum < SBET$, les pores contiennent de nombreuses cavités sphéroïdales. De plus, cette différence importante est attribuée à la présence de micropores dans le solide qui est confirmé par le volume déterminé précédemment.

CONCLUSION GENERALE

Ce travail s'insère dans une thématique de recherche centrée sur la fragmentation d'un matériau en voie sèche et humide et la paramétrisation (rapport massique de minerai/ charge, temps de séjours des particules dans le broyeur, vitesse de rotation de l'appareil) de ce procédés dans un broyeur planétaire à billes de laboratoire type pulverisette. Le matériau étudié est le minerai de phosphate noir de gisement de kef es sennoun de la mine de Djebel Onk (Tebessa).

L'objectif de cette étude, était d'apporter des éléments de réponse dans la compréhension des mécanismes intervenant lors de broyage pour l'obtention d'une poudre de phosphate de qualité on effectuant des circuits tamisage – broyage pour chaque paramètre expérimentale,

Les analyses granulométriques moyennes des essais effectués ont servi de base pour la détermination de l'aire de la courbe granulométrique, les caractéristiques et les coefficients granulaires en premiers lieux, ensuite l'exploitation des différents résultats pour le calcul des énergies consommées pour la fragmentation de type de minerai, les coefficients énergétiques, ainsi que l'aptitude à la broyabilité ou la grindabilité.

Néanmoins, ce travail n'est qu'une première étape dans l'élaboration d'une poudre de qualité, d'autres travaux sont encore nécessaires afin de mieux comprendre les différents mécanismes de la fragmentation fine et grossière.

Il a aussi été montré que :

- Contrairement au broyage sec, le broyage humide est l'une des rares et performantes technologies à permettre l'obtention des particules nanométrique par fragmentation des produits plus grossiers.
- Le procédé de préparation influence les caractéristiques physico-chimique, minéralogique et texturale de la poudre de phosphate ;
- Des interactions entre les différents paramètres et les variables –clés d'un broyeur planétaire gouvernant cette opération sont toujours présentent et importantes;
- L'existence des liens entre la résistance à la rupture et les indices de broyage.

- Le taux de broyage est proportionnel à la vitesse de rotation, mais la relation n'est pas linéaire .
- Dans la plage des vitesses prises en compte, l'augmentation de la vitesse entraîne une faible augmentation de taux de broyage.
- Les opérations de séchage et de broyage peuvent provoquer des modifications significatives de texture, de structure de forme et de surface. Ces uniformités peuvent s'expliquer par le fait que l'énergie apportée lors des opérations de broyage augmente l'énergie libre du matériau broyé qui peut alors se trouver activé.
- Les résultats observés sont cohérents et fiables, concernant les différents critères évalués à savoir :

- o **Critère de rapport de masse minéral/boulets :**

- ✓ Les résultats granulométriques après broyage montrent la variation de la masse des fractions fines de minéral en fonction du rapport en masse minéral/boulets. Ceci était dû certainement à la fragmentation et rupture des particules grossières, Néanmoins le phénomène d'agglomération est apparu probablement due à l'humidité de minéral d'où la nécessité d'utilisation d'un adjuvant de mouture.

- ✓ Dans un broyeur planétaire, les particules étaient emprisonnées soit entre les billes ou entre la bille et la paroi de la jarre, et étaient soumises aux différentes déformations plastiques qui ont fait augmenter leurs forces mécaniques accompagnées.

- ✓ Durant la collision, les particules étaient soumises à une forte contrainte. La rupture a fait donc diminuer leur taille moyenne. Les petites particules ont résisté à la déformation sans être fracturées (cas de la fraction de 0.125 mm) et se tendaient à s'agglomérer et atteindre une taille intermédiaire.

- ✓ Les résultats précédents semblent montrer que pour un broyeur et un minéral donnée, il existe une charge en minéral / boulet optimale, pour laquelle les boulets donnent un rendement maximal dans les conditions posées. Néanmoins d'autres paramètres influencent certainement sur l'aire de réduction et la condition optimale ne soit pas encore définie. L'aire au dessous de la courbe granulométrique la plus importante est obtenue pour un rapport de masse minéral/boulets de 50% ce qui correspond à un indice de réduction le plus important.

- ✓ Pour le broyage sec, les différentes valeurs de coefficient de courbure C_c calculées varient dans l'intervalle de 0.1 à 1.89 avant broyage et de 0.10 à 0.28 après broyage, ce qui traduit une granulométrie mal graduée pour tous les rapports de masse choisis. De même le coefficient d'uniformité C_u varie 12.92 à plus de 30.77 avant broyage et

de >10.27 à plus de 36.36 après broyage ce qui traduit l'étalement important de la courbe granulométrique et donc le broyage et rupture de minerai. En revanche, l'étalement des courbes granulométriques évolue en fonction du rapport massique minerai/boulets.

✓ Les résultats nous ont indiqué une diminution importante et progressive en consommation énergétique pour les différents rapports massiques, qu'on peut justifier par la courte durée de broyage et une faible vitesse de rotation du broyeur.

✓ La surface spécifique a augmenté en fonction de rapport de masse, et cette augmentation est importante à $\varphi_m = 50\%$ cela justifie qu'il y'a fragmentation du minerai et libération des grains.

✓ La variation du coefficient énergétique en fonction de rapport de masse ont montré une élévation des diamètres des grains du minerai broyé, due à l'augmentation de la surface spécifique causée par le procédé de fragmentation.

✓ La broyabilité a augmenté avec l'augmentation de rapport de masse en suivie d'une diminution légère à $\varphi_m = 40\%$ cela revient à la libération des particules lors de la fragmentation à un diamètre important.

○ **Critère temps de broyage :**

✓ Dans le broyage rapide (courte durée) ou un broyage long (durée élevée) un phénomène apparait et perturbe l'augmentation de la finesse, cela est liée à la forte agglomération des grains entre eux, qui formes des particules assez cohésives. Ceci a été confirmé par les différentes observations de l'état des bols après chaque opération de broyage permettant d'évaluer l'état de recouvrement de leurs parois et des billes. Plus les surfaces (en céramique) sont recouvertes de poudre et moins le broyage est efficace.

✓ L'aire correspondant à la courbe granulométrique de % cumulatif passant de produit en fonction de % cumulatif passant de l'alimentation pour un broyage en voie sèche à différentes périodes, a légèrement augmenté après un broyage de 150 mn expliqué par le déplacement de la courbe au dessus de la diagonale. Mais nous signalons que ce mode de broyage en voie sèche nous a pas permis de fixer réellement les paramètres optimum de broyage. Ce mode de broyage en voie sèche souvent moins efficace que le broyage en voie humide.

✓ Après le broyage la granulométrie devient plus étalée qui provoque une meilleure redistribution des forces inter-granulaires donc moins de cassure des grains.

✓ L'augmentation de la consommation énergétique, puis une légère diminution à $t = 90$ en suite elle augmente progressivement lors d'une fragmentation de longue durée.

✓ L'évolution de la surface en fonction du temps de broyage et une diminution par fois, cela est due à la libération des grains lors de la fragmentation du minerai.

✓ L'augmentation du coefficient énergétique avec l'évolution de la surface spécifique donc le broyage à une certaine influence sur le coefficient énergétique en fonction de la surface spécifique développée.

✓ La grindabilité a augmenté par augmentation de la vitesse de broyage donc elle est proportionnelle à la vitesse, en diminuant l'énergie consommée la grindabilité augmente

○ **Critère vitesse de broyage :**

✓ la vitesse de broyage est un paramètre très important et très influençant sur l'efficacité de broyage et principalement à partir de $N_r = 115$ tr/mn jusqu'à 180 tr/mn ce qui constitue environ de 40% à 70% de la vitesse critique. Domaine d'utilisation par la majorité des industries. Dans cet intervalle le broyage est très efficace.

✓ L'aire de la courbe granulométrique a évolué par l'augmentation de la vitesse de 115 tr/mn à 180 tr/mn. L'importance de l'aire est due à l'efficacité de la fragmentation augmente par augmentation de la vitesse qui reste dans l'intervalle de valeur de vitesse autorisée au niveau des industries (de 40 à 70% de la vitesse critique du broyeur).

✓ L'étalement de la courbe granulométrique a diminué un peu après le broyage due à une légère rupture des grains et les fines grains comblent les vides entre les gros grains, cela a justifié la mauvaise répartition des grains.

✓ L'étalement était très important avant broyage, et une granulométrie serrée après, donc ce paramètre caractérise un mode de fragmentation correspondant à des grains fragmentable. les valeurs de C_c montre une mal répartition des granulométrique, dans ce cas la vitesse influence sur les caractéristiques granulaires de l'échantillon pour ce mode de fragmentation.

✓ le minimum et le maximum de taux de réduction qui sont de 1.29% et 23.53% sont obtenue respectivement pour le broyage sec pour les vitesses de 1145 tr/mn et 180 tr/mn et de 12.5 à 14% pour les vitesses de 115 tr/mn et 160 tr/mn pour le broyage humide. On peut déduire que l'augmentation de la vitesse de rotation a l'avantage d'augmenter le taux de réduction mais elle a l'inconvénient de consommer plus d'énergie augmenter par la projection des particules contre la parois.

✓ L'étalement granulométrique avant broyage se traduit à une granulométrie serrée montrant ainsi une rupture importante des grains, cependant les valeurs de Cc et Cu ont vérifié l'influence de la vitesse sur les caractéristiques de l'échantillon..

✓ L'énergie nécessaire pour la fragmentation du minerai a augmenté avec l'augmentation de la vitesse en suite une diminution de la consommation énergétique est enregistré à V= 160tr/min, suivie d'une légère augmentation progressive due à la présence d'une fragmentation et libération des grains.

✓ Une augmentation de la surface spécifique, de l'énergie spécifique et de la grindabilité avec l'évolution des vitesses de broyage.

- La composition minéralogique a varié avant et après broyage sec et humide. La libération des éléments de la gangue a été plus observée dans le cas de broyage humide dans les conditions ($\varphi_m = 30\%$, $t = 60$ mn et $N_r = 140$ tr/mn) et révèle la présence des éléments majeures à savoir : Les carbonates fluorapatite, la fluorapatite, les carbonates hydroxyl apatite et la dolomite.
- L'analyse texturale par les isothermes d'adsorption et désorption ont confirmé l'augmentation de presque 100 % de la surface spécifique après broyage humide, la diminution des volume des pores due à l'écrasement des grains donc de la connectivité entre les vides, diminution de volume des ultramicropores ce qui a conduit à la diminution de la surface des micropores et augmentation de la surface externe.
- Les perspectives à l'issue de ce travail sont nombreuses, tant de point de vue numérique que de point de vue expérimental :
 - Evaluation de la reproductibilité des résultats expérimentaux (les écarts relatifs moyens de chaque paramètre étudié ave
 - L'analyse de la cinétique de la fragmentation
 - Il serait très intéressant de conduire des travaux similaires avec le minerai de phosphate beige de même gisement et/ou un autre que celui étudié sachant que la distribution granulométrique, la densité et la masse volumique du minerai alimenté ont une influence sur le broyage.

Annexe 03

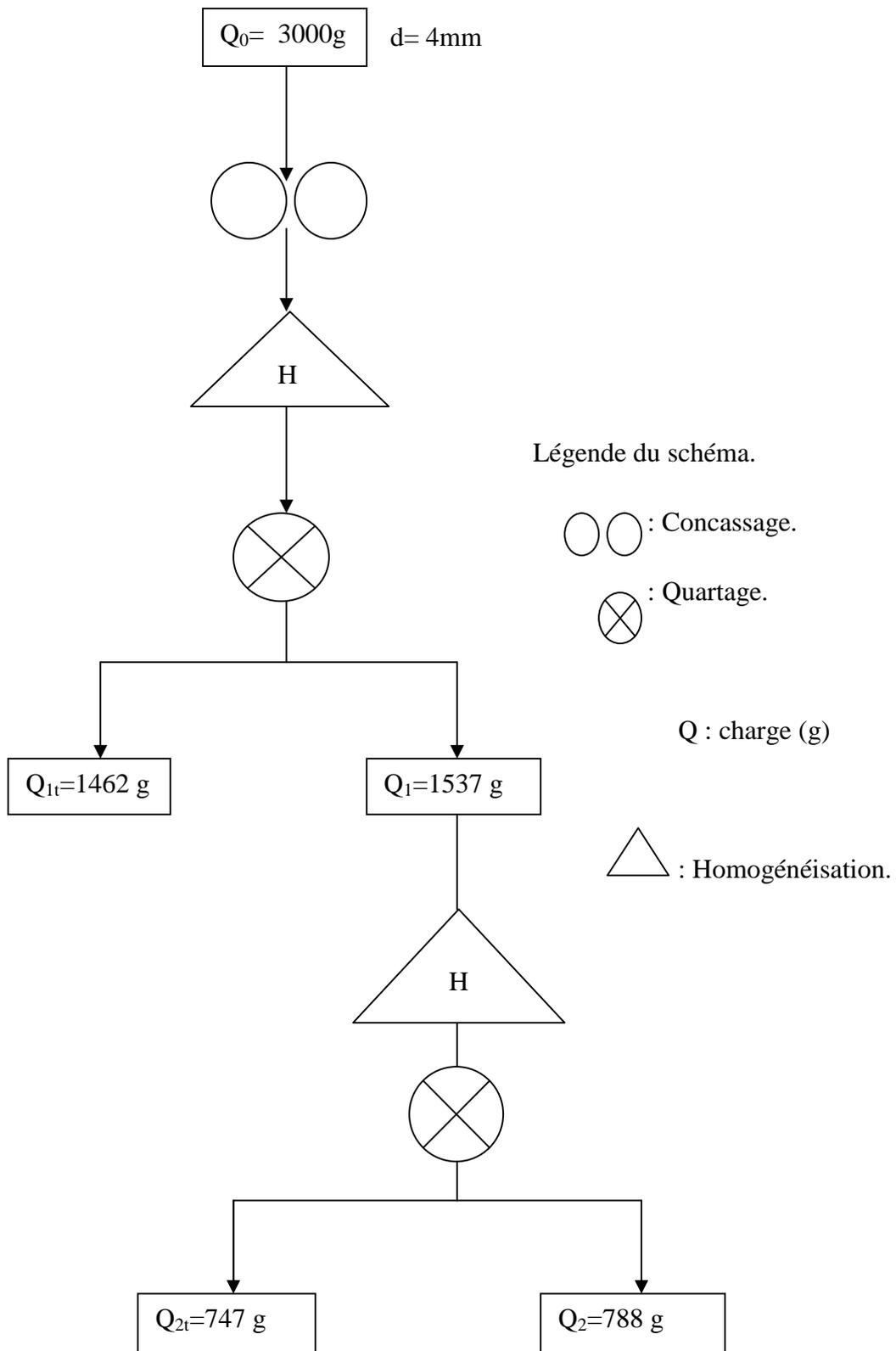


Figure III.2. : Procédé de traitement et préparation des échantillons pour analyse.

Annexe 04

Broyage sec

Tableau01: Résultat d'analyse granulométrique de l'échantillon $\varphi_m = 50\%$ avant le broyage sec.

Ouverture des tamis (mm)	Mi(g)	Mi(%)	%cumulatif refus	%cumulatif passant
4	70,49	56,2	56,2	43,72
2	12,64	10,08	66,28	33,72
1,6	2,36	1,88	68,16	31,84
1	3,05	2,43	70,52	29,41
0,5	3,98	3,17	73,76	26,24
0,25	6,92	5,52	79,28	20,72
0,125	21,16	16,87	96,65	3,85
<0,125	4,82	3,84	99,99	0,01
totale	125,42	99,99	/	/

Tableau02 : Résultat d'analyse granulométrique de l'échantillon $\varphi_m = 50\%$ après le broyage sec.

Ouverture des tamis (mm)	Mi(g)	Mi(%)	%cumulatif refus	%cumulatif passant
4	59,75	49,34	49,34	50,66
2	13,08	10,8	60,14	39,86
1,6	2,32	1,91	62,05	37,95
1	3,02	2,49	64,54	35,46
0,5	3,47	2,86	67,4	32,6
0,25	8,11	6,7	74,1	25,9
0,125	23,25	19,2	93,93	6,7
<0,125	8,10	6,69	99,99	0,01
totale	121,1	99,99	/	/

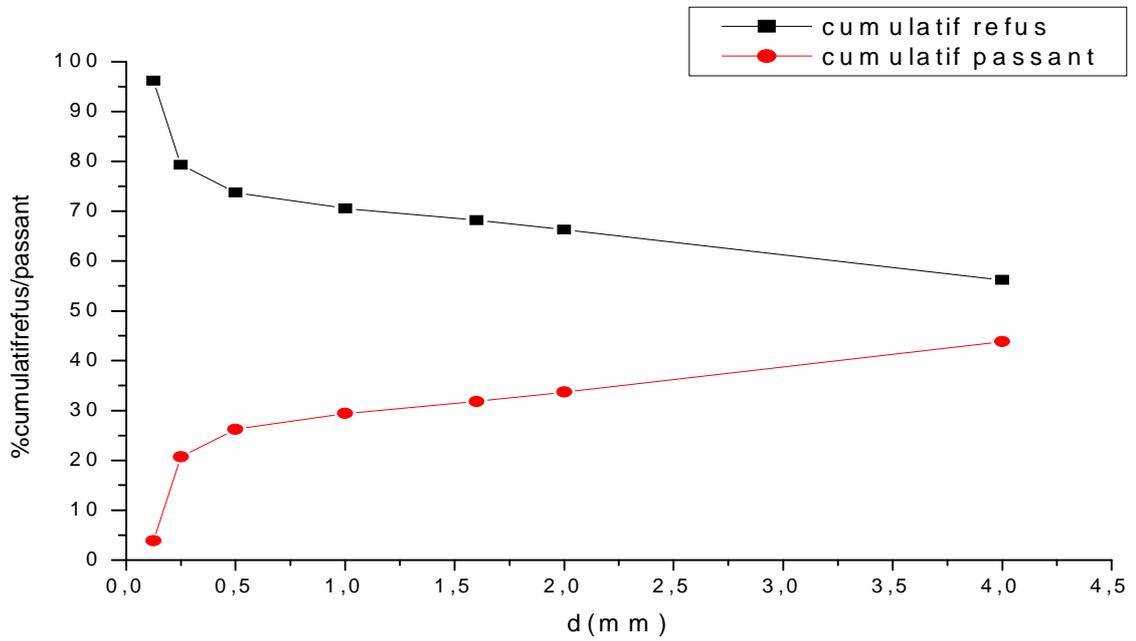


Figure3 : courbe granulométrique de l'échantillon $\varphi_m=50\%$ avant le broyage sec

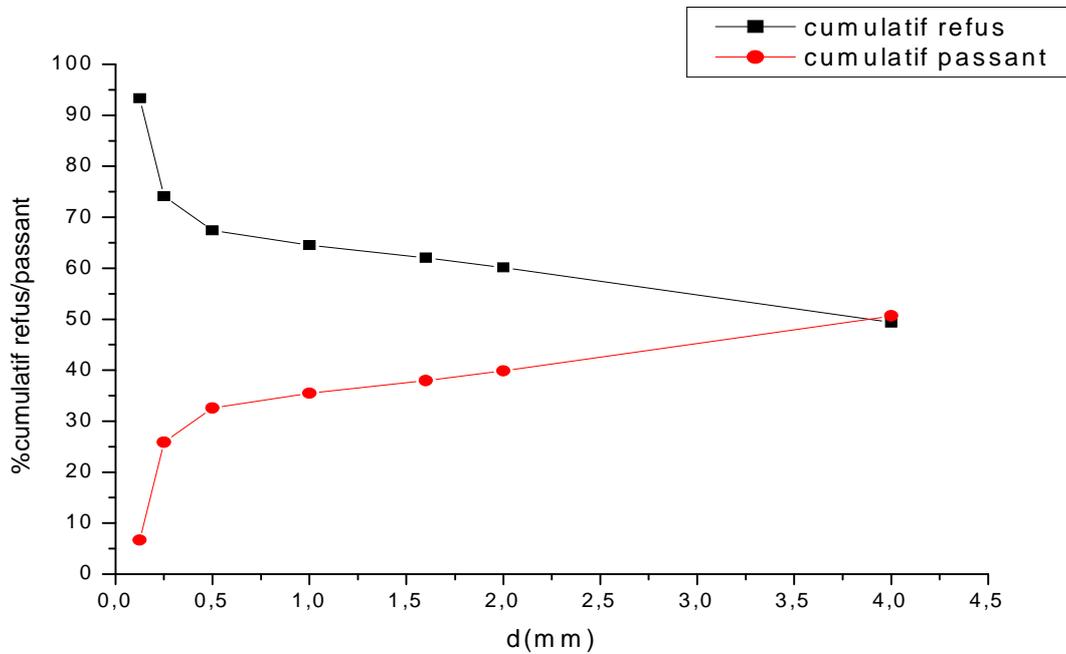


Figure4 : courbe granulométrique de l'échantillon $\varphi_m=50\%$ après le broyage sec

Tableau03 : Résultats d'analyse granulométrique de l'échantillon à $\varphi_m = 40\%$ avant le broyage sec

Ouverture des tamis (mm)	Mi(g)	Mi(%)	%cumulatif refus	%cumulatif passant
4	35,94	44,47	44,44	55,53
2	7,14	8,84	53,31	46,64
1,6	1,64	2,03	55,34	44,66
1	2,21	2,73	58,73	51,27
0,5	2,74	3,39	61,46	38,54
0,25	3,59	4,44	65,9	34,1
0,125	20,71	25,63	91,53	8,47
<0,125	6,84	8,48	99,99	0,01
Totale	80,81	99,99	/	/

Tableau 047: Résultats d'analyse granulométrique de l'échantillon à $\varphi_m = 40\%$ après le broyage sec

Ouverture des tamis (mm)	Mi(g)	Mi(%)	%cumulatif refus	%cumulatif passant
>4	30,51	41,28	41,28	58,72
2	5,92	8,01	49,29	50,71
1,6	1,46	1,97	51,26	48,74
1	1,62	2,19	53,45	46,55
0,5	1,96	2,65	56,1	43,9
0,25	1,55	2,1	58,2	41,8
0,125	22,49	30,43	88,63	11,37
<0,125	8,39	11,35	99,98	0,02
Totale	73,9	99,98	/	/

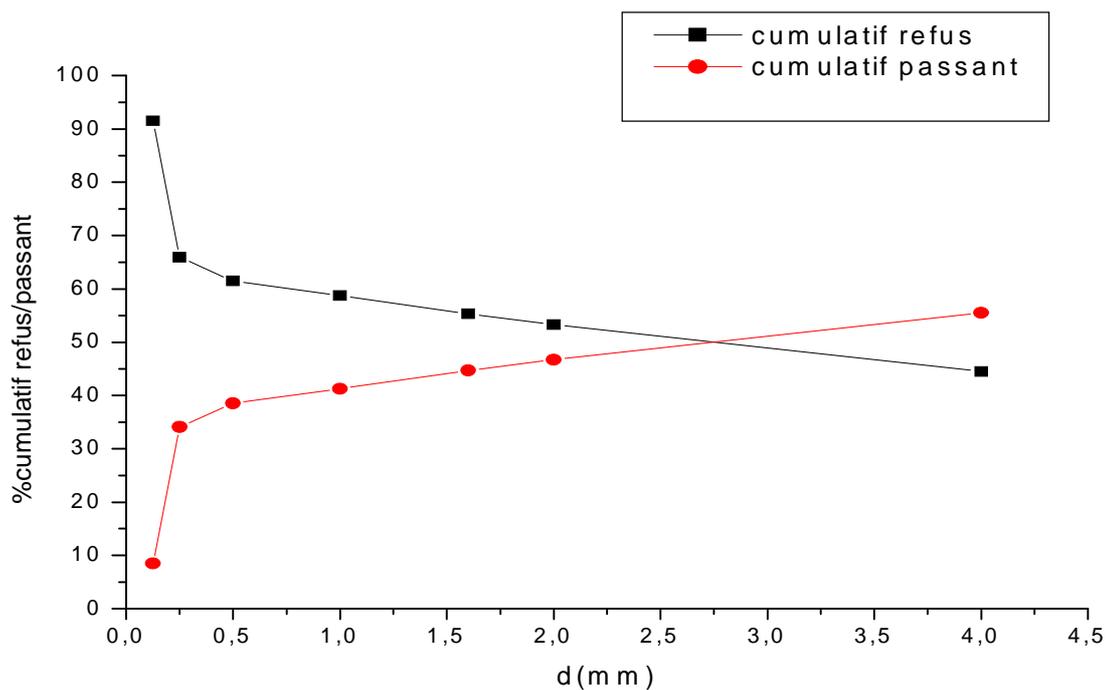


Figure5 : courbe granulométrique de l'échantillon $\varphi_m = 40\%$ avant le broyage sec

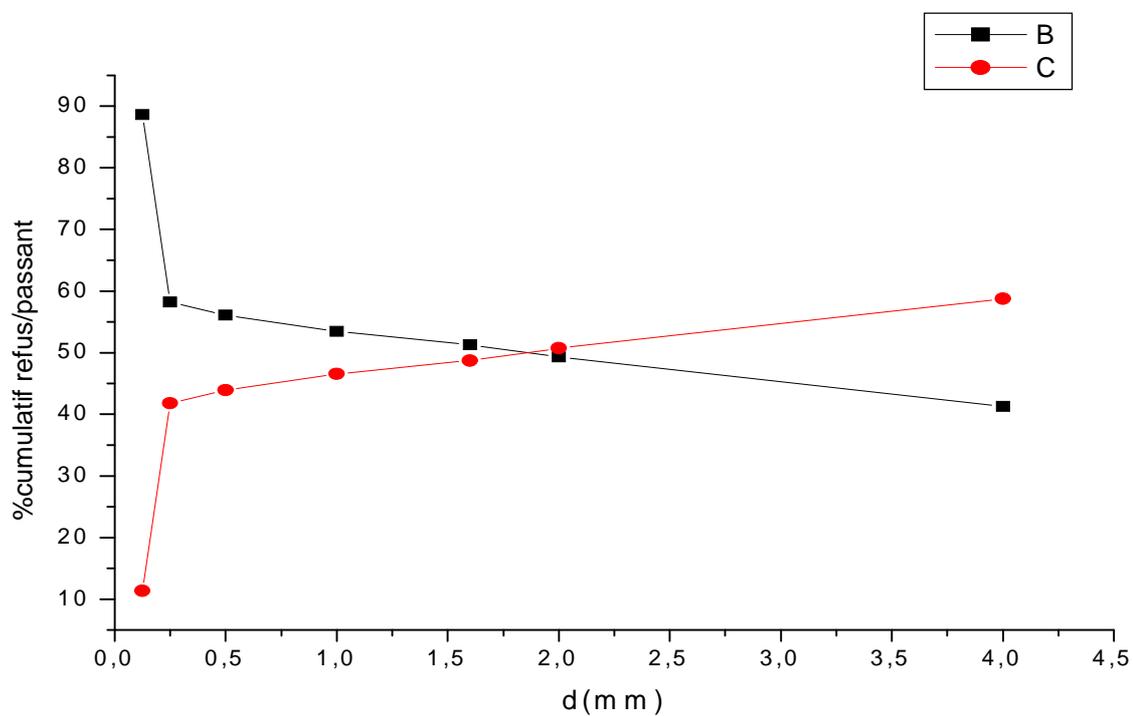


Figure6 : courbe granulométrique de l'échantillon $\varphi_m = 40\%$ avant le broyage sec

Tableau05: Résultats d'analyse granulométrique de l'échantillon à $\varphi_m = 30\%$ avant le broyage sec

Ouverture des tamis (mm)	Mi(g)	Mi(%)	%cumulatif refus	%cumulatif passant
4	15,34	30,6	30,6	69,4
2	6,17	12,31	42,91	57,09
1,6	1,42	2,83	45,74	54,26
1	1,95	3,89	49,63	50,37
0,5	2,43	4,85	54,48	45,52
0,25	0,23	0,46	54,94	45,06
0,125	17,94	35,78	90,72	9,28
<0,125	4,65	9,27	99,99	0,01
Totale	50,13	99,99	/	/

Tableau06 : Résultat d'analyse granulométrique de l'échantillon $\varphi_m=30\%$ après le broyage sec.

Ouverture des tamis (mm)	Mi(g)	Mi(%)	%cumulatif refus	%cumulatif passant
4	12,26	25,49	25,49	74,51
2	5,49	11,41	36,9	63,1
1,6	1,29	2,68	39,58	60,42
1	1,83	3,8	43,38	56,62
0,5	2,29	4,76	48,14	51,86
0,25	1,04	2,16	50,3	49,7
0,125	18,19	37,82	88,12	11,88
<0,125	5,71	11,87	99,99	0,01
Totale	48,1	99,99	/	/

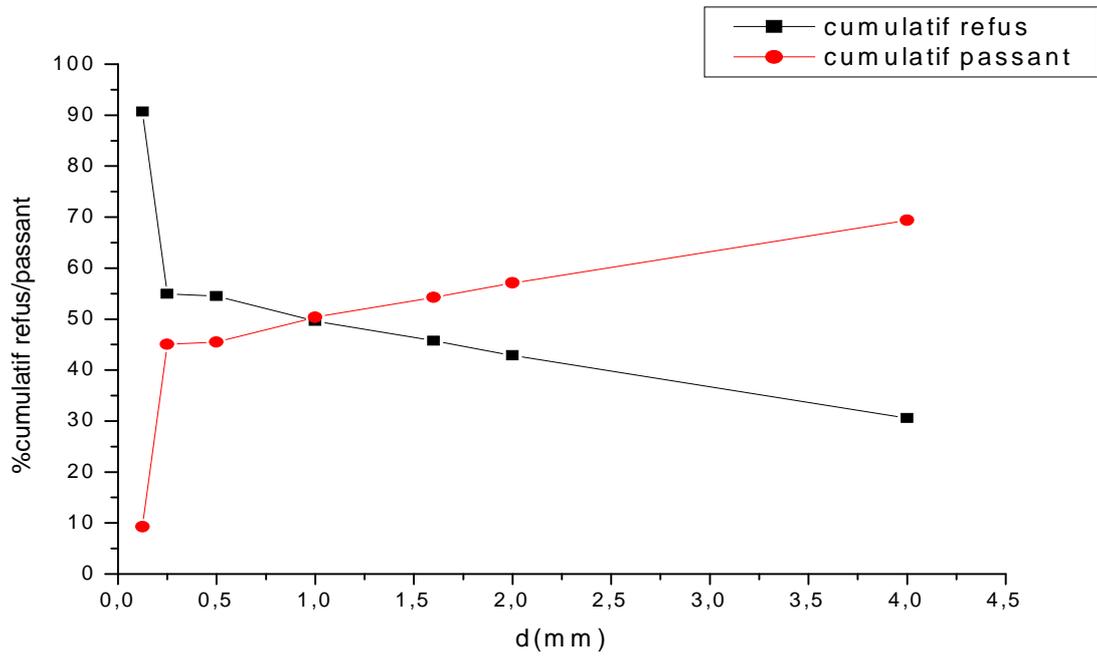


Figure 7 : courbe granulométrique de l'échantillon $\varphi_m = 30\%$ avant le broyage sec

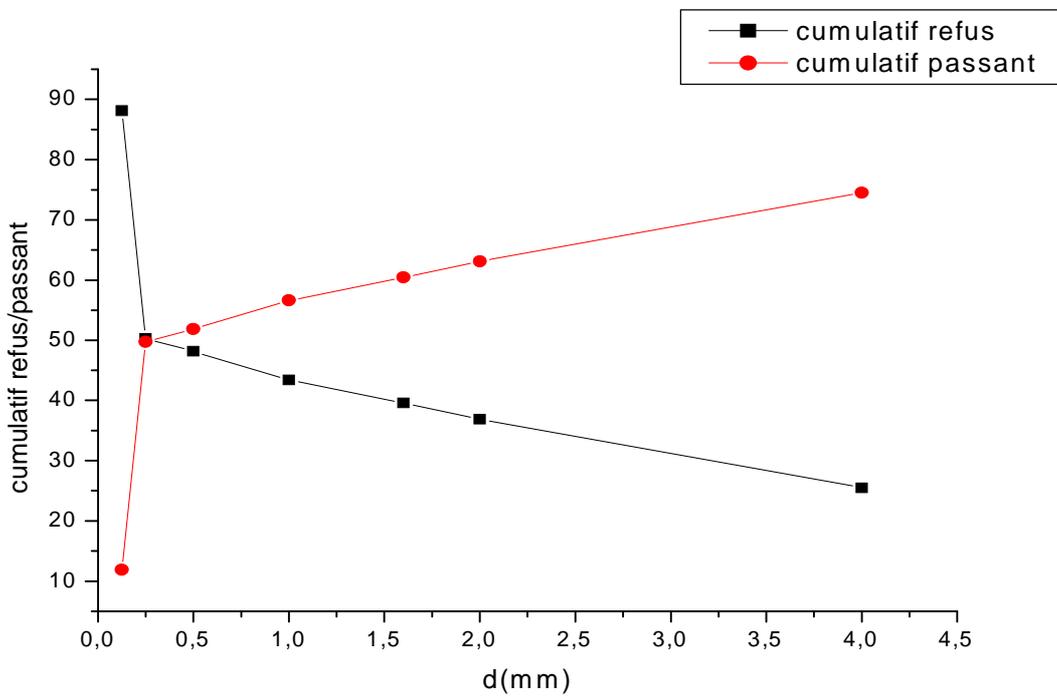


Figure 8 : courbe granulométrique de l'échantillon $\varphi_m = 30\%$ après le broyage sec

Tableau07 : Résultat d'analyse granulométrique de l'échantillon $\varphi_m = 20\%$ après le broyage sec.

Ouverture des tamis (mm)	Mi(g)	Mi(%)	%cumulatif refus	%cumulatif passant
4	8,11	26,71	26,71	73,29
2	3,25	10,7	37,41	62,59
1,6	0,97	3,19	40,6	59,4
1	1,21	3,99	44,59	55,41
0,5	1,57	5,17	49,76	50,24
0,25	0,71	2,34	52,1	47,9
0,125	11,32	37,28	89,9	10,1
<0,125	3,22	10,61	99,99	0,01
Totale	30,36	99,99	/	/

Tableau08: Résultat d'analyse granulométrique de l'échantillon $\varphi_m = 20\%$ après broyage sec

Ouverture des tamis (mm)	Mi(g)	Mi(%)	%cumulatif refus	%cumulatif passant
4	7,02	25,16	25,16	74,84
2	2,68	9,6	34,76	65,24
1,6	0,74	2,65	37,41	62,52
1	0,9	3,23	40,64	59,36
0,5	1,25	4,48	45,12	54,88
0,25	0,06	0,22	45,34	54,66
0,125	11,81	42,33	87,67	12,33
<0,125	3,44	12,33	100	0
Totale	27,44	100	/	/

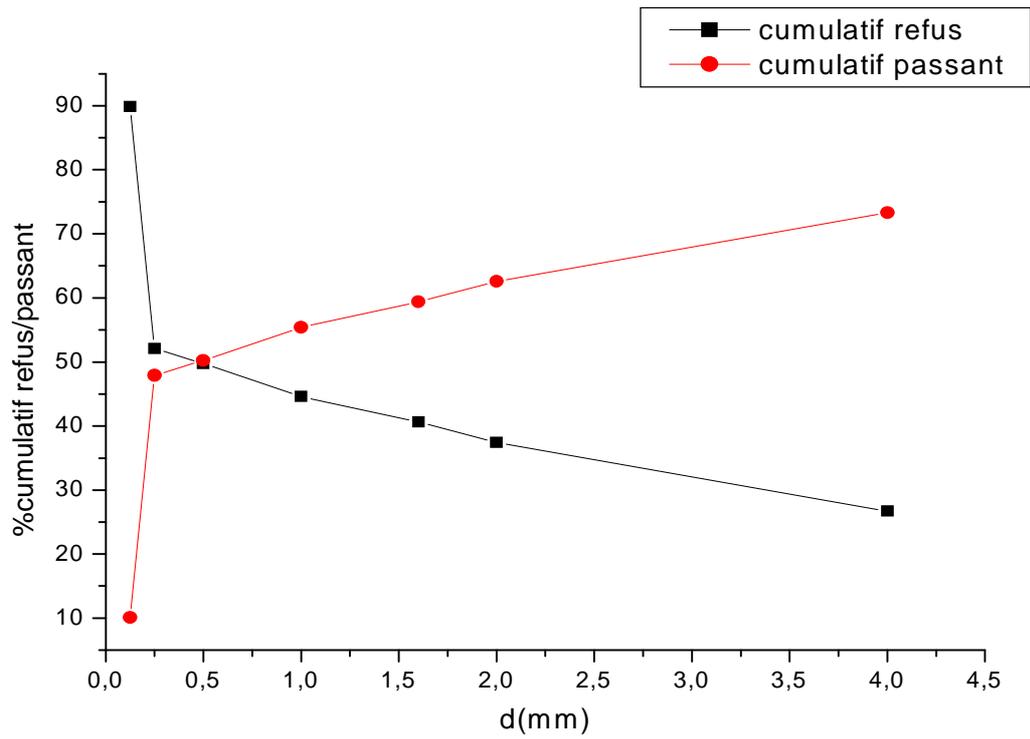


Figure09 : courbe granulométrique de l'échantillon $\varphi_m = 20\%$ avant le broyage sec

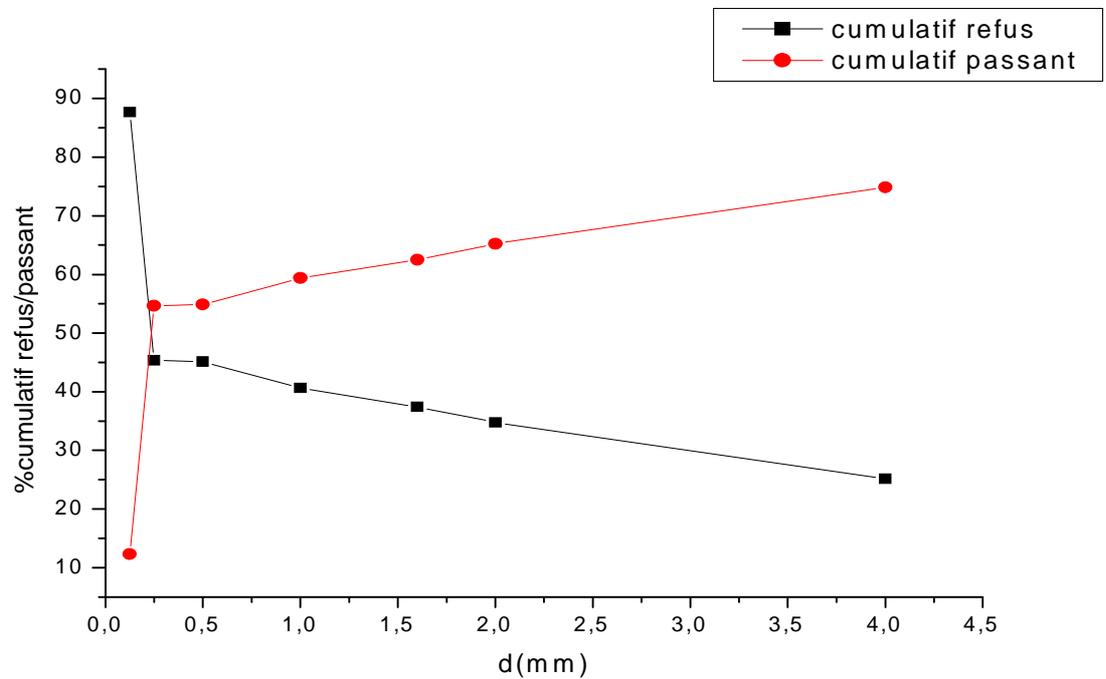


Figure10 : courbe granulométrique de l'échantillon $\varphi_m = 20\%$ après le broyage sec

Influence du temps de broyage

Tableau09 : Résultat d'analyse granulométrique de l'échantillon t=30 min avant le broyage sec.

Ouverture des tamis (mm)	Mi(g)	Mi(%)	%cumulatif refus	%cumulatif passant
4	79,67	63	63	37
2	13,47	10,64	73,64	26,36
1,6	2,52	1,99	75,63	24,37
1	3,02	2,38	78,01	21,99
0,5	3,16	2,43	80,5	19,5
0,25	6,42	5,07	85,57	14,43
0,125	14,66	11,58	97,15	2,85
<0,125	3,61	2,85	100	0,00
totale	126,53	100	/	/

Tableau10 : Résultat d'analyse granulométrique de l'échantillon t=30min après le broyage sec

Ouverture des tamis (mm)	Mi(g)	Mi(%)	%cumulatif refus	%cumulatif passant
4	73,46	59,93	59,93	40,07
2	13,54	11,04	70,97	29,03
1,6	2,32	1,89	72,86	27,14
1	2,58	2,1	74,96	25,04
0,5	2,58	2,1	77,06	22,94
0,25	4,3	3,5	80,56	19,44
0,125	16,26	13,5	93,86	6,14
<0,125	7,53	6,14	100	0
totale	122,57	100	/	/

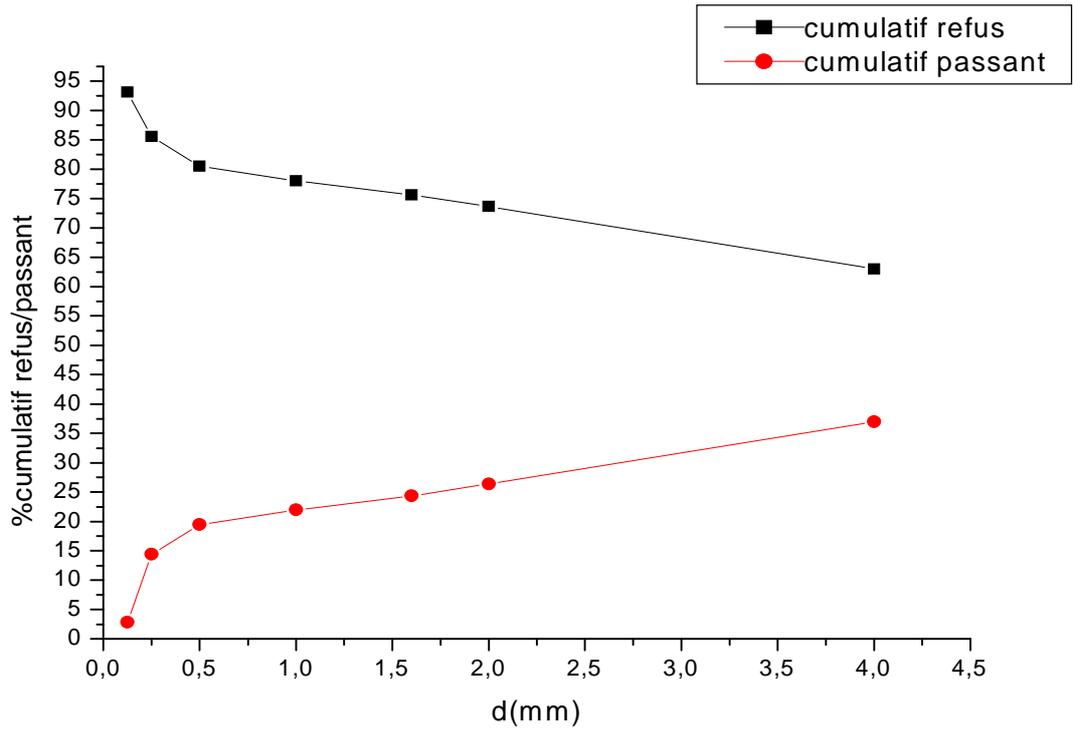


Figure11 : Courbe granulométrique de l'échantillon t = 30min avant le broyage sec

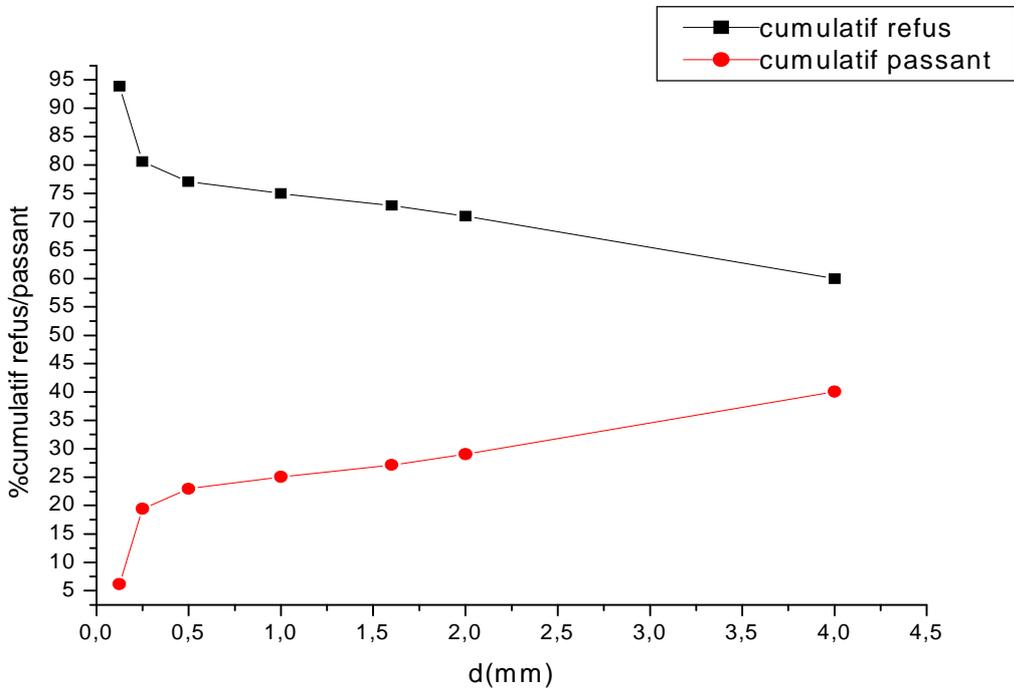


Figure12 : Courbe granulométrique de l'échantillon à t = 30min après broyage sec

Tableau11: Résultat d'analyse granulométrique de l'échantillon t= 60mn avant le broyage sec.

Ouverture des tamis (mm)	Mi(g)	Mi(%)	%cumulatif refus	%cumulatif passant
4	70,49	56,2	56,2	43,72
2	12,64	10,08	66,28	33,72
1,6	2,36	1,88	68,16	31,84
1	3,05	2,43	70,52	29,41
0,5	3,98	3,17	73,76	26,24
0,25	6,92	5,52	79,28	20,72
0,125	21,16	16,87	96,65	3,85
<0,125	4,82	3,84	99,99	0,01
totale	125,42	99,99	/	/

Tableau12 : Résultat d'analyse granulométrique de l'échantillon t= 60mn après le broyage sec.

Ouverture des tamis (mm)	Mi(g)	Mi(%)	%cumulatif refus	%cumulatif passant
4	59,75	49,34	49,34	50,66
2	13,08	10,8	60,14	39,86
1,6	2,32	1,91	62,05	37,95
1	3,02	2,49	64,54	35,46
0,5	3,47	2,86	67,4	32,6
0,25	8,11	6,7	74,1	25,9
0,125	23,25	19,2	93,93	6,7
<0,125	8,10	6,69	99,99	0,01
totale	121,1	99,99	/	/

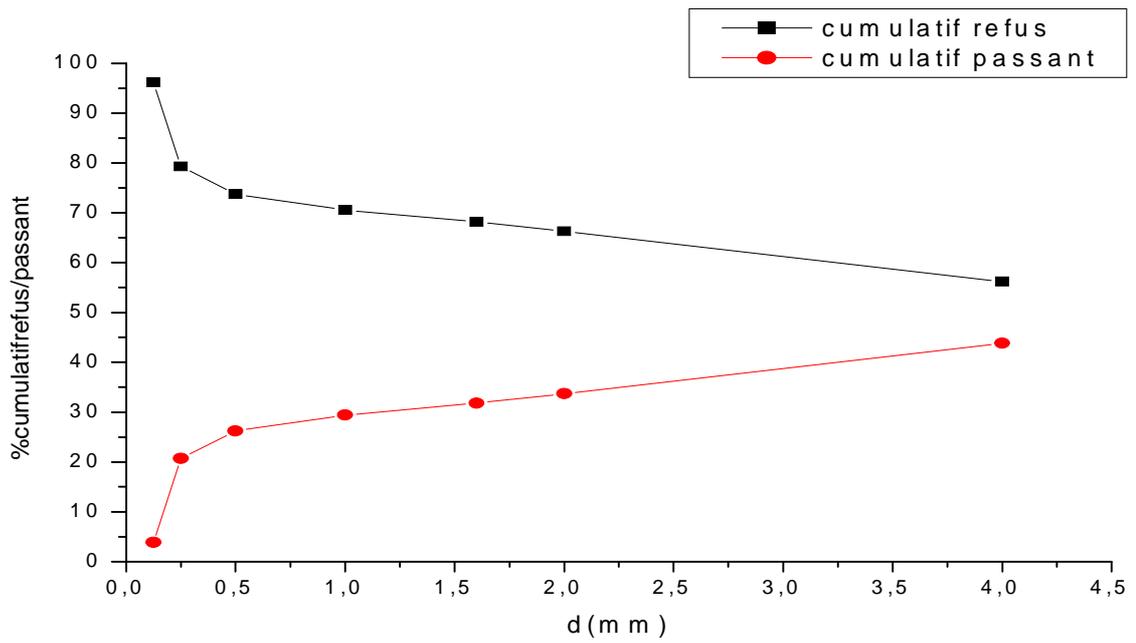


Figure13 : courbe granulométrique de l'échantillon t= 60mn avant le broyage sec

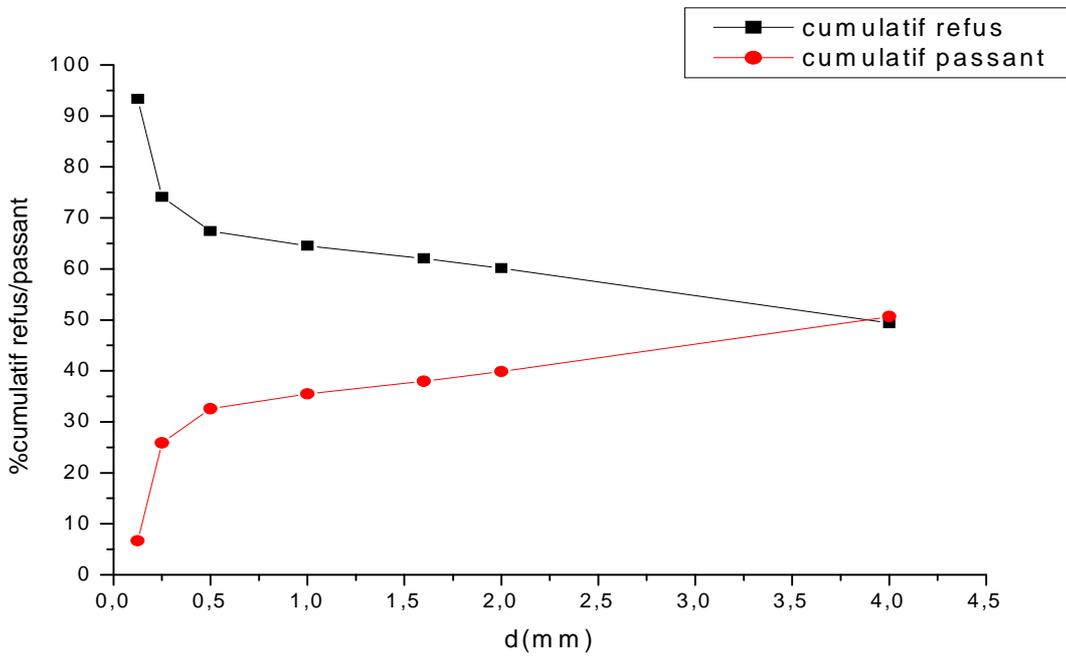


Figure14 : courbe granulométrique de l'échantillon t=60mn après le broyage sec

Tableau13 : Résultat d'analyse granulométrique de l'échantillon t=90min avant le broyage
sec

Ouverture des tamis (mm)	Mi(g)	Mi(%)	%cumulatif refus	%cumulatif passant
4	60,79	47,82	47,82	52,18
2	16,9	13,29	61,11	38,89
1,6	3,33	2,62	63,73	36,27
1	4,06	3,19	66,92	33,08
0,5	5,36	4,22	71,14	28,86
0,25	15,99	12,58	83,72	16,28
0,125	17,87	14,05	97,77	2,23
<0,125	2,83	2,23	100	0
totale	127,13	100	/	/

Tableau14: Résultat d'analyse granulométrique de l'échantillon t=90min après le broyage
sec.

Ouverture des tamis (mm)	Mi(g)	Mi(%)	%cumulatif refus	%cumulatif passant
4	51,58	42,69	42,69	57,31
2	14,58	14,55	57,24	42,76
1,6	2,96	2,45	59,69	40,31
1	3,52	2,91	62,6	37,4
0,5	4,2	3,48	66,08	33,72
0,25	8,38	6,93	73,01	26,99
0,125	24,54	20,31	93,32	6,68
<0,125	8,07	6,68	100	0
totale	120,83	100	/	/

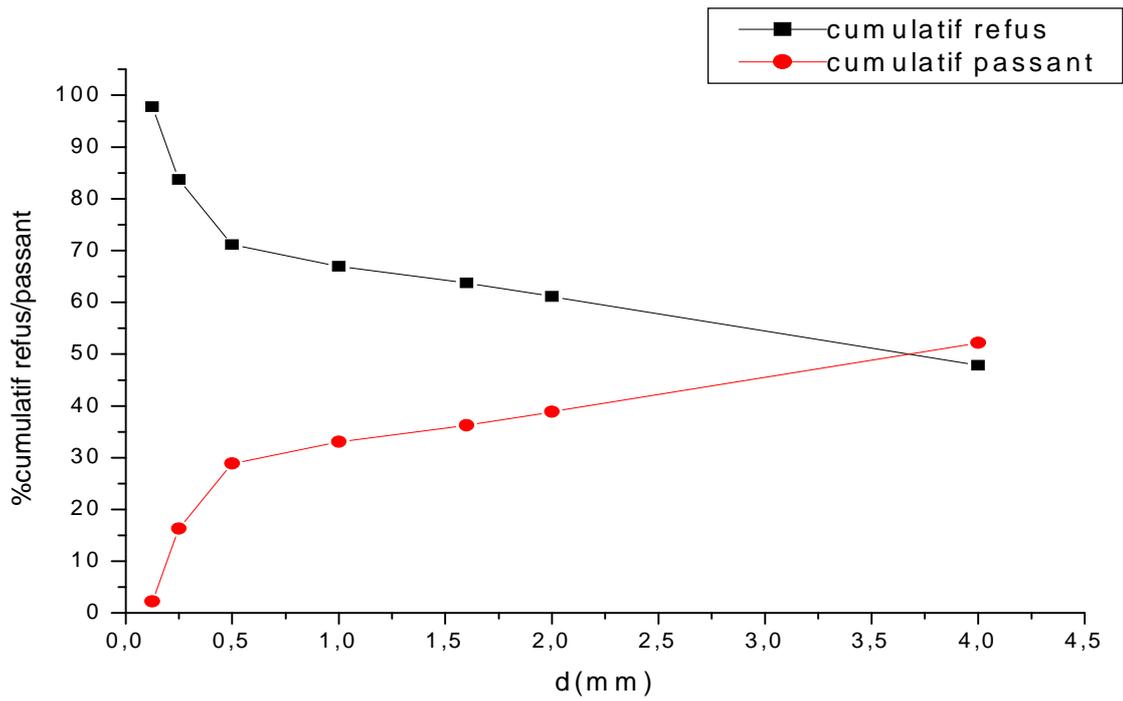


Figure15 : courbe granulométrique de l'échantillon t=90 min avant le broyage sec

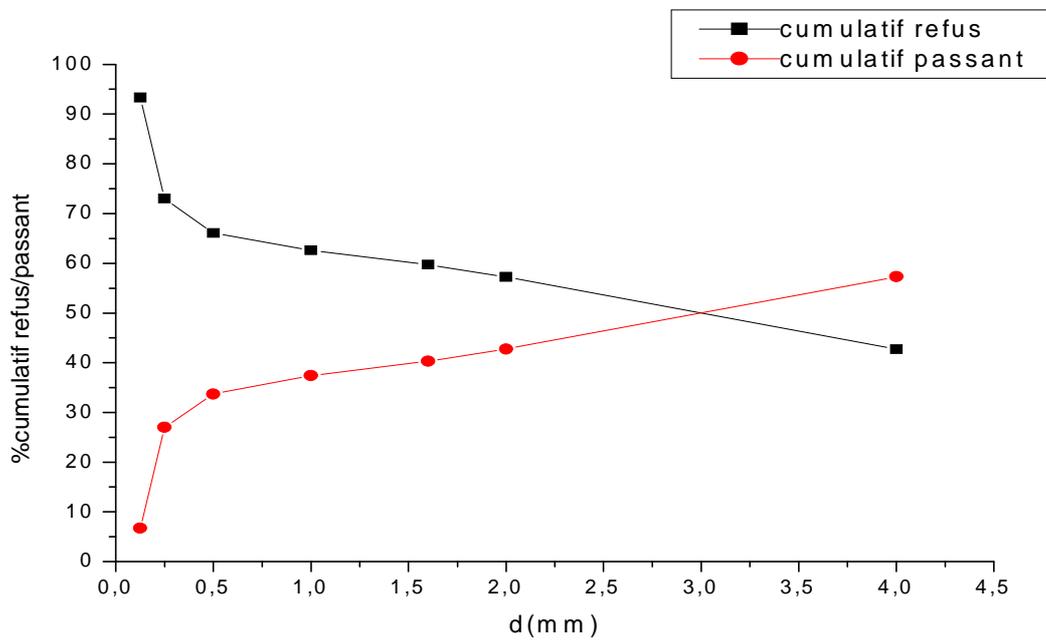


Figure16 : courbe granulométrique de l'échantillon t=90 min après le broyage sec

Tableau15: Résultat d'analyse granulométrique de l'échantillon t=120min avant le broyage
sec

Ouverture des tamis (mm)	Mi(g)	Mi(%)	%cumulatif refus	%cumulatif passant
4	77,63	61,32	61,32	38,68
2	11,13	8,79	70,11	29,89
1,6	1,92	1,52	71,63	28,37
1	2,5	1,97	73,6	26,4
0,5	3,32	2,62	76,22	23,78
0,25	11,15	8,81	85,03	14,97
0,125	16,17	12,77	97,8	2,2
<0,125	2,77	2,19	99,99	0,01
totale	126,59	99,99	/	/

Tableau416: Résultat d'analyse granulométrique de l'échantillon t=120min après le broyage
sec

Ouverture des tamis (mm)	Mi(g)	Mi(%)	%cumulatif refus	%cumulatif passant
4	67,9	55,11	55,11	44,89
2	10,46	8,5	63,61	36,39
1,6	1,61	1,3	64,91	35,09
1	2,25	1,83	66,74	33,26
0,5	2,75	2,23	68,97	31,02
0,25	6,77	5,49	74,46	25,54
0,125	23,57	19,13	93,59	6,41
<0,125	7,9	6,41	100	0,00
totale	123,21	100	/	/

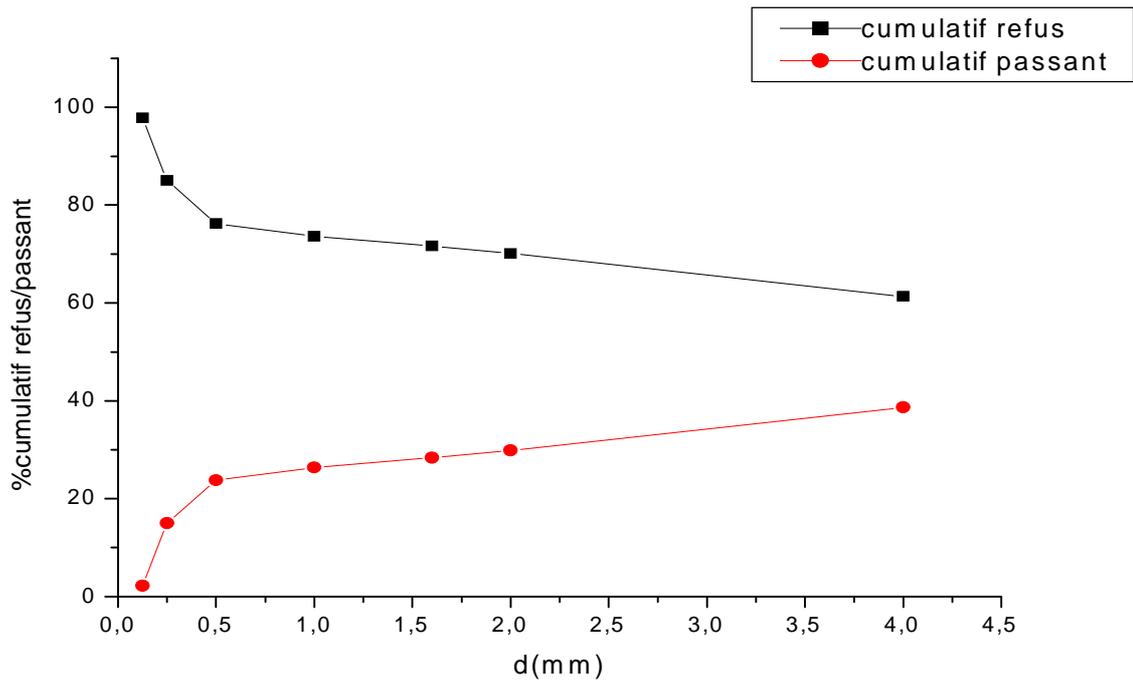


Figure17 : courbe granulométrique de l'échantillon $t=120\text{min}$ avant le broyage sec

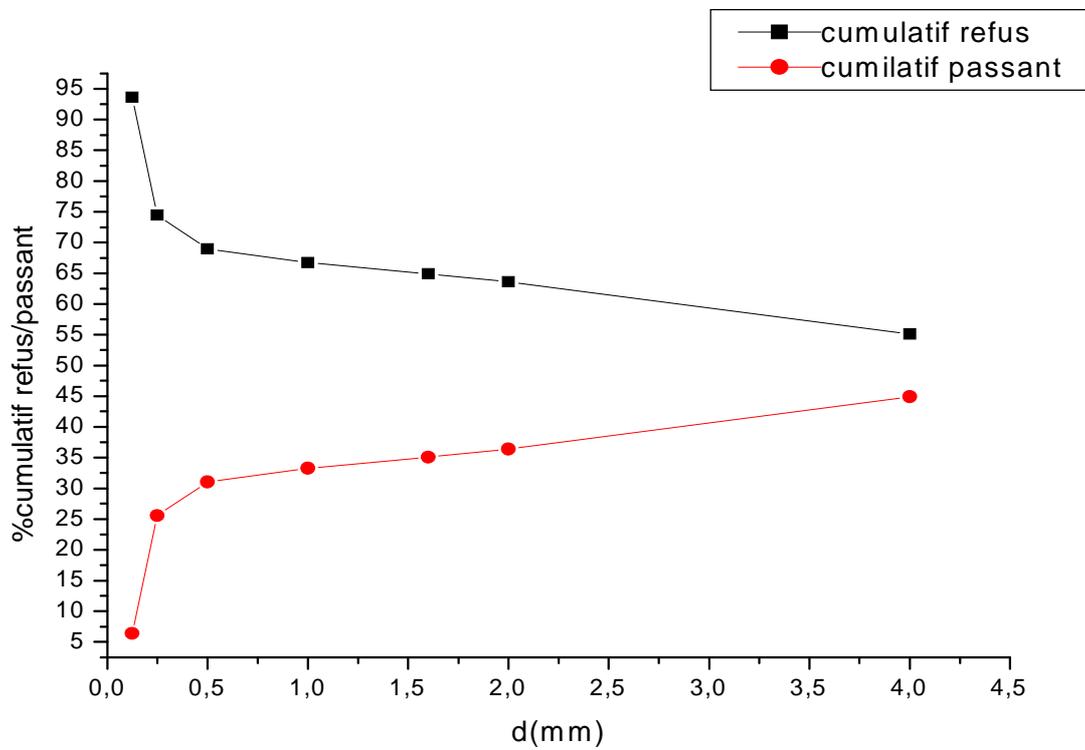


Figure18 : courbe granulométrique de l'échantillon $t=120\text{min}$ après le broyage sec

Tableau17 : Résultat d'analyse granulométrique de l'échantillon t=150min avant le broyage
sec

Ouverture des tamis (mm)	Mi(g)	Mi(%)	%cumulatif refus	%cumulatif passant
4	46,11	36,57	36,57	63,43
2	17,62	13,97	50,54	49,46
1,6	3,55	2,81	53,35	46,65
1	5,05	4,01	57,36	42,64
0,5	6,81	5,4	62,76	37,24
0,25	23,03	18,27	81,03	18,97
0,125	21,06	16,7	97,73	2,27
<0,125	2,85	2,26	99,99	0,01
totale	126,08	99,99	/	/

Tableau18 : Résultat d'analyse granulométrique de l'échantillon t=150min après le broyage
sec

Ouverture des tamis (mm)	Mi(g)	Mi(%)	%cumulatif refus	%cumulatif passant
4	32,44	26,69	26,69	73,31
2	17,72	14,58	41,27	58,73
1,6	3,89	3,2	44,47	55,53
1	4,93	4,06	48,53	51,47
0,5	6,09	5,01	53,54	46,46
0,25	12,93	10,64	64,18	35,82
0,125	33,87	27,87	92,05	7,95
<0,125	9,66	7,95	100	0
totale	121,53	100	/	/

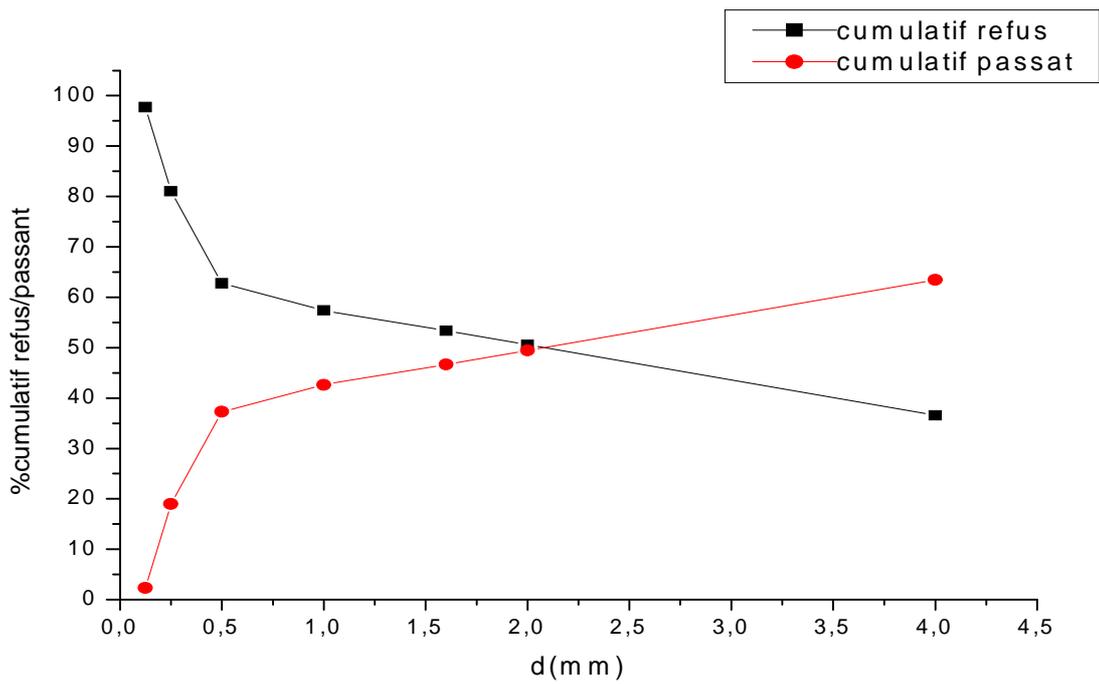


Figure19 : courbe granulométrique de l'échantillon t=150min avant le broyage sec

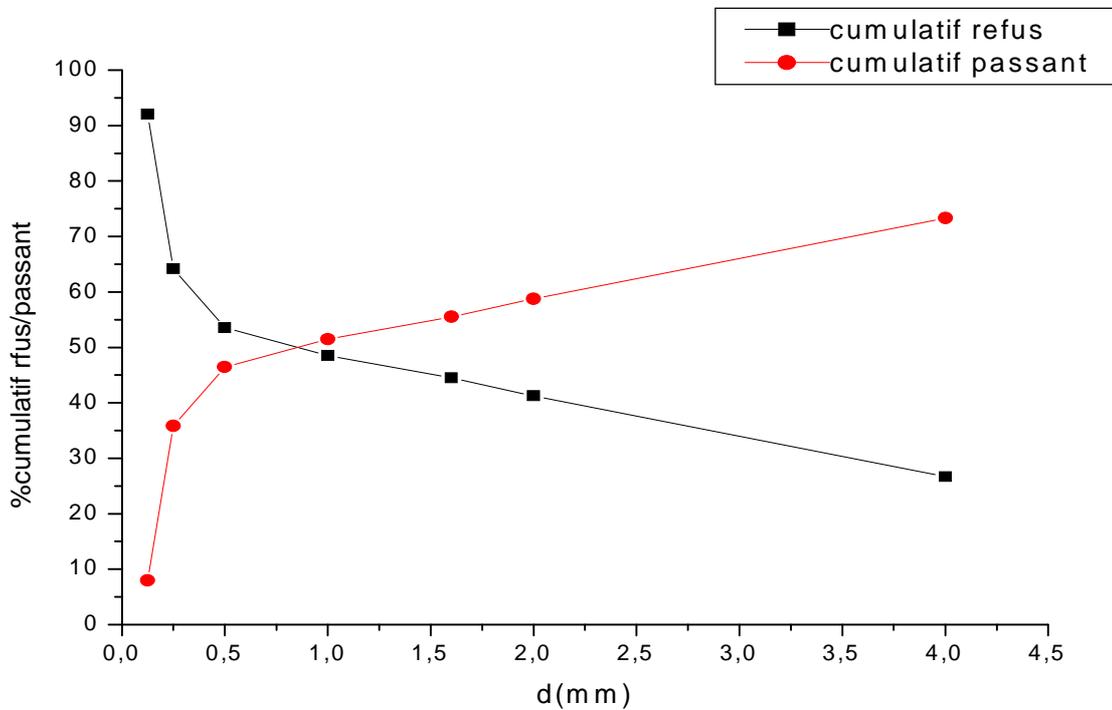


Figure20 : courbe granulométrique de l'échantillon t=150min après le broyage sec

Tableau19 : Résultat d'analyse granulométrique de l'échantillon t=180min avant le broyage
sec

Ouverture des tamis (mm)	Mi(g)	Mi(%)	%cumulatif refus	%cumulatif passant
4	52,14	41,39	41,39	58,61
2	16,94	13,45	54,84	45,16
1,6	3,54	2,81	57,65	42,35
1	4,93	3,91	61,56	38,44
0,5	6,19	4,91	66,47	33,53
0,25	20,97	16,64	83,11	16,89
0,125	18,63	14,79	97,9	2,1
<0,125	2,64	2,09	99,99	0,01
totale	125,98	99,99	/	/

Tableau20 : Résultat d'analyse granulométrique de l'échantillon t=180min après le broyage
sec

Ouverture des tamis (mm)	Mi(g)	Mi(%)	%cumulatif refus	%cumulatif passant
4	44,68	36,74	36,74	63,26
2	15,38	12,65	49,39	50,61
1,6	3,8	3,13	52,52	47,48
1	4,4	3,62	56,14	43,86
0,5	5,31	4,37	60,51	39,49
0,25	9,83	8,08	68,59	31,41
0,125	29,55	24,3	92,89	7,11
<0,125	8,65	7,11	100	0
totale	121,6	100	/	/

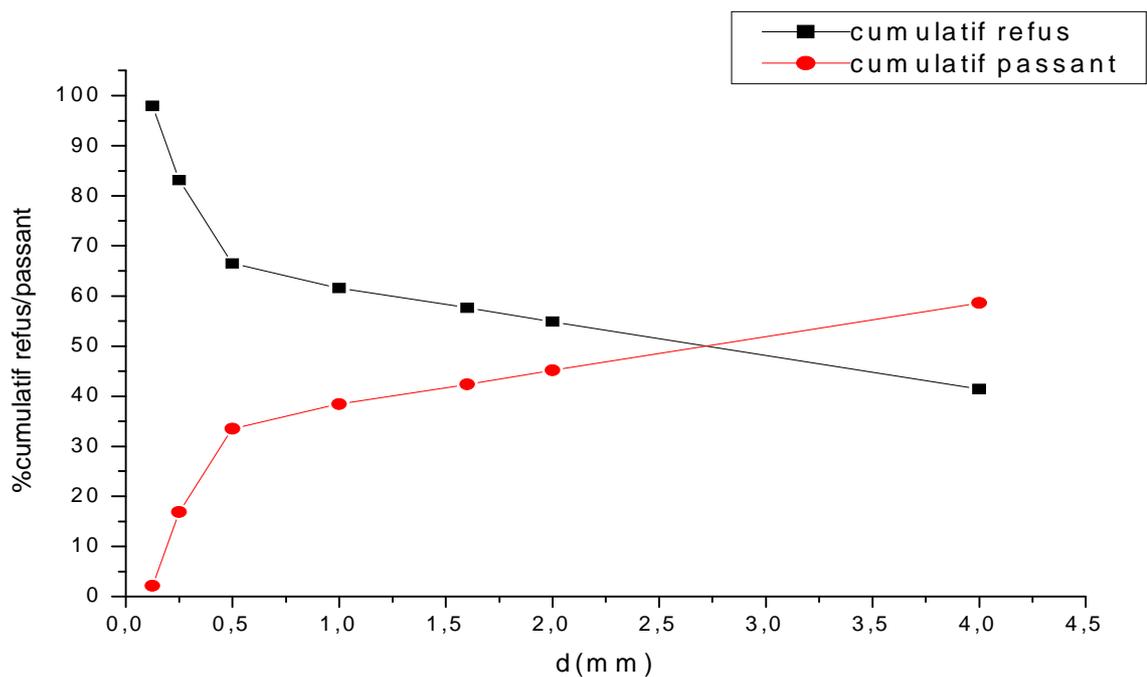


Figure 21 : courbe granulométrique de l'échantillon $t=180\text{min}$ avant le broyage sec

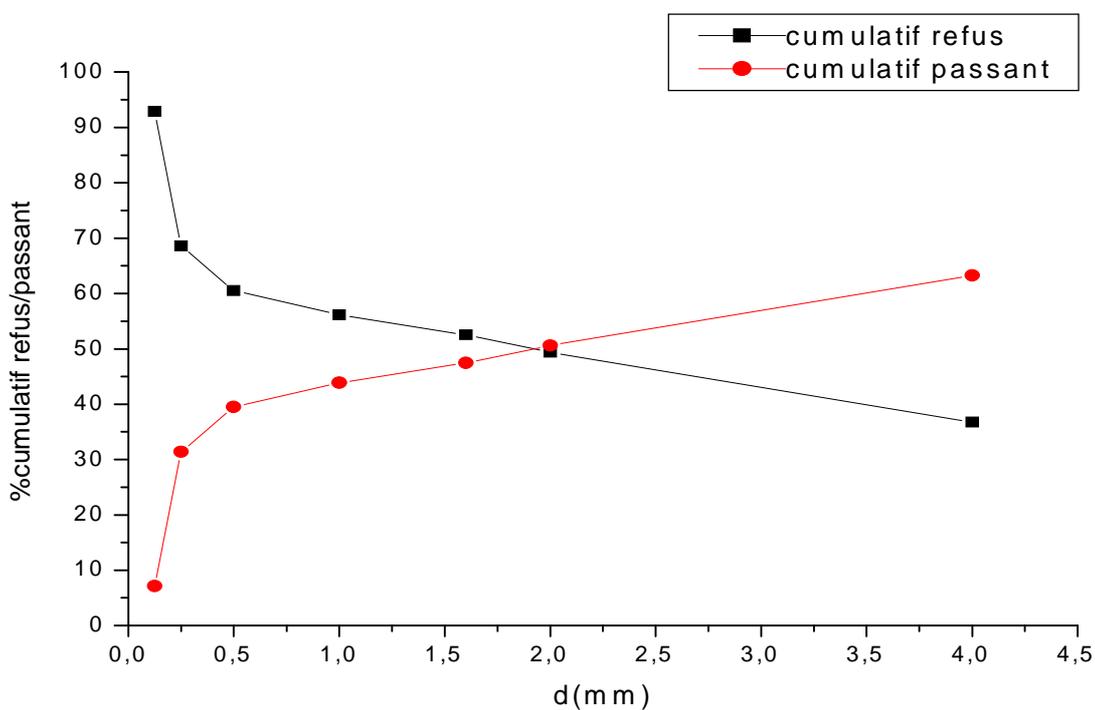


Figure 22 : courbe granulométrique de l'échantillon $t=180\text{min}$ après le broyage sec

Influence de la vitesse de broyage

Tableau21 : Résultat d'analyse granulométrique de l'échantillon de V=115 tr/min avant le broyage sec

Ouverture des tamis (mm)	Mi(g)	Mi(%)	%cumulatif refus	%cumulatif passant
4	47,44	37,61	37,61	62,39
2	16,34	12,95	50,56	49,44
1,6	3,61	2,86	53,42	46,58
1	5,16	4,09	57,51	42,49
0,5	6,67	5,29	62,8	37,2
0,25	21,03	16,67	79,47	20,53
0,125	22,46	17,8	97,27	2,73
<0,125	3,44	2,72	99,99	0,01
totale	126,15	99,99	/	/

Tableau22: Résultat d'analyse granulométrique de l'échantillon de V=115 tr/min après le broyage sec

Ouverture des tamis (mm)	Mi(g)	Mi(%)	%cumulatif refus	%cumulatif passant
4	21,44	18,02	18,02	81,98
2	5,47	4,51	22,53	77,47
1,6	0,53	0,44	22,97	77,03
1	0,97	0,8	23,77	76,23
0,5	1,43	1,18	24,95	85,05
0,25	3,38	2,79	27,74	72,2
0,125	52,34	43,19	70,93	29,07
<0,125	35,22	29,06	99,99	0,01
totale	121,18	99,99	/	/

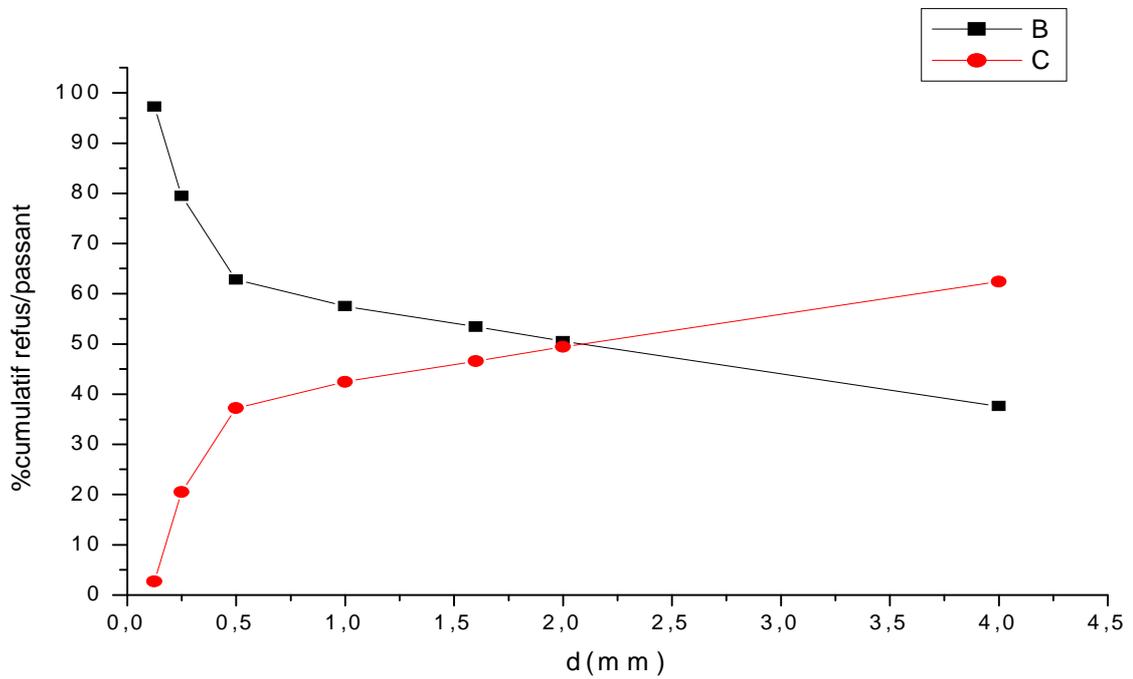


Figure23 : courbe granulométrique de l'échantillon V=115tr/min avant le broyage sec

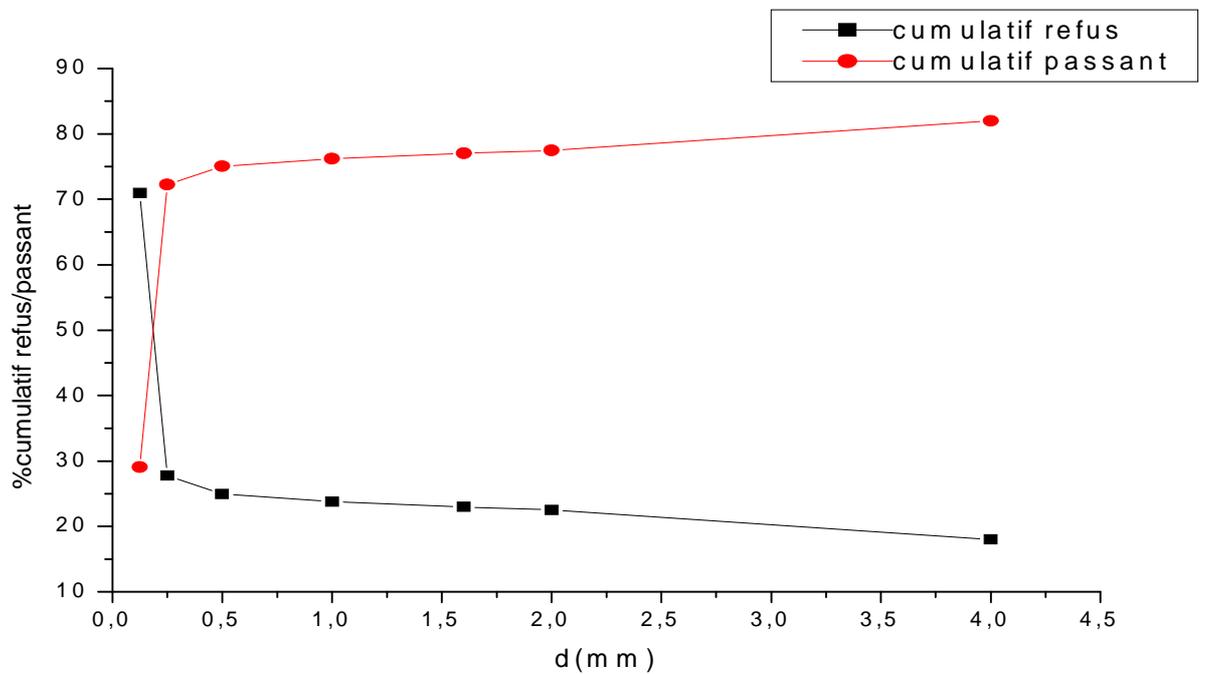


Figure24 : courbe granulométrique de l'échantillon V=115tr/min après le broyage sec

Tableau23 : Résultat d'analyse granulométrique de l'échantillon de V=140tr/min avant le broyage sec

Ouverture des tamis (mm)	Mi(g)	Mi(%)	%cumulatif refus	%cumulatif passant
4	45,49	36,19	36,19	63,81
2	15,31	12,18	48,37	51,63
1,6	3,76	2,99	51,36	48,64
1	4,86	3,86	55,22	44,78
0,5	6,97	5,54	60,76	39,24
0,25	19,33	15,38	76,14	23,86
0,125	25,94	20,64	96,78	3,22
<0,125	4,03	3,21	99,99	0,01
totale	125,69	99,99	/	/

Tableau24 : Résultat d'analyse granulométrique de l'échantillon de V=140tr/min après le broyage sec

Ouverture des tamis (mm)	Mi(g)	Mi(%)	%cumulatif refus	%cumulatif passant
4	3,72	3,08	3,08	96,92
2	0,61	0,5	3,58	96,42
1,6	0,09	0,07	3,65	96,35
1	0,38	0,31	3,96	96,04
0,5	0,44	0,36	4,32	95,68
0,25	1,78	1,47	5,79	94,21
0,125	40,17	33,25	39,04	60,96
<0,125	73,63	60,94	99,98	0,02
totale	120,63	99,98	/	/

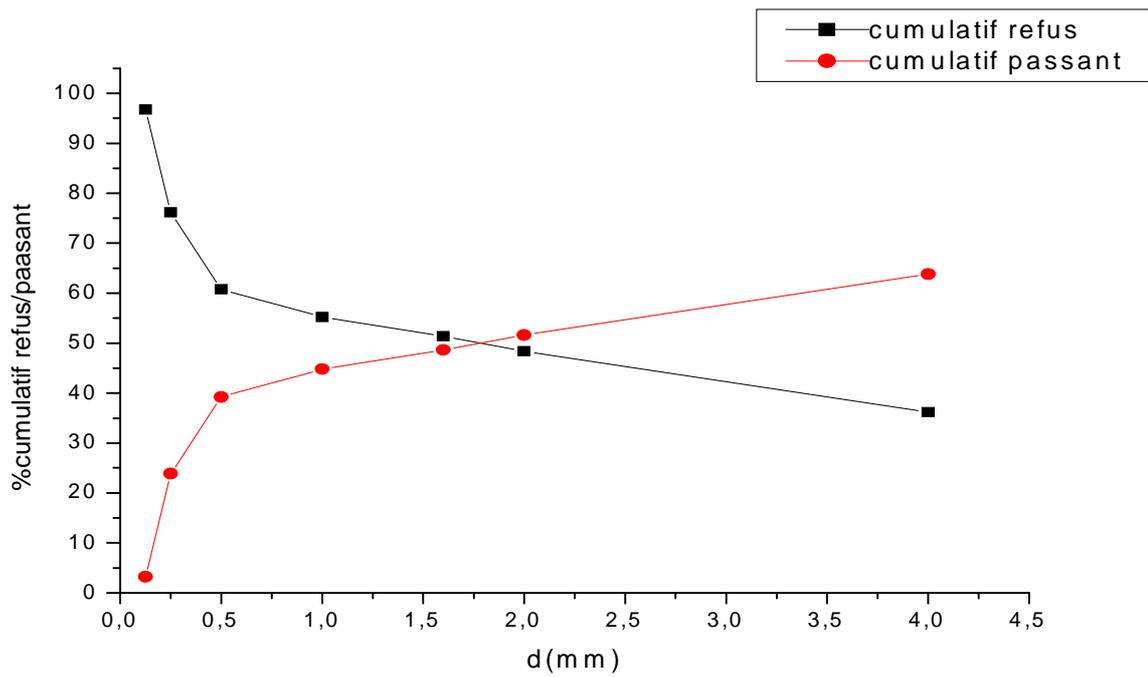


Figure25 : courbe granulométrique de l'échantillon V=140 tr/min avant le broyage sec

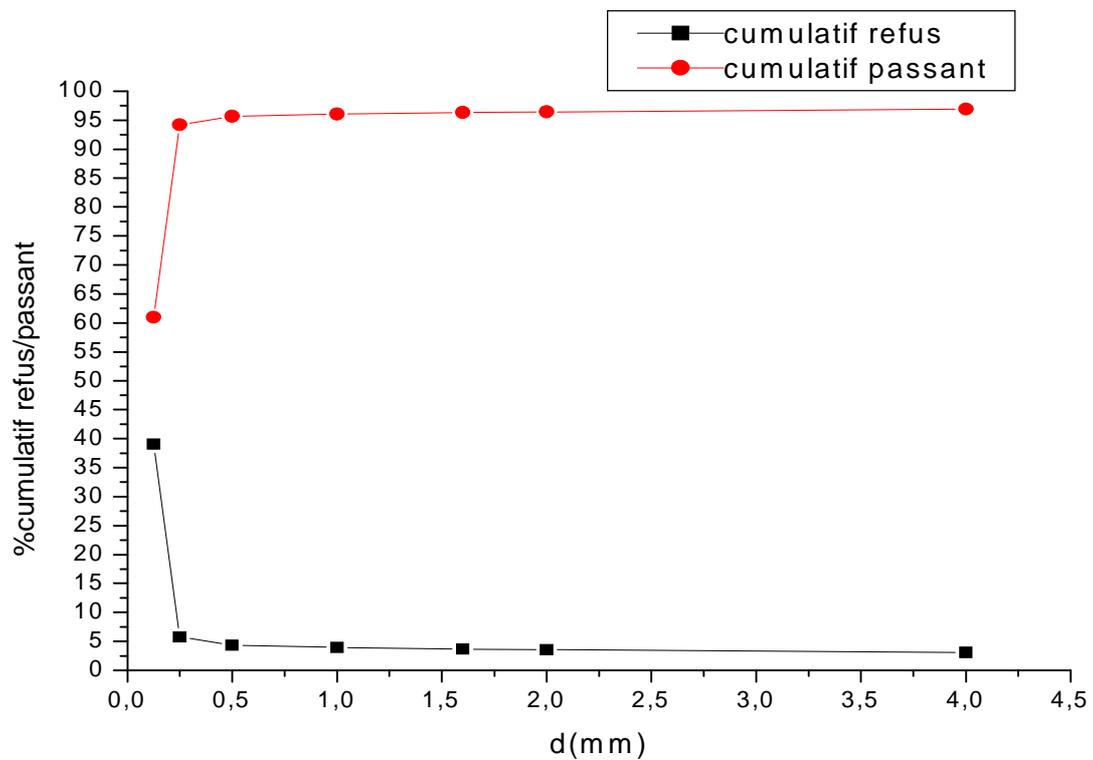


Figure26 : courbe granulométrique de l'échantillon V=140 tr/min après le broyage sec

Tableau25: Résultat d'analyse granulométrique de l'échantillon de V=160tr/min avant le broyage sec

Ouverture des tamis (mm)	Mi(g)	Mi(%)	%cumulatif refus	%cumulatif passant
4	63,21	50,11	50,11	49,89
2	14,01	11,1	61,95	38,79
1,6	2,2	1,74	62,95	37,05
1	3,25	2,57	65,52	34,48
0,5	4,35	3,45	67,97	31,03
0,25	12,52	9,92	78,89	21,11
0,125	22,10	17,52	96,41	3,59
<0,125	4,51	3,52	99,99	0,01
totale	126,15	99,99	/	/

Tableau26 : Résultat d'analyse granulométrique de l'échantillon de V=160tr/min après le broyage sec

Ouverture des tamis (mm)	Mi(g)	Mi(%)	%cumulatif refus	%cumulatif passant
4	7,05	5,95	5,95	94,05
2	0,23	0,19	6,14	93,86
1,6	0	0	6,14	93,86
1	0,24	0,2	6,34	93,66
0,5	0,64	0,54	6,88	93,12
0,25	3,33	2,81	9,69	90,31
0,125	28,79	24,31	34	66
<0,125	78,14	65,98	99,98	0,02
totale	118,42	99,98	/	

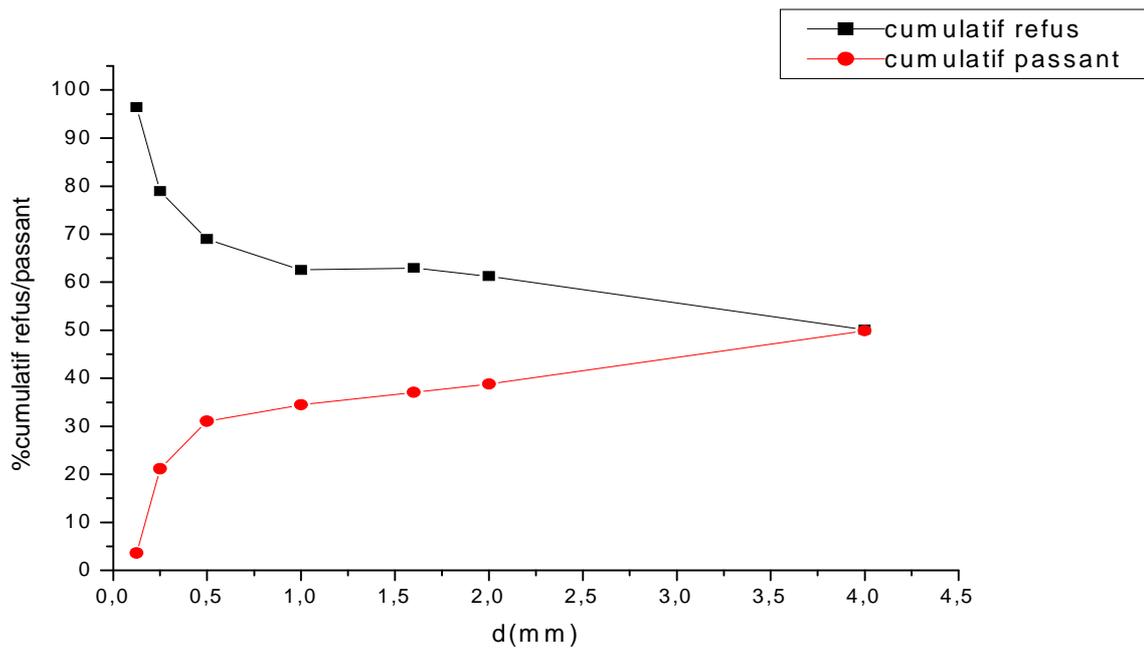


Figure27: courbe granulométrique de l'échantillon V=160 tr/min avant le broyage sec

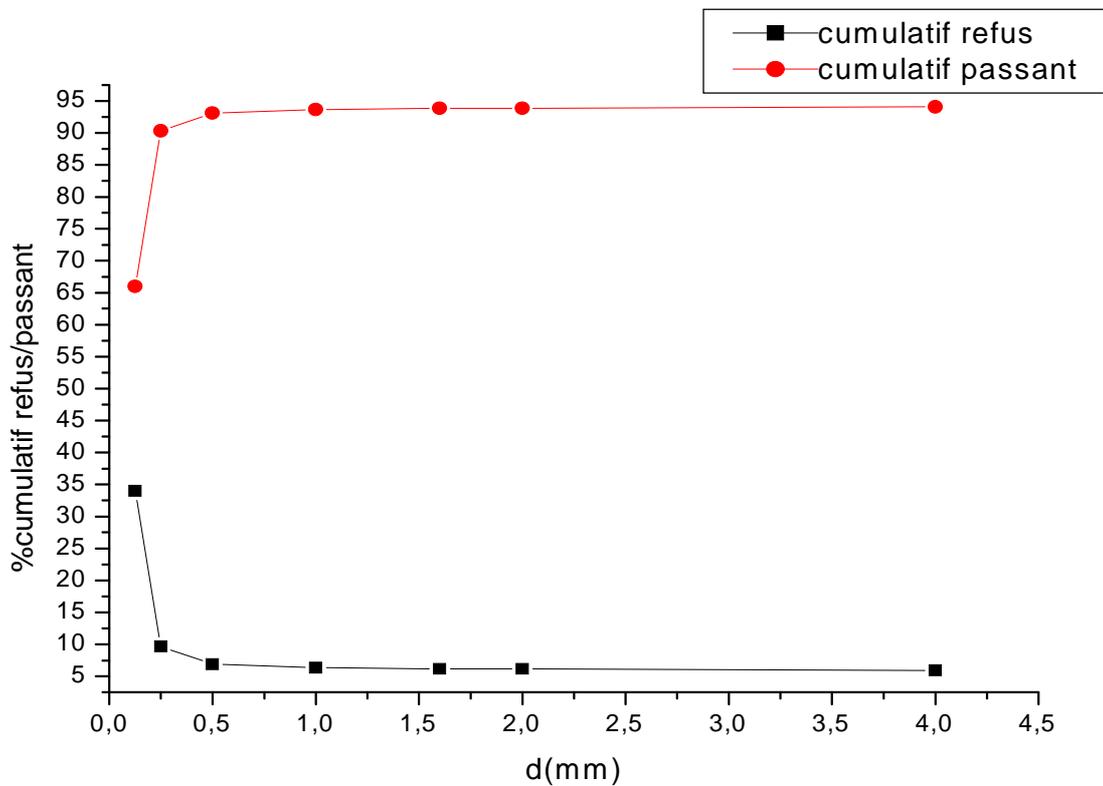


Figure28: courbe granulométrique de l'échantillon V=160 tr/min après le broyage sec

Tableau17 : Résultat d'analyse granulométrique de l'échantillon de V=180tr/min avant le broyage sec

Ouverture des tamis (mm)	Mi(g)	Mi(%)	%cumulatif refus	%cumulatif passant
4	59,1	46,91	46,91	53,09
2	14,83	11,77	58,68	41,32
1,6	2,82	2,24	60,92	38,08
1	3,88	3,08	64,00	36
0,5	4,94	3,92	67,92	32,08
0,25	16,87	13,39	81,31	18,69
0,125	20,17	16,01	97,32	2,68
<0,125	3,36	2,67	99,99	0,01
totale	125,97	99,99	/	/

Tableau28 : Résultat d'analyse granulométrique de l'échantillon de V=180tr/min après le broyage sec

Ouverture des tamis (mm)	Mi(g)	Mi(%)	%cumulatif refus	%cumulatif passant
4	1,61	1,34	1,34	98,66
2	0	0	1,34	98,66
1,6	0	0	1,34	98,66
1	0,11	0,09	1,43	98,57
0,5	0,49	0,41	1,84	98,16
0,25	2,71	2,25	4,1	95,9
0,125	30,8	25,65	29,75	70,25
<0,125	84,36	70,25	100	0
totale	120,07	100	/	/

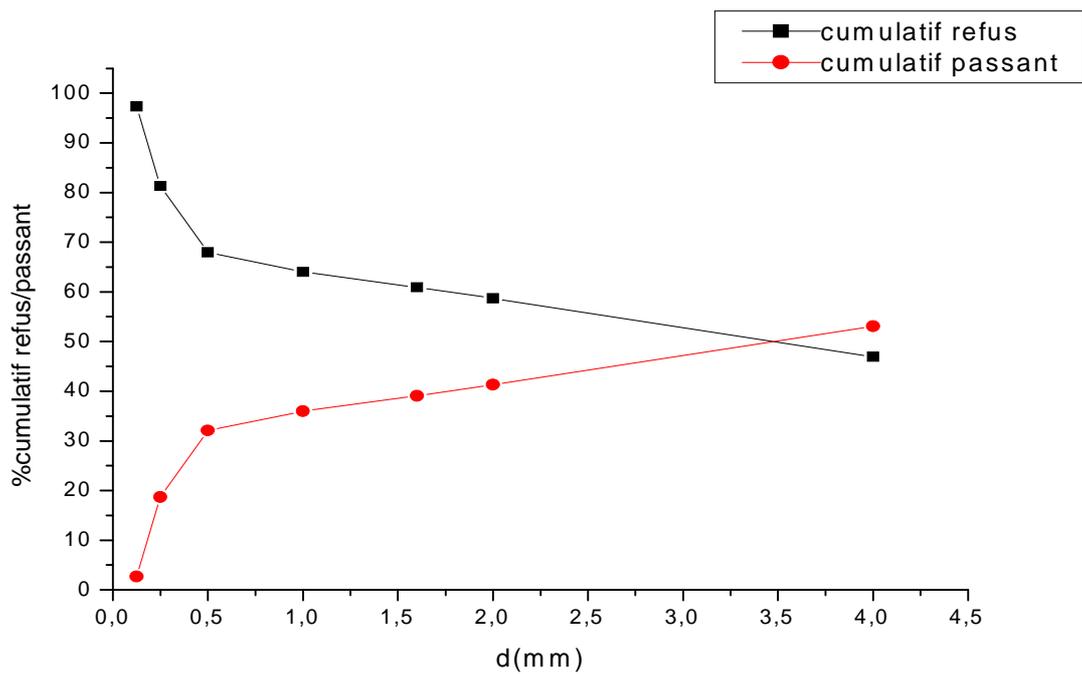


Figure 29: courbe granulométrique de l'échantillon V=180 tr/min avant le broyage sec

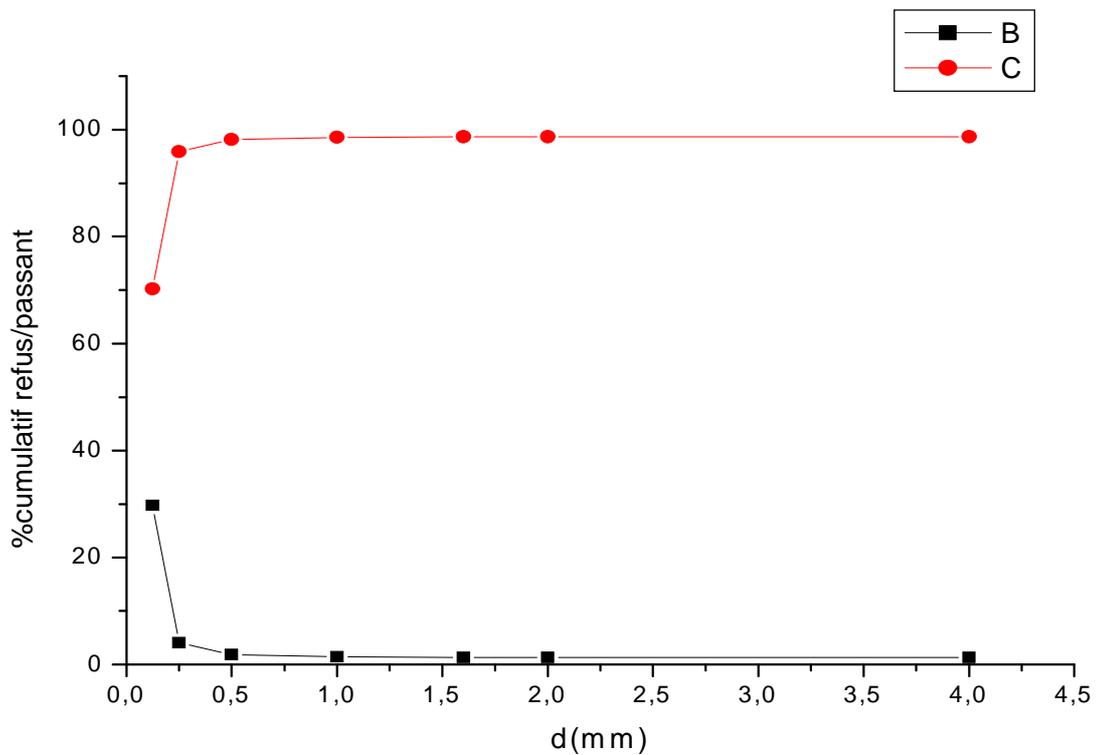


Figure 30 : courbe granulométrique de l'échantillon V=180tr/min après broyage sec

Broyage humide

Influence de rapport de masse

Tableau 29 : Résultat d'analyse granulométrique de l'échantillon $\varphi_m = 50$ % avant le broyage humide

Ouverture des tamis (mm)	Mi(g)	Mi(%)	%cumulatif refus	%cumulatif passant
4	61,02	48,34	48,34	51,66
2	12,75	10,10	58,44	41,56
1,6	3	2,37	60,81	39,19
1	4,48	3,55	64,36	35,64
0,5	5,59	4,43	68,79	31,21
0,25	13,89	11,00	79,79	20,21
0,125	22,06	17,48	97,27	2,73
<0,125	3,44	2,73	100	0,00
totale	126,23	100	/	/

Tableau30 : Résultat d'analyse granulométrique de l'échantillon $\varphi_m = 50$ % après le broyage humide

Ouverture des tamis (mm)	Mi(g)	Mi(%)	%cumulatif refus	%cumulatif passant
4	32,39	27,69	27,69	72,31
2	9,76	8,34	36,03	63,97
1,6	2,35	2,01	38,04	61,96
1	3,56	3,04	41,08	58,92
0,5	5,5	4,7	45,78	54,22
0,25	12,42	10,62	56,4	43,6
0,125	38,82	33,18	89,58	10,42
<0,125	12,18	10,41	99,99	0,01
totale	116,98	99,99	/	/

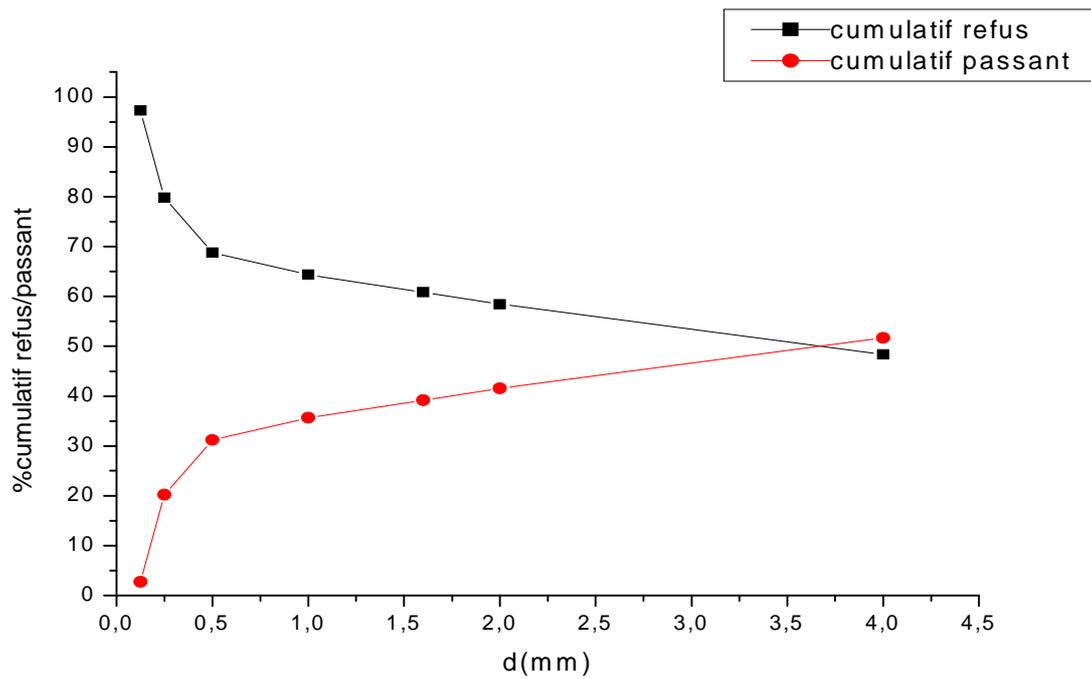


Figure 31 : courbe granulométrique de l'échantillon $\varphi_m = 50\%$ avant le broyage humide

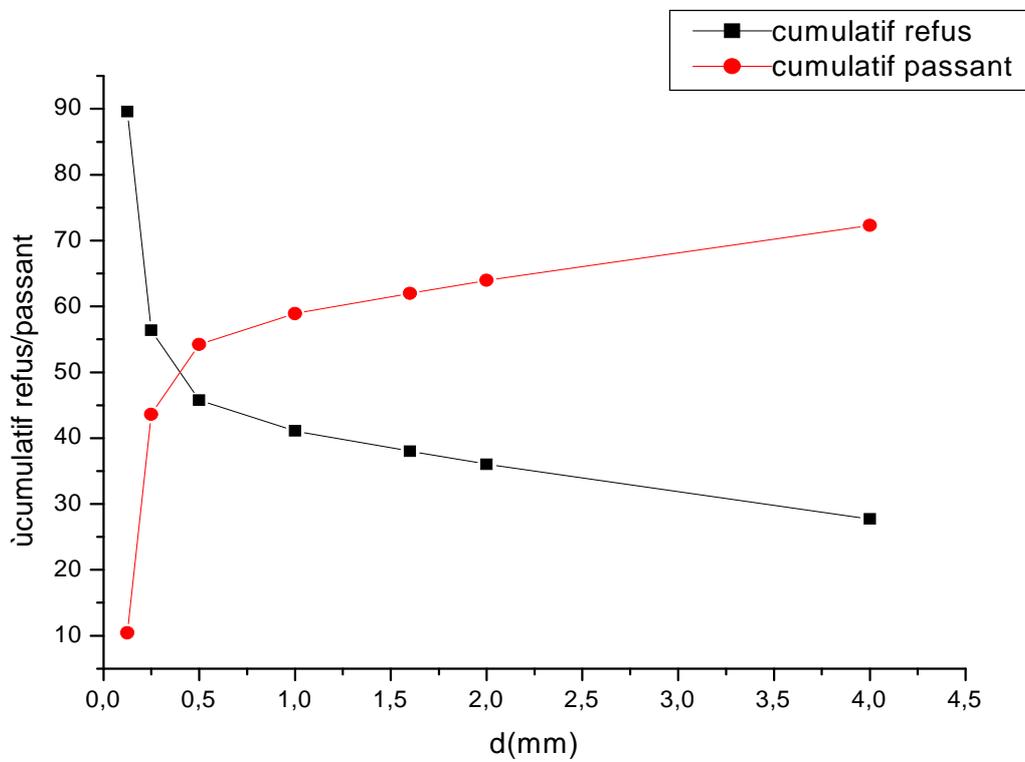


Figure 32 : courbe granulométrique de l'échantillon $\varphi_m = 50\%$ après le broyage humide

Tableau31 : Résultat d'analyse granulométrique de l'échantillon $\varphi_m = 40\%$ avant le broyage humide

Ouverture des tamis (mm)	Mi(g)	Mi(%)	%cumulatif refus	%cumulatif passant
4	39,17	47,76	47,76	52,24
2	9,26	11,29	59,05	40,95
1,6	2,24	2,73	61,78	38,22
1	2,86	3,49	65,25	34,75
0,5	3,72	4,54	69,81	30,19
0,25	8,69	10,59	80,40	19,6
0,125	13,62	16,61	97,01	2,99
<0,125	2,45	2,98	99,99	0,01
Totale	82,01	99,99	/	/

Tableau32: Résultat d'analyse granulométrique de l'échantillon $\varphi_m = 40\%$ après le broyage humide

Ouverture des tamis (mm)	Mi(g)	Mi(%)	%cumulatif refus	%cumulatif passant
4	20,24	26,7	26,7	73,3
2	6,4	8,44	35,14	64,86
1,6	1,44	1,9	37,04	62,96
1	1,63	2,15	39,19	60,81
0,5	2,16	2,85	42,04	57,96
0,25	5,71	7,53	49,57	50,43
0,125	27,48	36,25	85,82	14,18
<0,125	10,75	14,18	100	0,00
totale	75,81	100	/	/

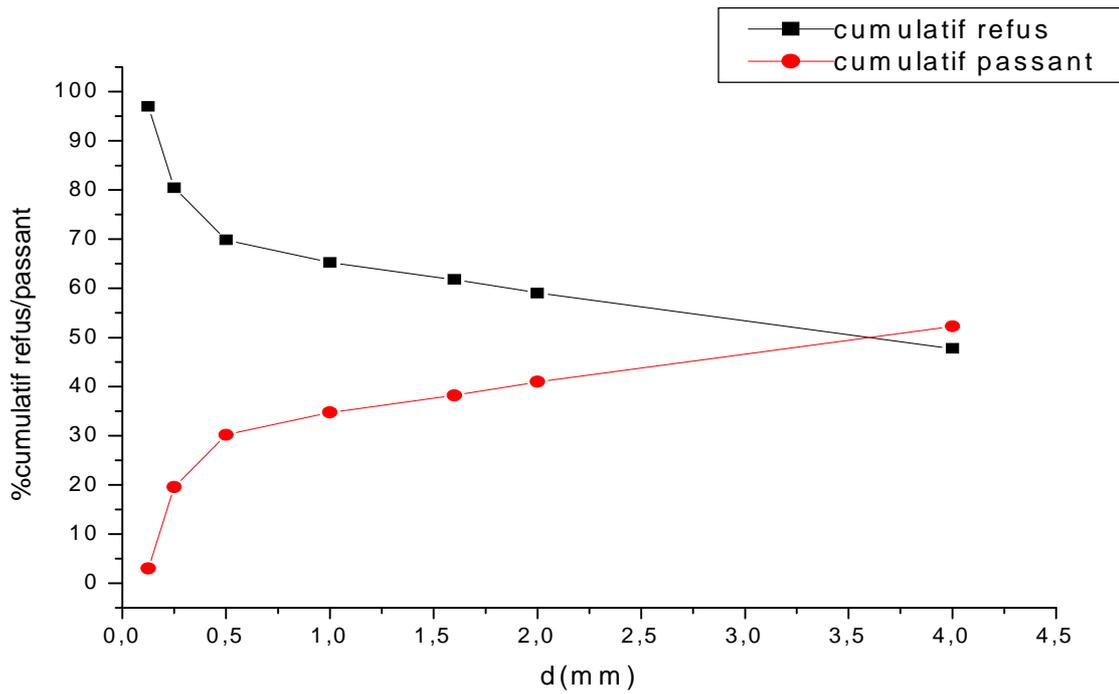
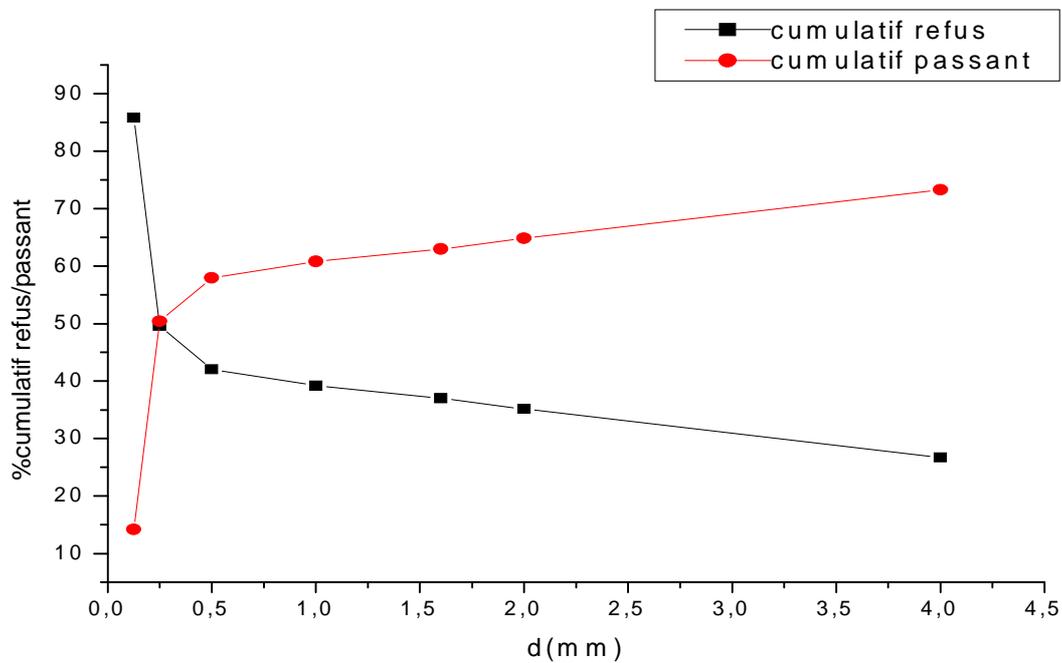


Figure33 : courbe granulométrique de l'échantillon $\varphi_m = 40\%$ avant le broyage humide



Figur34 : courbe granulométrique de l'échantillon $\varphi_m = 40\%$ après broyage humide

Tableau33 : Résultat d'analyse granulométrique de l'échantillon $\varphi_m=30\%$ avant le broyage humide

Ouverture des tamis (mm)	Mi(g)	Mi(%)	%cumulatif refus	%cumulatif passant
4	32,42	61,2	61,2	30,8
2	4,83	9,12	70,32	29,68
1,6	0,91	1,72	72,04	27,96
1	1,42	2,68	74,72	25,28
0,5	1,56	2,94	77,66	22,34
0,25	2,38	4,49	82,15	17,85
0,125	7,51	14,17	96,32	3,68
<0,125	1,94	3,66	99,98	0,02
totale	52,97	99,98	/	/

Tableau34 : Résultat d'analyse granulométrique de l'échantillon $\varphi_m=30\%$ après le broyage humide

Ouverture des tamis (mm)	Mi(g)	Mi(%)	%cumulatif refus	%cumulatif passant
4	22,05	45,67	45,67	54,33
2	3,5	7,35	53,02	46,98
1,6	0,83	1,72	54,74	45,26
1	0,96	1,99	56,73	43,27
0,5	1,16	2,4	59,13	40,87
0,25	2,08	4,31	63,44	36,56
0,125	12,32	25,52	87,96	12,04
<0,125	5,33	11,04	100	0
Totale	48,28	100	/	/

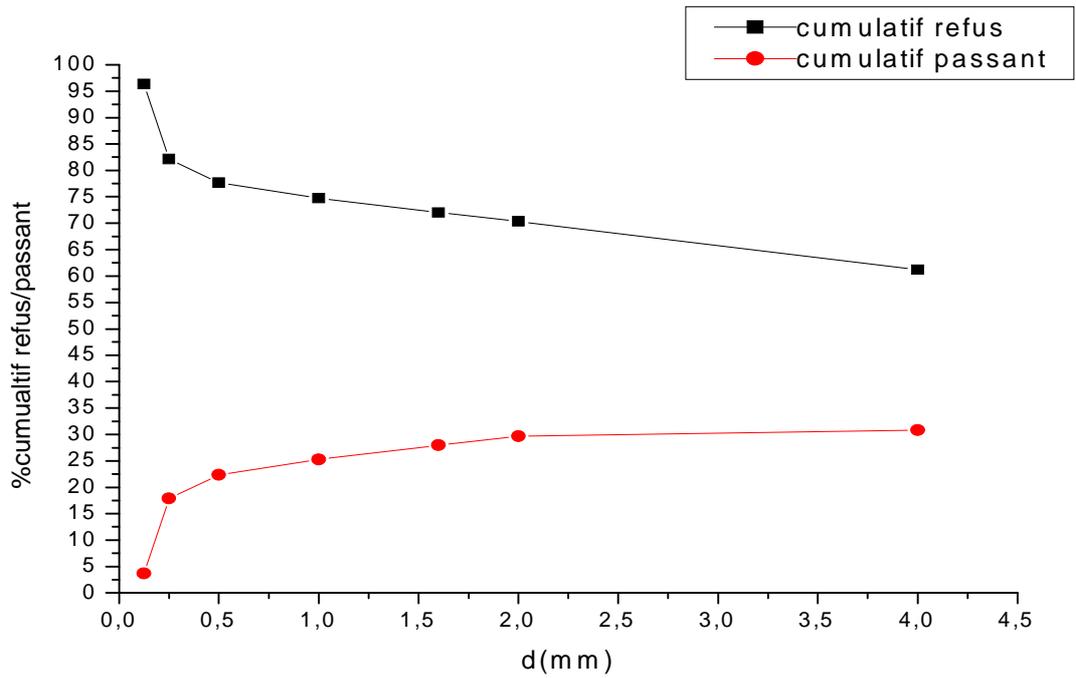


Figure 35 : courbe granulométrique de l'échantillon $\varphi_m=30\%$ avant le broyage humide

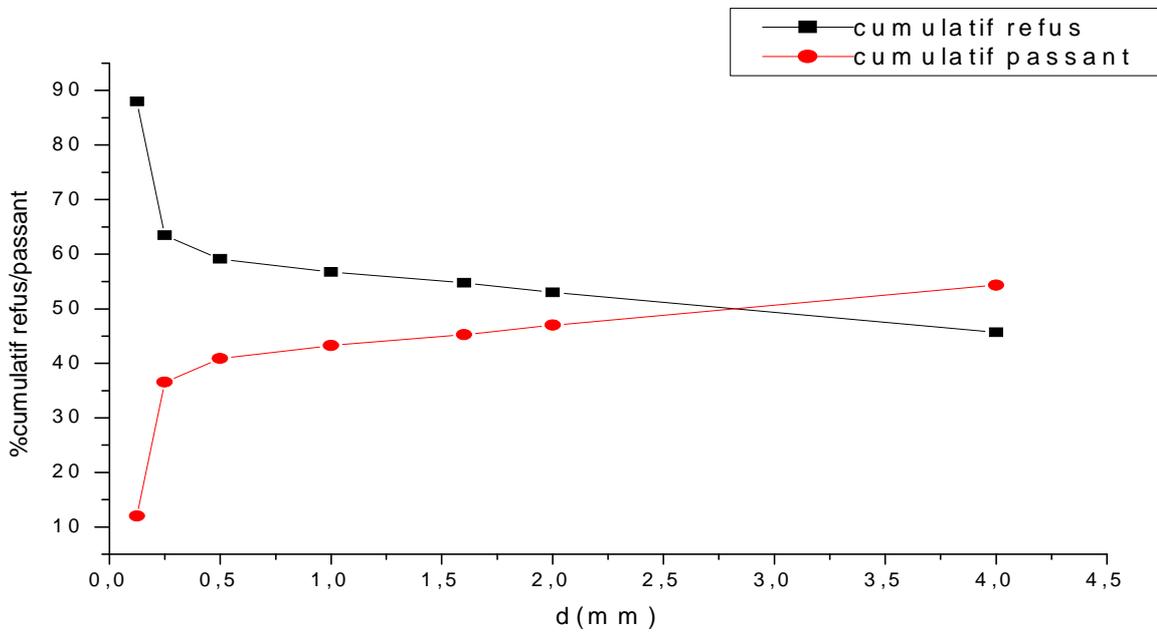


Figure 36 : courbe granulométrique de l'échantillon $\varphi_m=30\%$ après le broyage humide

Tableau35 : Résultat d'analyse granulométrique de l'échantillon $\varphi_m=20\%$ avant le broyage humide

Ouverture des tamis (mm)	Mi(g)	Mi(%)	%cumulatif refus	%cumulatif passant
4	118,4	59,43	59,43	40,57
2	3,89	12,56	71,99	28,01
1,6	0,43	1,39	73,38	26,62
1	0,72	2,32	75,7	24,3
0,5	0,85	2,74	78,44	21,56
0,25	0,38	1,23	79,67	20,33
0,125	5,09	16,44	96,1	3,89
<0,125	1,02	3,87	99,98	0,02
totale	30,96	99,98	/	/

Tableau36: Résultat d'analyse granulométrique de l'échantillon $\varphi_m=20\%$ après le broyage humide

Ouverture des tamis (mm)	Mi(g)	Mi(%)	%cumulatif refus	%cumulatif passant
4	9,73	36,43	36,43	63,57
2	1,65	6,18	42,61	57,39
1,6	0,24	0,9	43,51	56,49
1	0,22	0,82	44,33	55,67
0,5	0,33	1,23	45,56	54,44
0,25	1,36	5,09	50,65	49,35
0,125	9,5	35,56	86,21	13,79
<0,125	3,68	13,78	99,99	0,01
Totale	26,71	99,99	/	/

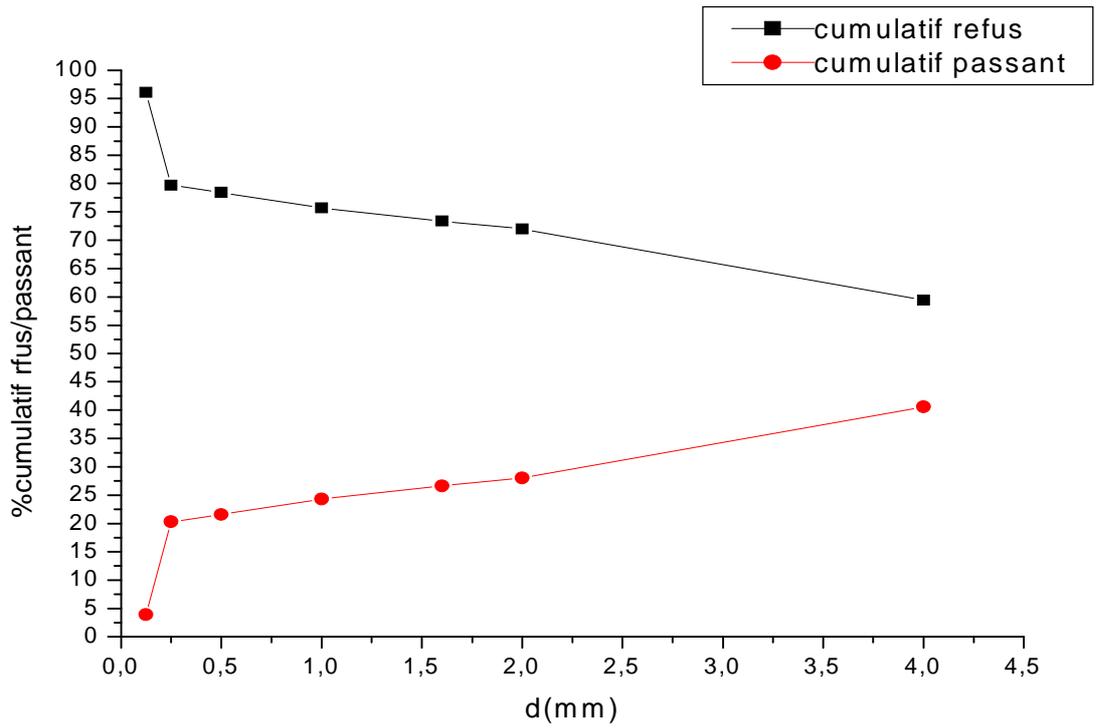


Figure 37: courbe granulométrique de l'échantillon $\varphi_m=20\%$ avant le broyage humide

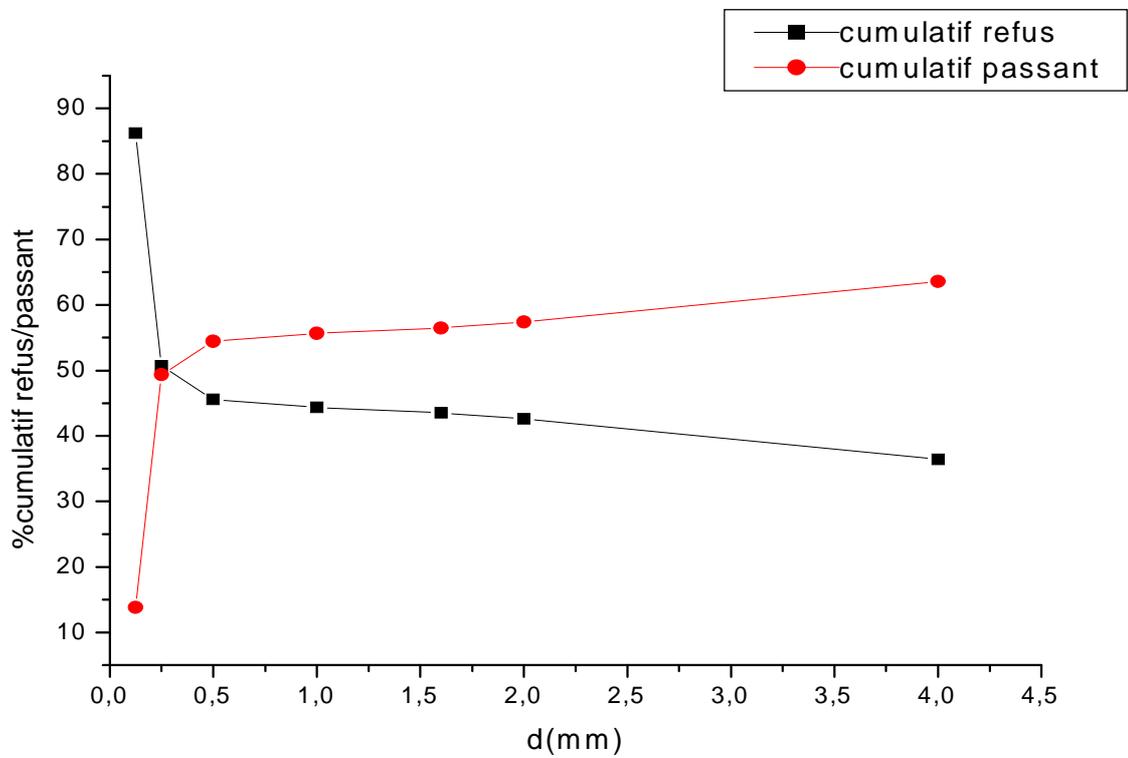


Figure 38 : courbe granulométrique de l'échantillon $\varphi_m=20\%$ après le broyage humide

Influence du temps de broyage

Tableau37: Résultat d'analyse granulométrique de l'échantillon t=30 min avant le broyage humide

Ouverture des tamis (mm)	Mi(g)	Mi(%)	%cumulatif Refus	%cumulatif passant
2	34,99	27,27	27,7	72,3
1,6	5,23	4,14	31,84	68,16
1	6,11	4,83	36,67	63,33
0,5	6,92	5,48	42,15	57,85
0,25	20,79	16,46	58,61	41,39
0,125	42,69	33,79	92,4	7,6
<0,125	9,59	7,59	99,99	0,01
totale	126,32	99,99	/	/

Tableau38: Résultat d'analyse granulométrique de l'échantillon t=30min après le broyage humide

Ouverture des tamis (mm)	Mi(g)	Mi(%)	%cumulatif refus	%cumulatif passant
2	13,71	11,66	11,66	88,34
1,6	2,55	2,17	13,83	86,17
1	3,11	2,65	16,48	83,52
0,5	5,35	4,55	21,03	78,97
0,25	17,65	15,02	36,04	63,96
0,125	57,54	48,95	84,99	15,01
<0,125	17,64	15	99,99	0,01
totale	117,64	99,99	/	/

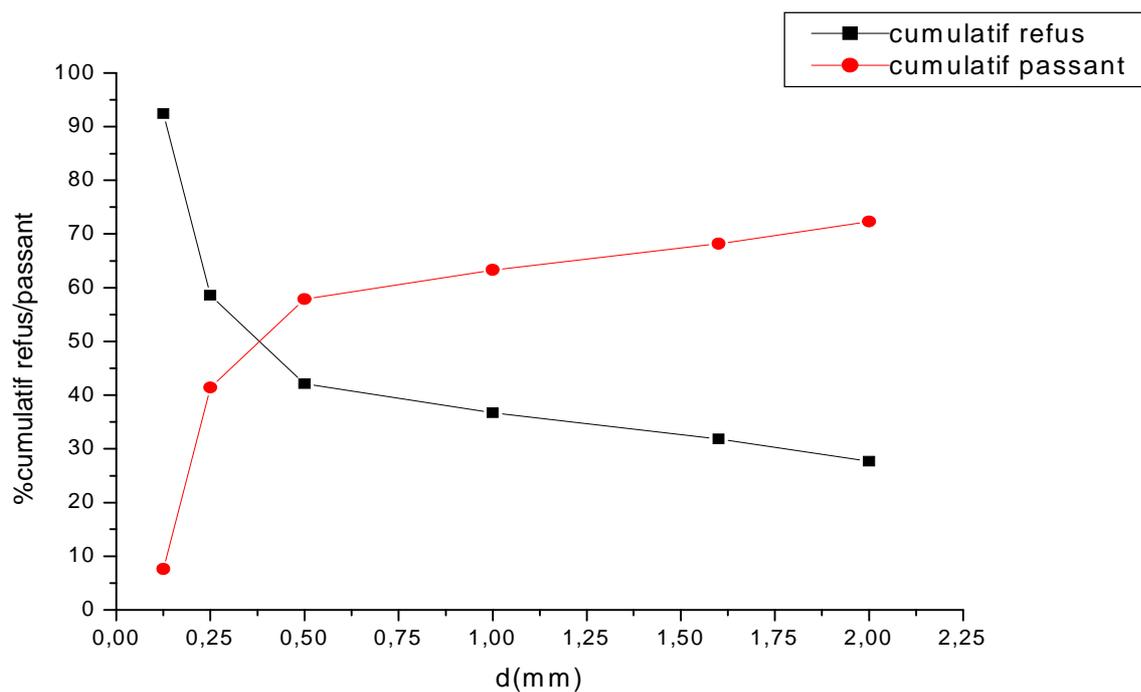


Figure39 : courbe granulométrique de l'échantillon t=30min avant le broyage humide

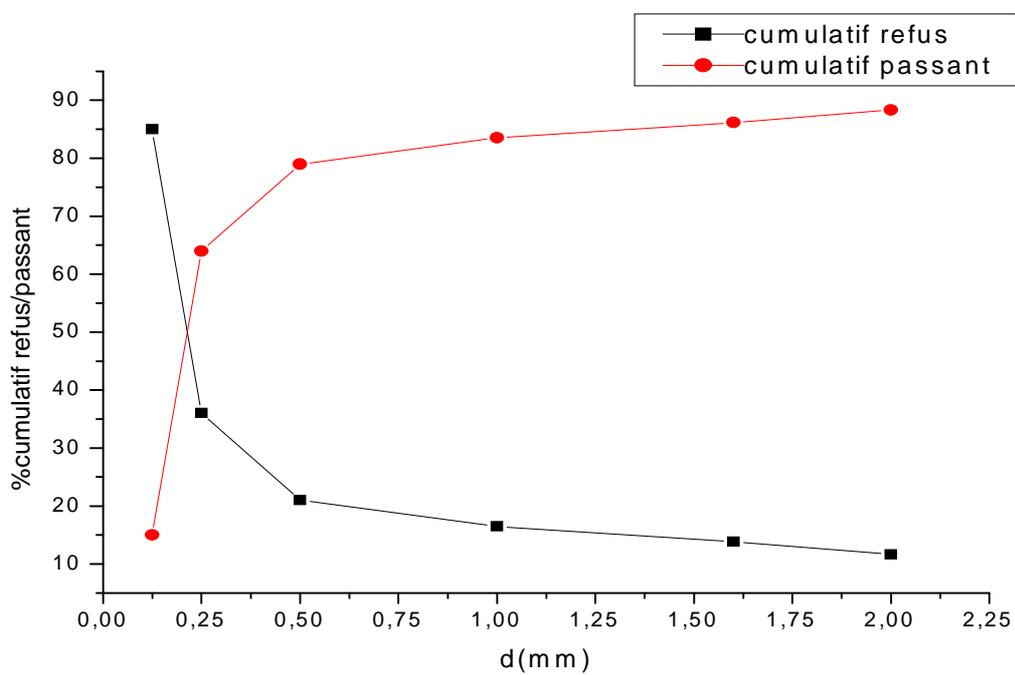


Figure40 : courbe granulométrique de l'échantillon t=30min après le broyage humide

Tableau39 : Résultat d'analyse granulométrique de l'échantillon t=60min avant le broyage humide.

Ouverture Tamis (mm)	Mi(g)	Mi(%)	%Cumulatif Refus	%Cumulatif Passant
2	23,78	18,7554224	18,56	81,44
1,6	4,67	3,68325578	22,24	77,76
1	5,81	4,58238031	26,83	73,17
0,5	12,71	10,0244499	36,85	63,15
0,25	37,04	29,2136604	60,06	39,94
0,125	28,77	22,691064	88,75	11,25
0,125	14,01	11,0497673	99,8	0,2
Total	126,79	99,8	/	/

Tableau40: Résultat d'analyse granulométrique de l'échantillon t=60min après le broyage humide.

Ouverture des tamis (mm)	Mi(g)	Mi(%)	%Cumulatif Refus	%Cumulatif Passant
2	12,13	9,52418342	9,7	90,3
1,6	2,8	2,19849246	11,9	88,1
1	4,73	3,71388191	15,61	84,39
0,5	18,91	14,8476759	30,46	69,54
0,25	58,36	45,8228643	76,28	23,72
0,125	23,15	18,1768216	94,5	5,5
0,125	7	5,49623116	100	0
total	127,36	100	/	/

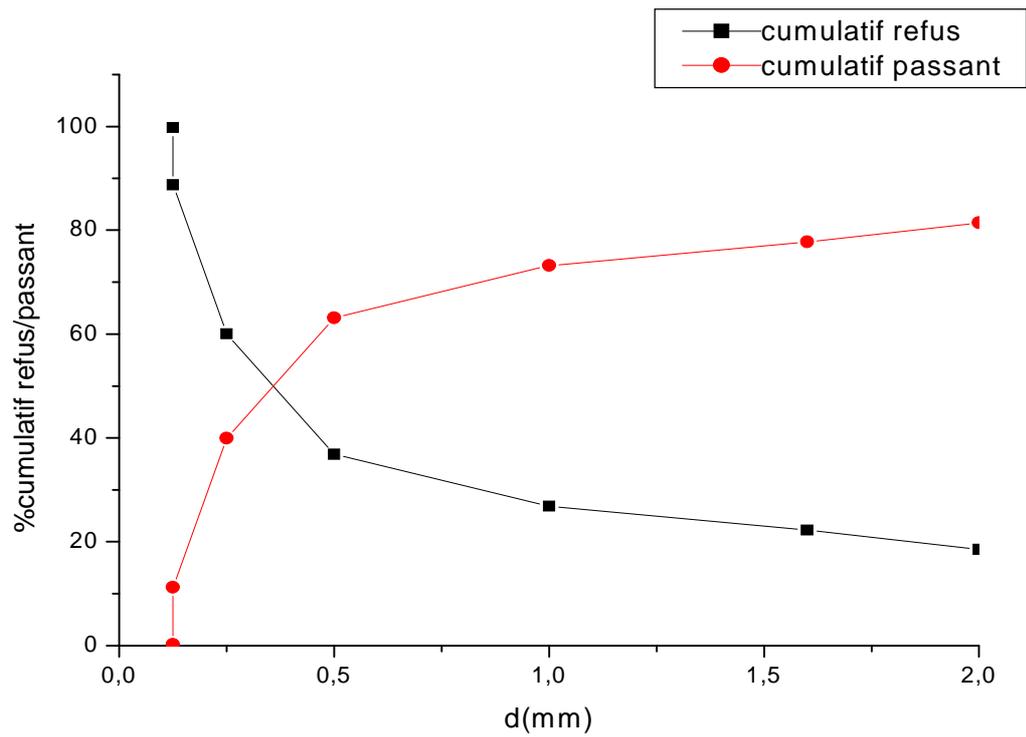


Figure41 : courbe granulométrique de l'échantillon t=60 min avant le broyage humide.

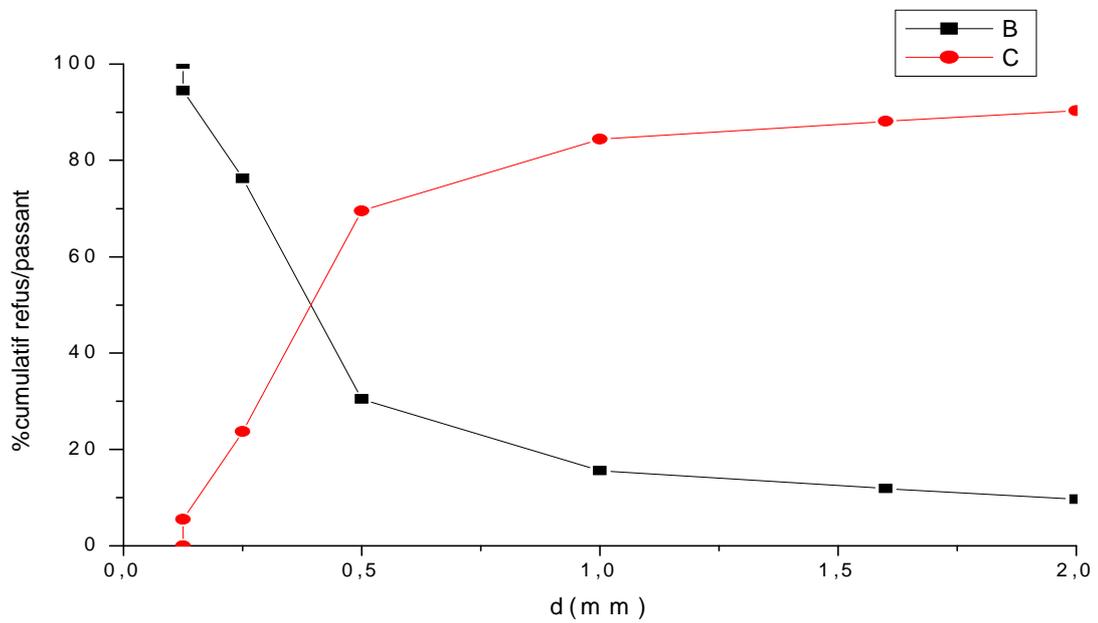


Figure42 : courbe granulométrique de l'échantillon t=60 min après le broyage humide.

Tableau41: Résultat d'analyse granulométrique de l'échantillon t=90min avant le broyage humide

Ouverture des tamis (mm)	Mi(g)	Mi(%)	%cumulatif refus	%cumulatif passant
2	33,74	26,79	26,79	73,21
1,6	4,39	3,47	30,26	69,74
1	5,85	4,65	34,91	65,09
0,5	6,75	5,36	40,27	59,73
0,25	44,5	35,34	75,61	24,39
0,125	26,05	20,69	96,3	3,7
<0,125	4,65	3,69	99,99	0,01
Totale	125,93	99,99	/	/

Tableau42 : Résultat d'analyse granulométrique de l'échantillon t=90min après le broyage humide.

Ouverture des tamis (mm)	Mi(g)	Mi(%)	%cumulatif refus	%cumulatif passant
2	13,53	11,39	11,39	88,61
1,6	2,2	1,86	13,24	86,76
1	3,17	2,67	15,91	84,09
0,5	6,97	5,87	21,78	78,22
0,25	21,4	18,02	39,8	60,2
0,125	55,09	46,41	86,21	13,79
<0,125	16,34	13,76	99,97	0,03
Totale	118,7	99,97	/	/

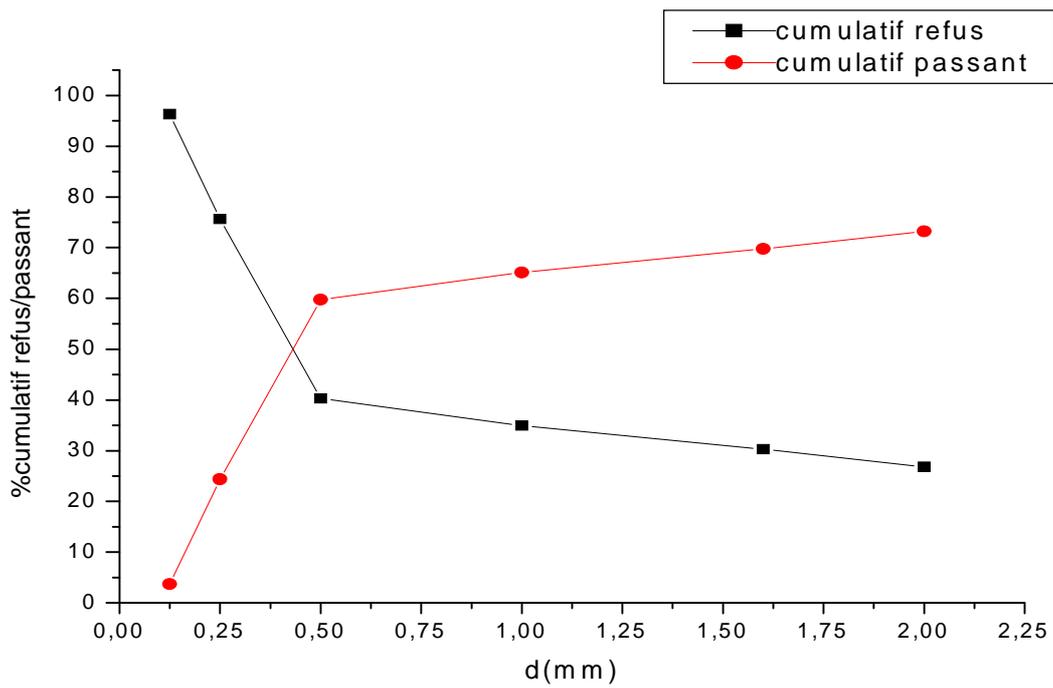


Figure43 : courbe granulométrique de l'échantillon $t=90\text{min}$ avant le broyage humide

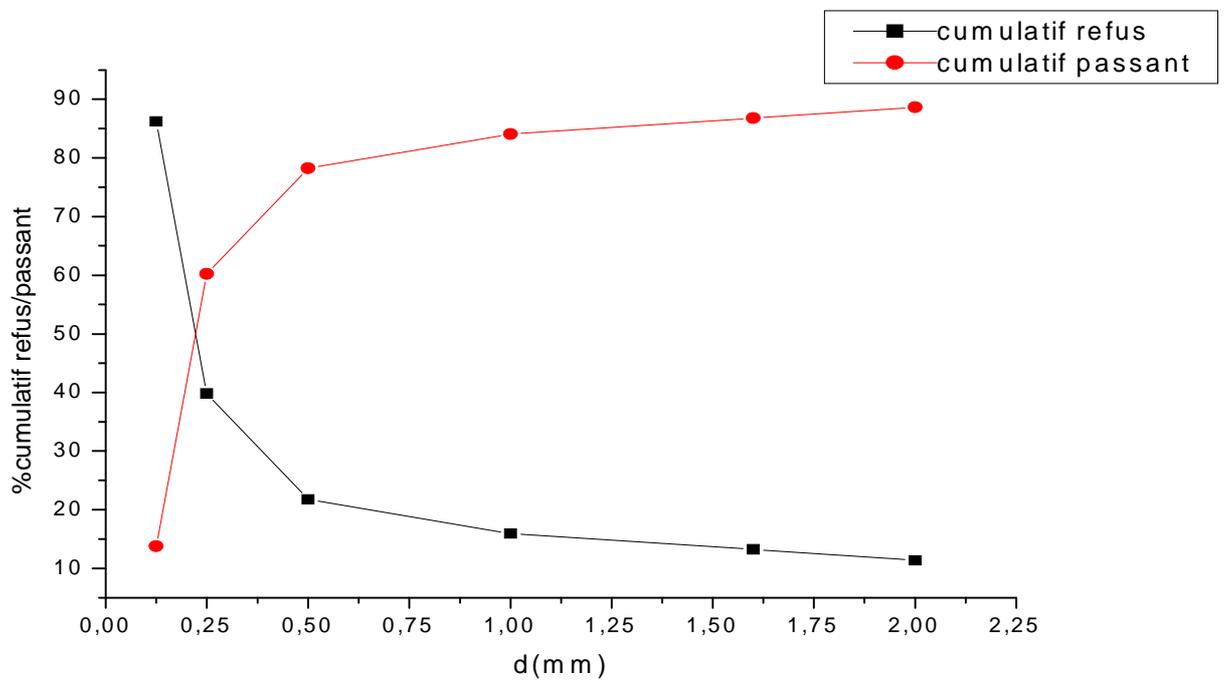


Figure44 : courbe granulométrique de l'échantillon $t=90\text{min}$ après le broyage humide

Tableau43: Résultat d'analyse granulométrique de l'échantillon t=120min avant le broyage humide.

Ouverture des tamis (mm)	Mi(g)	Mi(%)	%cumulatif refus	%cumulatif passant
2	26,49	21,01	21,01	78,99
1,6	5,45	4,32	25,33	74,67
1	6,62	5,25	30,55	69,42
0,5	7,55	5,99	36,57	63,43
0,25	20,59	16,33	52,29	47,71
0,125	48,13	38,18	91,02	8,92
<0,125	11,24	8,92	100	0
totale	126,07	100	/	/

Tableau44: Résultat d'analyse granulométrique de l'échantillon t=120min après le broyage humide.

Ouverture des tamis (mm)	Mi(g)	Mi(%)	%cumulatif refus	%cumulatif passant
2	10,28	8,38	3,38	91,62
1,6	2,18	1,78	10,16	89,84
1	3,09	2,52	12,68	87,32
0,5	9,66	7,87	20,55	79,45
0,25	21,08	17,19	37,74	62,26
0,125	59,75	48,71	86,45	13,55
<0,125	16,62	13,55	100	0
totale	122,66	100	/	/

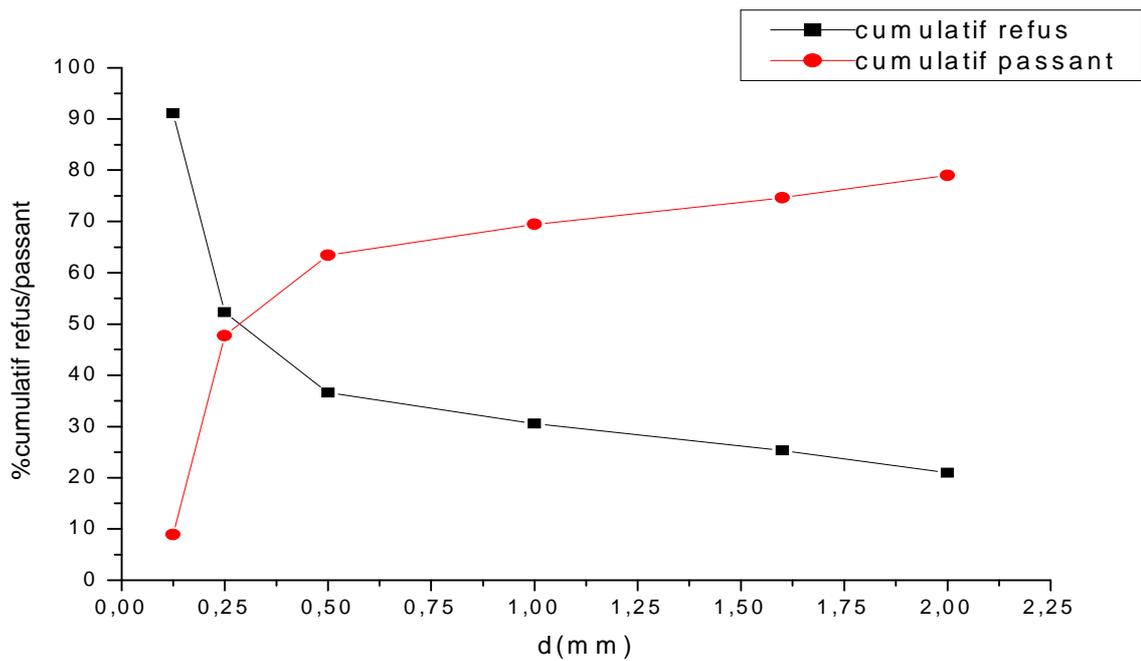


Figure45 : courbe granulométrique de l'échantillon t=120min avant le broyage humide

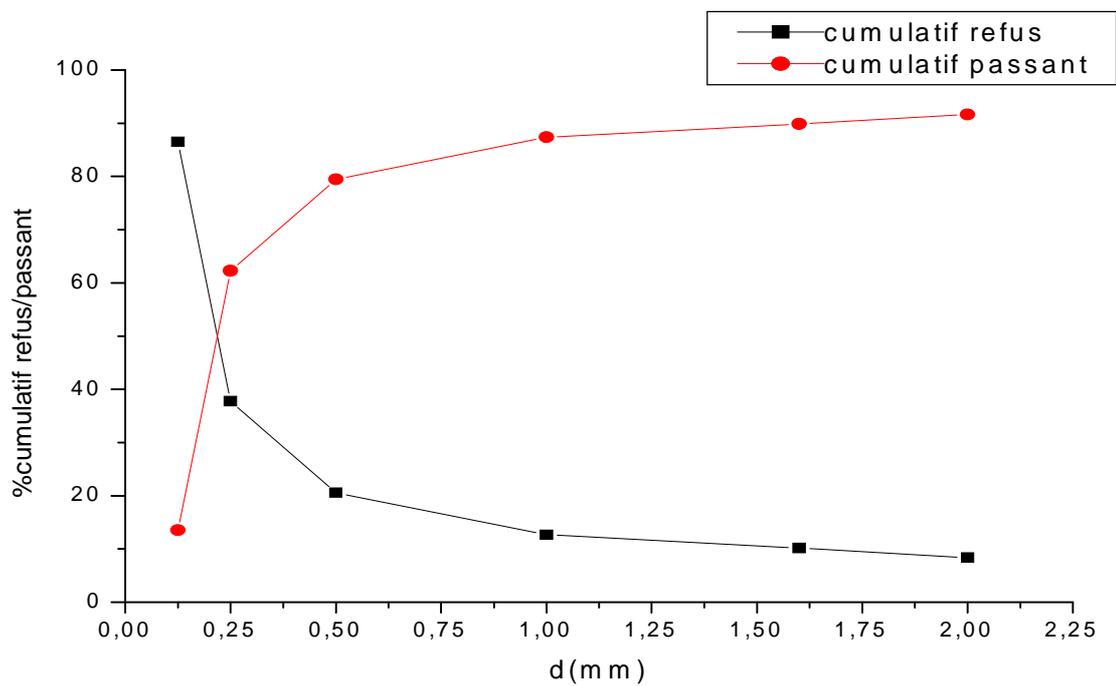


Figure46 : courbe granulométrique de l'échantillon t=120min après le broyage humide

Tableau45: Résultat d'analyse granulométrique de l'échantillon t=150min avant le broyage humide.

Ouverture des tamis (mm)	Mi(g)	Mi(%)	%cumulatif refus	%cumulatif passant
2	30,1	24,17	24,17	75,83
1,6	4,23	3,4	27,57	72,63
1	5,49	4,41	31,98	68,02
0,5	6,43	5,16	37,14	62,86
0,25	39,1	31,4	68,54	31,46
0,125	33,71	27,07	95,61	4,39
<0,125	5,47	4,39	100	0
totale	124,53	100	/	/

Tableau46 : Résultat d'analyse granulométrique de l'échantillon t=150min après le broyage humide.

Ouverture des tamis (mm)	Mi(g)	Mi(%)	%cumulatif refus	%cumulatif passant
2	11,89	9,93	9,93	90,07
1,6	1,84	1,54	11,47	88,53
1	2,49	2,08	13,55	86,45
0,5	4,58	3,84	17,39	82,61
0,25	16,4	13,69	31,08	68,92
0,125	58,09	48,52	79,6	20,4
<0,125	24,43	20,4	100	0
totale	119,72	100	/	/

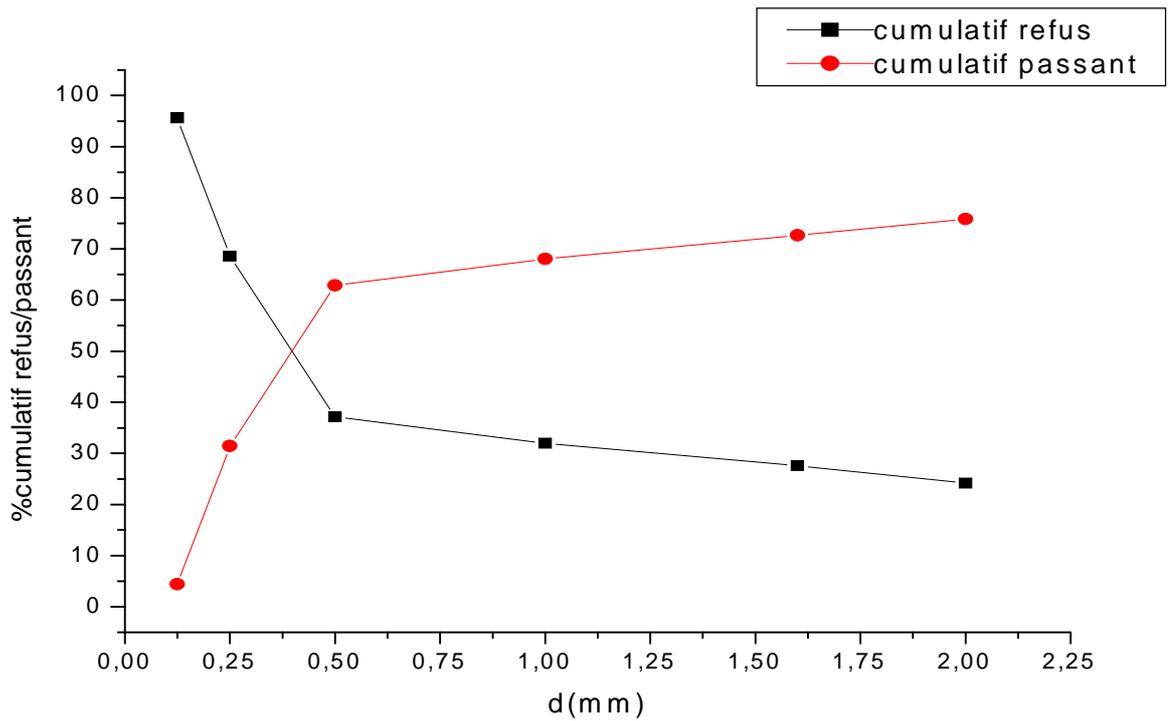


Figure47: courbe granulométrique de l'échantillon t=150min avant le broyage humide

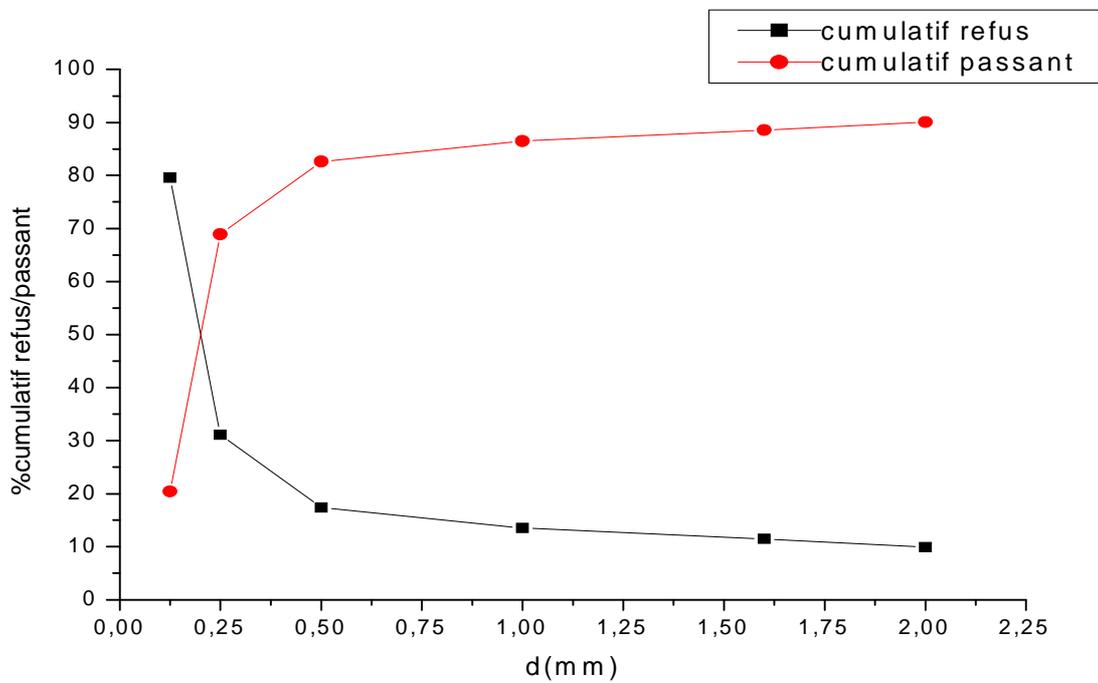


Figure48 : courbe granulométrique de l'échantillon t=150min après le broyage humide.

Tableau47 : Résultat d'analyse granulométrique de l'échantillon t=180min avant le broyage humide.

Ouverture des tamis (mm)	Mi(g)	Mi(%)	%cumulatif refus	%cumulatif passant
2	35,55	28,04	28,04	71,96
1,6	5,23	4,13	32,17	67,83
1	5,62	4,43	36,6	63,4
0,5	6,33	4,99	41,59	58,41
0,25	18,1	14,28	55,87	44,13
0,125	45,13	35,6	91,47	8,3
<0,125	10,81	8,53	100	0
totale	126,77	100	/	/

Tableau48 : Résultat d'analyse granulométrique de l'échantillon t=180min après le broyage humide.

Ouverture des tamis (mm)	Mi(g)	Mi(%)	%cumulatif refus	%cumulatif passant
2	10,26	8,6	8,6	91,4
1,6	1,82	1,53	10,13	89,87
1	2,54	2,13	12,26	87,74
0,5	7,49	6,28	18,54	81,46
0,25	19,81	16,62	35,16	64,84
0,125	58,55	49,12	84,28	15,72
<0,125	18,72	15,7	99,98	0,02
totale	119,19	99,98	/	/

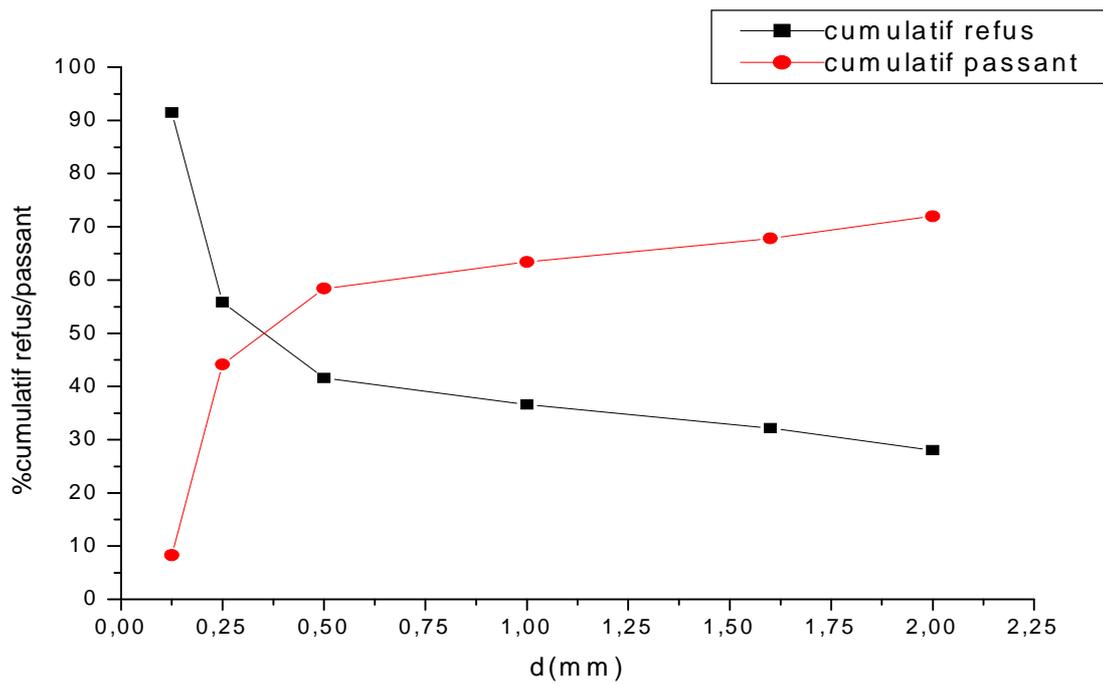


Figure 49: courbe granulométrique de l'échantillon $t=180\text{min}$ après le broyage humide

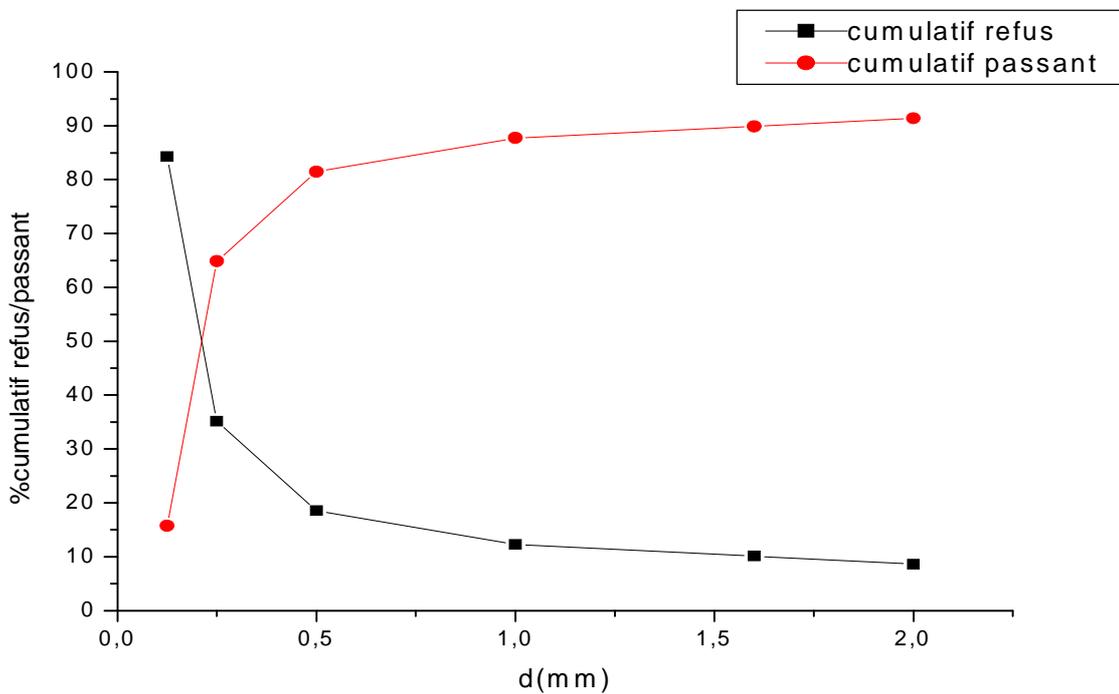


Figure 50: courbe granulométrique de l'échantillon $t=180\text{min}$ après le broyage humide.

Influence de la vitesse de broyage

Tableau49 : Résultat d'analyse granulométrique de l'échantillon V=115tr/min avant le broyage humide.

Ouverture des tamis (mm)	Mi(g)	Mi(%)	%cumulatif refus	%cumulatif passant
2	25,77	20,53	20,53	79,47
1,6	5,85	4,66	25,19	74,81
1	6,06	4,83	30,02	69,98
0,5	6,73	5,36	35,38	64,62
0,25	13,83	11,02	46,4	53,6
0,125	50,55	40,28	86,68	13,32
<0,125	16,71	13,31	99,99	0,01
totale	125,5	99,99	/	

Tableau50 : Résultat d'analyse granulométrique de l'échantillon V=115tr/min après le broyage humide.

Ouverture des tamis (mm)	Mi(g)	Mi(%)	%cumulatif refus	%cumulatif passant
2	0,35	0,29	0,29	99,71
1,6	0,2	0,17	0,46	99,54
1	0,77	0,65	1,11	98,89
0,5	2,21	1,88	2,99	97,01
0,25	4,71	4,01	7	93
0,125	22,35	19,04	26,04	73,96
<0,125	86,75	73,93	99,97	0,03
totale	117,35	99,97	/	/

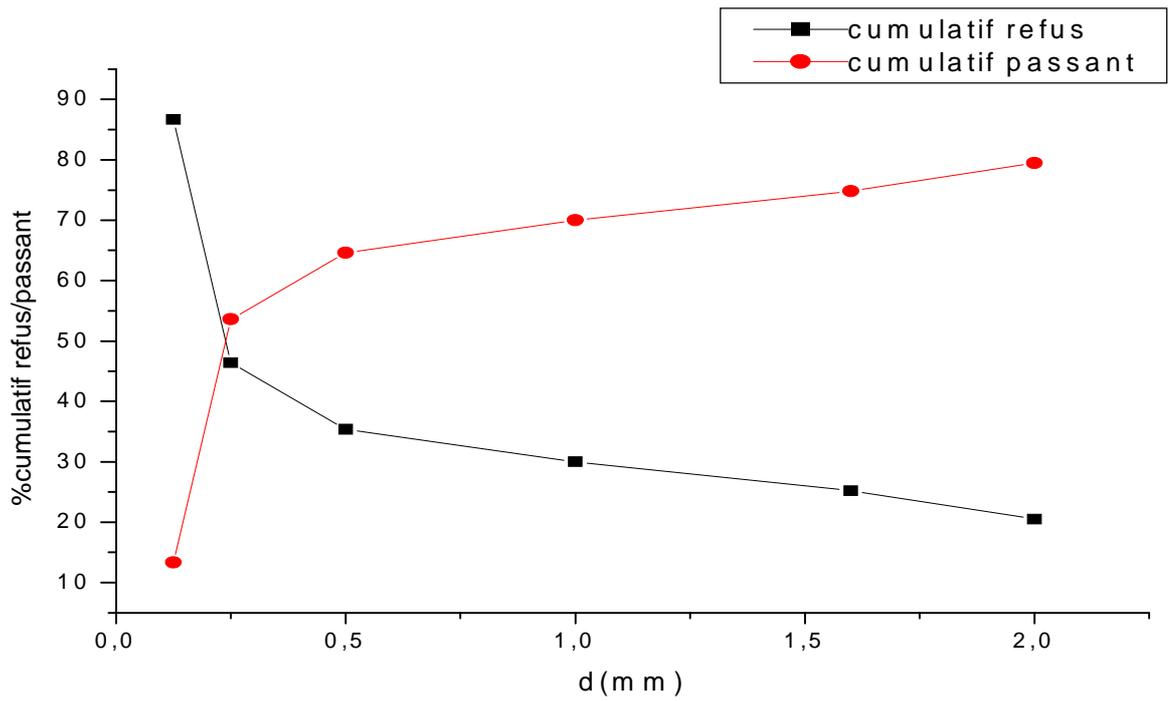


Figure 51: courbe granulométrique de l'échantillon V=115tr/min avant le broyage humide.

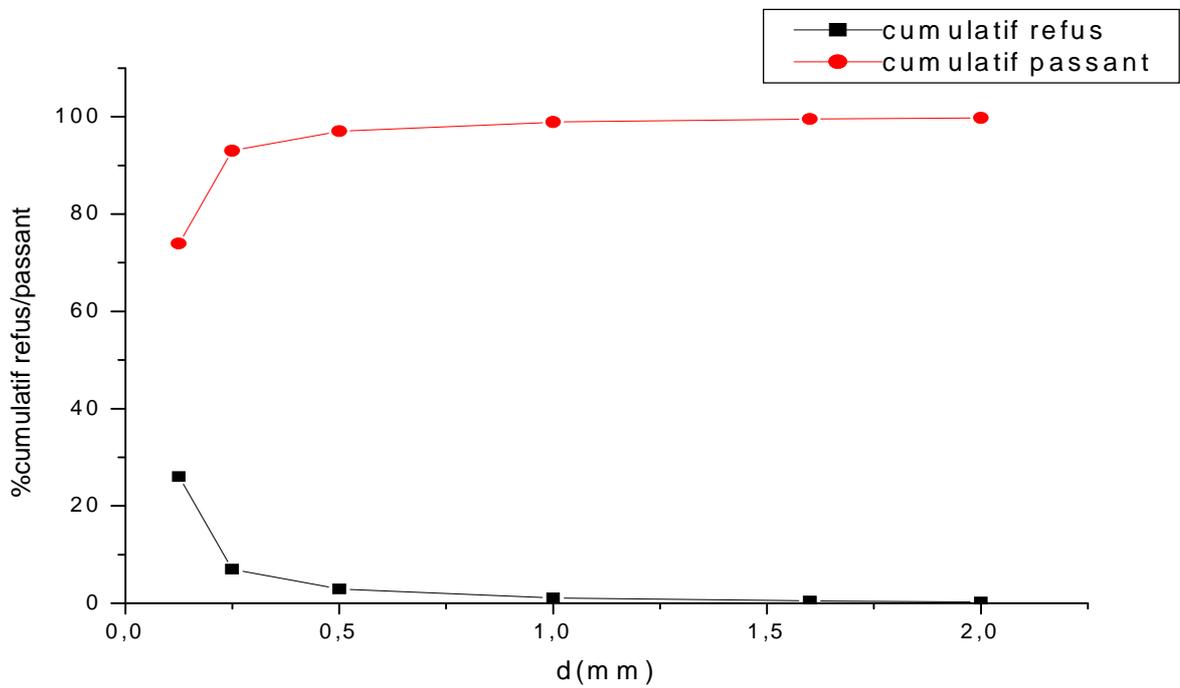


Figure 52 : courbe granulométrique de l'échantillon V=115tr/min après le broyage humide.

Tableau51 : Résultat d'analyse granulométrique de l'échantillon V=140tr/min avant le broyage humide

Ouverture des tamis (mm)	Mi(g)	Mi(%)	%cumulatif refus	%cumulatif passant
2	14,65	11,69	11,69	88,31
1,6	4,56	3,63	15,32	84,68
1	5,86	4,67	19,99	80,01
0,5	7,96	6,35	26,34	73,66
0,25	14,4	11,49	37,83	62,17
0,125	58,48	46,67	84,5	15,5
<0,125	19,39	15,47	99,97	0,03
totale	125,3	99,97	/	

Tableau52: Résultat d'analyse granulométrique de l'échantillon V=140tr/min après le broyage humide

Ouverture des tamis (mm)	Mi(g)	Mi(%)	%cumulatif refus	%cumulatif passant
2	0,07	0,05	0,05	99,95
1,6	0,08	0,06	0,11	99,89
1	0,28	0,23	0,34	99,66
0,5	1,29	1,09	1,43	98,57
0,25	5,67	4,79	6,22	93,78
0,125	9,87	8,34	14,56	85,44
<0,125	101,08	85,41	99,97	0,03
totale	118,34	99,97	/	/

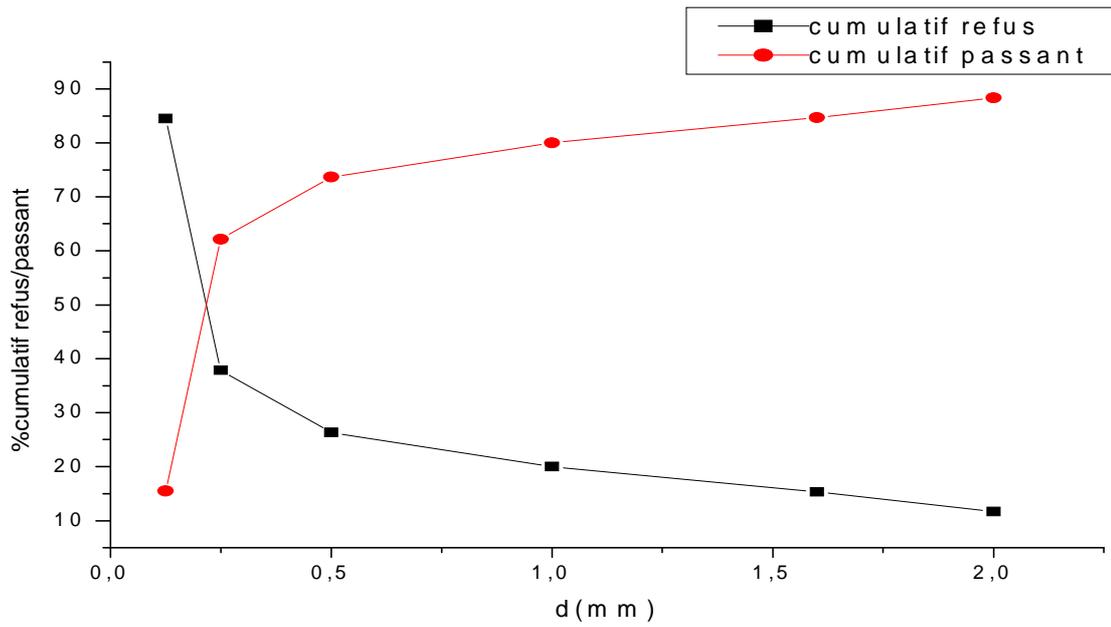


Figure 53: courbe granulométrique de l'échantillon V=140tr/min avant le broyage humide

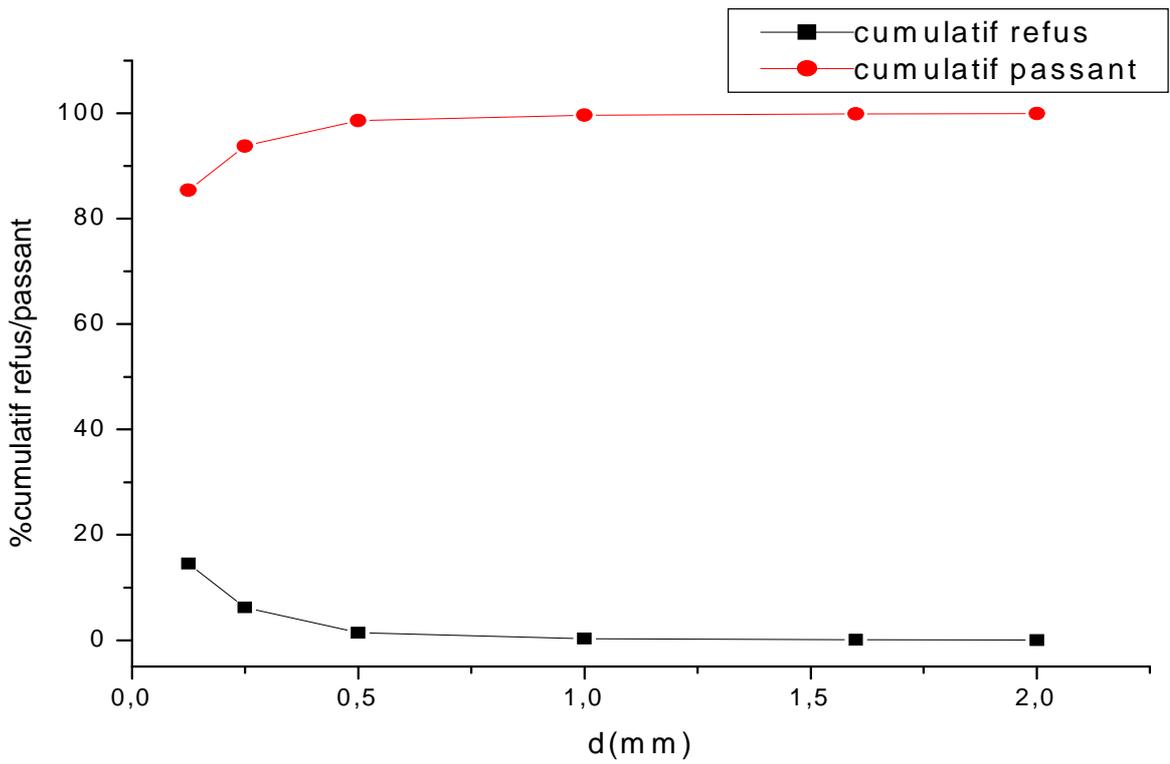


Figure 54 : courbe granulométrique de l'échantillon V=140tr/min après le broyage humide.

Tableau53: Résultat d'analyse granulométrique de l'échantillon V=160tr/min avant le broyage humide.

Ouverture des tamis (mm)	Mi(g)	Mi(%)	%cumulatif refus	%cumulatif passant
2	20,91	16,73	16,73	83,27
1,6	4,97	3,97	20,7	79,3
1	6,46	5,17	25,87	74,73
0,5	7,74	6,19	32,06	67,94
0,25	14,09	11,27	43,33	56,67
0,125	52,76	42,22	85,55	14,45
<0,125	18,02	14,42	99,97	0,03
totale	124,95	99,97	/	/

Tableau54 : Résultat d'analyse granulométrique de l'échantillon V=160tr/min après le broyage humide

Ouverture des tamis (mm)	Mi(g)	Mi(%)	%cumulatif refus	%cumulatif passant
2	0,05	0,04	0,04	99,96
1,6	0,06	0,05	0,09	99,91
1	0,26	0,22	0,31	99,69
0,5	0,86	0,72	1,03	98,97
0,25	5,46	4,58	5,61	94,39
0,125	8,99	7,55	13,16	86,84
<0,125	103,35	86,82	99,98	0,02
totale	119,03	99,98	/	/

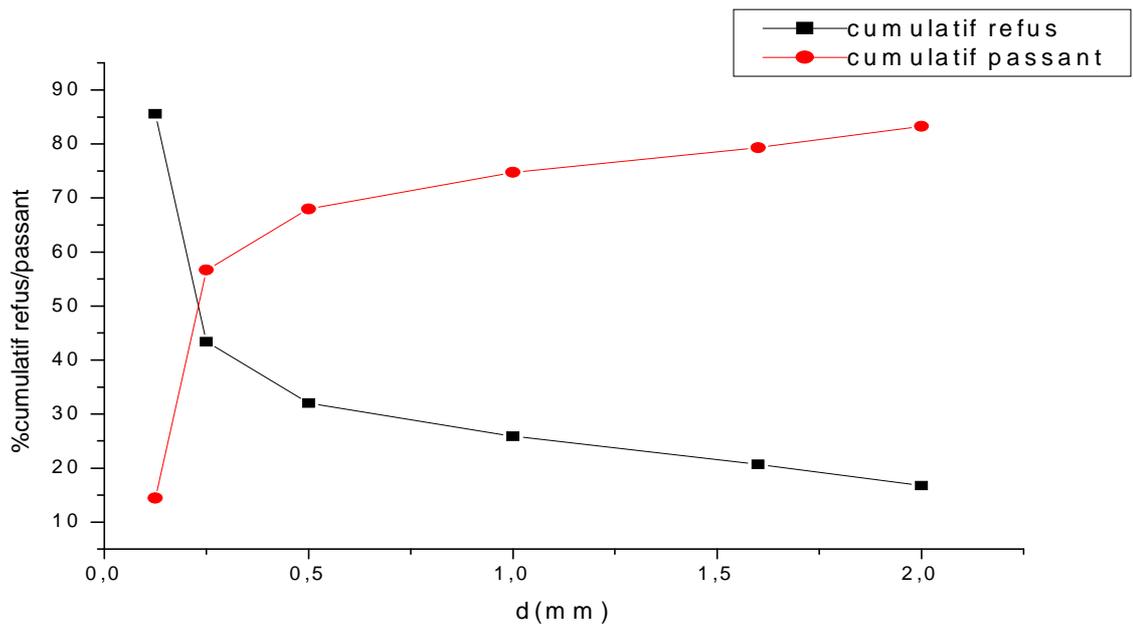


Figure 55 : courbe granulométrique de l'échantillon V=160tr/min après le broyage humide

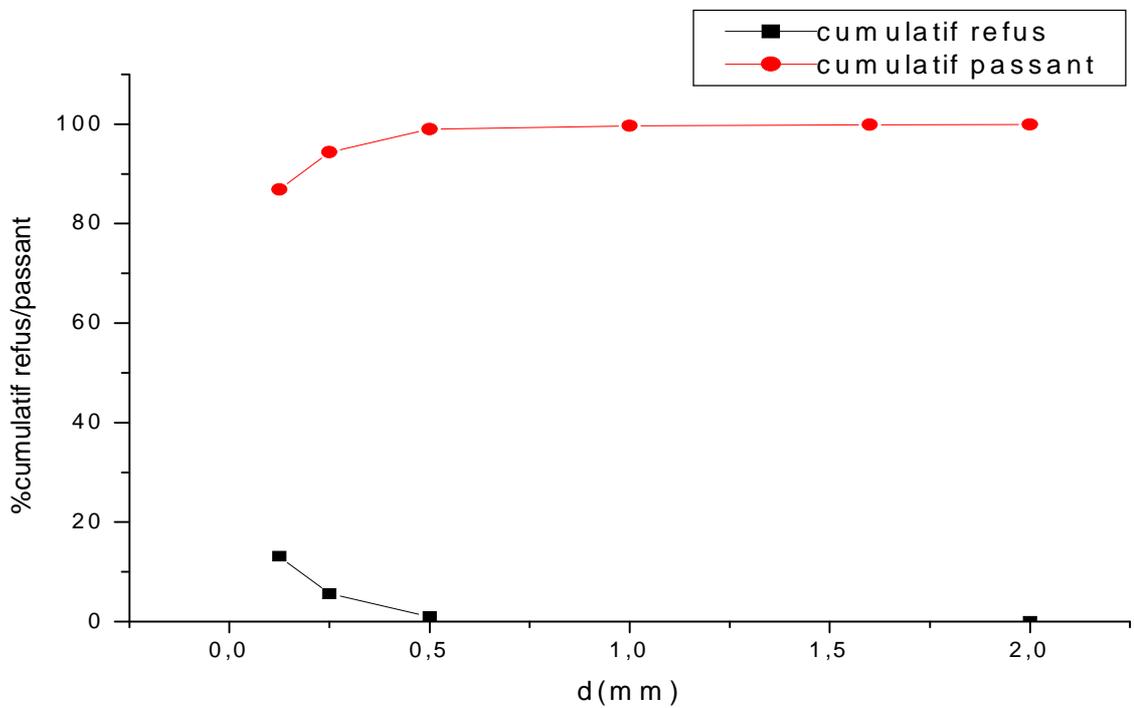


Figure 56: courbe granulométrique de l'échantillon V=160tr/min après le broyage humide.

Tableau55 : Résultat d'analyse granulométrique de l'échantillon V=180tr/min avant le broyage sec.

Ouverture des tamis (mm)	Mi(g)	Mi(%)	%cumulatif refus	%cumulatif passant
2	19,85	15,84	15,84	84,16
1,6	5,7	4,55	20,39	79,61
1	7,29	5,82	26,21	73,79
0,5	8,31	6,63	32,84	67,16
0,25	12,38	9,88	42,72	57,28
0,125	53,62	42,79	85,51	14,49
<0,125	18,16	14,49	100	0
totale	125,16	100	/	/

Tableau56: Résultat d'analyse granulométrique de l'échantillon V=180tr/min après le broyage sec.

Ouverture des tamis (mm)	Mi(g)	Mi(%)	%cumulatif refus	%cumulatif passant
2	0	0	0	100
1,6	0	0	0	100
1	0	0	0	100
0,5	1,13	1,04	1,04	98,96
0,25	12,76	11,71	12,75	87,25
0,125	13,95	12,81	25,56	74,44
<0,125	81,08	74,44	100	0
totale	108,92	100	/	/

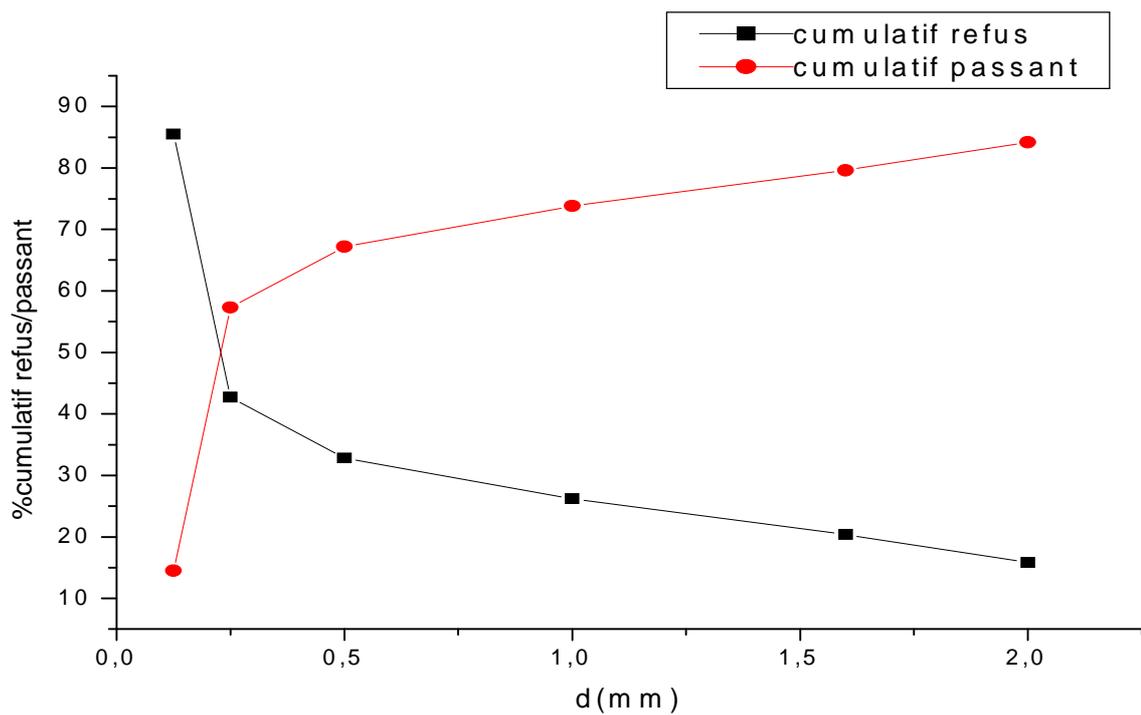


Figure57 : courbe granulométrique de l'échantillon $V=180\text{tr/min}$ avant le broyage humide

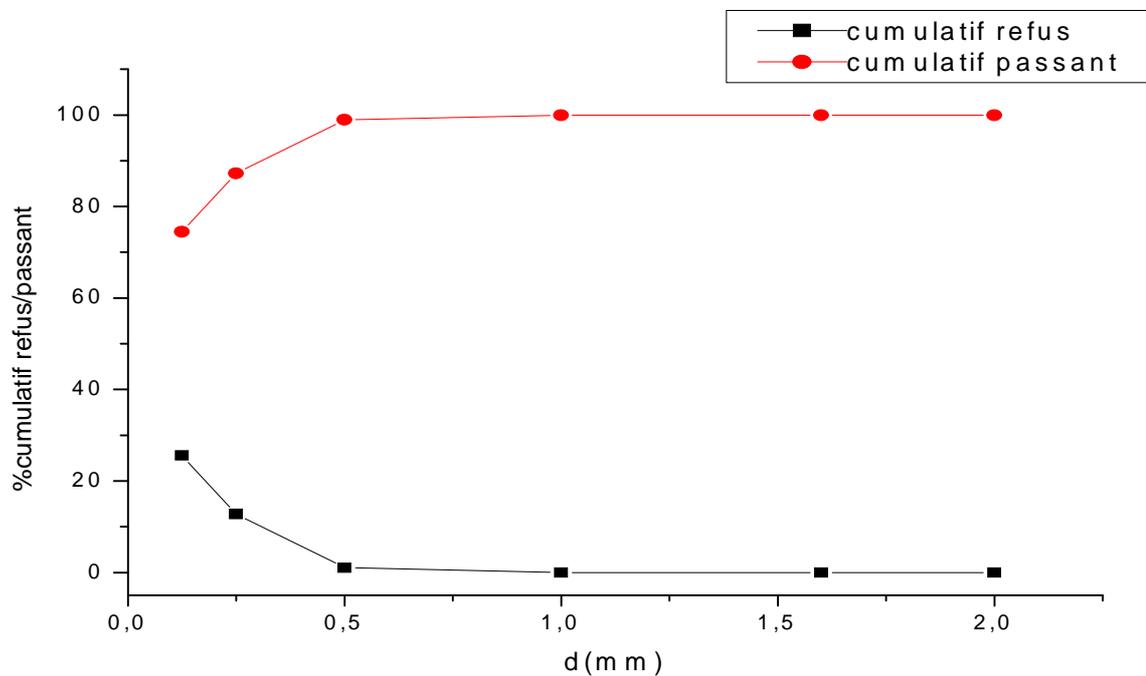


Figure58 : courbe granulométrique de l'échantillon $V=180\text{tr/min}$ après le broyage humide.

Annexe 05

Isotherme d'adsorption

1. phosphate noir brut

Pression relative (P/P0)	Volume d'adsorption (cm ³ /g)
0,052	3,36
0,117	3,68
0,184	3,91
0,251	4,15
0,318	4,37
0,384	4,60
0,451	4,86
0,518	5,15
0,585	5,52
0,65	6,02
0,719	6,79
0,785	7,99
0,852	10,02
0,919	12,72
0,987	16,50
0,92	14,41
0,860,	13,47
0,798	12,25
0,736	10,84
0,670	9,67
0,604	8,81
0,538	8,16
0,481	6,88
0,42	5,16
0,349	4,64
0,282	4,34
0,218	4,09
0,153	3,84
0,091	3,58

2. phosphate noir après le broyage sec

Pression relative (P/P0)	Volume d'adsorption (cm ³ /g)
0,051	3,46
0,115	3,95
0,180	4,38
0,250	4,82
0,315	5,23
0,384	5,68
0,449	6,09
0,517	6,58
0,582	7,10
0,651	7,79
0,718	8,64
0,786	9,95
0,857	12,25
0,920	14,80
0,987	18,07
0,928	16,47
0,864	15,36
0,800	13,95
0,738	12,53
0,672	11,33
0,606	10,26
0,540	9,40
0,483	7,96
0,421	6,15
0,351	5,47
0,284	5,00
0,219	4,58
0,153	4,16
0,091	3,75

3. phosphate noir après le broyage humide

Pression relative (P/P0)	Volume d'adsorption (cm ³ /g)
0,052	5,00
0,099	5,57
0,147	6,08
0,195	6,60
0,244	7,12
0,293	7,64
0,343	8,19
0,392	8,75
0,441	9,32
0,493	9,97
0,542	10,68
0,590	11,42
0,642	12,34
0,688	13,33
0,738	14,70
0,790	16,61
0,838	19,18
0,890	23,37
0,936	29,58
0,986	49,57
0,923	31,73
0,859	23,75
0,794	19,79
0,736	17,39
0,672	15,33
0,606	13,69
0,540	12,37
0,479	10,75
0,416	8,89
0,347	8,01
0,284	7,25
0,220	6,48
0,155	5,72
0,092	4,99

RESUME

L'Algérie avec les gisements de djebel Onk dispose de réserves importantes en phosphates. Notre étude, inscrite au laboratoire des mines et géologie (EX : LTMGP : université de Bejaia) consiste à étudier l'un des principaux gisements que referme la région de djebel Onk. Il s'agit du gisement de Kef Es Sennoun, qu'on a étudié par l'influence des paramètres de broyage et caractérisation minéralogique dans le but de valoriser le minerai de phosphate noir.

La réalisation de cette étude a nécessité l'utilisation deux procédés principaux (mécanique : le broyage et analyse minéralogique : analyse par DRX et par BET), permettant d'évaluer des paramètres qui influence sur le broyage (le temps de broyage, la vitesse et le rapport massique en minerai), et les caractéristiques minéralogiques et texturales (surface spécifique des pores, isotherme d'adsorption, volume totale des pores, volume microporeux et ultra-microporeux).

La comparaison de ces procédés permettra si les opérations d'optimisation

Et d'enrichissement appliqué au minerai de Kef Es Sennoun a fourni un concentré

De phosphate noir de meilleure qualité.

Mots clés : minerai de phosphate noir,quartage,tamissage,broyage,optimisation,composition

Minéralogique, caractérisation, concassage.