



Université Abderrahmane Mira-Bejaia
Faculté de Technologie
Département des Mines et géologie

Memoire de Fin d'Etudes

En vue de l'obtention du Diplôme de Master en Mines
Option : Valorisation des Ressources Minérales

Présenté par

DJAFFAR Aissa
GUITTOUM Meryem

Thème

L'influence d'un adjuvant de broyage sur les caractéristiques granulométriques, chimiques et minéralogiques de minerai de phosphate Kef Es Sennoun Tébessa Algérie

Soutenu le 23 / 06 /2016 devant le jury composé de:

Président: Mr AYADEN Brahim.	(MAA)
Promotrice: Mme MALEK Nouara.	(MCB)
Examineur: Mr MOUSSACEB karim.	(MCA)

Année Universitaire: 2015-2016

Remerciements

Remerciements

Au terme de ce travail, on rend grâce à Allah avant tout.

Nos premiers remerciements vont d'abord à notre encadreur Madame MALÉK Née BENABDESSEM Nouara, maitre de Conférence classe B, à l'université A/Mira-Bejaia pour avoir fait confiance en acceptant de diriger ce mémoire, qu'elle trouve ici notre profonde reconnaissance.

Nous voudrions exprimer notre gratitude à l'ensemble des membres de jury, qui nous ont fait honneur, en acceptant d'examiner ce travail, notamment à :

*Monsieur AYADEN Brahim président du jury,
et Monsieur l'examineur MOUSSACEB Karim.*

Nos remerciements et notre respectueuse considération s'adressés aux personnels du laboratoire d'élaboration des analyses LTMGP Université A/Mira de Bejaia Que les ingénieurs et les techniciens et tous le personnels du complexe minier de Djebel Onk trouvent ici nos sincère remerciement.

On tient à remercier tous ceux qui ont participé à la réalisation de ce mémoire et qui n'a été possible que grâce au soutien de nombreuses personnes, que chacune trouve dans les phrases de ce mémoire l'expression de notre profonde et sincère reconnaissance, on particulier AIT MERZEG Farid, et aux enseignants ayant contribué à notre formation.

On termine nos sincère remerciement au proches et amis, qui nous ont toujours soutenu et encouragé au cours de notre parcours pédagogiques. Merci à tous personnes qui ont contribué à l'élaboration de ce projet,

Merci à tous et à toutes.

Dédicaces

Dédicaces

Je dédie ce travail à mon père Slimane et à ma mère OUZRARA Malika qui se sont sacrifiés pour moi, en espérant un jour faire de même pour eux, et qui m'ont soutenu tout au long de mes études, que Allah les bénisse.

A mon frère Ramdan (Djilali), mes sœurs : Sabrina et son marie Madjid, Kamilia et son marie Mohamed.

A ma petite princesse, ma sœur Hanane, je la félicite pour avoir obtenue son BEM, en espérant qu'il soit plus que son frère.

A Mon neveu Saed Eddine, mes nièces : Mayssa, Meryem et Imane.

A la mémoire de ma grand-mère maternelle.

A mes grands parents, (Larbi, Fetima, Ali).

A toute ma famille, oncles, tentes cousins et cousines en particulier mon oncle Farid et mon cousin Ali.

A tout mes amis sans exception.

*Sans oublier mon co-équipier GUITTOUM Meryem,
ainsi que toute sa famille.*

Aissa.

Dédicaces

*Ce travail est dédié à la lumière de mes jours et les étoiles
de mes nuits : mon père ABDELBAKI et ma mère
GUENIFFI NOUARA et je ne pourrai jamais les
remercier assez. Que Dieu les garde,*

*A ma bougie dans la vie ma grand-mère LESSAAD
OURAIDA,*

*A mes chères frères : OMAR, MOHAMED et mon petit
CHERRIF,*

A mes adorables sœurs : FATIMA et RADHIA,

A mes nièces : SARA et HADJER et mon neveu HAKIM,

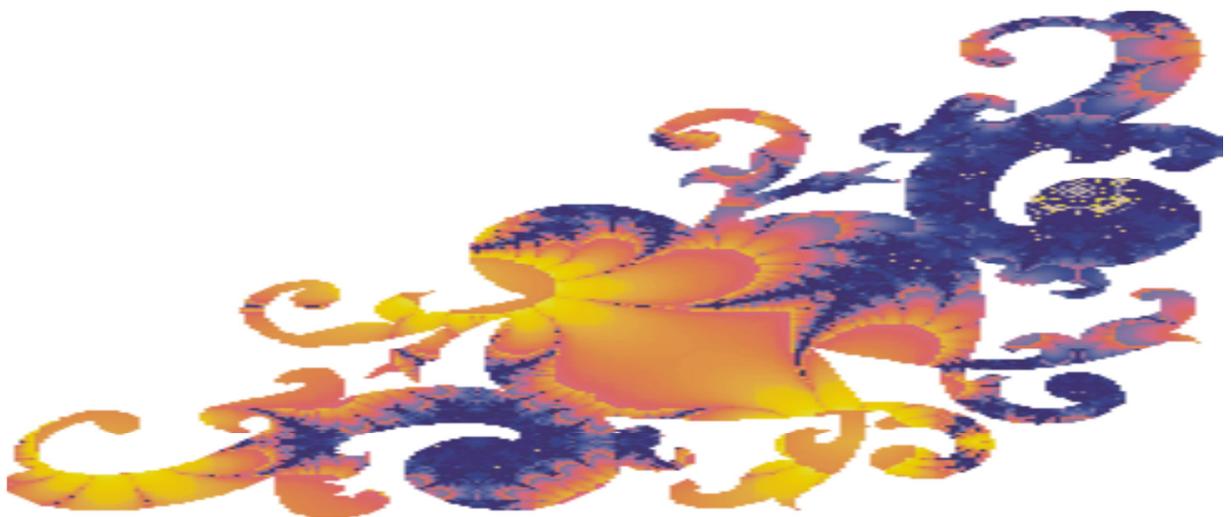
A mes tantes, mes oncles, mes cousins et mes cousines,

*A tout mes amis et en particulier à : AHLAM, SAMIHA,
NAWAL, IKRAM, DOUNIA, HANA et WARDA,*

A mon binôme AISSA,

A mes enseignants.

Meryem.



Sommaire

Sommaire

Glossaire

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

Introduction générale..... 1

CHAPITRE I : GENERALITE SUR LES PHOSPHATES.

Introduction

I.1. Historique.....	3
I.2. origine des phosphates	4
I.2.1. Les gisements des phosphates d'origine ignée	4
I.2.2. Les gisements des phosphates d'origine sédimentaire	4
I.3. Caractéristiques générales des phosphates.....	5
I.3.1. Caractéristiques minéralogiques	5
I.3.1.1. Les minéraux de la gangue	5
I.3.1.2. Les apatites	5
I.3.2. Caractéristiques Chimique	6
I.3.3. Caractéristiques pétrographiques	7
I.4. Usage du phosphate.....	7
I.4.1. La production des engrais	7
I.4.2. Acide phosphorique	8
I.5. Production du phosphate	8
I.6. le phosphate en Algérie	9
I.7. Aperçu générales sur la région de djebel Onk.....	10
I.7.1. Historique.....	10
I.7.2. Situation géographique	12
I.7.3. Le climat	12
I.7.4. Stratigraphie	14
I.7.4.1. Crétacé	14
I.7.4.2. Paléocène	14
I.7.4.3. Eocène.....	15
I.7.4.4. Miocène	16
I.7.4.5. Quaternaire	16
Conclusion	

CHAPITRE II : FRAGMENTATION ET INFLUENCE DES ADJUVANTS DE BROYAGE.

Introduction	
II.1. fragmentation	19
II.1.1. Lois énergétiques	20
II.1.1.1. Loi de Rittinger	20
II.1.1.2. Loi de kick.....	21
II.1.1.3. Loi de bond.....	21
II.1.1.4. Autres relations	22
II.1.2. Choix des appareils de la fragmentation	23
II.1.2.1. Concassage	24
II.1.2.2. Broyage grossier.....	25
II.1.2.3. Broyage fin.....	26
II.1.2.4. Broyage ultrafin.....	27
II.2. Influence des agents de mouture.....	28
Conclusion	

CHAPITRE III : ÉCHANTILLONNAGE, METHODOLOGIE ET TECHNIQUES D'ANALYSE

Introduction	
III.1. Echantillonnage et expériences réalisées.....	31
III.1.1. Echantillonnage	31
III.1.2. Expériences réalisées	32
III.2. Analyse granulométrique	36
III.3. Analyses chimiques	37
III.3.1. Calcimétrie de BERNARD	37
III.3.2. Spectrophotométrie automatique	39
III.3.3. Spectrométrie d'absorption atomique (SAA)	39
III.4. Analyse par diffraction des rayons X (DRX).....	40
III.5. Analyse spectrométrie infrarouge (IR).....	40
III.6. Observations au microscope électronique à balayage (MEB).....	40
Conclusion	

CHAPITRE IV : CARACTERISATION DE MINERAI DE PHOSPHATE BEIGE DE KEF ES SENNOUN

Introduction

IV.1. Les analyses granulométriques	43
IV.2. Les analyses chimiques.....	46
IV.3. Analyse minéralogique par diffraction des rayons X (DRX)	48
IV.4. Observations au microscope électronique à balayage(MEB).....	49
IV.5. Analyse par spectrométrie infrarouge (IR)	52

Conclusion

CHAPITRE V : L'INFLUENCE D'UN AGENT DE MOUTURE SUR LES CARACTERISTIQUES PHYSICO-CHIMIQUES DE MINERAI DE PHOSPHATE DE KEF ES SENNOUN

Introduction

V.1. Analyse granulométrique.....	54
V.1.1. Analyse granulométrique en présence de l'adjuvant avant broyage.....	54
V.1.2. Analyse granulométrique en présence de l'adjuvant après broyage.....	56
V.2. Analyse chimiques.....	57
V.2.1. Analyse chimique après broyage en présence d'adjuvant de mouture	57
V.2.2. Analyses chimiques après broyage en présence de l'adjuvant de mouture à différentes concentration.....	58
V.2.3. Analyses chimiques après broyage humide en présence d'un adjuvant de broyage en fonction de temps	61
V.3. Analyses minéralogiques	61
V.3.1. Analyses minéralogiques par diffraction des rayons X (XRD)	60
V.3.2. Analyse minéralogique par macroscopie électronique a balayage MEB	63
V.3.3. Analyse spectromètre infrarouge(IF).....	70

Conclusion

Conclusion générale.....	75
--------------------------	----

Références bibliographies

Glossaires

Glossaire

Minerai : Elément de terrain contenant des minéraux utiles en proportions appréciables, et qui demandent un traitement pour être utilisé par l'industrie.

Minéraux : solides naturels homogène, habituellement formés par des procédés inorganiques, dont la composition est définie et qui présente un arrangement atomique ordonné.

Fragmentation : est l'opération par laquelle on cherche à réduire la taille et/ou à augmenté la surface développée de l'unité de masse (surface spécifique) des particules solides.

Granulat : le granulat est un fragment de roche, d'une taille inférieure à 125mm, destiné à entrer dans la composition des matériaux destinés à la fabrication d'ouvrages de travaux publics, de génie civil et de bâtiment.

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

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

Refus cumulé : c'est la somme de tous les refus, celui de tamis lui-même plus tous les refus des tamis de maille plus grande, il peut être exprimé en gramme (g) ou en pourcentage (%) de refus cumulé.

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

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

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

Diffraction : déviation que subi la direction de propagation des ondes (lumineuse ou rayons X) lorsque celles-ci rencontrent un obstacle ou une ouverture dont les dimensions sont du même ordre (la diffraction des rayons X sert à identifier les minéraux).

Liste des abréviations

Liste des abréviations

Abréviation	Titre
Cc	Coefficient de COURBURE
C _U	Coefficient de HAZEN
R	Rapport de réduction
C1	Premier concentration de l'adjuvant= 1%
C2	Deuxième concentration de l'adjuvant =5%
C3	Troisième concentration de l'adjuvant= 10%
C4	Quatrième concentration de l'adjuvant= 15%
Rp	Rendement pondérale (%)
TPL	Tri calcique phosphate of lime
EGAV	Echantillon globale avant broyage
EG15S	Echantillon globale subi un broyage de 15s
EG30S	Echantillon globale subi un broyage de 30s
EBS FG	Echantillon broyé à sec Fraction Grossière
EBS FI	Echantillon broyé à sec Fraction Intermédiaire
EBS FF	Echantillon broyé à sec Fraction Fine
K	Coefficient de proportionnalité
EC4FF	Echantillon broyé en voie humide avec la 4 ^{ème} concentration
LTMGP	Laboratoire de Technologie de Matériaux du génie des procédés
EC1FF	Echantillon broyé en voie humide avec la 1 ^{ère} concentration
DRX	Diffraction des rayons X
MEB	Microscopie électronique a balayage
IR	Spectrométrie Infrarouge
SAA	spectrométrie d'adsorption atomique
EDXA	Energy Dispersive X-ray Analysis

Liste des figures

Liste des figures

Figure	Titre	page
Figure I.1	Localisation des principaux types de gisements de phosphates dans le monde.....	4
Figure I.2	Projection sur le plan de base de la maille hexagonale de l'apatite	6
Figure I.3	La production mondiale du phosphate.	8
Figure I.4	Localisation des secteurs miniers de Djebel-Onk.	13
Figure I.5	Colonne stratigraphique de la région de djebel Onk.....	17
Figure II.1	Domaines granulométriques d'utilisation de quelques appareils usuels de fragmentation.....	23
Figure III.1	Série de tamis de norme AFNOR X-11-501	32
Figure III.2	Broyeur à attrition	33
Figure III.3	Structure de l'Ethanolamine	34
Figure III.4	Solutions diluées d'éthanol-amine	35
Figure III.5	Filtration, séchage et dé-colmatage des échantillons à étudiés	35
Figure III.6	Calcimètre de BIRNARD	38
Figure IV.1	Histogramme de la variation du rendement pondéral (%) en fonction des classes granulométriques (mm) obtenue par tamisage du phosphate brut.....	44
Figure IV.2	Répartition granulométrique (%) de minerai de phosphate de djebel Onk	45
Figure IV.3	Histogramme des teneurs chimique (%) des principaux éléments (P_2O_5 , CO_2 , MgO) présents dans l'échantillon global.....	47
Figure IV.4	Diffractogrammes des rayons x de l'échantillon globale par fraction	49
Figure IV.5	Micrographie au MEB du phosphate brut	50
Figure IV.6	Spectre EDX-1 des particules phosphatées de la micrographie, image1	51
Figure IV.7	Spectre EDX-02 des particules phosphatées et de la gangue (quartz, calcite) de la micrographie, image 2	51
Figure IV.8	Spectre infrarouge de phosphate de l'échantillon Globale fraction fine.....	53

Figure V.01 : Histogramme des rendements pondéraux (%) de minerai de phosphate en présence de l'adjuvant avant broyage	55
Figure V.02 : Courbe granulométrique de minerai de phosphate en présence de l'adjuvant avant broyage	55
Figure V.03 : Histogramme des rendements pondéraux (%) de minerai de Phosphate en présence de l'adjuvant après (15s) de broyage	56
Figure V.04 : Histogramme des rendements pondéraux de minerai de phosphate après broyage de (30s) avec les différentes concentrations	
Figure V.05 : Diffractogrammes des rayons X de produit broyé à sec des deux fractions intermédiaire et fine	57
Figure V.06 : Diffractogrammes des rayons X de produit broyé en voie humide avec C=0%	62
Figure V.07 : Diffractogrammes des rayons X des deux classes intermédiaire et fine de l'échantillon broyé avec C1=1%	63
Figure V.08 : Micrographies au MEB des échantillons étudiés	65
Figure V.09 : Spectre EDX -01 des particules de la gangue (Microcline, Calcite Quartz. Dolomite, Merwinite et Argile) et des particules Phosphatées de la micrographie (image 1)	66
Figure V.10 : Spectre EDX -02 des particules Phosphatées Quartz, Calcite de la micrographie, image 2 (point A)	67
Figure V.11 : Spectre EDX-03 des particules Phosphatées et de la gangue (Calcite) de la micrographie, image 4 (point B)	67
Figure V.12 : Spectre EDX-04 des particules Phosphatées et de Calcite de la micrographie, image5 (point H)	68
Figure V.13 : Spectre EDX-05 des particules Phosphatées et de la gangue (Calcite) de la micrographie, image 7, (point G)	68
Figure V.14 : Spectre EDX-06 des particules Phosphatées et de la gangue (Calcite, Quartz) de la Micrographie, image 8, (point K)	69

Figure V.15: Spectre EDX-07 des particules Phosphatées et de la gangue (Quartz, Dolomite) de la micrographie, image 9.....	69
Figure V.16: Spectre EDX-08 des particules Phosphatées et de la gangue (Quartz, Calcite et Microcline) de la micrographie, image 10 (point L)	70
Figure V.17 : Spectre infrarouge de l'échantillon broyé à sec.....	72
Figure V.18 : Spectre infrarouge de l'échantillon broyé en voie humide en voie humide sans adjuvant	72
Figure V.19: Spectre infrarouge de l'échantillon broyé avec C1=1%	73
Figure V.20: Spectre infrarouge de l'échantillon broyé avec C4=15%	73
Figure V.21: Spectres infrarouge de l'ensemble des échantillons étudiés.....	74

Liste des tableaux

Liste des tableaux

Tableau	titre	page
Tableau I.1	Production mondiale de phosphate naturel, 1999	9
Tableau II.1	Relation entre la dimension des produits à broyer et le rapport de la longueur au diamètre L /Ø des broyeurs à boulets	26
Tableau III.1	Fiche technique de l'adjuvant de broyage utilisé	34
Tableau IV.1	Granulométrie par tamisage de l'échantillon globale de phosphate.	44
Tableau IV.2	Diamètres et coefficients caractéristiques de l'échantillon étudié	46
Tableau IV.3	Analyses chimiques de minerai de phosphate par fractions granulométriques	47
Tableau IV.4	Composition minéralogique par DRX du minerai de phosphate brut	48
Tableau IV.6	Interpretations de Micrographies au MEB du phosphate brut.....	51
Tableau IV.7	Position et identification des bandes observées par IR.....	52
Tableau V. 1	Résultats d'analyses granulo-chimiques avant et après broyage sec et humide.	58
Tableau V. 2	Résultats d'analyses chimiques après broyage humide sans et avec variation de la concentration de l'adjuvant.	59
Tableau V. 3	Résultats chimiques en fonction de temps de broyage.....	61
Tableau V. 4	Les observations MEB	66

Introduction générale

Introduction générale

L'Algérie est un pays riche en diverses substances utiles dont la majorité n'est pas encore mise en valeur. Le sous-sol algérien contient des ressources minérales et des substances utiles telles que le fer, le plomb, le zinc, le cuivre, les argiles, le marbre et les phosphates. Ces derniers sont extraits des gisements de la région de Djebel Onk dans la wilaya de Tébessa. Les ressources prouvées sont estimées à plus de deux milliards de tonnes de phosphate. [1]

Les recherches actuelles dans le domaine de la minéralurgie des phosphates ont justement pour but de trouver des procédés d'enrichissement fiables et efficaces au stade industriel, en vue d'une exploitation rationnelle de ce matériau. Toutefois, la connaissance intime des composants de ces minerais est nécessaire pour orienter les choix de traitement de valorisation et comprendre les processus de réaction. [2]

Le développement des méthodes expérimentales à l'échelle laboratoire, pilote et industriel permet de réaliser de nombreuses expériences venant en appui des travaux théoriques sur l'enrichissement du minerai de phosphate.

Le but principal de notre étude est d'élaborer un procédé d'enrichissement économique et moins coûteux basé sur le broyage humide de minerai de phosphate en présence d'un adjuvant de broyage.

Les travaux de recherche qui ont été menés dans le cadre de cette étude sont répartis en cinq chapitres :

- Dans le premier chapitre, nous présenterons une recherche bibliographique sur les notions générales de phosphate ;
- Le deuxième chapitre est une recherche bibliographique traitant la théorie du procédé de fragmentation et l'influence des agents de mouture ;
- Le troisième chapitre est le premier chapitre de la partie expérimentale. Il présente les matériels et méthodes d'analyses utilisées (DRX, IR, MEB, SAA, calcimétrie de BIRNARD, spectrophotométrie automatique et analyse granulométrique) ;
- Le quatrième chapitre est consacré à la caractérisation physico-chimique et minéralogique du minerai de phosphate du gisement de Kef Es Sennoun de Djebel Onk.

- Le cinquième chapitre traite les résultats obtenus après un broyage sec, humide sans et avec un agent de mouture.

Enfin, notre mémoire se termine par une conclusion générale relatant les principaux résultats de cette étude et quelques perspectives.

Chapitre I : Généralités sur les phosphates

Chapitre I : Généralités sur les phosphates

Introduction

Les phosphates naturels constituent une source de matière première absolument indispensable pour l'humanité. Compte tenu de leur applications potentielles dans de nombreux secteurs industriels : engrais, métallurgie, textile, détergents, pharmacie, chimie, et autres, un intérêt particulier est porté à leur exploitation et leur valorisation.

I.1. Historique

Il semble que l'alchimiste arabe Alchid Bechil, (XII^{ème} siècle) connaissait déjà le phosphore.

- 1669 - découverte du phosphore, par l'alchimiste allemand Brandt, après évaporation de grandes quantités d'urine humaine.
- 1769 - mise en évidence, par le chimiste suédois Gahn, de la présence de phosphore dans les os.
- 1779 - identification du phosphore dans le minéral pyromorphite de nouveau par Gahn et méthodologie, développée par Scheele, permettant d'obtenir du phosphore par dissolution d'os dans l'acide nitrique.
- 1840 - formulation de la base scientifique de l'industrie des engrais phosphatés, basée sur l'attaque sulfurique de matériel phosphaté, par le chimiste allemand Von Liebig (Slansky [1980]).
- 1842 - processus d'acidification de nodules phosphatés, issus de gisements connus d'Angleterre et d'Espagne, par l'anglais Lawes. Il donne à son produit le nom de superphosphate, terme encore utilisé de nos jours.
- 1857 - dissolution par H_2SO_4 de coprolithes → application du produit résultant au sol → mise en évidence de l'efficacité de l'absorption par les plantes par Von Liebig.
- 1870 - des roches de faible teneur en phosphore (inappropriées pour la production de superphosphate) sont traitées par de l'acide sulfurique pour produire de l'acide orthophosphorique H_3PO_4 , lui même alors réutilisé dans l'acidification de roches phosphatées afin d'obtenir un concentré superphosphate, plus connu aujourd'hui sous le nom de triple superphosphate. [3]

La fin du XIX^{ème} siècle coïncide avec le début de la production industrielle des engrais phosphatés, qui, depuis, sont devenus des facteurs prépondérants du développement agricole

et de la lutte contre la faim. La course constante entre la croissance explosive de la population mondiale et l'augmentation de la production agro-alimentaire oblige, de plus en plus, à recourir aux engrais. [4]

I.2. origine des phosphates

Les gisements de phosphate se répartissent en deux grands groupes suivant leur origine géologique : ignée ou sédimentaire :

I.2.1. les gisements des phosphates d'origine ignée

Ils contiennent jusqu'à 35% et 37% de phosphore exprimé en P_2O_5 . On le rencontre dans des terrains très encaissés ou ils peuvent constituer des couches atteignant plusieurs dizaines de mètres d'épaisseur. Les apatites d'origine ignée se caractérisent en usine par une attaque acide qui comporte quelque difficulté. Si leur richesse élevée en P_2O_5 permet d'obtenir aisément du superphosphate (20% P_2O_5) soluble dans l'eau ; leur inconvénient c'est qu'ils exigent des précautions et des traitements en cours de fabrication et de murissement que les phosphates sédimentaire habituels ne réclame pas.

I.2.2. Les gisements des phosphates d'origine sédimentaire

Ils fournissent plus de 85% de la production mondiale. Ils sont très répandus et se rencontrent dans des étages géologiques très variés, mais tout les gisements recensés ne sont pas nécessairement exploitables. Leur situation géologique, les travaux à entreprendre pour extraire le minerai et les opérations que se dernier doit subir pour devenir marchand limitent leur exploitation à un nombre restreint de gisement. [5]

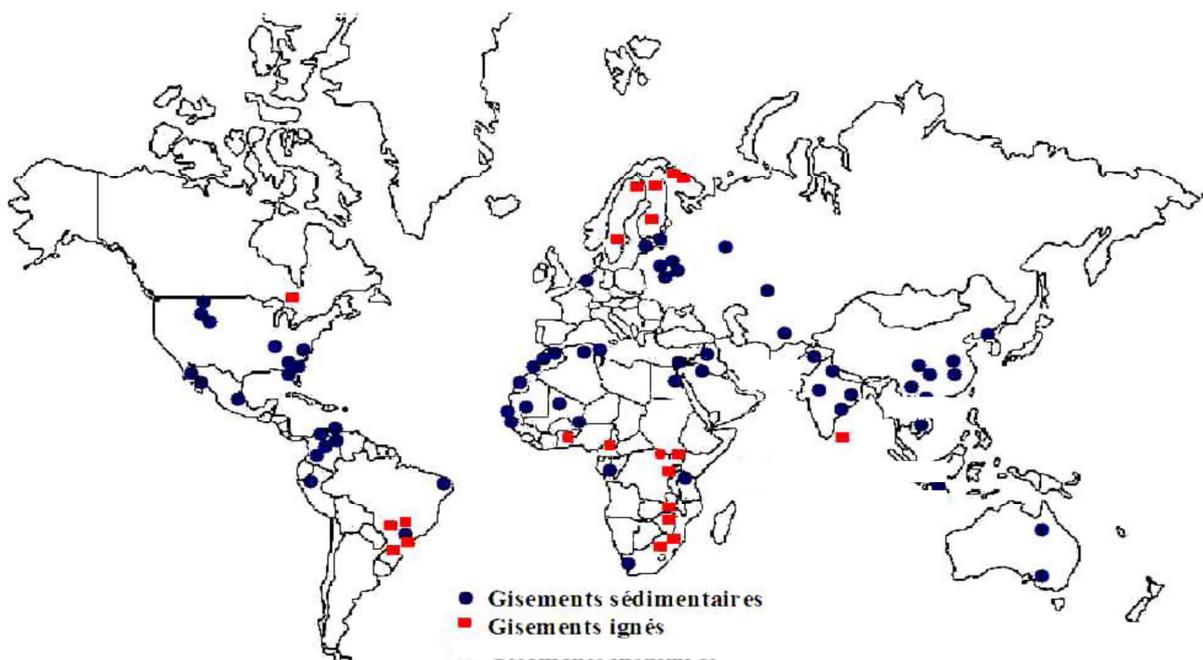


Figure I.1: Localisation des principaux types de gisements de phosphates dans le monde. [6]

I.3. Caractéristiques générales des phosphates

I.3.1. caractéristiques minéralogiques

Les phosphates naturels comportent une variabilité texturale et structurale liées à leurs origines. Ils comprennent plus de 200 espèces minéralogiques. Le phosphore se trouve combiné sous différentes espèces minéralogiques dont la plus répandue, est la fluorapatite carbonatée cristallisée dans le système hexagonal. Cette apatite se trouve plus ou moins substituée et/ou associée à de multiples composés minéraux et organiques qui forment la gangue. [7]

I.3.1.1. Les minéraux de la 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 influent 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 $(\text{Ca}, \text{Mg}(\text{CO}_3)_2)$;
- 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;
- La matière organique généralement en faible abondance 0,1% à 0,6% résultant de la transformation des restes d'organismes vivants et de débris organiques divers enfuis au moment de la sédimentation phosphatée. Il s'agit de bitumes, d'acides humiques, fulviques, aminés. [8]

I.3.1.2. Les apatites

Les apatites sont des composés qui appartiennent au système hexagonal et sont caractérisées par la formule générale $\text{Me}_5(\text{XO}_4)_3\text{Y}_2$, dans laquelle Me (métal bivalent) représente un ou plusieurs cations (Ca, Ba, Ln,...) ; XO_4 : PO_4 et/ou d'autres groupements anioniques ($\text{AsO}_4, \text{MnO}_4, \dots$) [6]; Y (anion monovalent) [7] : un ou plusieurs anions (OH, Cl, F,...). Les apatites naturelles sont les produits d'un nombre considérable de substitutions. L'apatite la plus fréquente est la fluorapatite ($\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{F}$) dans laquelle F peut être remplacé partiellement par OH ou par Cl pour former respectivement l'hydroxylapatite et la chlorapatite.

Toutefois, la substitution la plus marquée dans les apatites est celle de PO_4^{3-} par CO_3^{2-} . L'introduction d'ions F^- supplémentaires contribue à préserver la neutralité électrique du cristal. D'autre part, une substitution fréquente dans les apatites concerne également les ions Ca^{2+} par Na^+ et Mg^{2+} . Lehr ont montré que cette substitution a une relation directe avec celle de PO_4^{3-} par CO_3^{2-} .

Ces matériaux constituent une famille cristallographique de composés solides isomorphes qui cristallisent dans le système hexagonal. [8]

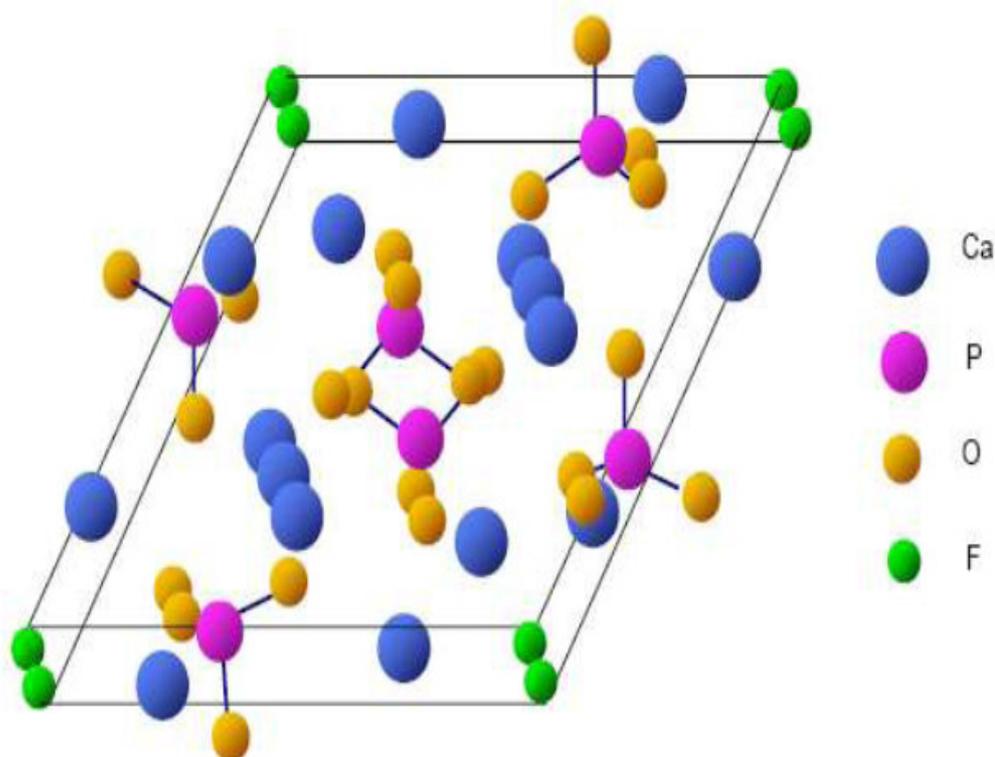


Figure I.2: Projection sur le plan de base de la maille hexagonale de l'apatite. [9]

I.3.2. Caractéristiques Chimiques

Les minerais phosphatés sont définis d'après leur teneur en P_2O_5 ou en terme de pourcentage de phosphate tricalcique (TPL ou BPL) qui est vraiment le produit phosphaté de base ($1 \text{ TPL} = 2,185 \text{ P}_2\text{O}_5$). Les études géochimiques effectuées sur une série de minerai de phosphate par différents auteurs ont mis en évidence l'association des éléments chimiques avec les phases minérales phosphatées telles que les argiles, les carbonates, les apatites et la silice. 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....) et de la perte au feu ont permis de déterminer la répartition des éléments et leur liaison avec les phases minérales.

- a. Les éléments majeurs sont associés aux principales phases minéralogiques en présence (apatite, argiles, carbonates, silice). Les pertes au feu sont liées principalement aux argiles et aux carbonates ;
- b. Les éléments mineurs et traces sont associés aux seules phases argileuse et phosphatée.

1) 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.

2) 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. [2]

I.3.3. 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 trois 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). [10]

I.4. Usage du phosphate

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

I.4.1. La production des engrais

L'appellation engrais est réservée aux matériaux fertilisants dont la fonction principale est d'apporter aux plantes des éléments directement utilisés à leur nutrition. Les principales sources de phosphate pour les engrais sont les roches phosphatées contenant jusqu'à 80% d'apatite souvent sous forme de fluor-apatite. Le superphosphate est le nom des engrais contenant du phosphate monocalcique $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$ préparé industriellement pour la solubilisation d'autre type de phosphate, qui existent naturellement, par l'acide sulfurique. [11]

I.4.2. Acide phosphorique :

L'acide phosphorique ou acide orthophosphorique (o-phosphorique) est un oxacide à base de phosphore de formule H_3PO_4 . C'est un triacide. Il intervient souvent en minéralogie et a une importance capitale en biochimie. C'est un acide minéral obtenu par traitement du minerai de phosphate ou par combustion du phosphore.

A température ambiante, l'acide phosphorique est un solide cristallin de densité 1,83, qui fond à 42,35 °C. Il est ordinairement stocké et vendu sous forme de solution finale. Il constitue la matière première de base pour la production de phosphates (ou sels phosphatés).

L'acide phosphorique est produit par deux voies:

- Par voie sèche basée sur l'hydratation de l'anhydride phosphorique, ce procédé est plus coûteux et ne sert qu'à obtenir un acide phosphorique pur nécessaire pour les laboratoires de recherche, pour la fabrication de produits alimentaires et des produits pharmaceutiques.
- Par voie humide, il s'agit d'une mise en solution de minerais de phosphates par de l'acide suffisamment fort, c'est le procédé le plus utilisé. [3] [12]

I.5. Production du phosphate

La production mondiale du phosphate a connu 2 pics l'une en 1987-1988 et l'autre en 2008 avec plus de 160 millions de tonnes (Figure I.3). Les plus grands producteurs mondiaux sont les Etats-Unis, le Maroc, la Chine et la Russie. Le prix de phosphate a commencé d'augmenter dans les dernières années, ce qui permet d'exploiter des gisements à faibles teneurs en P_2O_5 (< 20%) et d'utiliser de nouvelles technologies.

Le phosphate représente aussi une source de certains d'autres éléments comme les terres rares et les éléments radioactifs. Ces éléments peuvent être récupérés comme des sous produits lors de la fabrication de l'acide phosphorique. [1]

Le tableau ci-dessous nous montre la production mondiale de phosphate naturel

Tableau I.1 : Production mondiale de phosphate naturel. [13]

Payé	Production Mt		Réserves (t /h)
	En 2000	En 2001	
États-Unis	38,80	34,20	4000
Maroc	21,60	22,00	21000
Chaine	19,4	20,00	10000
Russie	11,1	10,50	1000
Jordanie	5,51	05,50	1700
brésil	04,90	05,00	370
Israël	04,11	04,00	800
Afrique du sud	02,80	02,80	2500
Tunisie	02,34	08,10	600
Syrie	02,17	02,10	800
Sénégal	01,80	02,00	160
Togo	01,37	00,80	60
Autres	11,30	11,10	4000
Totale	133,00	128,00	47000

I.6. le phosphate en Algérie

L'Algérie recèle un potentiel de réserve important en phosphate. Les principales concentrations phosphatées du pays sont représentées par les deux grands domaines de sédimentation phosphatée, d'âge Eocène : les Monts du Hodna au Nord, et les Monts des Nememchas-Tébessa au Sud-est algérien. D'étendue modeste, l'ensemble phosphaté de Hodna regroupe les gisements de Mzaita, Bordj-Redir et Maadid. Ces gisements présentent d'importantes variations de teneurs (12 à 23 % P_2O_5) et des réserves ne dépassant guère 10 millions de tonnes à Mzaita où le phosphate est particulièrement riche en silice (25 % SiO_2 en moyenne). Les couches phosphatées de Bordj-Redir, qui atteignent 25 % P_2O_5 sur 2.5 mètres

d'épaisseur, sont pénalisées par des teneurs anormalement élevées en fer et en alumine (près de 7 %).

Dans ces trois formations, les couches phosphatées contiennent des intercalations stériles qui compromettent leur exploitation.

Les gisements de Dyr, Kouif, et Djebel Onk constituent l'ensemble phosphaté des Monts des Nememchas-Tébessa, lequel se présente en affleurements les plus étendus :

- Le gisement de Dyr, situé à une vingtaine de kilomètres au Nord-Est de Tébessa, présente des teneurs importantes en P_2O_5 (jusqu'à 31 %) mais les réserves du gisement sont moins importantes.
- Le gisement de Kouif est situé à 23 kilomètres au Nord-Est de Tébessa et constitue une cuvette elliptique synclinale dans l'axe, parallèle à celui de Dyr, se prolonge jusqu'en Tunisie. Les cinq couches exploitées, dont l'épaisseur atteint 3 mètres, présentent des teneurs voisines de 30 % P_2O_5 . Les réserves étant pratiquement épuisées, la baisse de rentabilité et les contraintes économiques ont conduit à l'arrêt de l'exploitation et à la reconversion du site.
- la formation de Djebel Onk constitue le plus important gisement de phosphate algérien, tant par ses réserves que par sa facilité d'accès et d'exploitation. [2]

I.7. Aperçu générale sur la région de djebel Onk

I.7.1. Historique

Les phosphates algériens ont été découverts à Boghari par Thomas (1873), un peu avant les phosphates de Gafsa (1885).

Dans la période 1906 à 1907, Joleau a découvert le gisement de Djebel Onk avec la mise en évidence de deux couches phosphatées dans un ravin de l'Oued de Djemi-Djema au Sud de Djebel Onk.

En 1912, Dussert a présenté les premières informations sur les gisements phosphatés algériens, des coupes lithologiques détaillées des gîtes de la zone de Djebel Onk ont été effectuées.

La prospection systématique a débuté par « la Compagnie des Phosphates de Constantine » en 1930. Cette compagnie a confirmé l'existence des réserves considérables, ce qui a amené à la création de la société de Djebel Onk (S.D.O) en 1936, mais l'éloignement de la mer, la désertification de la région, le manque de l'eau et de l'énergie et les méthodes de l'exploitation reflètent une exploitation irrationnelle. La connaissance sur la géologie

régionale et des gisements progresse avec les études de Laffitte (1939), Cayeux (1939, 1941 et 1950), et Flandrin (1948). En 1951, Visse a étudié le gisement de phosphate du Djebel Djemi-Djema et il reprend avec beaucoup de détails la stratigraphie. Il a évalué les réserves (110 millions de tonnes de minerai à 24.80 % – 25.20 % en P₂O₅, soit 54 – 55 % BPL) sur un total d'environ 2 milliards de tonnes de ressources dans toute la zone de Djebel Onk.

A partir de 1960, dans le cadre de l'industrialisation de l'Algérie (plan de Constantine), le projet d'exploitation des phosphates est devenu prioritaire.

De 1961 à 1963, des essais de prospection radiométrique aéroportée ont été effectués sur les gisements du Djebel Onk (Vogt et Belhadj, 1963).

Les études ont été reprises par Ranchin (1963), il avait établi les cartes géologiques à l'échelle 1/5000.

L'exploitation de Djemi-Djema a débuté en 1965 par la société de Djebel Onk (S.D.O), en se basant sur les données prévisionnelles de Servajean (1965). Ces terrains ont fait l'objet de nombreux travaux, parmi les quels ceux de Kettouche (1970), Berats et Fur (1982) et Mezghache (1991).

De 1971 à 1974, les travaux de recherches et de prospection sur les phosphates de l'Est algérien ont été relancés par la SONAREM en s'appuyant sur un levé aéroradiométrique (Rudowicz, 1975).

De 1985 à 1987, L'E.N. FERPHOS a confié à l'EREM les travaux de recherche et d'évaluation des ressources en phosphate de tous les gisements potentiels de la région de Djebel Onk. Ces importants travaux ont été réalisés avec la coopération Russe (Ex URSS), ce qui a permis la réalisation de 97 sondages carottés, totalisant 10732 m linéaire et 64 tranchées. En novembre 1989, l'E.N. FERPHOS fait connaître son cahier de charges, pour l'étude de développement du complexe phosphaté de Djebel Onk.

En Avril 1992, une signature du contrat entre l'E.N. FERPHOS et le consultant BRGM / SOFREMINEs. Ce contrat concerne le rassemblement des éléments techniques et économiques permettant d'arrêter un projet de développement de l'exploitation des gisements de phosphates de Djebel Onk (Prian et Cortiel 1993). [6]

I.7.2. Situation géographique

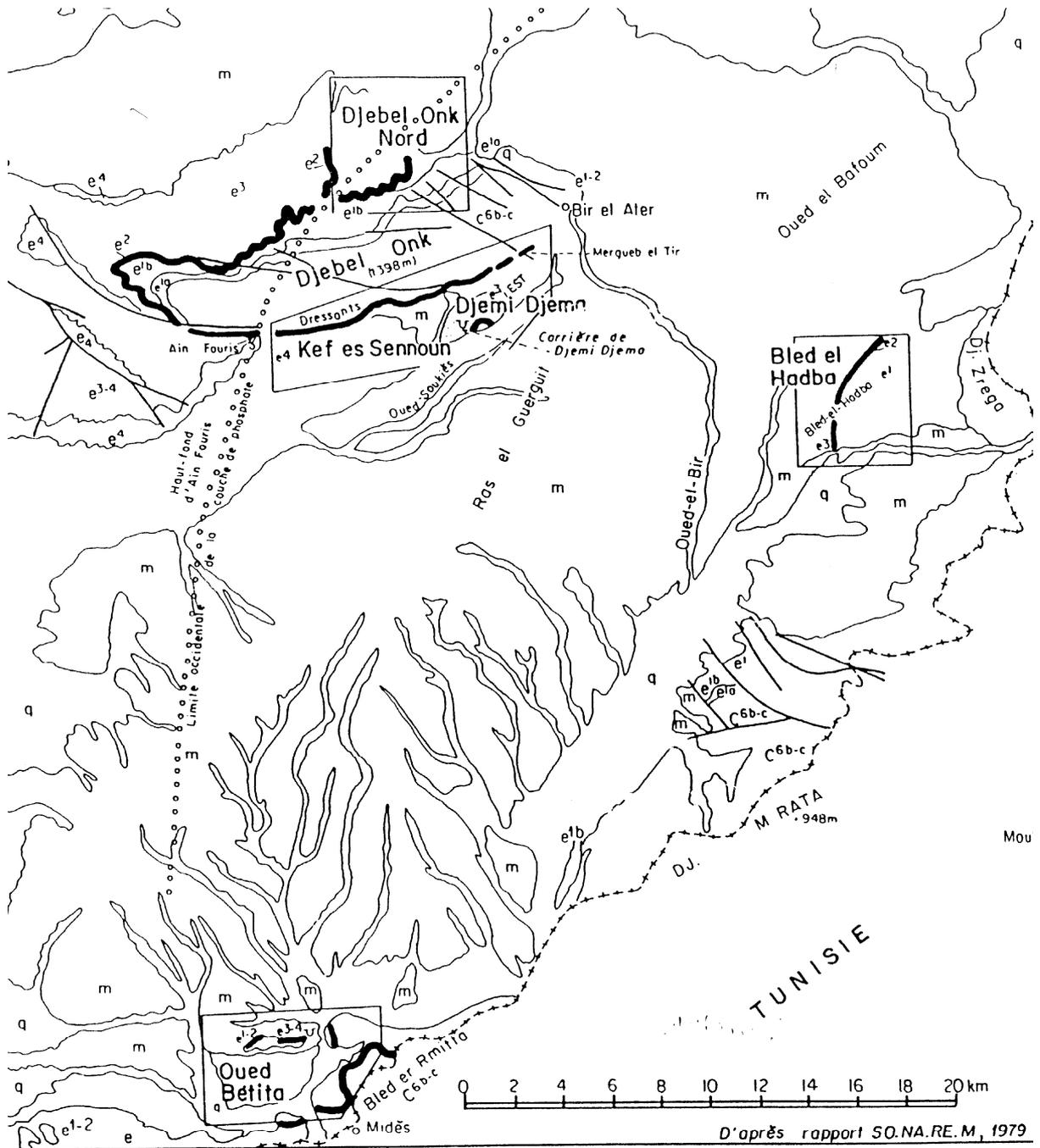
La région du Djebel Onk est située au sud-est de l'Algérie, à 100 km (kilomètre) au sud de la ville de Tébessa et à 20 km de la frontière tunisienne. Cette région constitue la limite géographique naturelle entre les hauts plateaux constantinois et le domaine saharien. [14]

La région de djebel onk est subdivisée en cinq secteurs miniers :

- a. Le gisement de Djemi-Djema, actuellement exploité en carrière, fournit la totalité de la production du pays en phosphate. Il est situé à 6 (km) Ouest de la ville de Bir El Ater, ville située à 20 km de la frontière Algéro-Tunisienne. Les gisements potentiels de Djemi-Djema Est et Ouest sont attenants à l'exploitation actuelle, et s'étendent jusqu'à environ 1 kilomètre au Nord-Ouest de celle-ci.
- b. Le gisement de Kef Es Sennoun n'est situé qu'à 2 kilomètres à l'Ouest de la carrière de Djemi Djema et à un kilomètre de l'extrémité occidentale du gisement de Djemi- Djema Ouest.
- c. Le gisement de Djebel Onk Nord est localisé sur le flanc septentrional du massif du Djebel Onk, à 6 kilomètres au Nord-Ouest de la carrière de Djemi-Djema.
- d. Le gisement de Bled El Hadba est situé en dehors de la zone de Djebel Onk, à 15 kilomètres à l'Est de la carrière de Djemi-Djema et seulement à 5 km de la frontière algéro-tunisienne, sur le flanc Ouest de Djebel Zrega. Ce gisement n'est distant que de 9 kilomètres du gisement de phosphate de Djebel Mrata en Tunisie.
- e. Le gisement de l'Oued Betita est le plus éloigné du centre minier de Djemi-Djema, à 35 km au Sud de celui-ci. Ce gisement, jouxtant la frontière algéro-tunisienne, fait partie des Monts de Négrine et n'est distant que de 1 kilomètre de la série phosphatée de Midès, en Tunisie. [2].

I.7.3. Le climat

Le climat est subaride, caractérisé par un régime continental avec deux saisons très nette ; un hiver froid et rigoureux et un été où les températures peuvent dépasser 45 °C. Les précipitations sont peu abondantes avec une moyenne de 300 (mm/an).



LÉGENDE

- q Quaternaire : sables, limons, alluvions
- m Miocène : sables, argiles

ÉOCÈNE

- e4 Lutétien : argiles bariolées, formation à gypse (formation Souar)
- e3-4 Lutétien à Yprésien : calcaires, marnes, calcaires à nodules de silex
- e3 Yprésien : marnes, calcaires à silex, quelques niveaux phosphatés (formation Metlaoui s.s.)
- e2 Thanétien : marnes, calcaires, couche principale de phosphate (formation Chaabine)
- e1-2 Thanétien à Montien : calcaires, marnes, couches de phosphate inférieures

- Stratification horizontale
- Stratification à pendage faible à fort
- Contours géologiques

- Limite occidentale de la couche principale de phosphate

- Délimitation du chantier de reconnaissance gisement

- e1b Montien : calcaires, lumachelles, marnes (formation Tselja)
- e1a Danien : marnes (formation El Horia)
- CRÉTACÉ SUPÉRIEUR**
- C6b-c Maestrichien : calcaires compacts (formation Abiod)

Figure I.4 : localisation des secteurs miniers de Djebel-Onk. [1]

I.7.4. Stratigraphie

I.7.4.1. Crétacé

Ce sont les sédiments les plus anciens au cœur de l'anticlinal du Djebel Onk. Tectoniquement, ces formations sont très accidentées. Seuls les dépôts du Maestrichtien y affleurent.

✓ Maestrichtien :

Les sédiments de cet âge sont représentés par des calcaires blancs massifs avec des intercalations marneuses au cœur de l'anticlinal de Djebel Onk. Le sommet est marqué par une surface ferrugineuse et taraudée.

I.7.4.2. Paléocène

Il est représenté par des sédiments marins assez épais (350 m).

➤ Danien :

Le Danien est subdivisé lithologiquement en deux sous étages : inférieur et supérieur.

✓ Danien inférieur :

Il est représenté par des argiles marneuses et schisteuses, de couleur grise foncée au brun vert, intercalé par des marnes dures et irrégulières. L'ensemble est traversé par des filons de gypse. L'épaisseur du Danien inférieur est de 30 à 40 m.

✓ Danien supérieur :

Il est formé par des calcaires durs blancs, très fins souvent à cassures conchoïdales, intercalées de marnes, argileuses et schisteuses. L'épaisseur varie d'une dizaine de centimètre à un mètre.

➤ Montien :

Il est représenté par des calcaires détritiques à lumachelles avec des intercalations de marnes et de dolomie ainsi qu'une faible quantité de silex rencontrée. Il renferme de nombreux niveaux à huîtres de différentes couleurs. L'épaisseur moyenne est de 100 m.

➤ Thanétien :

C'est l'horizon porteur de la minéralisation phosphatée principale. Il se subdivise en deux sous étages.

✓ Thanétien inférieur :

Le Thanétien inférieur est représenté par des marnes grises foncées à noires schisteuses. Dans la partie inférieure, on note la présence des conglomérats et de minces lits phosphatés ainsi que deux niveaux de marnes à faunes. Au sommet apparaissent des intercalations phosphatées atteignant jusqu'à 2m, surmontées par des calcaires et des marnes à gros gastéropodes. La puissance varie de 30 à 40 m.

✓ Thanétien supérieur :

C'est la couche exploitable dans les gisements de Djebel Onk. Il débute par un niveau dolomitique à gastéropode, la couche phosphatée est de 30m d'épaisseur en moyenne. Cette couche d'âge Thanétien supérieur se caractérise par des variations au terme de l'épaisseur d'un gisement à l'autre dans le bassin de Djebel Onk, notant à titre d'exemple; dans la zone du Djemi-Djema où la couche de phosphate est de l'environ 30 m d'épaisseur, situé entre une série de marnes noires feuilletées au mur, et une formation de dolomie, puis de calcaire à silex en toit. Dans la zone de Djebel Onk Nord, le faisceau phosphaté est moins épais (17 m, au maximum), et il se réduit progressivement vers l'ouest, jusqu'à disparaître complètement (biseau stratigraphique) (Prian et Cortiel, 1993).

I.7.4.3. Eocène

a. Yprésien

Il repose directement sur les dépôts du Thanétien et il a une épaisseur de 32m, on note :

✓ Yprésien inférieur

Il est représenté par des dolomies et calcaires dolomitiques. Des intercalations de phosphates très dolomitiques sont bien observées, on note la présence de nombreux débris de silex noirs.

✓ Yprésien supérieur

Il est constitué par une alternance de calcaires, calcaires dolomitiques et marnes.

b. Lutétien

Les formations de cet étage recouvrent en concordance les séries yprésiennes.

Elles sont répandues dans la région de Djebel-Onk (270 m d'épaisseur). On distingue de bas en haut :

✓ Lutétien inférieur

Il est caractérisé par une diminution remarquable des calcaires qui sont remplacés par les marnes blanches crayeuses. On note l'existence de géodes de quartz et de nodules de silex, avec une faune caractéristique (Hemither Sitéa Moracano). Sa puissance varie de 40 à 50 m.

✓ Lutétien supérieur

Ce faciès est évaporitique; il est constitué de gypse et d'argile verdâtre, argile phosphatée verte et bancs de calcaire. A la base, on distingue l'argile verte phosphatée et des bancs de calcaire d'une épaisseur de 10 m. Au sommet, des argiles vertes avec banc de gypse intercalé. Son épaisseur est de 65 m. La faune caractéristique est Ostréa Multicostata et Cardia Placunoides.

I.7.4.4. Miocène

Il est représenté par un complexe de roches terrigènes, de conglomérats, d'argiles, de sables et de schistes. On distingue trois formations lithologiques :

a. Miocène inférieur

Il est représenté essentiellement par des conglomérats, des sables avec des lits minces d'argile siliceuse. La teinte est clair, grise blanchâtre. Sa puissance est de 200 m.

b. Miocène moyen

Il est essentiellement argileux de couleur marron, parfois schisteux, avec des intercalations de sables à grains fins et moyens. Sa puissance atteint 250 m.

c. Miocène supérieur

C'est une série sablo-argilo-conglomératique. Sa puissance atteint 350 m.

I.7.4.5. quaternaire

Les formations quaternaires couvrent de vastes surfaces dans la région. Elles sont essentiellement représentées par des éboulis de pente, de dépôts sableux, des graviers, de dépôts éoliens, alluviaux et fluviaux. [6]

QUATERNAIRE			Eboulis et formations alluvionnaires sableuses
MIOCENE	SUP (350m)		Sables, grès à grains grossiers
	MOY (250m)		Argiles, schistes argileux de couleur marron, bronze avec intercalation de sables blancs
	INF (100m)		Sables fins blancs avec des couches de grès et argiles
LUTETIEN	SUP (100m)		Gypses avec interlits de marnes (évaporites)
	INF (40m)		Calcaires et dolomies avec géodes de quartz
YPRESIEN (70m)	SUP		Calcaires et dolomies avec silex
	INF		Calcaires avec lentilles de silex et calcaire phosphaté
THANETIEN (80m)	SUP		Phosphates pseudoolithiques, coprolithiques, gris et noirs
	INF		Marnes sombres schistifiées
MONTIEN (100m)			Minéralisation en Baryto-Céladonite Calcaires avec bancs à Ostrea
DANIEN	SUP (80m)		Alternance de calcaires et de marnes claires
	INF (35m)		Argiles noires avec fibre de gypse
MAESTRICHIEN SUPERIEUR (200 m)			Calcaires, calcaires noduleux de couleur blanche

Figure I.5 : Colonne stratigraphique de la région de djebel Onk. [6]

Conclusion

L'Algérie est l'un des plus grand pays riche en matière première phosphatée présentée par les gisements de la région de Djebel Onk (Tébessa). Il est indispensable donc d'appliquer le meilleur procédé d'enrichissement pour arriver à augmenter le rendement au maximum.

Chapitre II : fragmentation et influence des adjuvants de broyage

Chapitre II : fragmentation et influence des adjuvants de broyage

Introduction

La fragmentation, consiste en la réduction des blocs de minerai à l'aide de concasseurs et de broyeurs. L'efficacité de fragmentation augmente de beaucoup lorsqu'on intercale entre les concasseurs et les broyeurs des appareils de classement (tamis et classificateurs).

L'ensemble de tous ces appareillages et des équipements de manutention et d'entreposage s'appelle un circuit de fragmentation. [15]

L'utilisation des agents de mouture permet d'améliorer le rendement du broyage ou ils peuvent agir sur la surface des grains en induisant leur fragilisation. [16]

II.1. La fragmentation

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) des particules solides. Son efficacité est toujours évaluée par une mesure de l'accroissement de la finesse. Les sollicitations mécaniques accroissent l'énergie libre des matériaux, qui va se convertir sous différentes formes. L'énergie de contrainte élastique est ainsi transformée en énergie élastique des défauts de réseau ponctuels (à l'échelle atomique), linéaires (dislocations, macles), plans (défauts d'empilement, joints de grains) ou volumiques (désordres structuraux). La conversion de plus grandes quantités d'énergie libre en énergie de surface engendre alors la fracturation. D'autres modes de conversion d'énergie libre se manifestent par l'amorphisation (massique ou superficielle), l'agglomération, les transitions polymorphiques, les décompositions ou les synthèses mécano-chimiques.

La fragmentation peut avoir des finalités diverses :

- réduire les dimensions soit pour faciliter la manutention, le conditionnement ou l'utilisation, soit pour libérer les constituants avant une opération séparative ;
- éliminer, avant une mise en œuvre, des zones de rupture potentielle (libération d'unités quasi monocristallines) ;
- augmenter la réactivité vis-à-vis de processus dont la cinétique dépend de la finesse ou du degré de désordre ;
- homogénéiser (mélanges, dilutions solides, dosages) ;
- conférer des spécifications de forme, de texture, de distribution granulométrique ;

La quantité de surface produite ne peut être proportionnelle au travail nécessaire fourni que si elle est proportionnelle au produit de la contrainte appliquée par la longueur de déformation. [17]

II.1.1.2. Loi de kick

Pour Kick (1885), l'énergie nécessaire pour fragmenter un matériau homogène est proportionnelle à la variation du volume, donc au rapport de réduction : $R = \frac{D_1}{D_2}$. Cette deuxième loi de la fragmentation s'écrit alors :

$$dE = - K_K dV \dots \dots \dots (II. 4)$$

$$\text{Soit } dE' - \frac{K_K dV}{V_{k_k'}} = \frac{dD}{D} \dots \dots \dots (II. 5)$$

Et l'on obtient alors après intégration :

$$E' = K' \text{Ln} \left(\frac{D_1}{D_2} \right) = K_K' \text{Ln} R \dots \dots \dots (II. 6)$$

Le travail nécessaire pour réduire une tonne de matériau est donc le même pour un rapport de réduction donné, quelle que soit la dimension initiale du matériau. Cela n'est évidemment pas compatible avec la pratique. De plus, le matériau à fragmenter n'est pas homogène et la fragmentation dépend alors de ses imperfections (fissures, dislocations, etc.).[19]

II.1.1.3. 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 (1951) 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 surface produite. Cette loi se veut un compromis entre celles de Rittinger et de Kick. La forme générale de la loi de Bond s'écrit :

$$W = W_i \left[\left(\frac{100}{D_2} \right)^{0,5} - \left(\frac{100}{D_1} \right)^{0,5} \right] \dots \dots \dots (II. 7)$$

$$\text{Ou } W = 10 W_i \left[\left(\frac{100}{D_2} \right)^{0,5} - \left(\frac{100}{D_1} \right)^{0,5} \right] \dots \dots \dots (II. 8)$$

D_1 et D_2 sont les dimensions, en micromètres, des grains respectivement avant et après fragmentation, choisies comme correspondant à la dimension D_{80} de la maille carrée laissant passer 80 (%) en masse du matériau, et W_i une constante appelée indice énergétique (Work

index) que l'on détermine expérimentalement par des essais de fragmentation réalisés au laboratoire.[17]

II.1.1.4. Autres relations

L'insuffisance des lois de Rittinger, Kick et Bond et leur nature contradictoire ont conduit à rechercher d'autres relations entre la réduction dimensionnelle et l'énergie consommée. Ainsi, Svensson et Murkes (1957) considèrent que dans l'expression de Bond l'exposant de $100/D$ n'est pas une constante et contestent le choix du D_{80} . Ils proposent alors une relation plus générale de la forme :

$$E' = K_{sm} \left[\left(\frac{100}{D_2} \right)^n - \left(\frac{100}{D_1} \right)^n \right] \dots \dots \dots (II. 9)$$

Avec D (μm) : dimension moyenne des particules qui peut être obtenue en première approximation par la moyenne géométrique des dimensions D_{10} , D_{30} , D_{50} , D_{70} et D_{90} ,

K_{sm} : constante,

n : paramètre à déterminer pour chaque matériau et pour un mode de fragmentation donné.

Charles (1957) propose une loi générale de la forme :

$$dE = - K_c \left(\frac{dD}{D^n} \right) \dots \dots \dots (II. 10)$$

Avec K_c constante.

Après intégration de la relation (10), on trouve que :

- ✓ pour $n = 1$ la loi de Kick ;
- ✓ pour $n = 1,5$ la loi de Bond ;
- ✓ pour $n = 2$ la loi de Rittinger.

Pour Hukki (1961), la relation qui lie l'énergie à la réduction des dimensions des particules est une relation composite de celles établies par Rittinger, Kick et Bond, qui s'écrit :

$$dE = - K_h \frac{dD}{D^{f(D)}} \dots \dots \dots (II. 11)$$

Avec : K_h constante.

En plus des hypothèses posées par les auteurs des trois premières lois énergétiques, il prend en compte la probabilité de fragmentation $f(D)$ des grains en fonction de leurs dimensions initiales. Cette probabilité est égale à l'unité pour les grosses particules et tend vers zéro pour les particules ultrafines. [17]

II.1.2. Choix des appareils de la fragmentation

Chaque appareil de fragmentation recouvre un domaine d'utilisation particulier si l'on ne considère que la réduction de taille; cependant, une démarche faisant intervenir les seules données de la (figure II.1) serait incomplète. En effet, d'autres critères sont à prendre en compte :

- la finesse, la dureté et l'humidité du produit ;
- la production horaire ;
- la pollution du produit ;
- l'usure et la maintenance de l'équipement ;
- les fonctions requises (fragmentation seule, fragmentation et classification, fragmentation et séchage, etc.) ;
- les contrôles ;
- les coûts d'investissement, etc.

Il n'en demeure pas moins que, de façon pratique et notamment dans le domaine des matières minérales, les contraintes dimensionnelles des produits entrants et sortants restent le critère principal du choix des appareils de fragmentation. [19]

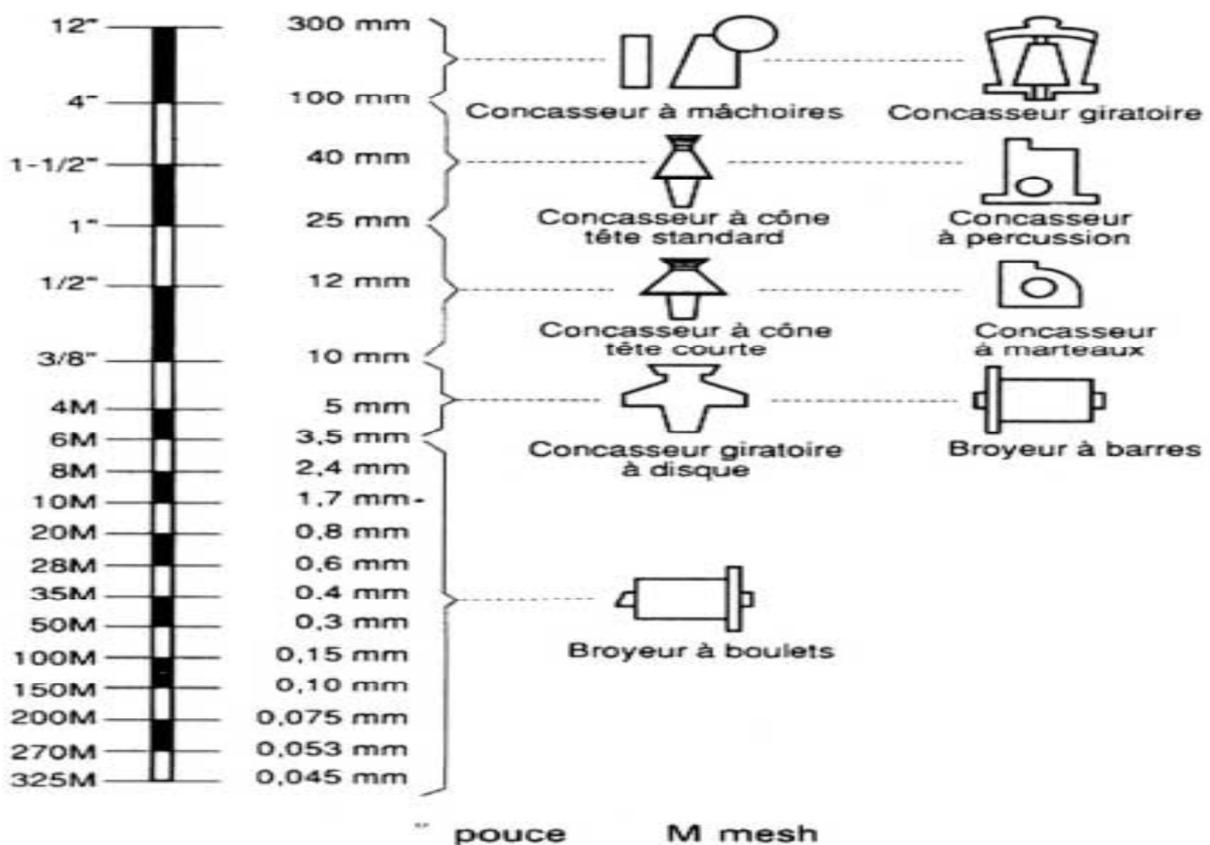


Figure II.1 : Domaines granulométriques d'utilisation de quelques appareils usuels de fragmentation. [19]

II.1.2.1. Concassage

Il comprend un enchaînement d'opérations qui délivrent des particules de dimensions inférieures au centimètre. Pour chaque opération, l'appareil correspondant peut être défini à partir de cinq paramètres principaux :

- la capacité d'admission qui fixe les dimensions des plus gros blocs admissibles, caractérisées par la longueur, la largeur et l'épaisseur du parallélépipède exinscrit au bloc considéré ;
- le rapport optimal de réduction, établi à partir du rapport des dimensions de la maille carrée des cribles à travers lesquels passent 85 ou 80 % des produits à l'entrée de l'appareil et 85 ou 80 % des produits de sortie de l'appareil ;
- la distribution granulométrique des produits à la sortie ;
- le coefficient de forme moyen des fragments obtenus, c'est-à-dire le pourcentage de fragments en forme d'écailles ou d'esquilles, par rapport aux fragments se rapprochant de la forme cuboïde ;
- le coût de la maintenance, qui est fonction de la robustesse, de l'efficacité des dispositifs de sécurité, de la facilité d'entretien et de la durée de vie des pièces d'usure.

Pour des produits durs et abrasifs tels que les roches, on choisit des appareils agissant par compression lente, car la résistance d'une roche à l'écrasement augmente très vite avec la vitesse de mise en charge et l'utilisation d'appareils à percussion conduit à des taux d'usure prohibitifs. On utilise donc :

- pour le pré-concassage et le concassage primaire, des concasseurs à mâchoires ou des concasseurs giratoires ;
- pour le concassage secondaire, des concasseurs à mâchoires ou de préférence des concasseurs giratoires ou à cône tête standard ;
- pour le concassage tertiaire, des concasseurs à cylindres lisses ou cannelés ou, de préférence, des concasseurs giratoires à disque ou des concasseurs à cône tête courte ;
- pour le concassage quaternaire, qui se confond souvent dans la littérature avec le broyage grossier, des hydrocônes, des concasseurs giratoires à disque (type Gyradisc), des concasseurs à cylindres pour produits fins ou des broyeurs à barres.

Pour des produits moyennement abrasifs tels que les roches tendres ou des produits divers, durs ou semi-durs, peu ou pas abrasifs, on fait appel à deux types de matériels :

- les concasseurs à cylindres dentés ou à cylindre unique et mâchoire courbe (type Pennsylvania) qui peuvent accepter des roches humides et des matériaux collants ;
- les concasseurs à percussion à battoirs ou à marteaux, malgré leur peu de résistance à l'usure et leurs frais d'entretien élevés.

Pour des produits mous, élastiques, fibreux ou collants, on utilise des concasseurs à pointes ou à pic, à cylindres dentés, des brise-mottes à couteaux, des trommels concasseurs, des déchiqueteurs à lames pour matières thermoplastiques, des coupeuses d'argiles, des appareils spéciaux pour tournures d'acier et des appareils cryogéniques. [19]

II.1.2.2. Broyage grossier

Pour le stade intermédiaire, entre le concassage secondaire et le broyage fin, on utilise les broyeurs autogènes et semi-autogènes.

La préférence qui leur est donnée dans certains cas sur les autres appareils découle directement de considérations sur l'investissement et les coûts opératoires. En effet, les avantages principaux de ces broyeurs résident dans une usure plus faible que celles des concasseurs et des broyeurs classiques et dans le regroupement en une seule opération des concassages secondaire et tertiaire et du broyage grossier. Il n'en résulte pas forcément un gain énergétique mais une installation plus compacte et, de ce fait, un gain sur le génie civil.

En règle générale, il est plus coûteux d'installer, à puissance égale, une usine multi unitaire de broyeurs au lieu d'un broyage en deux étages. Les broyeurs semi-autogènes sont moins coûteux à installer que les broyeurs autogènes proprement dits, par ailleurs appelés intégraux, car leur capacité à taille identique est plus grande. Enfin, il ne faut pas hésiter à choisir un broyeur plus grand si cela supprime plus d'une ligne de broyage-classification dans l'usine.

Les coûts opératoires des broyeurs semi-autogènes sont inférieurs à ceux des broyeurs autogènes intégraux parce que les premiers sont plus efficaces. Il est dans tous les cas plus avantageux d'effectuer la maintenance d'un système à un seul étage que d'un système à deux étages.

Les broyeurs à barres interviennent au stade ultime de la fragmentation grossière. Par le passé, leur succès est venu de leur capacité unitaire, eu égard aux capacités très faibles des broyeurs à cylindres, et de leur aptitude à créer un broyage progressif peu générateur de fines. Actuellement, il existe beaucoup moins d'engouement pour ces appareils, les nouveaux

concasseurs giratoires à disque (type Gyradisc) recouvrant le domaine du broyeur à barres avec un coût opératoire inférieur et une efficacité de réduction dimensionnelle identique. [19]

II.1.2.3. Broyage fin

Le choix des broyeurs à boulets s'impose pour atteindre des finesses de l'ordre de quelques centaines à quelques dizaines de micromètres. Dans une installation de concentration de minerai, le broyeur à boulets représente l'investissement majeur et son coût opératoire est très élevé, qu'il s'agisse d'usure ou d'énergie. Afin d'augmenter le rendement énergétique et d'éviter le sur-broyage en éliminant dès la sortie du broyeur les grains de finesse suffisante, le broyeur à boulets est presque toujours associé à un système de classification. La géométrie de l'appareil ne fait pas l'objet d'une règle de choix bien établie, mais le rapport longueur/diamètre est compris, selon la finesse de l'alimentation, entre 1 et 2,5 (Tableau II.1).

Tableau II.1: Relation entre la dimension des produits à broyer et le rapport de la longueur au diamètre L/\varnothing des broyeurs à boulets.[19]

D ₈₀ (mm)	Taille des plus gros boulets (mm)	L / \varnothing
5 à 10	60 à 90	1 à 1,25
0,9 à 4	40 à 50	1,25 à 1,75
Rebroyage	20 à 30	1,75 à 2,50
D ₈₀ dimension de la maille correspondant à 80 (%) en masse de passant du produit à broyer.		

Les boulets sont en général sphériques, bien que les formes coniques ou cylindriques existent. Leur dureté Brinell est en général de l'ordre de 50 à 450, mais exceptionnellement elle peut atteindre 700 afin d'augmenter leur durée de vie.

Il existe différents types de blindage et seule l'analyse des coûts opératoires permet de choisir le meilleur. Le blindage avec des éléments présentant une seule ondulation (single wave) est recommandé pour des boulets de diamètre supérieur à 60 mm. Le blindage est alors en acier allié. Au-dessous de cette valeur, on peut utiliser le type double ondulation (double wave). Les blindages de la partie terminale peuvent être revêtus de caoutchouc, de même que la grille de décharge dans le cas des matériaux abrasifs et durs.

Les broyeurs dont les corps broyants sont des galets (pebbles mills), font l'objet d'une controverse quand on les compare aux broyeurs à boulets : ils sont en effet plus encombrants mais ils présentent des coûts opératoires inférieurs. [20]

II.1.2.4. Broyage ultrafin

Le broyage ultrafin connaît actuellement un grand essor, rarement pour libérer un ou plusieurs constituants d'un agrégat polycristallin, mais surtout pour fournir un produit généralement issu d'un matériau déjà très élaboré ou à haute pureté et devant répondre à des exigences de finesse pour un emploi très précis.

La répartition granulométrique du produit sortant est une exigence très générale de la fragmentation, mais pour le broyage ultrafin, elle s'exprime non seulement en termes de dimensions mais encore de surface spécifique des poudres.

Le mode de broyage à sec ou en humide donne des résultats différents, aussi bien pour les caractéristiques dimensionnelles que pour les caractéristiques superficielles. Un problème fondamental est celui du choix du sélecteur granulométrique associé au broyeur, la sélection à quelques micromètres étant très délicate.

De plus, lorsqu'il s'agit d'un broyage en humide, il faut effectuer ensuite une séparation solide/liquide à partir de la suspension.

Devant les difficultés d'une telle opération, de nombreuses substances doivent être broyées dans leur fluide d'emploi (on choisit alors des broyeurs à microéléments). Le broyage à sec par jets de fluide gazeux opposés, avec ou sans lit fluidisé, ou par vibration, devient de plus en plus attractif lorsqu'il s'agit de métaux, de déchets nucléaires, d'alumine, etc.

Le choix de l'appareil est donc guidé davantage par des considérations de qualité des produits que par des considérations énergétiques.

Toutefois commencent à apparaître sur le marché des appareils vibroénergétiques développés en Russie, qui favorisent l'interaction des grains entre eux, mettant en jeu les défauts de cohésion de la matière. Selon les cas, la consommation énergétique est divisée par deux, voire par cinq, par rapport aux autres appareils.

La pollution est quasi nulle pour les appareils à jets et relativement faible pour certains appareils vibroénergétiques. Elle peut, dans tous les cas, être limitée par l'emploi de revêtements et/ou de corps broyants spéciaux. [20]

II.2. Influence des adjuvants de broyage

Les conditions de broyage peuvent être améliorées en ajoutant, en faibles quantités, certaines substances au milieu de fragmentation, sous forme solide, liquide ou vapeur. Il est ainsi possible de réduire le temps ou d'augmenter la capacité de broyage, de diminuer l'usure, de prévenir le colmatage et d'obtenir des produits finis plus facilement manipulables.

Compte tenu du médiocre rendement des opérations de fragmentation, on a aussi cherché à économiser de l'énergie.

Malheureusement, une lecture critique de la littérature (Lartiges, 1989) révèle que l'effet des adjuvants n'a fait l'objet que d'analyses très fragmentaires, ne mettant pas en évidence les mécanismes mis en jeu. Dans les quelques cas où il est réellement possible d'exprimer la production de fines en fonction de l'énergie spécifiquement consacrée à produire de la surface, aucun gain énergétique significatif n'est prouvé.

Deux modes d'action principaux peuvent être retenus :

- Le premier concerne l'usage d'antimottants (composés présentant une fonction polaire amine, sulfonate ou acide carboxylique et une ou plusieurs chaînes hydrophobes alkyles ou aryles) dont les lois de fixation sur les divers supports sont déductibles des principes de l'adsorption ; ces adjuvants, habituellement employés à sec, préviennent l'agglomération et améliorent l'efficacité des sélecteurs pneumatiques.
- Le second, tirant parti du principe de Westwood, recherche une composition du fluide de fragmentation pour laquelle la valeur absolue de la charge superficielle des particules à broyer est maximale (l'usage des dispersants classiques polyphosphates, polyacrylates et silicates s'y rattache, ainsi que celui des déprimants habituellement employés en flottation des minerais).

Sur le plan fondamental, on ne peut pas encore distinguer la contribution des diverses classes de paramètres, comme les propriétés viscoélastiques des suspensions, la tendance à l'agrégation quand on se rapproche du point de charge nulle (valeur du pH pour laquelle le nombre de charges positives est égal au nombre de charges négatives sur la surface du solide), ou encore l'influence de la charge, de surface sur la mobilité des discontinuités cristallines.

Ces deux modes d'action expliquent assez bien pourquoi les additifs ne sont efficaces que dans un intervalle très étroit de quantités ajoutées. Par exemple, si on considère que les antimottants sont efficaces seulement quand les chaînes hydrophobes sont tournées vers

l'extérieur, l'efficacité, qui est maximale à la monocouche (recouvrement de 1) ne se manifeste que pour des recouvrements compris entre 0,7 et 1,3.

En marge de ces deux modes d'action, il existe encore une multitude de résultats atypiques dont l'interprétation est délicate du fait que peu de renseignements concernant les solides ou les fluides sont disponibles et du fait aussi que les paramètres de conduite et l'incidence des adjuvants sur les techniques de mesure de la finesse sont omis ou mal relatés. On peut citer l'utilisation des alcools complexes ou des acides gras (stéarique, oléique) pour le broyage des métaux, celle du noir de fumée pour le broyage du ciment, l'ajustement de la teneur en eau dans le broyage à sec des carbonates cristallins et du talc, l'utilisation de polyglycols pour la micronisation à sec des carbonates, l'adjonction de citrate de sodium pour le broyage de l'alumine et celle des chlorhydrates d'amines pour le broyage du quartz, etc.

La compréhension des mécanismes par lesquels certains additifs peuvent améliorer la marche des broyeurs reste à élucider. Elle se réfère au problème plus général de l'influence du fluide. Des analyses exploratoires, tentées dans divers systèmes, montrent que l'efficacité dépend du type de rupture (par exemple, les ions K^+ en solution aqueuse aident la fragmentation de la muscovite dans les broyeurs à boulets, à l'inverse des broyeurs par attrition où ils la limitent), des propriétés physiques du liquide (viscosité et cohésion), des interactions spécifiques avec le solide (les acides de Lewis sont des promoteurs de rupture de la muscovite dans les broyeurs à boulets) et de l'influence des additifs sur l'état de structuration du fluide au voisinage de la surface solide.[21]

D'une façon générale, un agent de mouture peut agir de deux façons :

- en augmentant la vitesse d'alimentation pour une finesse de broyage constante ;
- en augmentant la finesse de broyage pour une alimentation donnée.

Il semble difficile d'établir une relation simple entre la viscosité du milieu et l'efficacité du broyage, en raison de nombreux paramètres qui interagissent: densité de la pulpe, répartition granulométrique, forme des particules, présence de dispersants et surtout les systèmes complexes d'application des contraintes à l'intérieur du broyeur (Clarke, 67).

Klimpel et Austin (56), dans un premier travail, ont étudié le comportement d'un agent de mouture lors d'un broyage par voie sèche et par voie humide. Dans le cadre du broyage à sec, les adjuvants sont des composés organiques qui se chimisorbent à la surface du solide et interviennent pour s'opposer aux phénomènes d'adhésion, lors de la formation des particules fines. Dans le broyage humide, l'adjuvant de broyage permet d'abaisser la viscosité du milieu

et d'augmenter la production. Mais pour apprécier pleinement l'effet bénéfique d'agent de mouture, il faut travailler à des teneurs en solide élevées. Cette observation a été faite par de nombreux auteurs, ainsi Katzer (68) estime qu'il est nécessaire d'utiliser un agent de mouture lorsque le broyeur se trouve en situation viscosimétrique limite.

Des travaux plus récents ont été menés par Klimpel (69, 70). L'auteur présente la synthèse d'expériences réalisées pendant dix ans. Il s'est attaché à suivre l'évolution du broyage en reliant la vitesse de broyage à la teneur en solide. Au cours de ce travail, l'auteur définit également les règles auxquelles doit obéir un agent de mouture:

- L'adjuvant de broyage doit s'adsorber en quantité suffisante pour influencer la rhéologie de la pulpe ;
- la viscosité de la pulpe doit être suffisamment élevée pour justifier l'utilisation d'un adjuvant de broyage ;
- l'adjuvant de broyage doit pouvoir contrôler la rhéologie de la pulpe en toutes conditions (pH, pureté de l'eau, conditions de contrainte dans le broyeur) ;
- l'adjuvant de broyage doit être non toxique et dégradable ;
- l'adjuvant de broyage ne doit pas affecter les étapes ultérieures du procédé ;
- l'adjuvant de broyage ne doit pas être coûteux. [22]

Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons rappelé les notions fondamentales de la fragmentation, nous nous sommes intéressés également aux travaux de recherches sur l'influence des adjuvants de broyage dans un broyage sec ainsi que un broyage humide.

Chapitre III : Echantillonnage, Méthodologie et Techniques d'Analyse

Chapitre III : Echantillonnage, Méthodologie et Techniques d'Analyse

Introduction

Les échantillons de phosphate étudiés proviennent du gisement de Kef Es Sennoun de Djebel Onk (Tébessa). La caractérisation physico-chimique et minéralogique de ces échantillons a été réalisée par plusieurs méthodes d'analyse quantitative et qualitative, permettant de définir les caractéristiques minéralogiques, chimiques et granulométriques avant et après un broyage sec, humide sans et avec un adjuvant de broyage.

III.1. Echantillonnage et expériences réalisées

III.1.1. Echantillonnage

L'échantillonnage est le prélèvement d'une partie représentative d'un ensemble ou d'un lot pour des analyses : physiques, chimiques, minéralogiques, et biologiques ; suivant la bonne technique.

Tout échantillonnage même le plus simple est sujet à plusieurs causes d'erreurs reliées à l'hétérogénéité de la matière ; donc à la :

- Structure ;
- Texture ;
- Distribution granulométrique ;
- Couleur ;
- Technique d'échantillonnage ;
- Instruments ou outils d'échantillonnage ;

Le gisement de Djebel Onk est un gisement sédimentaire ; donc la teneur en élément utile varie d'un point à l'autre.

Une méthode d'échantillonnage bien précise est utilisée au niveau de l'usine de traitement de djebel Onk pour avoir une meilleure homogénéisation. Cette méthode s'effectuée à la sortie du broyeur qui a la forme d'une cascade, elle consiste à prendre une prise de pelle chaque 15 min pendant 3 à 4 heures. Cet échantillon subit un concassage de 2 mm.

A la suite, un partage s'effectuée à l'aide d'un diviseur sur cet échantillon pour les différentes études.

III.1.2. Expériences réalisées

Afin d'atteindre l'objectif de notre étude, notre travail expérimental a été réalisé au niveau de Complexe Minier de Djebel Onk et, au niveau du Laboratoire de Technologie des Matériaux (LTM) du département des Mines et Géologie (Université A/Mira- Bejaia).

- Au niveau de Laboratoire de Chimie du Complexe Minier de Djebel Onk, on a réalisé nos expériences en 5 étapes qui sont les suivants:

Etape 1

- Analyses granulo-chimique d'un échantillon globale ;
- Analyses chimiques sur chaque tranche granulométrique de cet échantillon (globale FG, intermédiaire FI et fine FF).

Le tamisage a été réalisé à l'aide d'une tamiseuse vibrante de marque RETSCH équipée d'une série de tamis de norme AFNOR X-11-501.

Les tamis utilisés sont de diamètre de la maille carrée (en mm) de : 1,0.5, 0.1.



Figure III. 1 : Série de tamis de norme AFNOR X-11-501.

Etape 2

- Broyage sec d'un échantillon de 100 g pendant 5 min ;
- Analyse granulométrique ;
- Analyse chimique sur chaque tranche granulométrique.

Etape 3

- Un broyage humide pendant 5 min ou la mise en pulpe a été effectuée à l'intérieur du broyeur à attrition de marque RETSCH et de vitesse 200 Tr/min. La concentration solide de la pulpe est de 50 % ;
- Filtration de la pulpe ;
- Séchage du filtrat dans une étuve de 105°C ;
- Dé-colmatage de l'échantillon ;
- Analyse granulométrique ;
- Analyse chimique sur chaque tranche granulométrique.



Figure III. 2 : Broyeur à attrition.

Etape 4

- Préparation des solutions diluées à partir d'un adjuvant de broyage (éthanol-amine (C_2H_7ON)) de différentes concentrations : $C_1=1\%$, $C_2=5\%$, $C_3=10\%$, $C_4=15\%$ et de volume constant 100 ml ;
- La mise en pulpe à l'intérieur du broyeur tel que la concentration solide est de 50% ;
- Broyage pendant 5 min ;
- Filtration, séchage et dé-colmatage de l'échantillon ;
- Analyse granulométrique ;
- Analyse chimique sur chaque tranche granulométrique de l'échantillon ;
- Répétition de l'opération pour chaque concentration.

Tableau III.1 : fiche technique de l'adjuvant de broyage utilisé.

Fiche technique l'éthanolamine	
Nom	Éthanolamine
Formule brute	C_2H_7NO
Masse molaire	61,08 g/mol
Limites d'explosivité dans l'air	5,5 - 17 %
T° d'auto-inflammation	410 °C
Masse volumique	1,02 g·cm ⁻³ à 20 °
T° ébullition	170°C

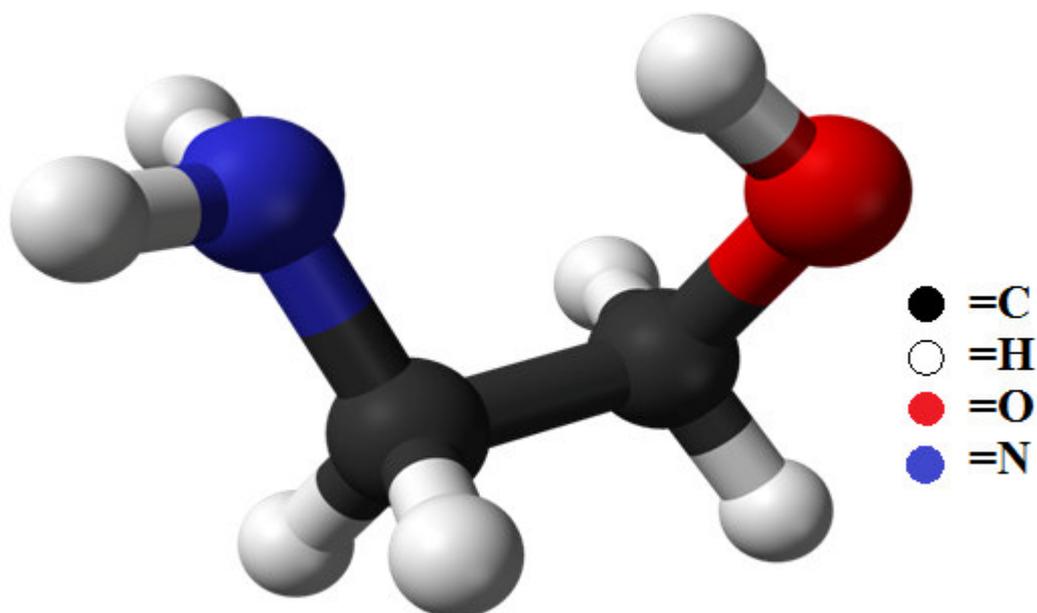
**Figure III. 3** : Structure de l'Ethanolamine.



Figure III.4 : Solutions diluées d'éthanol amine.



Figure III.5 : Filtration, Séchage et Dé-colmatage des échantillons à étudiés.

Etape 5

- Essai de broyage humide (50% en solide) en présence de l'adjuvant à concentration constante ($C_1=1\%$) à $t_1=5$ min, $t_2=10$ min, $t_3=15$ min ;
- Analyse granulométrique ;
- Analyse chimique sur chaque tranche granulométrique pour chaque échantillon.

-Au niveau de Laboratoire de Technologie de Matériaux (LTM) du département des mines et géologie (université de Bejaia), on a réalisé les expériences suivantes :

- Analyse granulométrique d'un échantillon globale ;
- Préparation de solutions de concentrations précédentes avec un volume de 150 ml ;
- Préparation des échantillons de 150 g ;
- La mise en pulpe pour chaque échantillon ;
- Agitation pendant 30 min ;
- Filtration, séchage et dé-colmatage de chaque échantillon ;
- Analyse granulométrique ;
- Reconstitution des échantillons et division chaque un d'eux en deux ;
- Broyage pendant 15 seconds pour la première partie et 30 seconds pour la deuxième dans un broyeur à disque ;
- Analyse granulométrique pour chaque partie.

III.2. Analyse granulométrique

Il existe aujourd'hui plusieurs méthodes indirectes pour effectuer une analyse granulométrique. Certaines comportent un ensemble de petits classificateurs qui classent les particules, mises en suspension, selon des diamètres préétablis. D'autres méthodes s'appuient sur la réaction des particules frappées par un rayon laser.

Cependant, la méthode par tamisage est encore la plus utilisée, [15] c'est une opération qui permet de séparer les matériaux en fractions granulométriques définis par le côté de la maille carrée du tamis jusqu'à une limite inférieure à $40\mu\text{m}$.

Les échantillons prélevés sont de diamètre maximale des grains de 2 mm, ils ont subit à une série d'opérations de tamisage avant et après les différentes voies de broyage :

- Sec ;
- Humide ;
- Humide avec un agent de mouture.

Le rendement pondéral de chaque tranche granulométrique a été déterminé, ainsi que des analyses chimiques ont été effectuées sur chaque tranche granulométrique.

III.3. Analyses chimiques

Au niveau de Laboratoire de Chimie du Complexe Minier de Djebel Onk, trois techniques d'analyse chimique ont été effectuées sur les échantillons prélevés ainsi que sur chaque tranche granulométrique pour déterminer les teneurs des oxydes majeurs : CO₂, MgO, P₂O₅.

III.3.1. Calcimétrie de BERNARD

Le monocalcimètre (calcimètre Bernard) est un appareil dont le fonctionnement est basé sur la loi des gaz parfaits ($P.V = n.R.T$) qui permet une évaluation du pourcentage équivalent de carbonates (CaCO₃) dans un échantillon.

L'analyse est basée sur la mesure du volume de gaz carbonique dégagé par une quantité connue de sédiment avec de l'acide chlorhydrique (HCL). Aux conditions normales de l'expérience ($T \sim 20^\circ\text{C}$ et $P \sim 760\text{mmHg}$) peut être assimilé à un gaz parfait. Le gaz dégagé de la réaction exerce une pression sur le liquide contenue dans la burette graduée. Le liquide passe alors d'un volume initial V_1 à un volume V_2 .

L'équation de la réaction produite à l'intérieur de la burette est la suivante :



$$\text{CaCO}_3 \% = [\Delta v \text{CO}_2 \text{ (ml)}] / \text{M(g)}$$

Avec : Δv : différence de volume initiale (V_1) et volume (V_2) ;

P : pression ;

T°: température ;

M: masse en (g) de l'échantillon pesé.

Protocole expérimental

- Peser une masse convenable (en générale 1g) d'un échantillon de phosphate préparé au par-avant c'est-à-dire après analyse granulométrique et broyage fin ;
- Placer l'échantillon dans l'erenmeyer ;
- Coller une boulette de pâte à modeler sous le petit tube ;
- A l'aide d'une pipette.
- verser dans le tube l'HCl assez concentré ;

- A l'aide d'une grosse pince, mettre en place le tube dans l'erlenmeyer ;
- Boucher l'erlenmeyer ;
- Modifier la hauteur de l'ampoule de manière à ce que l'eau salée (pour éviter la perte de CO_2 dans l'eau) soit au même niveau dans l'ampoule et le tube gradué ; le contenu de l'erlenmeyer sera alors à la pression atmosphérique. Noter le niveau ;
- Incliner l'erlenmeyer afin de faire couler l'acide sur l'échantillon ;
- Reposer l'erlenmeyer et attendre la fin de l'effervescence ;
- Noter le niveau et calculer la différence de volume ; c'est donc le volume de CO_2 dégagé ;
- Calculer la teneur de CO_2 selon la relation :

$$(\%) \text{CO}_2 = (\text{V}) \text{CO}_2 \times \text{K}$$

Sachant que: VCO_2 : volume de CO_2 dégagé ;

K : Coefficient de proportionnalité, calculé à partir de la température T ($^{\circ}\text{C}$) et de la pression P (mmH/Hg) dans les conditions normales de l'expérience.

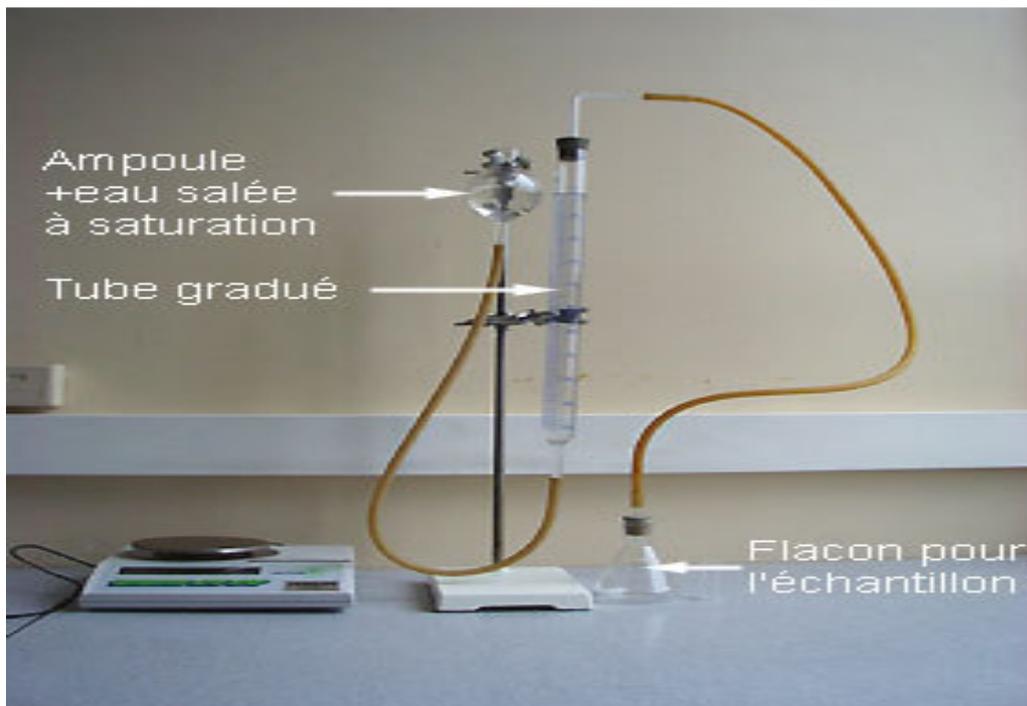


Figure III.6 : Calcimètre de BIRNARD.

III.3.2. Spectrophotométrie automatique

L'Auto Analyseur Technico NF U42-201 détecte automatiquement les teneurs en P_2O_5 contenues dans les échantillons préparés pour l'analyse. Il est équipé d'un manifold pour le dosage de l'anhydride phosphorique et muni d'un filtre de 430 nm.

Protocole expérimental

- Peser 1(g) de l'échantillon et l'introduire dans un bécher ;
- Ajouter des gouttes d'eau distillée ;
- Ajouter un volume de 12 à 15 (ml) d'acide perchlorique $HClO_4$;
- Mettre le bécher sur une plaque chauffante $T= 80^{\circ}C$ pour accélérer la réaction ;

L'attaque est terminée quand la vapeur sur les parois de bécher disparaît.

- Mettre le mélange dans une fiole remplie de l'eau distillée ;
- Agiter convenablement et filtrer le mélange ;

Le filtrat destiné pour l'analyse accompagnée par des étalons déjà préparé.

III.3.3. Spectrométrie d'absorption atomique (SAA)

La spectrométrie d'absorption atomique (SAA) est parmi les plus importantes techniques instrumentales modernes dont nous disposons, pour l'analyse quantitative élémentaire d'une grande diversité de minerais. Elle impose que les mesures soient faites à partir d'un échantillon transformé à l'état d'atomes libres.

Elle a été réalisée par un appareil appelé Atomic Absorption spectromètre de type (Perkin Elmer) et s'appuie fondamentalement sur la loi de Beer et Lambert.

Protocole expérimental

- Prendre un volume de 5(ml) de la solution préparée pour le dosage de P_2O_5 et l'introduire dans une fiole ;
- Ajouter 2 (ml) l'Oxyde de Lanthane (La_2O_3) et 2 (ml) de l'acide chlorhydrique concentré (HCl) pour bloquer les interférences des autres éléments sauf l'Oxyde de Magnésium (MgO) ;
- Accomplir le volume jusqu'à 100 (ml) par l'eau distillée ;
- Effectuer l'analyse par le spectromètre d'absorption atomique.

III.4. Analyse par diffraction des rayons X (DRX)

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

Cette technique, basée sur la diffusion d'un faisceau de rayons X monochromatique par les plans réticulaires des cristaux contenus dans l'échantillon selon la loi de BRAGG, utilise pour l'étude des minéraux, la méthode dite « des poudres » de Debye- Scherrer.

Le principe de cette méthode consiste à faire tomber sur un petit agrégat de minuscules fragments d'un minéral un faisceau de rayons X monochromatiques et parallèles de longueur d'onde connue. Comme ces particules ont toutes les orientations, certains de leurs plans réticulaires se présentent sous l'incidence de BRAGG ; les rayons diffractés qui prendront naissance couvriront, pour chaque famille de plans, la surface d'un cône de révolution ayant pour axe le faisceau incident.

III.5. Analyse spectrométrie infrarouge (IR)

L'analyse par spectromètre infrarouge a été réalisée par la technique des pastilles de KBr sur un appareil de marque IR Affinity-1 SCHIMADZU 8300, balayant le domaine de fréquence 4000–400 cm^{-1} (Laboratoire d'Analyses N°12, Université de Bejaia). La technique des pastilles KBr a été utilisée avec un rapport massique d'ordre de 2.43(%).

III.6. Observations au microscope électronique à balayage (MEB)

L'analyse de la microstructure d'un échantillon permet de caractériser sa morphologie en dévoilant la répartition et la taille des grains et des pores, la présence d'une phase vitreuse et d'inclusions.

Les analyses microscopiques ont été effectuées au niveau de laboratoire des analyses MEB (université de Bejaia) à l'aide d'un microscope électronique à balayage environnemental de tension 20 KV (Oxford ISIS 1300 ESM) couplé à un système de microanalyse EDXA (Energy Dispersive X-ray Analysis) enregistrant les raies de fluorescence X émises après excitation électronique. A la différence des MEB conventionnels qui nécessitent un vide poussé à tous les niveaux de la colonne, le MEB Oxford ISIS 1300

fonctionne avec une pression pouvant atteindre 50 Torr. Cet aspect a l'avantage de ne pas exiger la métallisation au carbone.

La résolution spatiale en mode imagerie (électrons secondaires et électrons rétrodiffusés) est inférieure à 0,1 (μm). Les images d'électrons rétrodiffusés permettent d'obtenir dans certains cas, selon l'état de la surface, un bon contraste cristallographique. L'instrument permet aussi de réaliser l'analyse des éléments allant jusqu'à l'uranium avec des limites de détection aussi basses que 1 (%).

Conclusion

Les résultats obtenus après les expériences ci-dessus sont pour but d'une étude comparative entre un broyage sec, humide sans et avec un agent de mouture dans le cadre de recherche des méthodes de valorisation plus efficaces et économiques pour le minerai de phosphate.

Chapitre IV : Caractérisation de minerai de phosphate de Kef Es Sennoun

Chapitre IV : Caractérisation de minerai de phosphate de Kef Es Sennoun

Introduction

La connaissance intime des caractéristiques conventionnelles de minerai de phosphate soit pétro-minéralogiques soit chimiques repose généralement sur l'analyse de plusieurs paramètres,

En outre, afin de connaître les modifications qui surviennent dans nos échantillons lors de nos expériences de broyage en voie humide avec adjuvant de mouture, il nous a fallu caractériser nos échantillons initiaux.

Une description des caractéristiques granulométriques, chimiques et minéralogiques du minerai phosphaté Djebel Onk a donc été menée, Nous avons, pour cela, sélectionné des outils qui permettent :

- D'analyser les phases présentes ;
- De connaître la composition chimique des échantillons en éléments majeurs et mineurs;
- L'identification qualitative et quantitative des différentes phases minéralogiques présentes dans la matière première.

Notre choix s'est délibérément porté sur des outils courants en géochimie, ainsi pour l'identification des phases présentes dans les échantillons, des analyses minéralogiques par diffraction des rayons X (DRX) ont été effectuées, pour l'observation des phases présentes, nous avons utilisé un microscope électronique à balayage équipé d'une sonde EDS (Energy dispersive spectrometry), la spectrophotométrie automatique pour détecter automatiquement la teneur en P_2O_5 la spectrométrie d'adsorption atomiques (SAA), quant à elle, été utilisée pour déterminer la composition chimique en MgO et la calcimétrie de BERNARD pour identifier la quantité de CO_2 .

Cette étude nous permettra de suivre l'évolution des caractéristiques granulométriques, chimiques et minéralogiques de minerai de phosphate beige du gisement de Kef Es Sennoun (Djebel Onk) situé dans le prolongement du front d'exploitation Ouest, actuel. Il présente des caractéristiques géologiques favorables et un potentiel de réserve en phosphates considérable.

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

IV.1. Les analyses granulométriques

Il ressort, de l'examen direct de l'histogramme (Figure IV.1), que la majorité de phosphate (plus de 60%) de l'échantillon de djebel Onk est localisée dans une zone granulométrique allant de 125 μm à 500 μm , qui constitue ainsi la maille de libération optimale de séparation des élément phosphaté, suivant les deux fractions en μm [125 ; 225[et [225;500 [qui titrent respectivement 40,9 % et 22,46 % de taux de rendement pondérale $R_p(\%)$.

La courbe granulométrique suivante (Figure IV.2) ci-dessous, déterminée à partir du tableau (Tableau IV.1) concerne l'étude de la répartition granulométrique du minerai, déterminée à partir de calcul du refus cumulé (%) et du passant cumulé (%).

La valeur initiale du refus cumulé (%) de la première classe granulométrique est égale à celle donnée dans la colonne du premier rendement pondérale R_p (%).

La valeur du refus cumulé (%) de chaque classe suivante, est obtenue par addition de la valeur du refus cumulé (%) calculé précédemment, avec celle du rendement pondérale R_p (%) de la classe granulométrique correspondante et, ainsi de suite...

La valeur du passant cumulé (%) de chaque classe granulométrique est directement déduite par différence du nombre cent pourcent (100%) avec celles des refus cumuls (%) de la fraction correspondante.

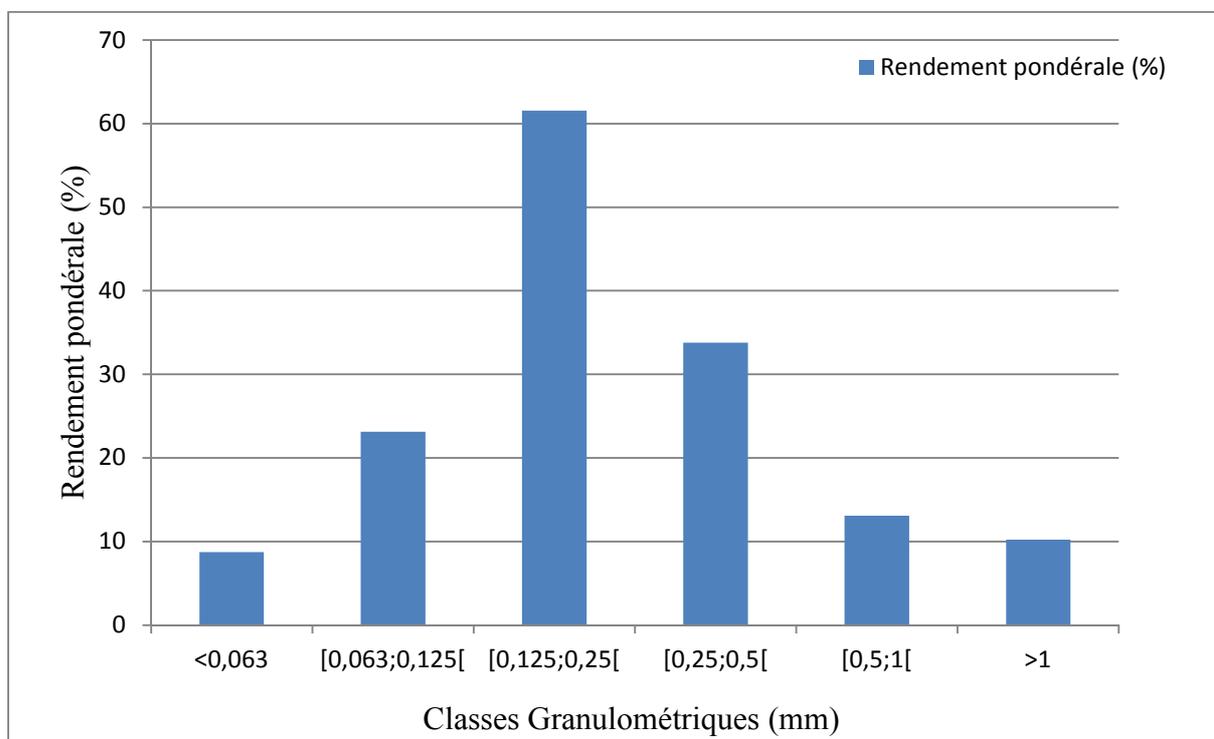
D'après les résultats de la courbe granulométrique obtenue après un tamisage de minerai brut de phosphate, on constate que les rendements cumulatifs des tamisâts sont croissants en fonction des diamètres moyens des tamis. Par contre les rendements cumulatifs des refus sont décroissants en fonction des diamètres moyens des tamis.

De plus, ces des deux courbes (refus-tamisât) sont symétriques et elles se coupent en un point : D_{50} . C'est le diamètre de la maille du tamis qui permet le passage de 50% du matériau au départ. La figure (Figure IV.2) représente la courbe granulométrique de l'échantillon de phosphate brut.

Les tranche granulométriques (<63 μm) et (>500 μm) ont enregistré des proportions pondérale non négligeable, elles représentent respectivement (15,47%) et (21,16%) en poids de tout-venant. Le tableau (Tableau IV.1), illustre les pourcentages pondéraux.

Tableau IV.1 : Granulométrie par tamisage de l'échantillon globale de phosphate.

Fractions (mm)	Diamètre moyen (mm)	Poids		Refus cumulé (%)	Tamisât cumulé (%)
		En Gramme (g)	Rendement pondéral Rp (%)		
+1	1	10,21	6,78	6,78	93,21
[1 ; 0,5[0,75	13,07	8,69	15,47	84,53
[0,5 ; 0,25[0,375	33,79	22,46	37,92	62,07
[0,25; 0,125[0,1875	61,55	40,91	78,83	21,17
[0,125; 0,063[0,094	23,12	15,36	94,19	5,80
<0,063	0,0315	8,73	5,80	100	0
Totale		150,47	100	/	/

**Figure IV.1** : Histogramme de la variation du rendement pondéral (%) en fonction des classes granulométriques (mm) obtenue par tamisage du phosphate brut.

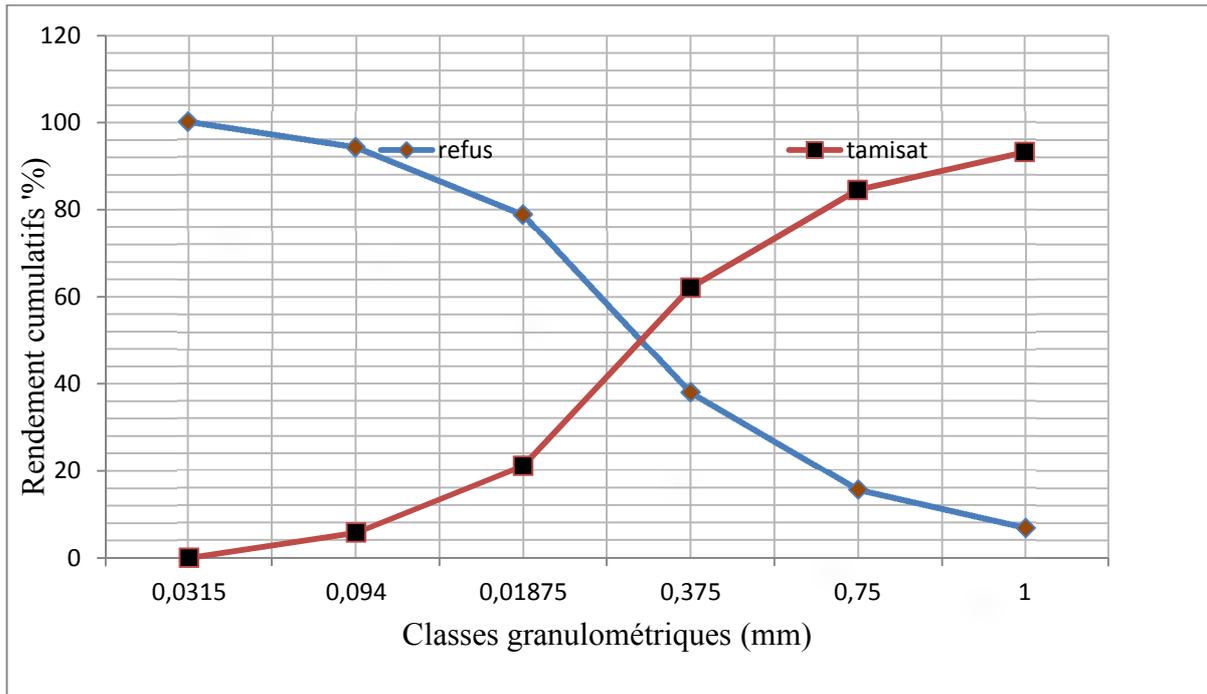


Figure IV.2 : Répartition granulométrique (%) de minerai de phosphate de Djebel Onk.

On définit les caractéristiques suivantes de la courbe granulométrique :

a. Détermination des différents diamètres : D_{60} , D_{50} , D_{30} , D_{10}

D_{60} , D_{50} , D_{30} , D_{10} : Représentent respectivement les diamètres des éléments correspondant à 60%, 50%, 30%, 10% de tamisât. Ils représentent respectivement les diamètres des mailles des tamis qui permettent le passage de 60%, 50%, 30%, 10% de matériau de départ, d’après la courbe de distribution granulométrique (figure IV. 2) on obtient : $D_{60}=0.36$, $D_{30}=0.225$, $D_{10}= 0.125$, $D_{50}= 0.3$ en (mm).

b. Coefficients granulométriques

✓ **Calcul de coefficient de HAZEN C_u**

Le coefficient de HAZEN permet de savoir si la granulométrie est étalée ou serrée.

$$C_u = \frac{D_{60}}{D_{10}} \dots \dots \dots (IV. 1)$$

Avec : C_u : le coefficient de HAZEN ;

- $C_u < 2$: la granulométrie est serrée (uniforme) ;
- $C_u > 2$: la granulométrie est étalée.

✓ Calcul de coefficient de COURBURE C_c

Le coefficient de COURBURE vient en complément de coefficient de HAZEN et permet de déterminer si la granulométrie est bien graduée ou mal graduée.

$1 < C_c < 3$ la granulométrie bien graduée (continuité bien répartie avec présence des particules de dimension intermédiaire) ;

On note : $C_c < 1$ qui signifie la prédominance des particules fines ;

$C_c > 3$ qui signifie la prédominance des particules grossières.

$$C_c = \frac{D_{30}^2}{(D_{10} \cdot D_{60})} \dots \dots \dots (IV.2)$$

Les résultats obtenus sont rassemblés dans le tableau (Tableau IV. 2) :

Tableau IV.2 : Diamètres et coefficients caractéristiques de l'échantillon étudié.

Diamètres (mm)				Coefficients	
D_{10}	D_{30}	D_{50}	D_{60}	C_c	C_u
0,125	0,225	0,3	0,36	1,125	2,88

Par application numériques on conclue que :

- ✓ Le coefficient de HAZEN montre que la granulométrie est étalée avant le broyage ;
- ✓ Le coefficient de COURBURE montre l'importance des particules grossières dans le minerai de phosphate étudié.

IV.2. Les analyses chimiques

A travers ces analyses, nous remarquons, que la matière phosphatique du minerai de phosphate se limite essentiellement à la fraction intermédiaire (FI) étudiée [0,1 ; 0,5[en (mm), en raison de sa teneur élevée en P_2O_5 de 28,35%. En revanche, la fraction fine et grossière est un mélange de coprolithes et agglomérats formés par des petits oolithes englobés dans un ciment dolomitique (5,64% en MgO pour la fraction grossière et 4,18% pour la fraction fine).

Les particules fines inférieures à 0,1mm renferment des argiles, de la calcite et des débris osseux et moins d'éléments phosphatés (20,84% en P_2O_5).

En se référant à l'histogramme de la figure (Figure IV.3), nous constatant, également que les teneurs chimiques (%) des trois principaux constituants détectés du minerai de

phosphate de Djebel Onk évaluent d'une classe granulométrique à une autre, d'une manière irrégulière.

- ✓ On note que dans la fraction intermédiaire la teneur en MgO est de l'ordre de 1,56%.

La répartition des teneurs chimiques en éléments majeurs en fonction des tranches granulométriques du minerai de phosphate brut du gisement de Kef Es Sennoun est rapportée dans le tableau (Tableau IV.3) :

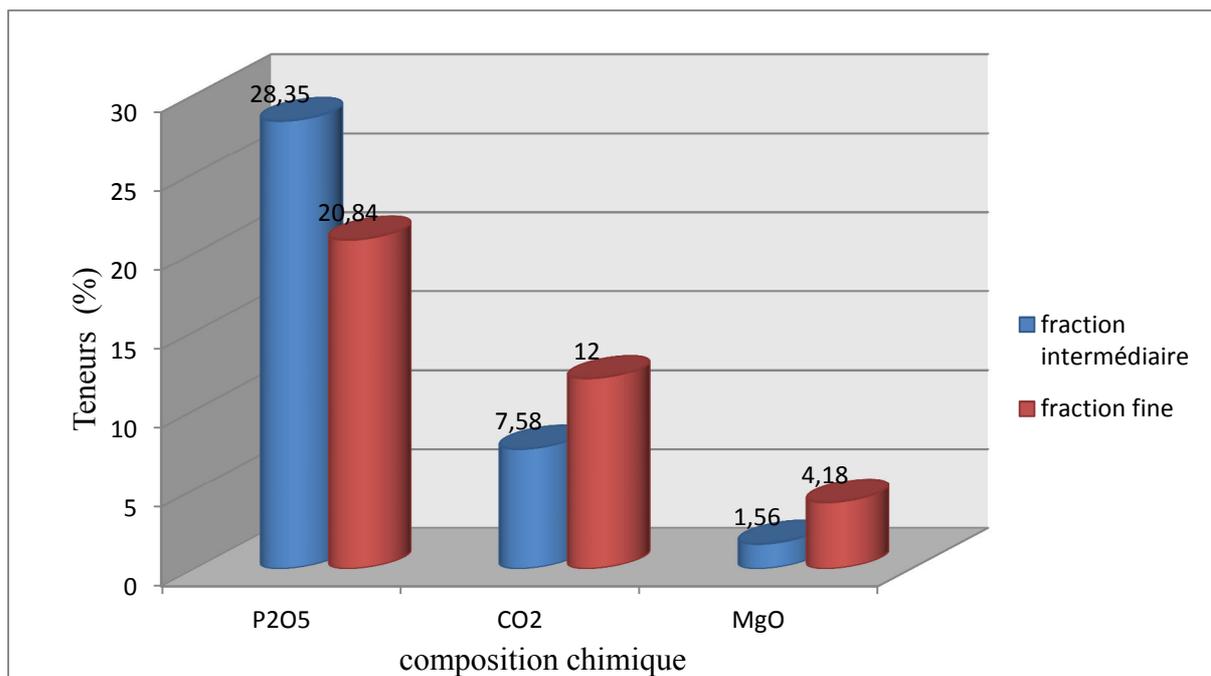


Figure IV. 3 : Histogramme de la composition chimiques (P₂O₅, CO₂, MgO) présentée de l'échantillon global.

Tableau IV.3 : Analyses chimiques de minerai de phosphate par fractions granulométriques.

Classe granulométriques (mm)	Masse (g)	Rendement pondérale (%)	%TPL (%)	P ₂ O ₅ (%)	CO ₂ (%)	MgO (%)
Echantillon global			58,68	26,86	8,00	2,32
>1	6,6	2,03	36,77	16,83	7,00	5,64
[1; 0,1 [260	80,12	61,94	28,35	7,58	1,56
<0, 1	57,8	17,81	45,53	20,84	12,00	4,18
Totale	324, 5	100	/	/	/	/

IV.3. Analyse minéralogique par diffraction des rayons X (DRX)

L'étude minéralogique du minerai, effectuée par diffraction des rayons X (RDX), a porté sur le phosphate brut, sur les classes granulométriques : grossière (>1), intermédiaire (100 ; 500 μ m) et fine (<100 μ m).

Les caractéristiques minéralogiques du minerai de phosphate brut broyé ont montré la présence des minéraux principaux recherchés et secondaires indiqués dans le tableau (Tableau IV.4).

Les résultats d'analyses minéralogiques du phosphate sont présentés par le diffractogrammes (Figure IV.4).

Il ressort de résultats du minerai de phosphate brut la présence des éléments phosphatés et des éléments de la gangue (Tableaux IV.4).

Les résultats ont mis en évidence la présence des minéraux principalement recherchés à savoir:

- Le carbonate hydroxylapatite $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_3(\text{CO}_3)_3(\text{OH})_2$ comme minéral principal ;
- La dolomite, la fluorapatite, le carbonate fluorapatite $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_5\text{CO}_3\text{F}_{1.5}(\text{OH})_{0.5}$, en grande quantité, bien exprimées minéralogiquement.
- Une faible quantité en calcite et quartz bien exprimée minéralogiquement.

Tableau IV. 4 : Composition minéralogique par DRX du minerai de phosphate brut.

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

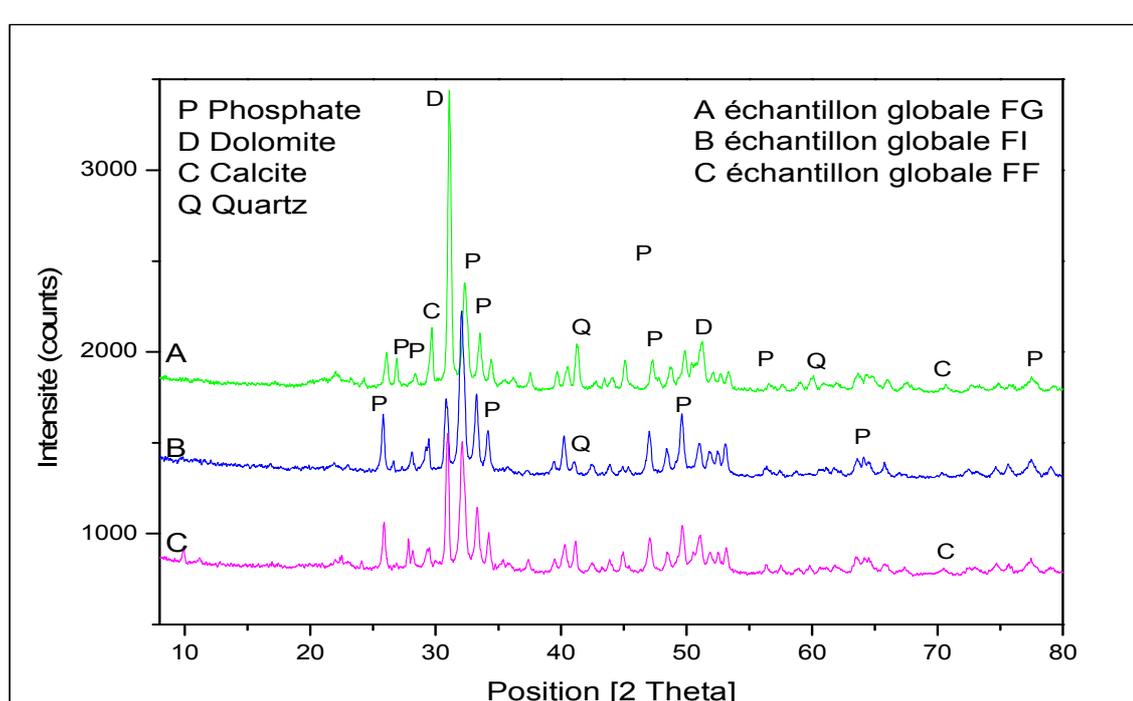


Figure IV. 4 : Diffractogrammes des rayons X de l'échantillon globale par fraction granulométrique.

IV.4. Observations au microscope électronique à balayage(MEB)

Des observations au microscope électronique à balayage ont été réalisées sur la fraction fine de l'échantillon globale, afin d'étudier la morphologie et la structure ainsi que l'identification des différents éléments présents en surface.

L'analyse élémentaire des principaux éléments constitutif du phosphate naturel est effectuée à l'aide d'un spectromètre ICP-AES (THERMO FLASH2), le choix des raies analytiques a été effectuée d'une manière à éviter les interférences spectrales qui sont les problèmes majeurs rencontrés en spectromètre d'émission à plasma inductif.

Les résultats obtenus par MEB sont représentés sur les figures (Figure IV.5, Figure IV.6 et la Figure IV.7). La figure (Figure IV.5) représente la morphologie du phosphate brut et les figure (Figure IV.6, Figure IV.7) représentent les analyses élémentaires par EDX.

D'une façon générale, ces résultats montrent une grande similitude au niveau de la taille, de la forme et de la fréquence des grains. Ces résultats confirment la prédominance des

éléments phosphatés, de la dolomite, du quartz, de la calcite, du microcline et parfois des argiles et du gypse. Nous avons observé des éléments phosphatés sous un aspect très varié à dominance coprolithes et oolithes.

Les grains phosphatés, de formes arrondie, cylindrique à ovoïde, sont faiblement remaniés. L'exogangue est dominée par des agrégats dolomitiques, englobant des éléments phosphatés fins, et par d'autres minéraux accessoires tels que le quartz, les gypses, la calcite, le microcline et les argiles.

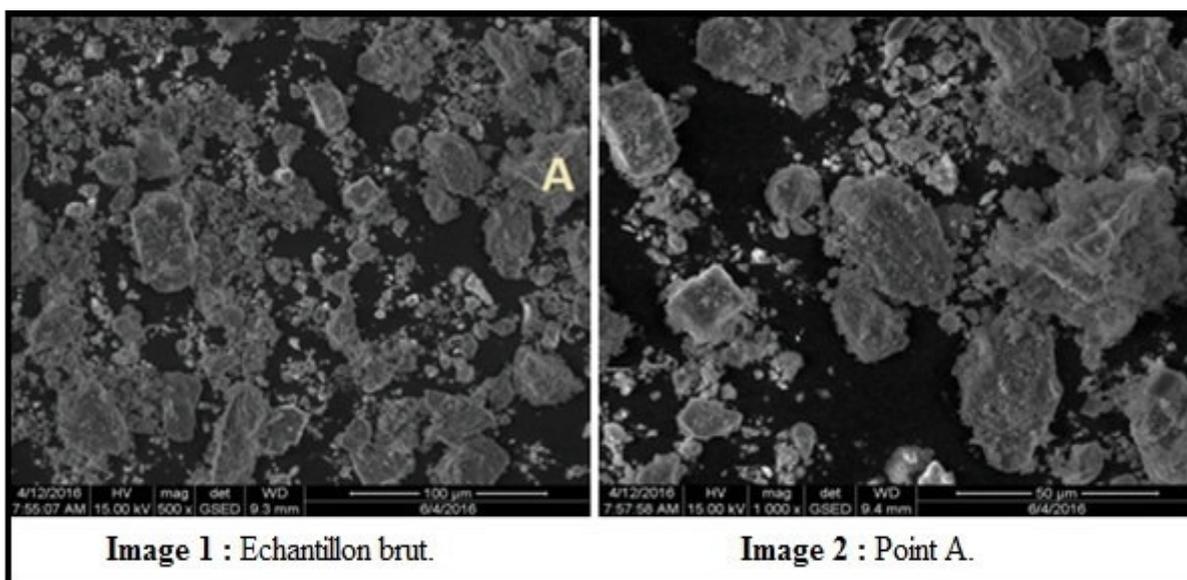


Figure IV.5: Micrographies au MEB du phosphate brut.

Tableau IV.6 : Interpretations de Micrographies au MEB du phosphate brut.

IMAGES	INTERPRETATION
Image 1	vue générale du minerai de phosphate brut, montrant des grains de phosphates et de gangue (Microcline, Calcite, Quartz, et Dolomite).
Image 2	particules phosphaté, Quartz et Calcite de la micrographie.

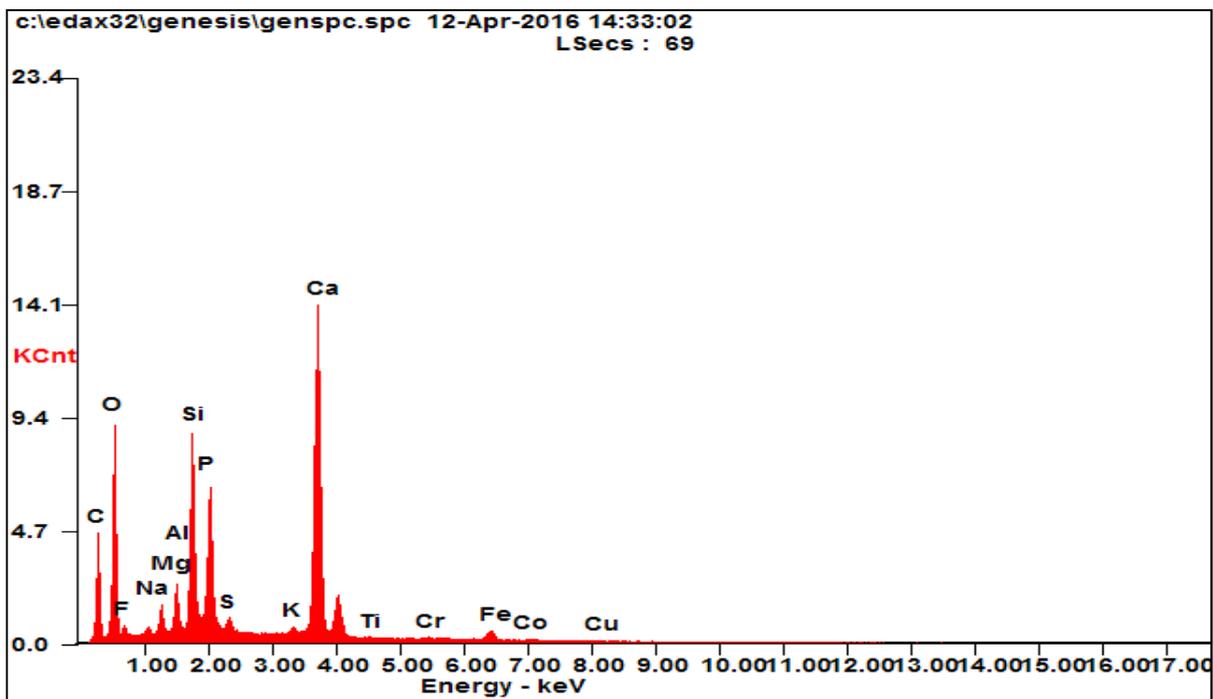


Figure IV.6: Spectre EDX-1 des particules Phosphaté de la micrographie, image1.

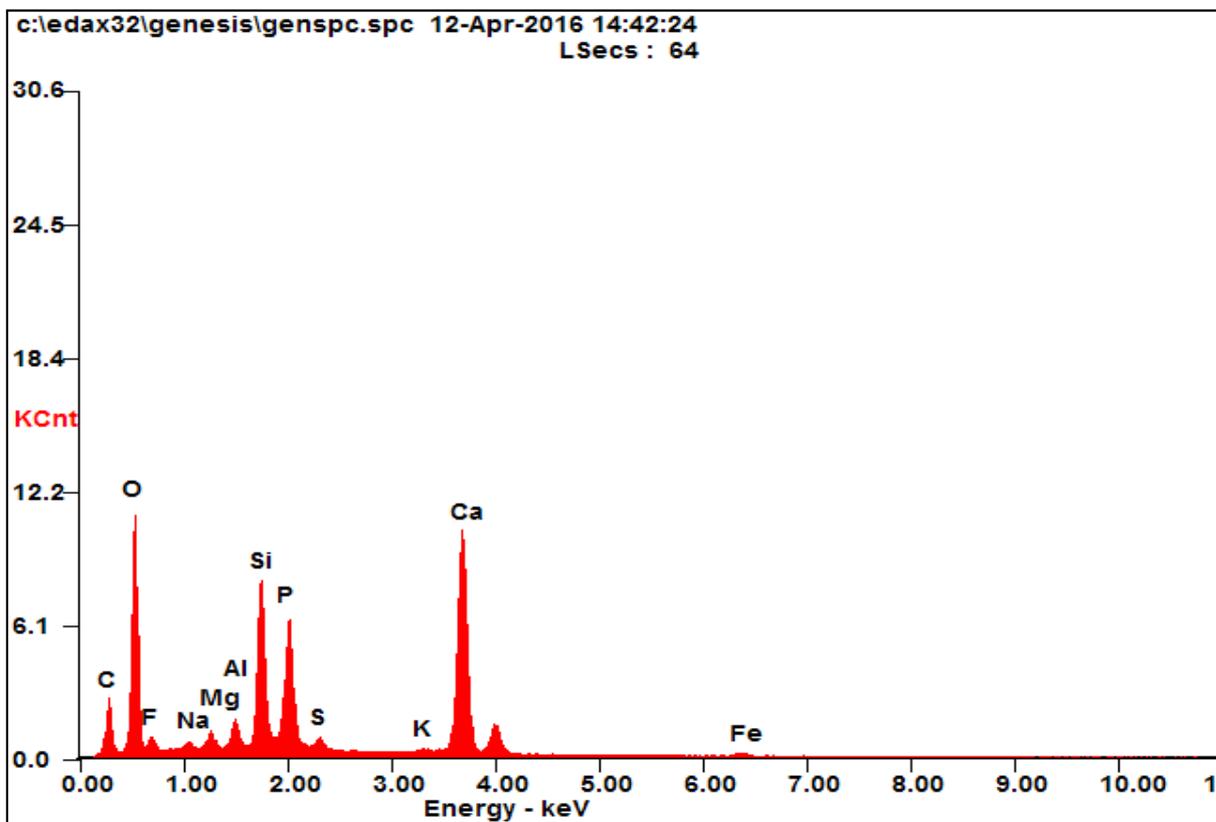


Figure IV.7 : Spectre EDX-02 des particules Phosphaté et de la gangue (Quartz, Calcite) micrographie, image 2.

IV.5. Analyse par spectrométrie infrarouge (IR)

L'analyse par spectrophotométrie infrarouge, effectuée sur des pastilles d'échantillons dans KBr (2 mg de l'échantillon dans 80 mg de KBr). Les essais d'absorption ont été effectués sur les échantillons de : phosphate brut, broyé en voie sec et humide sans et avec adjuvant.

Le résultat représenté par la figure (Figure IV.8) de L'échantillon étudié, a mis en évidence plusieurs bandes principales attribuées aux éléments phosphates et aux carbonates.

Les bandes caractéristiques des espèces minéralogiques observées sont rapportées dans le tableau (Tableau IV.7).

Tableau VI.7 : Position et identification des bandes observées par IR.

Position en (cm ⁻¹)	intensité des bandes	Identification des bandes
564,73	forte	Groupement ester phosphorique PO ₄ ²⁻
1422,73	moyenne	Carbonate (ions CO ₃ ²⁻ apatitique)
858,83	faible	
1044,63	Très forte	Ions PO ₄ ³⁻
1629,83	Très faible	Carbonate
3429,83	forte	Caractéristiques de groupement OH

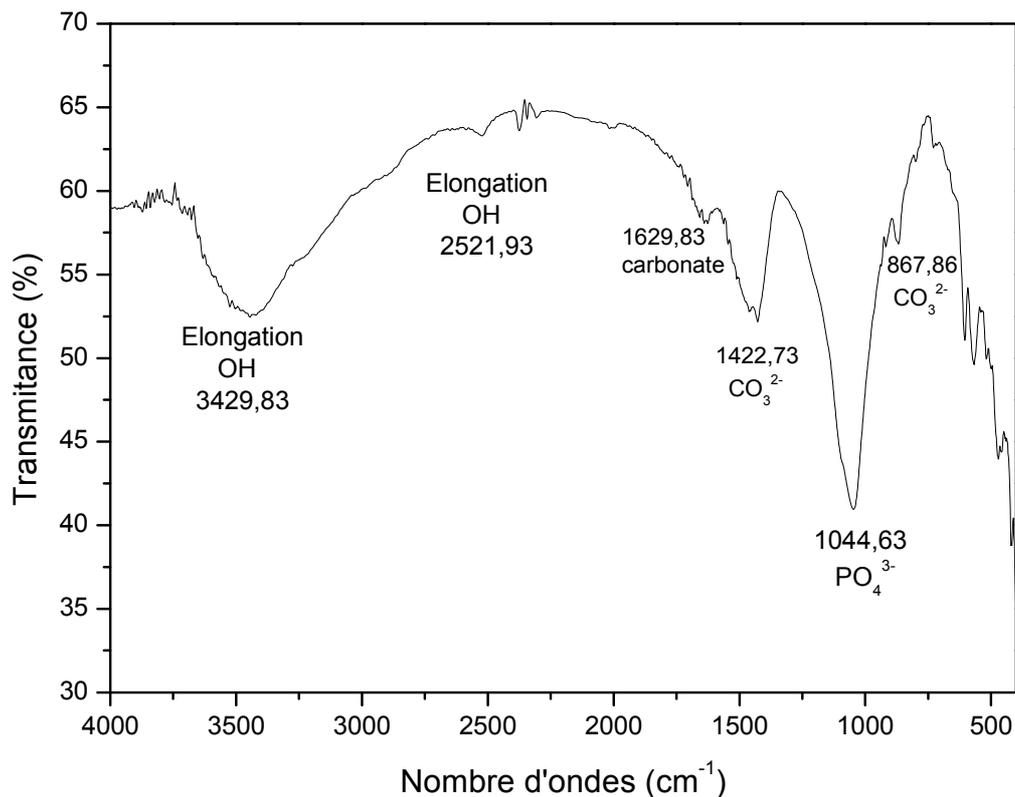


Figure IV.8 : Spectre infrarouge d'un échantillon de phosphate brut (fraction fine).

Conclusion

Les différentes techniques d'analyse appliquées sur les échantillons de phosphate ont mise en évidence une étroite relation entre les phases pétrographiques et minéralogiques d'une part et entre la répartition granulométriques et l'évaluation des teneurs chimiques d'un autre part.

**Chapitre V : Influence de l'adjuvant de
mouture sur le broyage
Du minerai de phosphate de Djebel Onk**

Chapitre V : Influence de l'adjuvant de mouture sur le broyage

Du minerai de phosphate de Djebel Onk

Introduction

Le développement des procédés efficaces d'enrichissement moins coûteux que la calcination et la flottation, est indispensable pour les minerais de phosphate, en vue de valoriser les réserves considérables de ce minerai qui devra être nécessairement exploité dans l'avenir.

Dans notre travail, un autre procédé a été étudié concernant le stade de broyage qui consiste à changer le broyage en voie sèche par un broyage en voie humide sans et avec un agent de mouture.

V.1. Analyse granulométrique

V.1.1. Analyse granulométrique en présence de l'adjuvant avant broyage

Une caractérisation granulométrique a été réalisée sur tous les échantillons en présence de l'adjuvant de mouture à différentes concentrations avant broyage. Les résultats des analyses granulométriques présentant les rendements pondéraux (%) qui sont rassemblés dans l'histogramme (figure V.1), et les pourcentages (%) des passants cumulatifs par classes granulométriques sont rassemblés sur la figure (la figure V.2), ci-dessous.

Les résultats ont révélé une répartition homogène des grains de phosphate avant broyage, En revanche, la majeure partie de la masse globale se concentre dans la tranche granulométrique $[125, 250\mu\text{m}[$, histogramme (figure V.1) avec plus de (40%) pour l'échantillon globale et environ 45% pour les échantillon agité avec un adjuvant de mouture, ces tranches granulométriques varient en fonction de la concentration de l'adjuvant, en effet, leurs rendements pondéraux (%) augmentent avec l'augmentation de la concentration. En parallèle, les rendements pondérale des tranches granulométriques supérieur à la tranche granulométrique $[125, 250\mu\text{m}[$, diminuent avec l'augmentation de la concentration de l'adjuvant, on remarquons que la classe grossier ($>1\text{mm}$) disparaisse avec une simple agitation.

On note que les résultats de l'échantillon qui a subi une agitation avec une forte concentration (C4=15%) sont pas homogène avec les autres échantillons qui due probablement au colmatage des grains.

En présence d'adjuvants, le pourcentage des passant a augmenté par fraction granulométrique, et ceci est du certainement à l'efficacité de cet adjuvant (à différentes concentration) sur l'attrition des particules lors de la préparation des échantillons, ce qui a conduit à la rupture des particules.

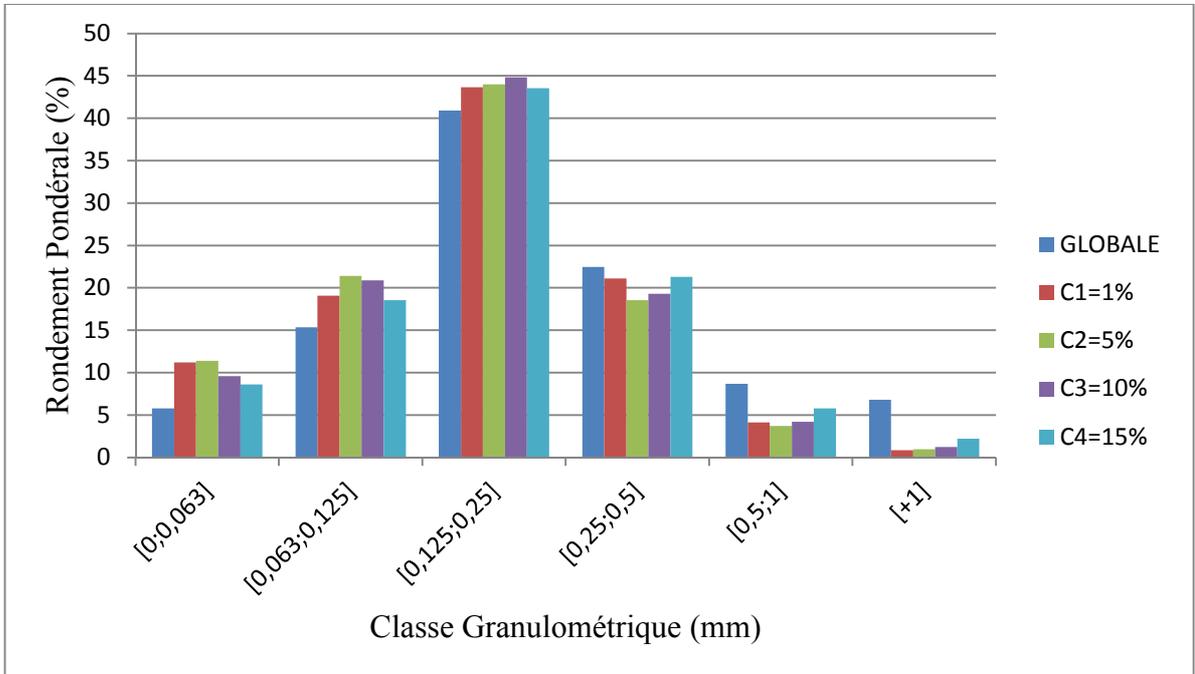


Figure V. 1 Histogramme des rendements pondéraux (%) de minerai de phosphate en présence de l'adjuvant avant broyage

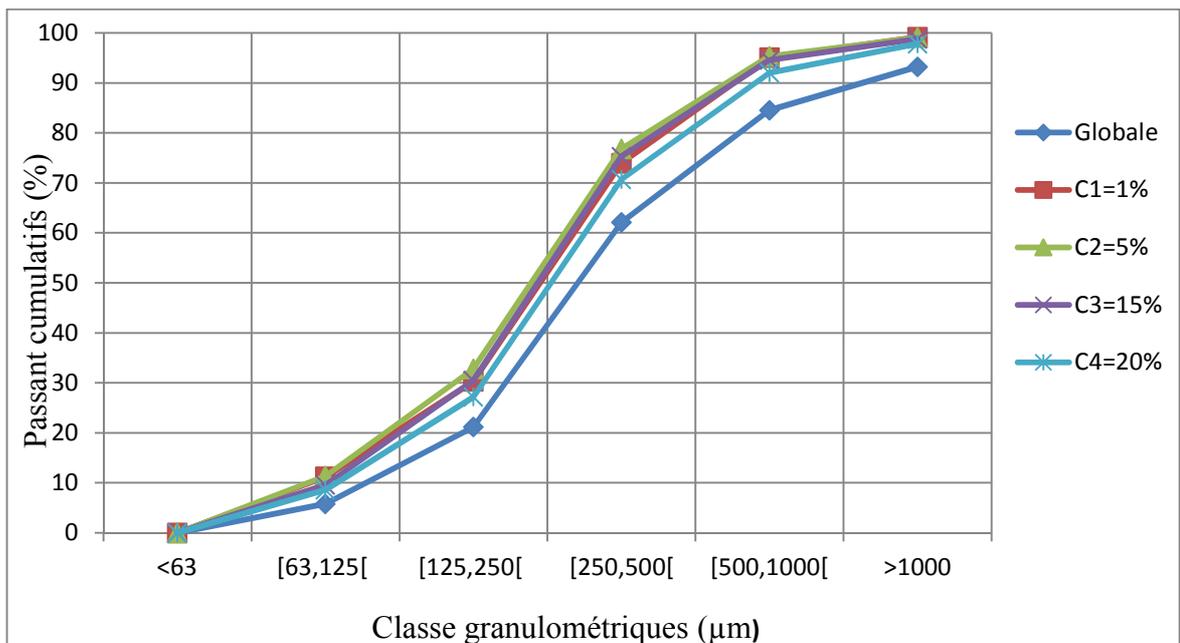


Figure V.2 : Courbe granulométrique de minerai de phosphate en présence de l'adjuvant avant broyage.

V.1.2. Analyse granulométrique en présence de l'adjuvant après broyage

Les résultats des analyses granulométriques après un broyage de 15 secondes et 30 secondes en présence d'un adjuvant de broyage à différentes concentrations (C1=1%, C2=5%, C3=10% et C4=15%) sont regroupés sur les figures (Figure V.3 et Figure V.4).

De ces résultats, on enregistre :

- ✓ L'évolution des rendements pondéraux se concentre dans les deux fractions granulométriques $[63; 125\mu\text{m}[$ et $[125, 250\mu\text{m}[$ respectivement avec plus de 30% et 45% de la masse initiale, la tranche $[125, 250\mu\text{m}[$ constitue la maille de libération des éléments phosphatés, représentée par l'histogramme dans la (figure V.3) qui diminue en fonction de l'augmentation de concentration de l'adjuvant, le rendement pondéral de la tranche granulométrique $[250,500[$ augmente en fonction de la concentration de l'adjuvant,

- ✓ Il résulte de la tranche granulométrique $[0,5 ; 1 \text{ mm}[$ des proportions pondérales presque négligeables, à environ (5%) après un broyage de (15s), histogramme dans la figure V.3 et sa disparition totale après (30s) de broyage l'histogramme dans la figure V.4.

- ✓ On remarque une disparition totale de la tranche ($>1\text{mm}$) dans les deux cas.

- ✓ D'une façon générale, les rendements pondéraux augmentent et diminuent respectivement dans les fractions fines et intermédiaires en fonction de temps de broyage.

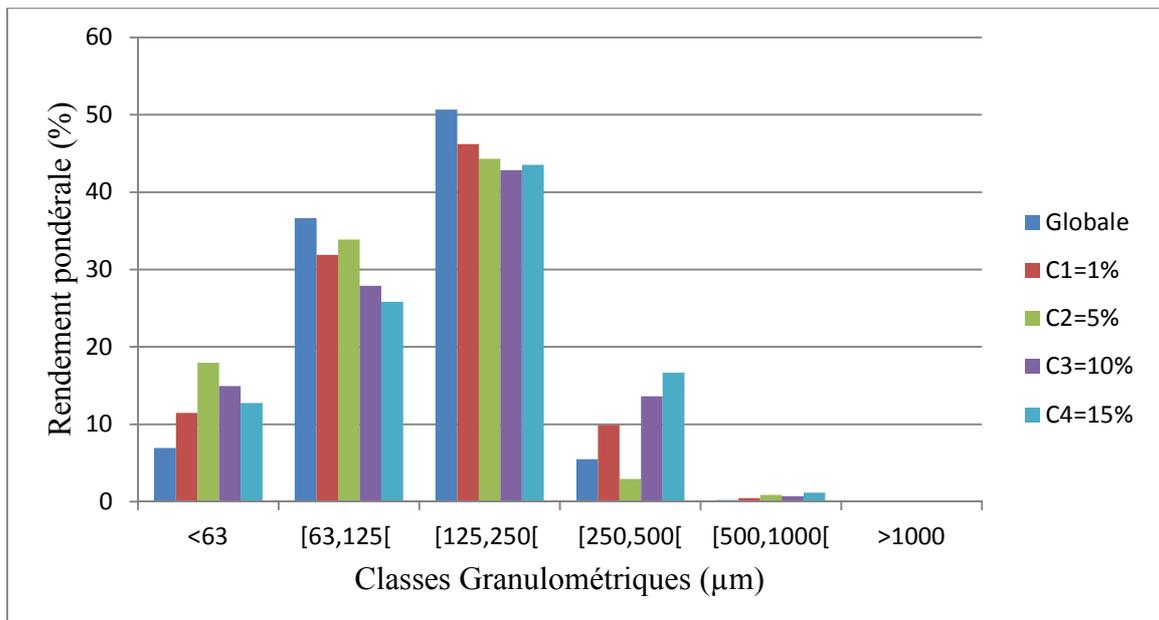


Figure V.3 : Histogramme des rendements pondéraux (%) de minerai de Phosphate en présence de l'adjuvant après (15s) de broyage.

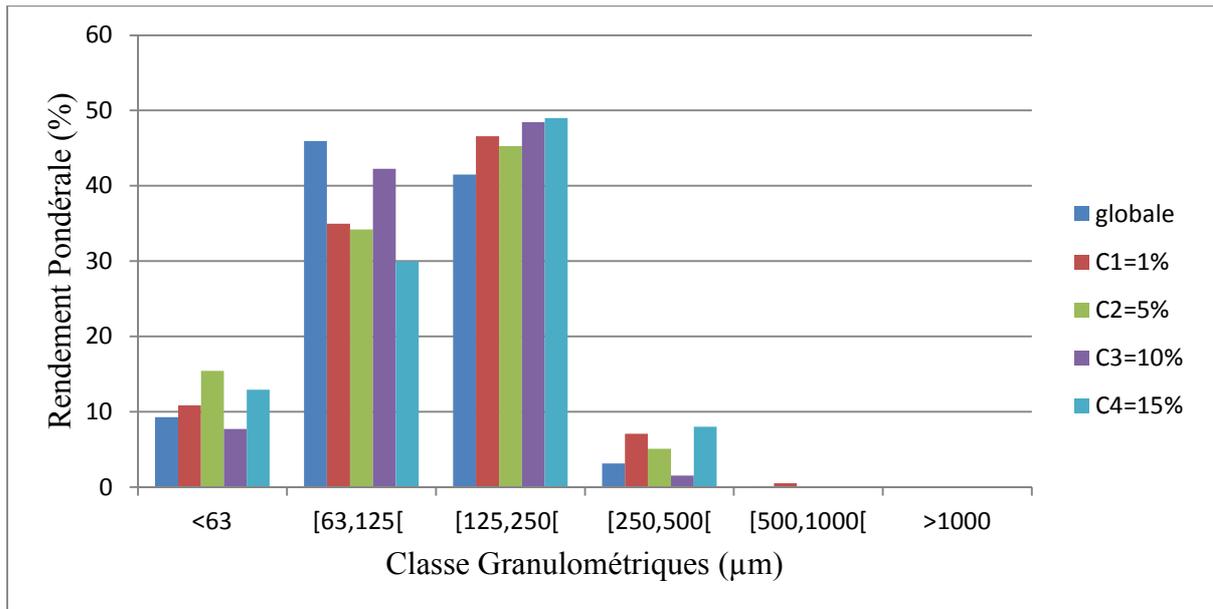


Figure V. 4: Histogramme des rendements pondéraux de minerai de phosphate après broyage de (30s) avec les différentes concentrations.

V.2. Analyses chimiques

V.2.1. Analyses chimiques après broyage en absence d'adjuvant de mouture

Les résultats d'analyses chimiques avant et après un broyage sec et un broyage humide sont résumés dans le tableau (Tableau V.1).

De ces résultats, on constate que :

- ✓ La fraction grossière a quasiment disparue ($R_p=0\%$) ;
- ✓ Le pourcentage pondérale de la FI est réduit de 80,21% à 50,96% et celui de la FF a augmenté de 17,81% à 49,04% ce qui est expliqué par la réduction de la granulométrie de la fraction intermédiaire FI pour alimenter la fraction fine FF ;
- ✓ La variation de la composition chimique enregistrée par l'augmentation très significative de pourcentage de P_2O_5 de 28,35% à 30,05% pour la fraction intermédiaire et de 20,80% à 24,17% dans la FF. En effet le broyage sec libère les particules phosphatées piégées dans la gangue carbonatée qui se trouve dissociée après broyage. Ceci est expliqué par la diminution du % en MgO de 1,56% à 0,9% pour la FI et de 4,18% à 2,95% pour FF accompagnée d'une réduction simultanée de % CO_2 de 7,58 % à 6,67 % pour la FI et de 12% à 10 % dans la FF ;
- ✓ l'augmentation de % pondérale de la fraction fine (FF) est plus importante après broyage humide (53,75%) qu'après le broyage sec (49,04%) ;

✓ Une Amélioration de la teneur en élément utile (%P₂O₅) qui passe de (24,17%) après broyage sec à (25,79%) après broyage humide apparait dans la fraction fine principalement accompagnée d'une réduction en éléments nuisibles (% MgO et % CO₂) dans la fraction fine (respectivement de 4,18% à 2,39% et de 12% à 9,67%), ainsi que dans la fraction intermédiaire (de 1,59% à 1,39 %et de 7,58 % à 7,33% respectivement pour MgO et CO₂). Ceci est expliqué par le meilleur rendement (pondéral et chimique) de broyage en voie humide par rapport à la voie sèche.

Tableau V.1:Résultats d'analyses granulo-chimiques avant et après le broyage sec et humide.

Echantillons		Rp(%)	P ₂ O ₅ %	CO ₂ %	MgO %	
Avant broyage	FG	2,03	16,83	7,00	5,64	
	FI	80,12	28,35	7,58	1,56	
	FF	17,81	20,84	12,00	4,18	
	Global	*	26,86	8,00	2,32	
Après broyage	Sec	FG	0	*	*	*
		FI	50,96	30,05	6,67	0,9
		FF	49,04	24,17	10	2,95
	Humide	FG	0,1	*	*	*
		FI	46,15	28,62	7,33	1,39
		FF	53,75	25,79	9,67	2,39

* : quantité insuffisante pour le dosage .

V.2.2. Analyses chimiques après broyage en présence de l'adjuvant de mouture à différentes concentration

Une évolution de la granulométrie et la composition chimiques en fonction des concentrations de l'adjuvant utilisé a été réalisé, les résultats sont rassemblés dans le tableau V.2).

De ces résultats, on constate que :

✓ Les pourcentages pondéraux ont subi une amélioration en fonction des concentrations C1=1%, C3=10% et C4=15% ;

✓ Par ailleurs, la composition chimique a enregistré une augmentation dans la teneur en P₂O₅ dans la fraction intermédiaire avec les échantillons broyés avec la première et

la deuxième concentration (1% et 5%) qui a passé de 28,62% à 29,05% et à 28,90%, pour qu'elle chute à 28,6% et 28,39% respectivement dans les échantillons broyés avec C3 et C4;

✓ On parallèle la fraction fine a connue une diminution de 25,79% à 25,09% et à 25,54 en élément P_2O_5 entre l'échantillon broyé en voie humide sans adjuvant et celui de C1 et C2, puis une augmentation avec l'augmentation de la concentration de l'adjuvant présentée respectivement par 25,81% et 25,91% en élément utile dans les échantillons broyés avec C3 et C4;

✓ En effet, le broyage en présence de l'adjuvant à C3=10% et C4=15% a fait diminuer les teneurs en éléments nuisibles (CO_2 , MgO) dans la fraction fine ; ainsi on obtient un % en MgO de 1,39% en présence de l'adjuvant à une concentration de C2 dans la fraction intermédiaire.

Tableau V.2: Résultats d'analyses chimiques après broyage humide sans et avec variation de la concentration de l'adjuvant.

broyage humide		Fractions	Rp (%)	P_2O_5 (%)	CO_2 (%)	MgO (%)
Sans adjuvant C0=0%		FG	0,1	*	*	*
		FI	46,15	28,62	7,33	1,39
		FF	53,75	25,79	9,67	2,39
Avec adjuvant	C1=1%	FG	0,2	*	*	*
		FI	45,04	29,05	8	1,53
		FF	54,76	25,09	9,5	2,59
	C2=5%	FG	0,2	*	*	*
		FI	56,38	28,9	6,67	1,39
		FF	43,42	25,54	9,35	2,32
	C3=10%	FG	0,1	*	*	*
		FI	47,33	28,6	7,67	1,43
		FF	52,57	25,81	8	2,32
	C4=15%	FG	0,3	*	*	*
		FI	46,93	28,39	6,67	1,46
		FF	52,77	25,91	8	2,32

V.2.3. Analyses chimiques après broyage humide en présence d'un adjuvant de broyage en fonction de temps

Les résultats d'analyses chimiques après broyage humide avec l'agent de mouture à 1% et à différents temps ($t_1=5\text{min}$, $t_2= 10\text{min}$ et $t_3= 15\text{min}$) sont représentés dans le tableau (Tableau V.3).

Ces résultats montrent :

- Une augmentation du rendement pondérale de 53,76 % (avant broyage) à 54,76% à t_1 , 60,73 à t_2 , et 72,74 à t_3 de la fraction fine;
- Une diminution de rendement pondérale de la fraction intermédiaire en fonction du temps de broyage. En effet le Rendement pondérale est passé de 80,12 % avant broyage à 45,04 % après 5 min de broyage, à 39,17 % après 10 mn et à 27,26% après 15 min, ce qui donne une réduction de poids de presque 50% de cette fraction après 15 min de broyage.
- Il ressort des analyses chimiques que les teneurs en P_2O_5 diminuent avec l'augmentation de temps de broyage dans la fraction intermédiaire, probablement à cause du passage des éléments phosphatés à la fraction fine, donc une augmentation des teneurs en P_2O_5 dans cette dernière avec l'augmentation de temps de broyage.
- D'autre part, la teneur en MgO diminue à partir de t_2 pour se stabiliser après broyage à t_3 , et elle diminue à partir de t_2 dans la fraction fine.
- Une hétérogénéité en CO_2 dans la fraction intermédiaire et leurs diminutions en fonction de temps de broyage.

Il ressort de l'ensemble des résultats obtenus dans le tableau que :

- Disparition de la fraction grossière avec l'augmentation de temps de broyage ;
- Les teneurs en P_2O_5 diminuent en fonction de temps de broyage dans la fraction fine et qui sont réduites de 45,04% à 39,17% et à 27,26% respectivement pour les échantillons broyés à t_1 , t_2 et t_3 et une augmentation dans la fraction fine de 54,76% à 60,73% à 72,74% ;
- Les pourcentages pondéraux ont diminué dans la fraction intermédiaire de 54,76% à 60,73% et à 72,74% et ont augmenté dans la fraction fine de 45,04% à 39,17% et à 27,26 pour les échantillons ayant subi un broyage de t_1 à t_2 et à t_3 respectivement.

Le temps de broyage a influencé sur la composition chimique de minerai de phosphate. En effet, une amélioration de la teneur de P_2O_5 dans la fraction fine qui passe de

25,09% à 26,12% à 26,55% après l'augmentation de temps de broyage, accompagné d'une réduction dans la fraction intermédiaire (de 29,05% à 28,55% et à 28,50%) respectivement de t1 à t2 et à t3.

Tableau V. 3 : Résultats chimique en fonction de temps de broyage.

Fraction temps	Rendement pondéral(%)			(% P ₂ O ₅)			(% MgO)			(% CO ₂)		
	t1	t2	t3	t1	t2	t3	t1	t2	t3	t1	t2	t3
FG	0,20	0,1	0	*	*	*	*	*	*	*	*	*
FI	45,04	39,17	27,26	29,05	28,55	28,50	1,53	1,59	1,56	8,00	7,45	7,62
FF	54,76	60,73	72,74	25,09	26,12	26,55	2,59	2,59	2,25	9,50	9,27	9,07

V.3. Analyses minéralogiques

V.3.1. Analyses minéralogiques par diffraction des rayons X (XRD)

L'analyse par diffraction à rayon X a été effectuée sur les échantillons de phosphate de classe intermédiaire pour les différentes concentrations de l'adjuvant utilisé (C0, C1, C2 et C4).

Les diffractogrammes des rayons X obtenus ont montré des différences appréciables entre les classes intermédiaires et les classes fines, en effet, la variation qualitative et quantitative des espèces minéralogiques,

Il ressort de l'ensemble des résultats obtenus les points suivants :

- ✓ Une diminution nette de l'intensité des raies caractérisent les carbonates (dolomite) dans la classe intermédiaire par rapport a la classe fine dans tout les cas étudié ;
- ✓ Les raies caractérise les éléments phosphaté sont plus intense dans l'échantillon;
- ✓ L'apparition d'un pic de merwinite (Ca₃Mg(SiO₄)₂) dans la figure V.7.

Les résultats d'analyses minéralogiques représentés par les diffractogrammes des figures (figure V.5, figure V.6, figure V.7).

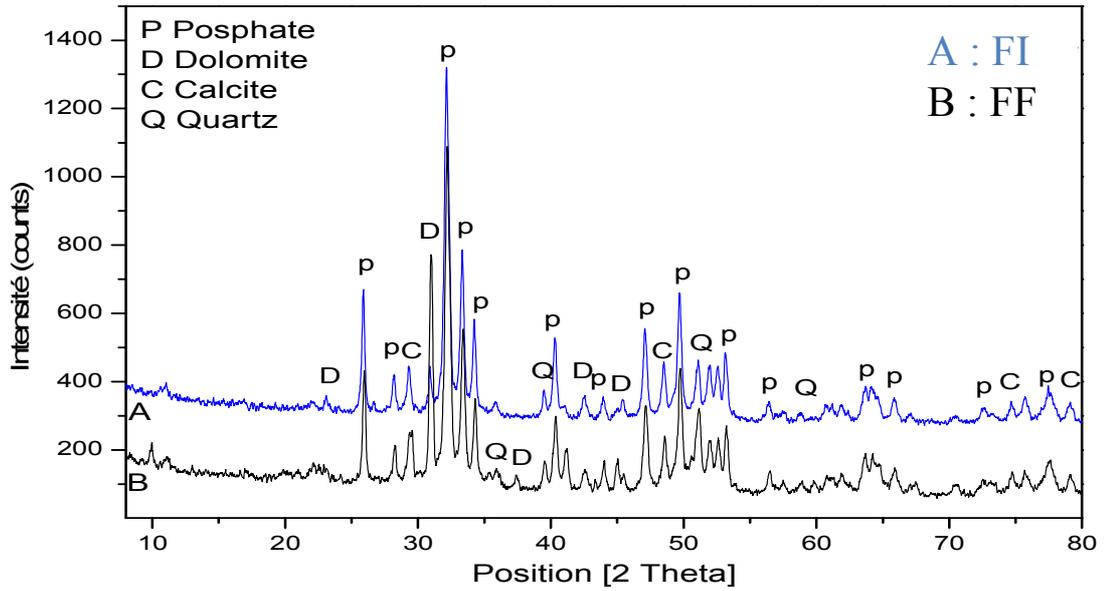


Figure V. 5: Diffractogrammes des rayons X de produit broyé à sec des deux fractions intermédiaire et fine.

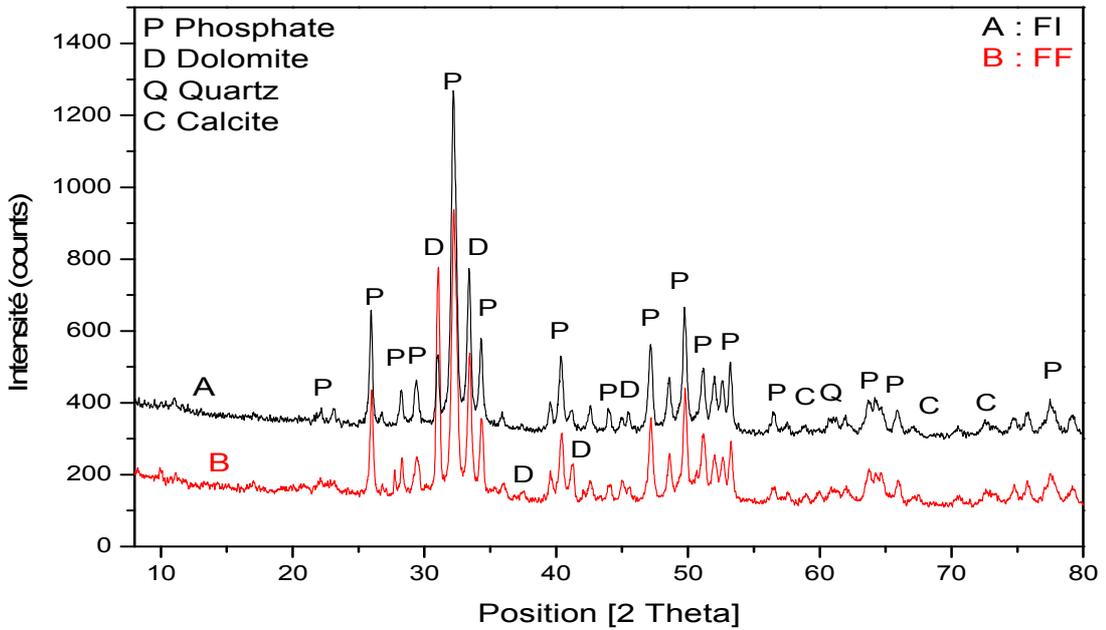


Figure V. 6 : Diffractogrammes des rayons X de produit broyé en voie humide avec C=0% concentration de l'adjuvant.

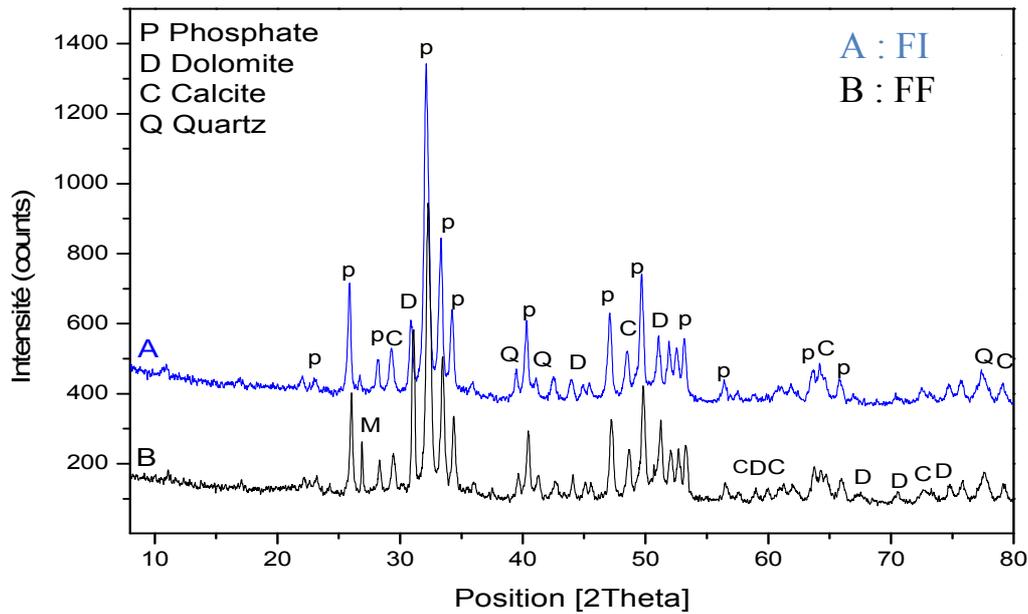
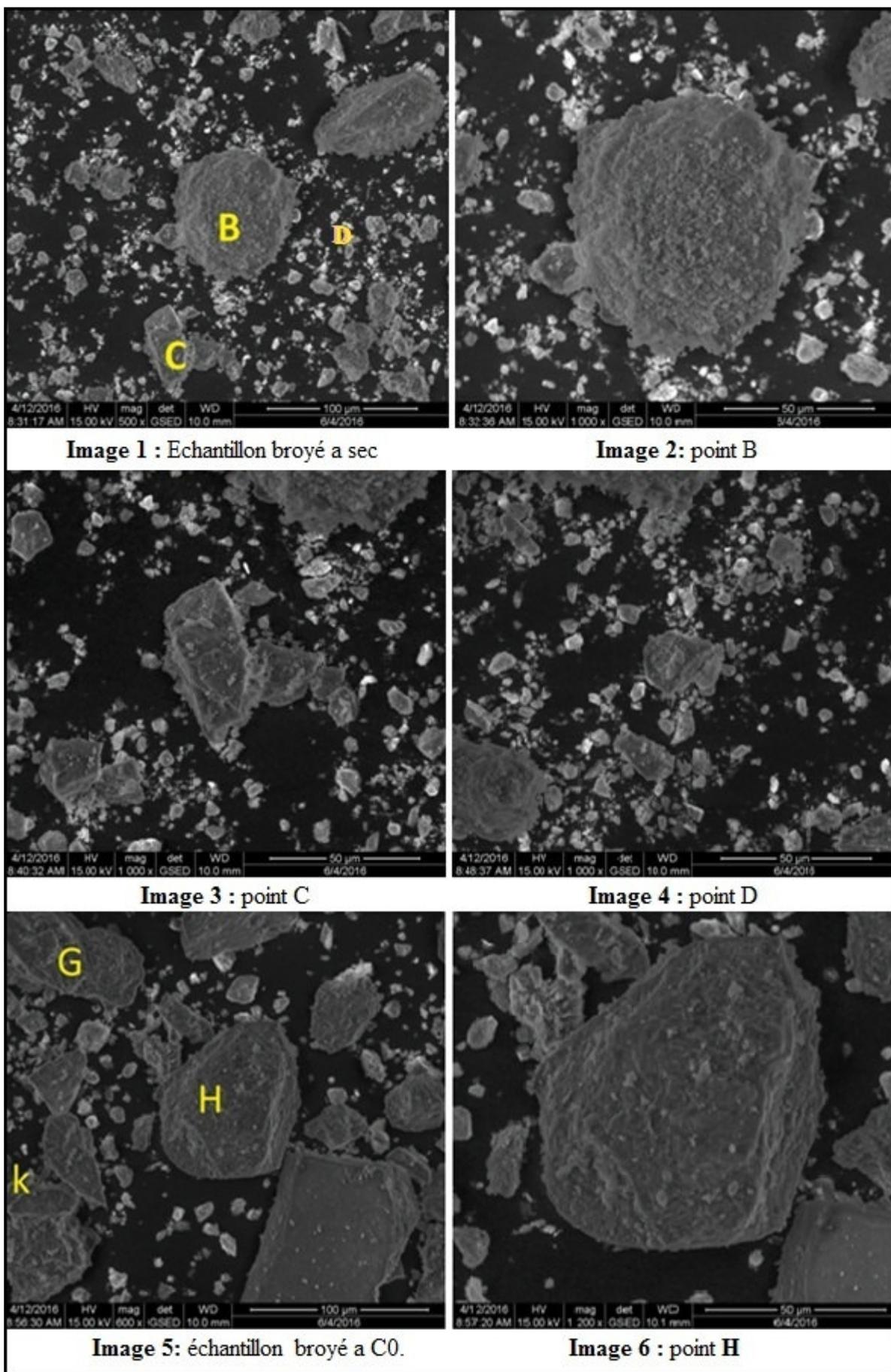


Figure V. 7 : Diffractogrammes des rayons X des deux classes intermédiaire et fine échantillon broyé avec C1=1%.

V.3.2. Analyse minéralogique par macroscopie électronique à balayage (MEB)

Les résultats de microscopie électronique à balayage représentés dans les images 1 à 10 (figure V.8) ont montré:

- la présence en éléments dolomitiques dans la fraction fine ;
- présence de grains de texture similaires ;
- présence quartz, dolomite et calcite se trouvant fréquemment libérés ;
- présence des grains de composition mixte, formés essentiellement par de la kaolinite (argile (microcline. image 10) et des grains de Merwinite ($\text{Ca}_3\text{Mg}(\text{SiO}_4)_2$) ;
- Présence des agglomérats de plusieurs minéraux (gangue) en grande quantité. Ces derniers renferment de l'apatite et dolomite, ce qui confirme la diminution des teneurs en P_2O_5 par les analyses chimiques.



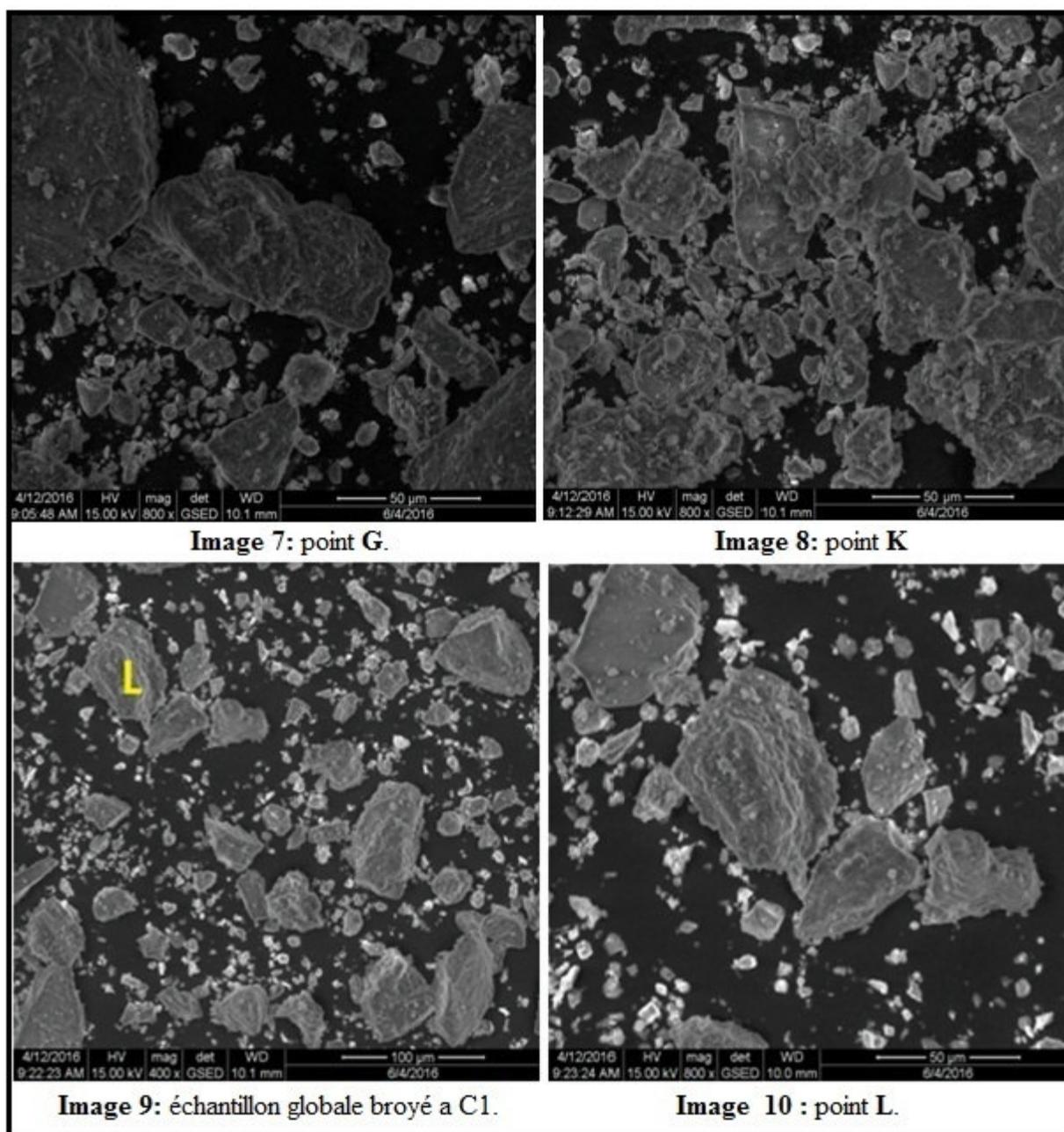


Figure V. 8 : Micrographies au MEB des échantillons étudiés.

Tableau V. 4 : Les observations MEB.

Image	Observation
01	Vue générale du minerai de phosphate de la fraction fine
02	particules phosphatées et de la gangue (Calcite, Quartz)
03	Fraction granulométrique très riche en grains phosphatés de forme, sphérique, cylindrique.
04	particules phosphaté et de la gangue (Quartz, Calcite)
05	Vue générale de produit de broyage en voie humide sans adjuvant montrant des grains Phosphatés et de la gangue fins et moyens de forme sphérique et ovoïde,
06	particules phosphatées
07	particules phosphatées et de la gangue (Calcite)
08	des particules phosphatées et de la gangue (Calcite, Quartz)
09	des particules phosphatées et la gangue (Quartz)
10	particules phosphatées et de la gangue (Quartz, Calcite et Microcline)

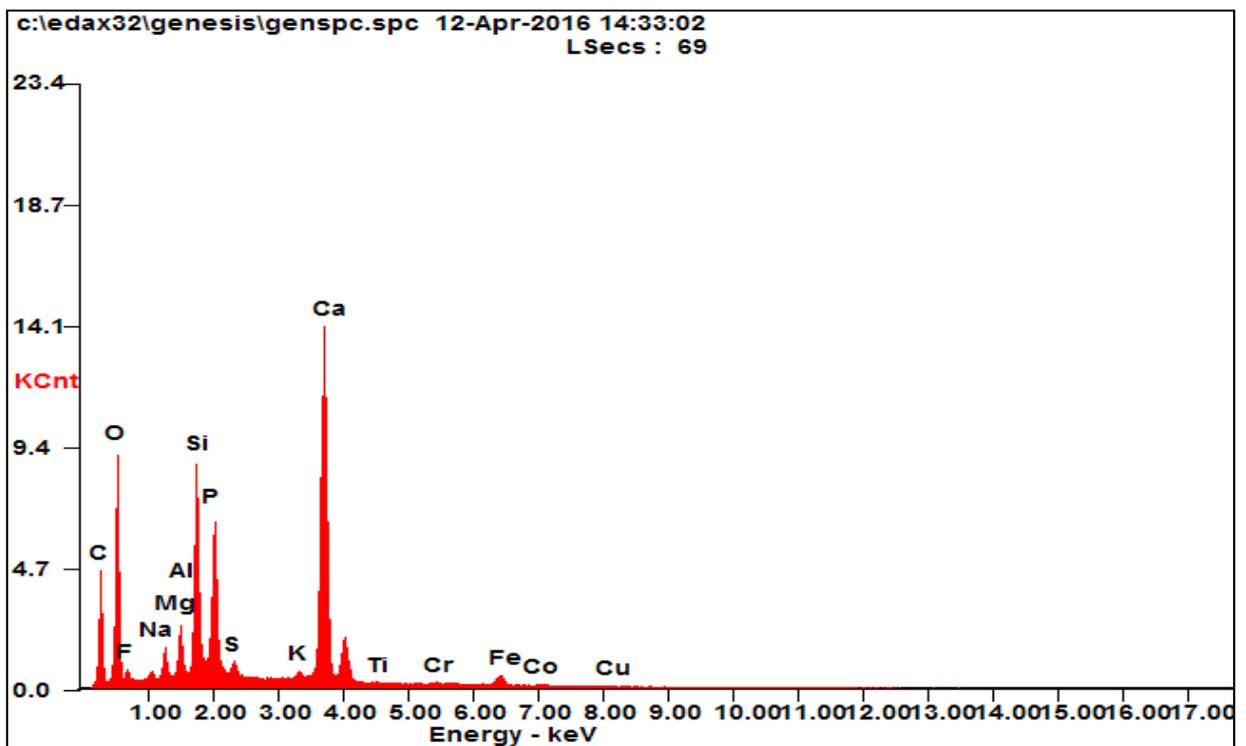


Figure V.9 : Spectre EDX -01 des particules de la gangue (Microcline, Calcite Quartz. Dolomite, Merwinite et Argile) et particules phosphatées de la micrographie (image 1).

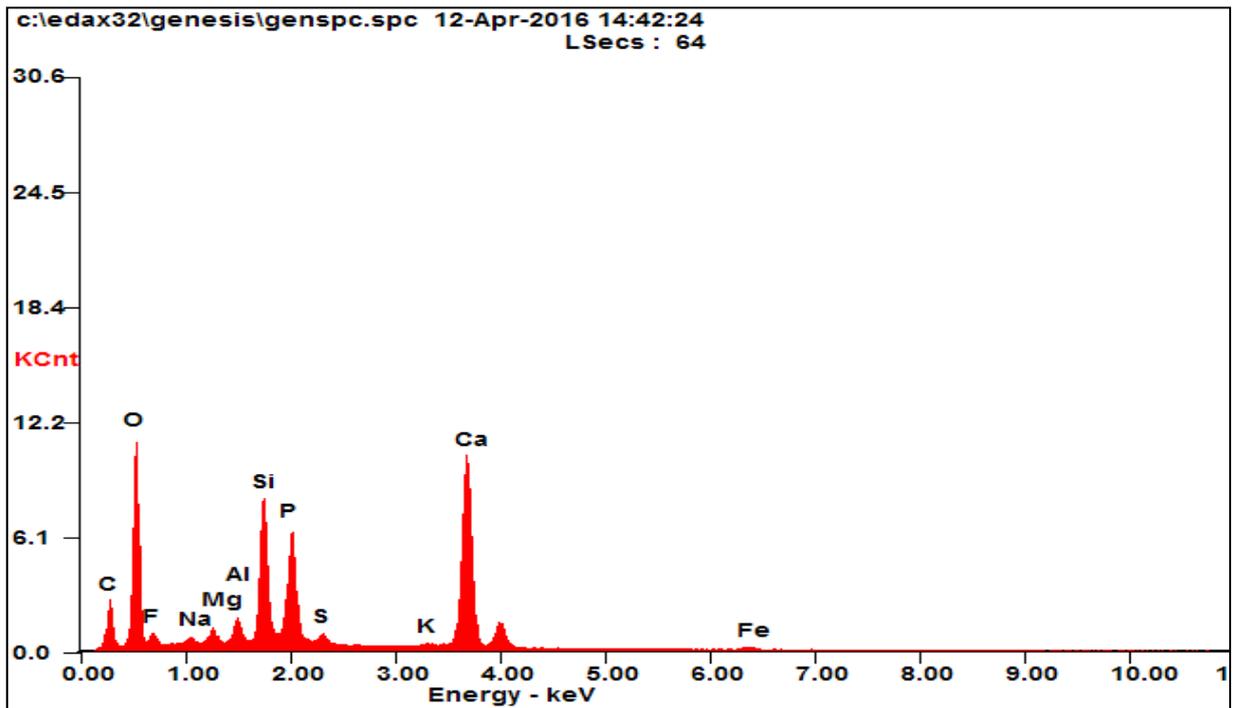


Figure V.10: Spectre EDX -02 des particules phosphatées et de la gangue (Quartz, Calcite) de la micrographie, image 2 (point A).

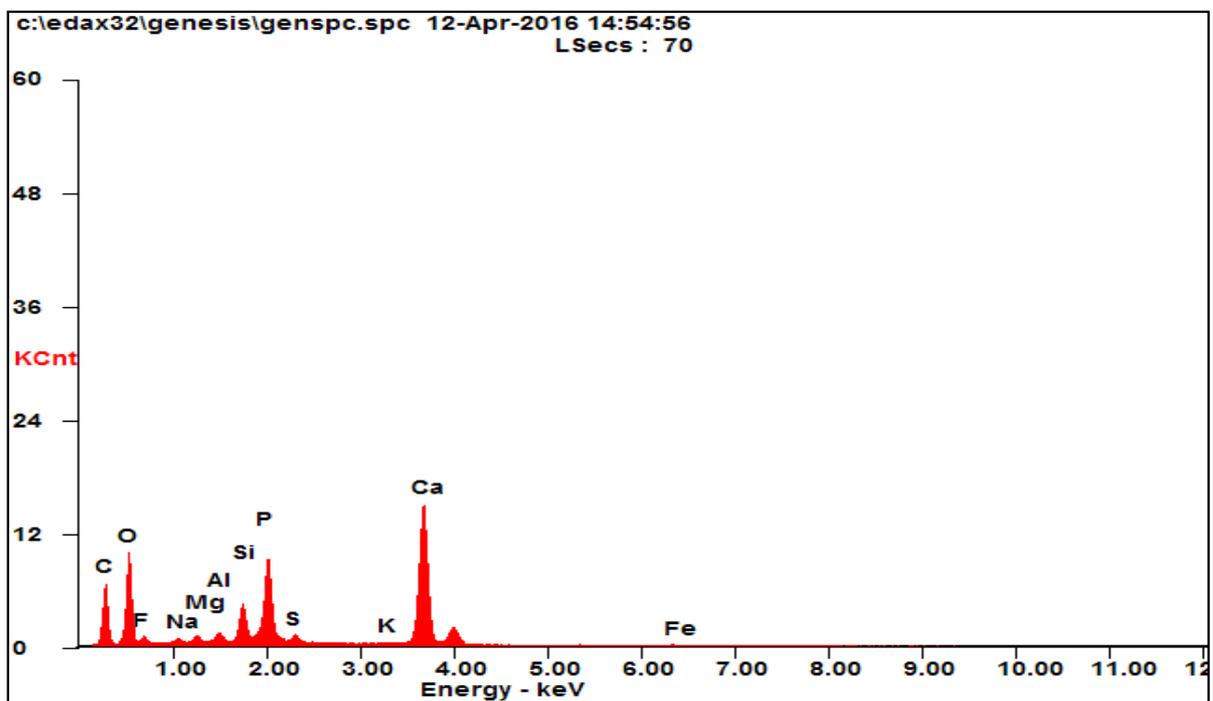


Figure V.11 : Spectre EDX-03 des particules Phosphatées et de la gangue (Calcite) de la micrographie, image 4 (point B).

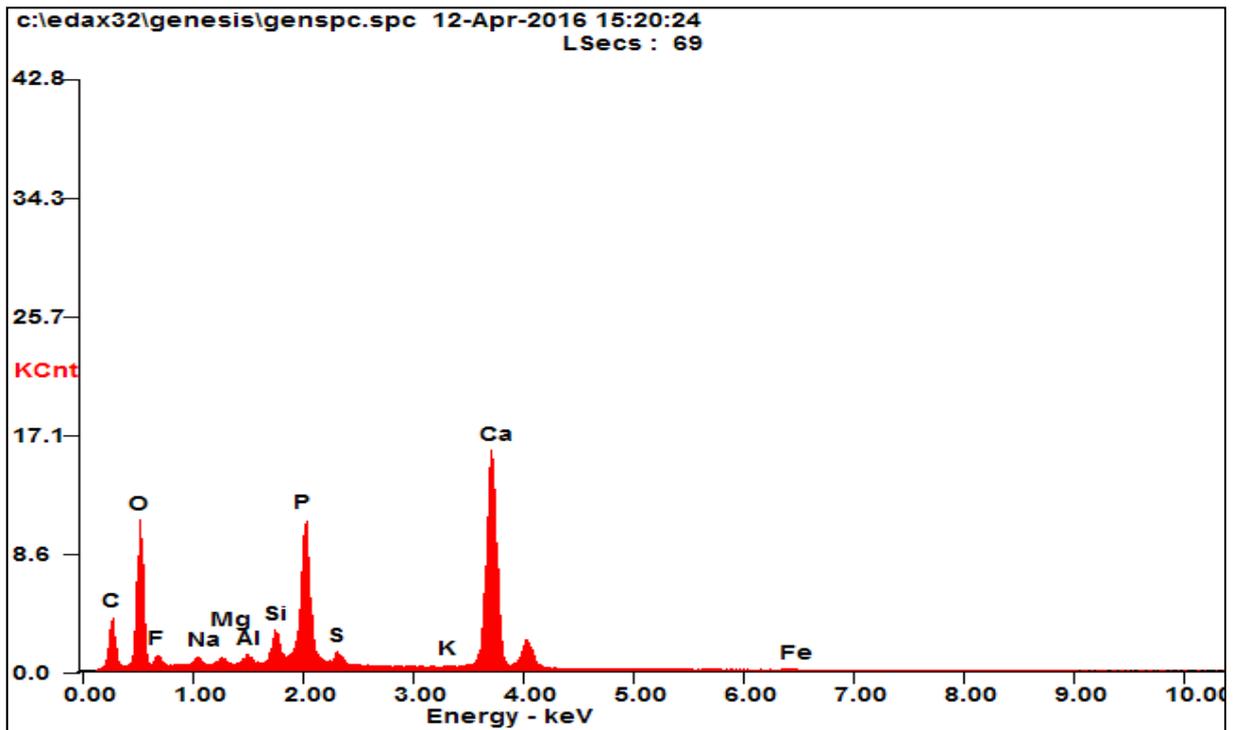


Figure V. 12 :Spectre EDX-04 des particules Phosphatées et du Calcite de la micrographie, image5 (point H).

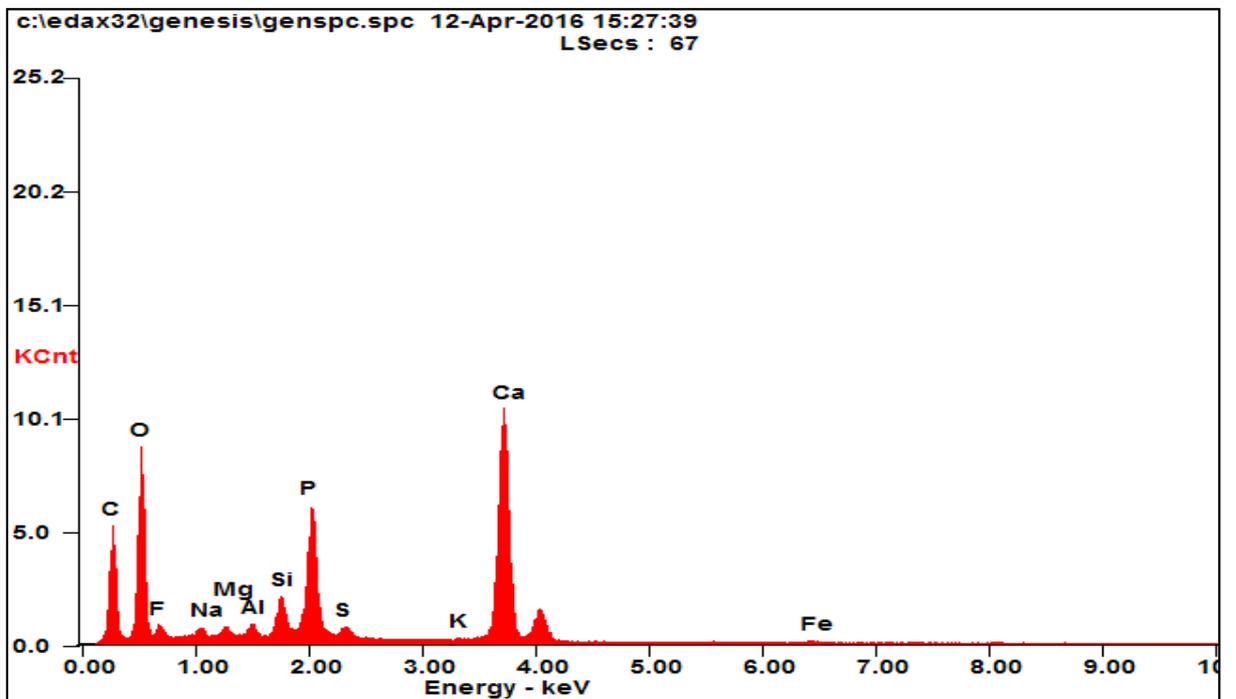


Figure V.13: Spectre EDX-05 des particules phosphatées et de la gangue (Calcite) de la micrographie, image 7, (point G).

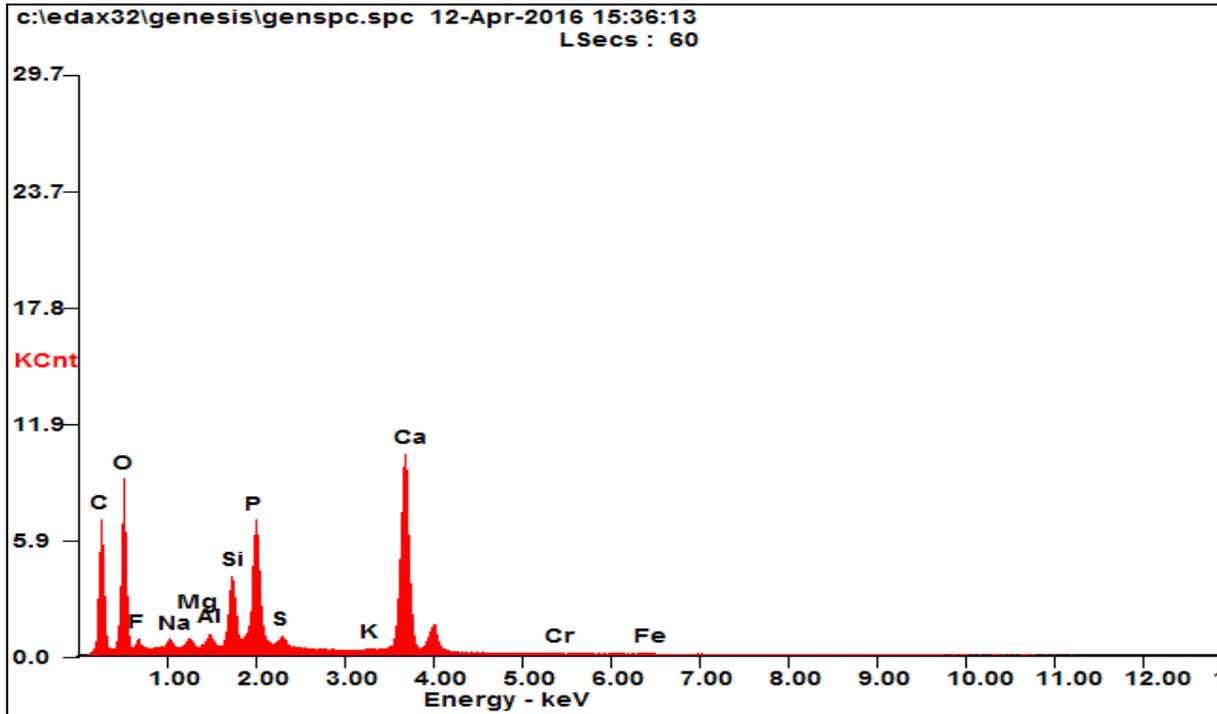


Figure V.14: Spectre EDX-06 des particules phosphatées et de la gangue (Calcite et Quartz) de la Micrographie, image 8, (point K).

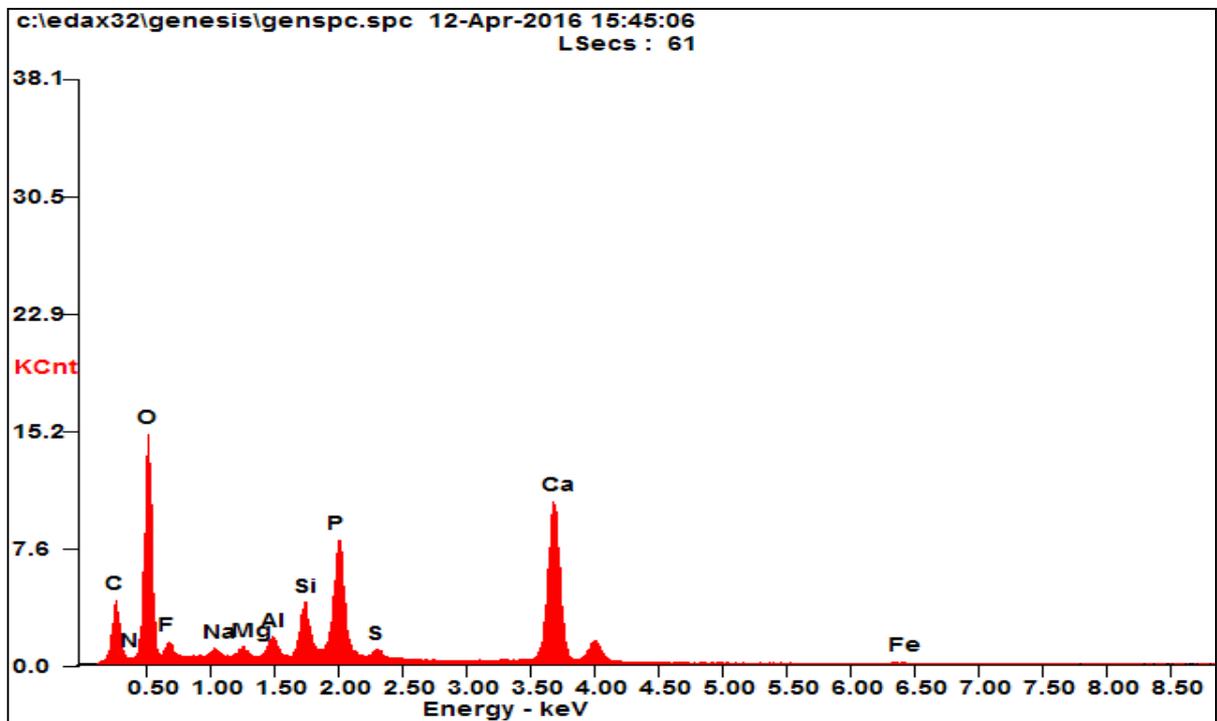


Figure V. 15 : Spectre EDX-07 des particules phosphatées et de la gangue (Quartz, Dolomite) de la micrographie, image 9.

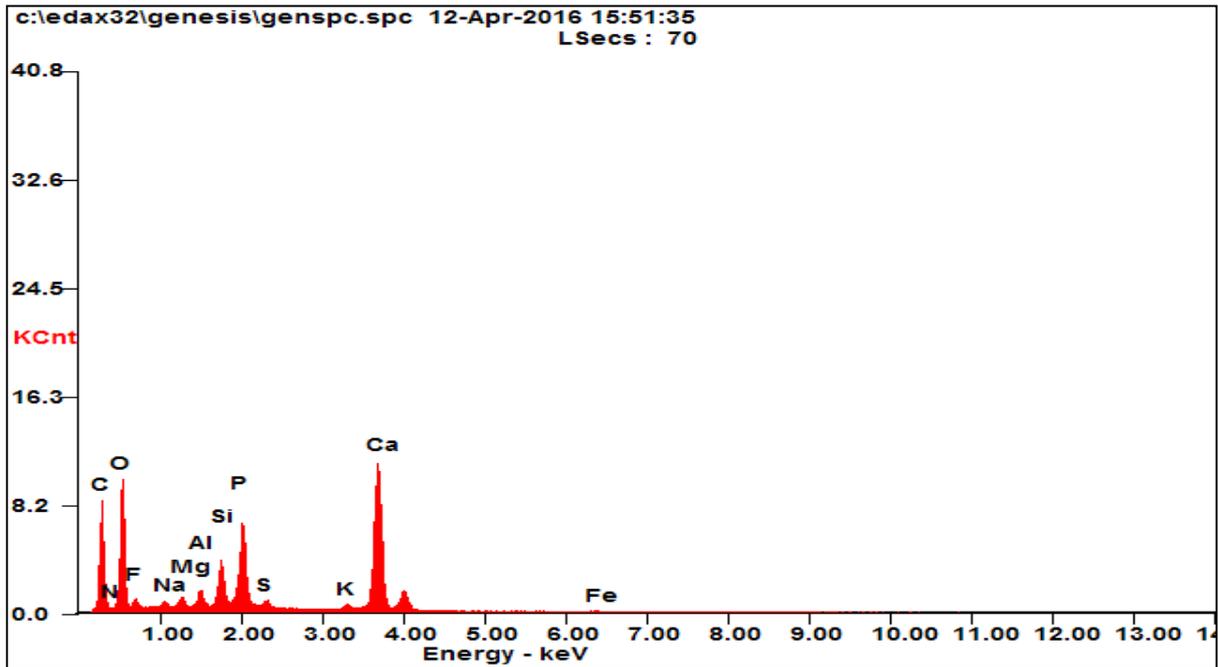


Figure V.16: Spectre EDX-08 des particules phosphatées et de la gangue (Quartz, Calcite et Microcline) de la micrographie, image 10 (point L).

V.3.4. Analyse spectromètre infrarouge(IR)

Le développement des procédés d'adsorption sur le phosphate naturel a mené les chercheurs à élaborer des phosphates de plus en plus spécifiques. Le phosphate naturel brut n'a pas de propriétés adsorbants particulièrement intéressantes, par ailleurs, lorsqu'il subit un traitement adéquat, les modifications des propriétés physico-chimiques de sa surface lui octroient de nouvelles caractéristiques.

Les spectres infrarouges enregistrés entre 4000 et 400 (cm^{-1}) de nos échantillons sont reportés sur les figures (V.17, V.18, V.19, V.20), qui sont rassemblés dans la figure (V.21), attribué respectivement aux échantillons : échantillon broyé à sec fraction fine (EBSFF), échantillon broyé sans adjuvant C=0% (EC0FF), échantillon broyé avec C1=1% de concentration de l'adjuvant (EC1FF) et échantillon broyé avec C4=15% de concentration de l'adjuvant (EC4FF).

Les analyses infrarouge sont effectuées sur les fractions fines de produits de broyage en voie humide sans et avec adjuvant de broyage, ($<100 \mu\text{m}$) dans le but d'appréhender l'évaluation des phases minérales ainsi l'existence de l'adjuvant utilisé.

Les spectres infrarouge principaux obtenus font apparaitre des bandes principales attribuées aux éléments phosphates et aux carbonates en particulier : sans apparition de liaison de l'adjuvant utilisé C_2H_7ON .

D'autre part tous les pics les plus intenses sont attribués à l'échantillon EBSFF (échantillon broyé en voie sec, fraction fine ($<100\mu m$)), (figure V.21).

L'analyse par Spectroscopie IR met en évidence plusieurs bandes en particulier celles attribuables aux ions PO_4^{3-} , les bandes d'absorption symétriques et antisymétriques des groupements PO_4^{3-} se situent dans le domaine comprise entre 1100 et 950 (cm^{-1}) et celles de déformation entre 571 et 601(cm^{-1}). Ces résultats sont en bon accord avec ceux obtenue pour d'autres apatites phosphocalciques synthétiques, nous avons identifié aussi les bandes d'adsorption caractéristiques des carbonates a 1458, 1430 et 871 (cm^{-1}).

Le spectre IR du phosphate naturel de Djebel Onk ne présente aucune bande d'adsorption caractéristique des ions hydroxyles OH à 3560 et 630 (cm^{-1}), ce qui confirme que ce phosphate est une fluorapatite carbonatée. D'autres bandes attribuables à la présence des traces des composées carbonyles apparaissent vers 1640 et 790 (cm^{-1}). [21]

Dans le domaine de 780 à 800 nous observons des bandes très faibles pourraient être attribuées à la vibration des groupements silicates.

L'intensité des pics qui caractérise les échantillons subi un broyage en voie humide soit avec ou sans adjuvant sont plus forte que celle qui a subi un broyage sec

L'intensité des pics diminue avec l'augmentation de la concentration d'agent de mouture utilisé lors de broyage en voie humide.

Le non apparition des liaisons de l'adjuvant dans l'échantillon broyé avec une forte concentration $C_4=15\%$ montre que l'adjuvant disparaisse après un simple séchage.

En générale, sur tous les spectres IR des solides étudiées, les bandes de vibration des groupements PO_4 de la structure apatitiques ont été détectées avec un léger déplacement vers le haute, fréquences lorsque le taux de concentration d'adjuvant augment, ce décalage ou ce déplacement est lié probablement au désordre structurel et à la nature de la liaison P-O qui provient aussi bien de phosphore inorganique qu'organique. [23]

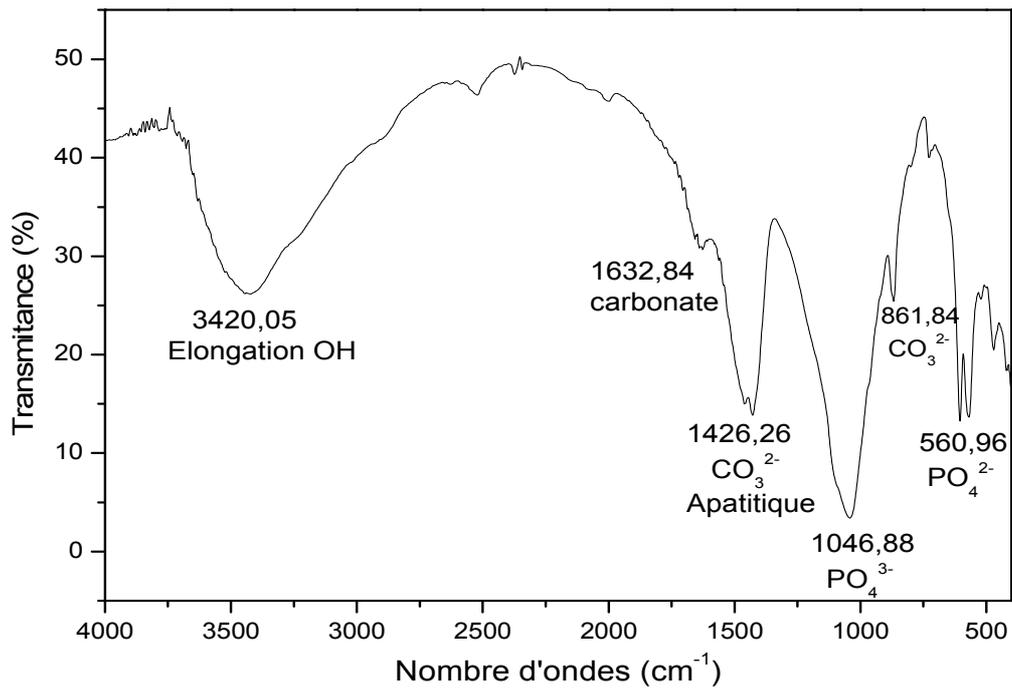


Figure V.17 : Spectre infrarouge de l'échantillon broyé à sec.

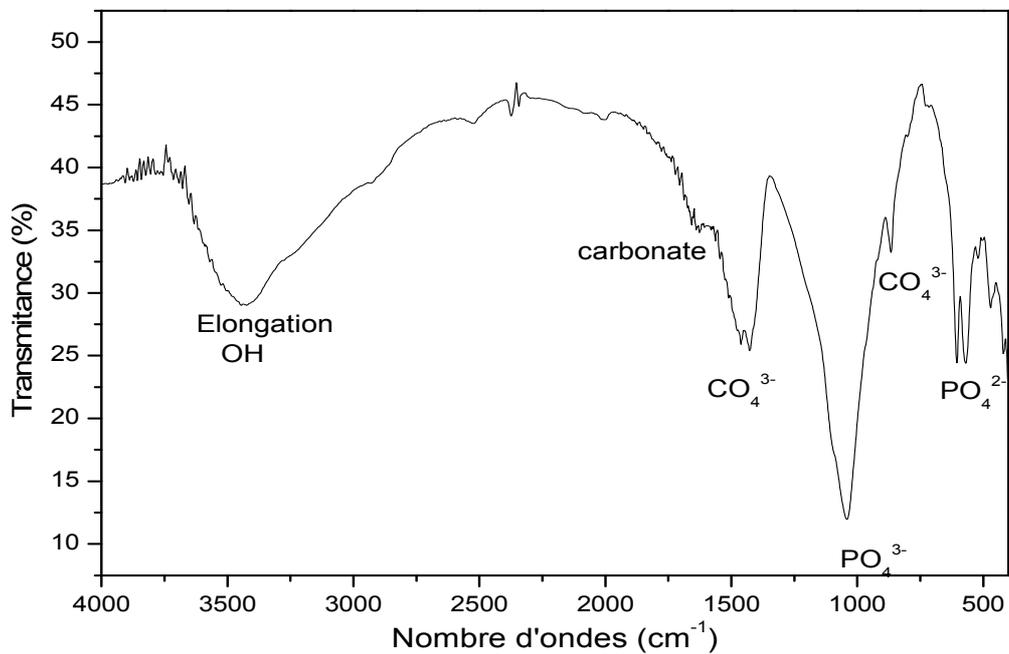


Figure V.2 : Spectre de l'échantillon broyé en voie humide en voie humide sans adjuvant.

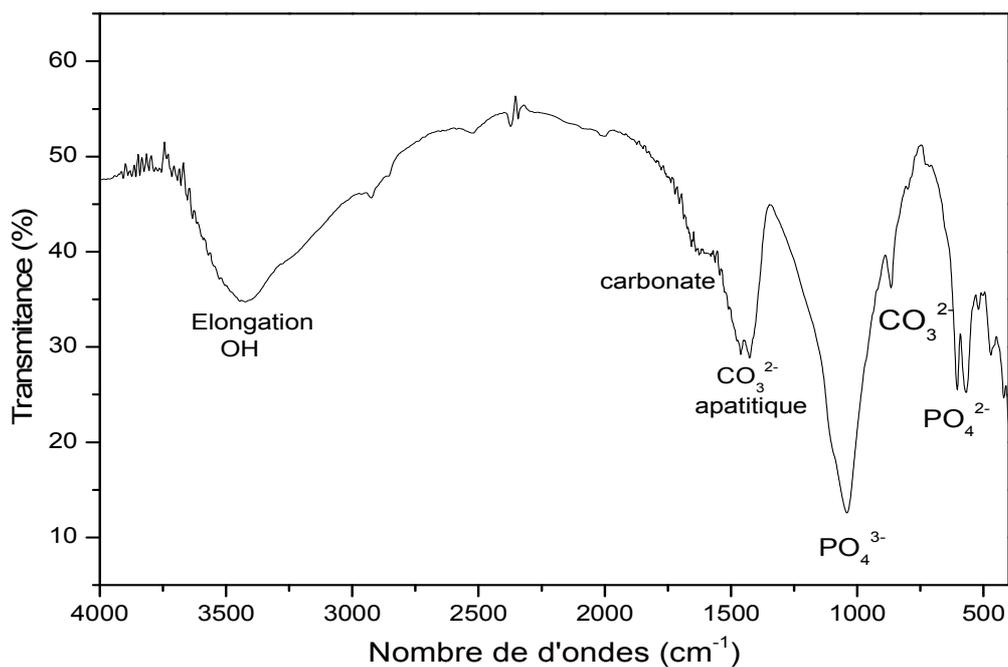


Figure V.3: Spectre infrarouge de l'échantillon broyé avec C1=1% .

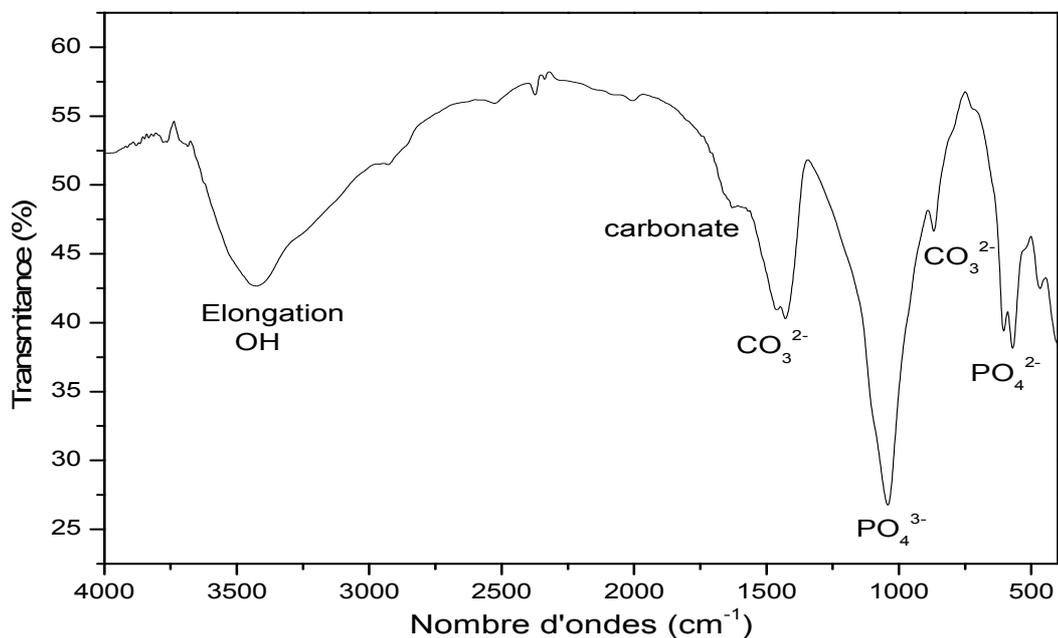


Figure V.40: Spectre infrarouge de l'échantillon broyé avec une forte concentration (C4=15%).

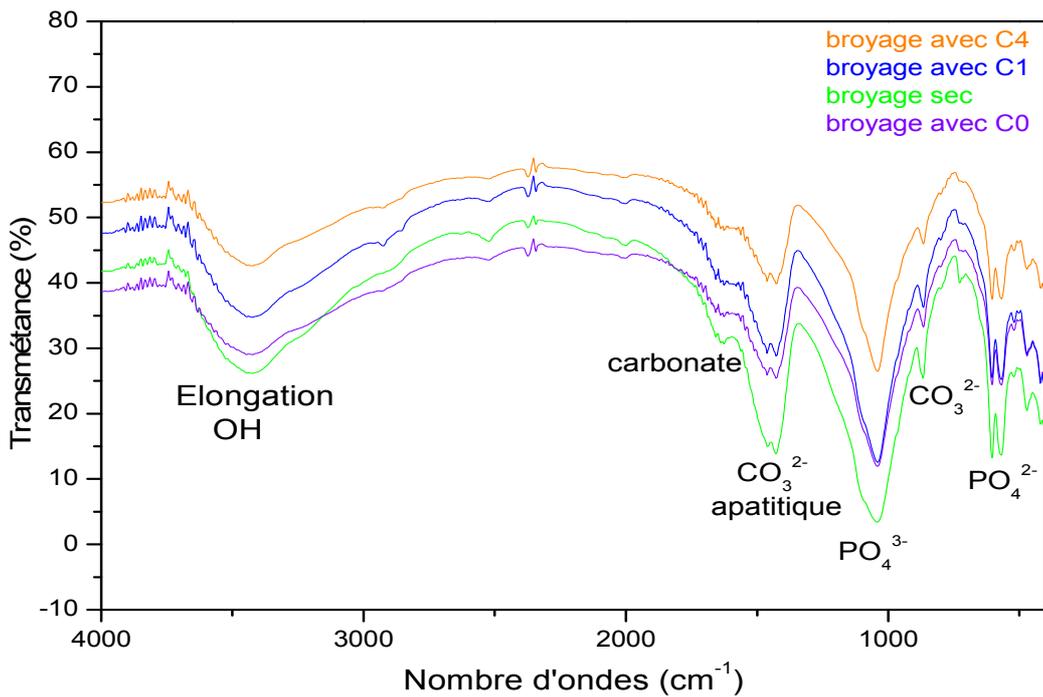


Figure V.21: Spectres infrarouge de l'ensemble des échantillons étudiés.

Conclusion :

L'influence d'un agent de mouture sur les caractéristiques granulométriques, chimiques et minéralogiques de minerai de phosphate de Djebel Onk, Tébessa en voie humide a été la cible de ce chapitre, en effet, cette étude nous a permis de suivre l'évolution de ces caractéristiques et de déterminer le comportement et l'influence de l'agent de mouture sur ses caractéristiques.

Dans la mise en œuvre du procédé de préparation des échantillons modifiés à partir du phosphate naturel de djebel Onk, il est important de citer les principaux facteurs influençant sur ce dernier qui sont en particulier :

- ✓ La concentration de l'adjuvant;
- ✓ Le temps de broyage;

Conclusion générale

Conclusion générale

Les travaux décrits dans ce mémoire apportent une autre contribution à la recherche menée sur l'influence d'un adjuvant de mouture sur les caractéristiques soit granulométriques, chimiques, soit minéralogiques, principalement l'amélioration de procédés de fragmentation et l'enrichissement des principaux constituants, dans le minerai de phosphate, nous présentons dans ce qui suit les résultats relatifs.

La séparation des éléments phosphatés est parfois réalisable, en pratique, tout simplement par des coupures granulométriques, grâce au fait que les teneurs de certaines fractions granulométriques (fraction intermédiaire) sont suffisamment élevées. Le broyage en voie humide permet, en outre, d'abaisser la teneur des éléments carbonatés.

Les résultats d'analyse granulométrique par tamisage obtenus pour le minerai de phosphate brut, après homogénéisation ont montré que la majeure partie de la masse globale de l'échantillon étudié (plus de 60%) est représentée par la tranche granulométrique de dimensions allant de 125 à 250 (μm).

Les résultats d'analyse granulométriques en présence d'un adjuvant de mouture avant et après broyage ont montré une évolution des résultats obtenus, d'une façon générale, les rendements pondéraux augmentent et diminuent respectivement dans les fractions fines et intermédiaires en fonction de temps de broyage.

On ce qui concerne l'étude chimique effectuée au laboratoire de chimie au niveau du complexe Djebel Onk, nous permis de conclure que les résultats de broyage en voie humide sont plus efficace que le broyage en voie sèche.

Alors que pour les résultats chimiques après broyage en présence d'un adjuvant de mouture en fonction de temps de broyage ont montré clairement et nettement l'amélioration soit au niveau des analyses granulométriques soit au niveau des analyses chimiques.

Les résultats de microscopie électronique à balayage ont révélé la présence des éléments phosphatés ainsi que dolomitiques dans les deux fractions, avec une variation des proportions et une propreté claire dans les grains broyés en voie humide par rapport aux grains broyés en voie sèche.

Les spectres infrarouges principaux obtenus font apparaitre des bandes principales attribuées aux éléments phosphatés et aux carbonates en particulier, sans l'apparition des bandes attribuent aux liaisons de l'adjuvant utilisé $\text{C}_2\text{H}_7\text{ON}$.

En générale, sur tous les spectres IR des solides étudiés, les bandes de vibration des groupements PO_4^- de la structure apatitique ont été détectées avec un léger déplacement vers le haut, ce décalage ou ce déplacement est lié probablement au désordre structurel et à la nature de la liaison P-O qui provient aussi bien de phosphore inorganique qu'organique.

Les résultats obtenus, semblent que la technique d'ajouter un adjuvant de mouture pour la valorisation de phosphate de Djebel Onk apporte une contribution à l'augmentation de la qualité de phosphate traité en voie humide avec un adjuvant de broyage, Ce travail donc nécessite d'être poursuivi pour une meilleure approche des résultats.

Finalement, nous concluons, que ce travail que nous avons effectué dans le cadre de notre projet de fin d'étude, en déclarant qu'il nous a permis d'exprimer et d'appliquer les connaissances acquises durant les cinq années de notre formation universitaire, il nous a donné une vision beaucoup plus large, plus précise et plus complète sur les méthodes physico-chimiques, les techniques instrumentales moderne d'analyse des minerais, ainsi que sur l'ensemble des procédés d'enrichissement conventionnels, pour le traitement des phosphates.

On perspective on propose les points suivants :

- Optimisation des paramètres de broyage tel que :
 - la concentration de l'adjuvant de mouture,
 - temps de broyage.
- Proposition d'un autre type d'adjuvant;
- Cinétique d'adsorption de l'adjuvant sur le phosphate.

Références bibliographiques

Références Bibliographiques

- [1] **DASSAMIOUR Mohamed**, Elément en trace et valorisation des minerais de phosphate du gisement de Kef Essennoun –Djebel Onk (Algérie Orientale), thèse doctorat en science, Université BADJI Mokhtar-Annaba (Algérie), 2012.
- [2] **BEZZI A / Nacer** gestion de la qualité et valorisation des minerais de phosphate de Bled El Hadba Djebel Onk – Tébessa, thèse doctorat en Matériaux minéraux Université FERHAT Abbas – Sétif Algérie Novembre 2005.
- [3] **LAURENT clerc**, Broyage ultrafin de carbonates naturels, paramétrisation-modélisation et conséquences physico-chimiques, thèse doctorat en génie des procédés, de l'école national supérieur des mines de saint Etienne, et de l'institut national polytechnique de Grenoble, 15septembre 1992.
- [4] **PEREIRA Fernando**, Production d'acide phosphorique par attaque chlorhydrique de minerais phosphatés avec réduction des nuisances environnementales et récupération des terres rares en tant que sous-produits, thèse de doctorat en génie des procédés, Ecole Nationale supérieure des mines de Saint-Etienne et de l'université Jean Monnet de Saint – Etienne France Juillet 2003.
- [5] **IKHLEF Tassadit**, Production d'acide phosphorique à partir des produits marchands des phosphates de Djebel Onk, Mémoire de magister, Université de Bejaia, 2002
- [6] **KECHICHED Rabah**, Typologie géochimique et géostatistique des minerais de phosphate du gisement de bled al Hadba – Djebel Onk (Algérie Orientale), mémoire de magister en géologie, université BADJI Mokhtar Annaba Algérie,2011.
- [7] **Noureddine BARKA**, L'élimination des colorants de synthèse par adsorption sur un phosphate naturel et par dégradation photocatalytique sur TiO₂ supporté, Thèse de Doctorat, Université IBN ZOHR, Juillet 2008.
- [8] **AIT MARZEG Farid**, Valorisation des rejets de minerai de Phosphate naturel de Djebel Onk par flottation inverse, mémoire de magister en génie des procédés, Université Abderrahmane MIRA de BEJAIA Algérie,novembre 2010.
- [9] **MOURSALOU Koriko**, extraction, caractérisation, réactivité chimique des substances humiques naturelles avec les phosphates de hahote-kpogame et leurs propriétés photo dégradantes, thèse doctorat en physico-chimie des matériaux, Université de Logme (Togo) et de blaise pascal de Clermont Ferrand(France) mars,2010.

- [10] **MALEK Née BENABDESLAM Nouara**, Influence de la Matière Organique de phosphate noir de Djebel Onk (Tébessa Algérie) sur le procédé de traitement, thèse doctorat en génie chimique, Université A / Mira –Béjaia (Algérie) ,2006.
- [11] **Jean Y. SAVARD**, Etude de mise en valeur des rejets de carbonate-apatite de la mine Niobec dans le but d'une utilisation comme engrais en agriculture, Mémoire de grade M.Se.A (Géologie), Université du Québec à CHICOUTIMI, Mars 1981.
- [12]**BOULKROUNE Nadjet**, détermination des paramètres d'interaction des espaces présente lors de la purification de l'acide phosphorique, thèse du doctorat en génie des procédés, université MENTOURI-COSTANTINE AGERIE, décembre 2012.
- [13] **MAHFOUFLS** : Conception d'une base de données sur les minerais de phosphate (application au minerai de phosphate de Djebel Onk), thèse magister, université de Bejaia, 2006.
- [14] **BOULAHBEL Hani**, Etude de la réaction de formation du superphosphate simple fabriqué à partir des phosphates de Djebel Onk, mémoire magister en Chimie Catalyse, Université BADJI Mokhtar Annaba (Algérie), 2010.
- [15] **SERGE BOUCHARD**, traitement de minerai, flottation. Méthodes physiques, ISBN 2-89443-156-2, Le Griffon d'argile, Canada, 2001.
- [16] **ELODIE Romilliat**, Etude des modes d'action d'agent de mouture sur le broyage du clinker, thèse du doctorat en génie des procédés, l'Ecole nationale supérieure des mines de saint –Etienne, 20janvier2006.
- [17] **pierre BLAZY, Jacques YVON, et EL-Aïd JDID**, généralités. Théorie, Technique de l'ingénieur, Fragmentation, A 5 050.
- [18] **LAURENT Alain**, Développement de nouveaux adjuvants destinés à la fabrication du ciment (agent de mouture) et à l'amélioration des propriétés rhéologiques du béton, mémoire de maîtrise en sciences appliquées spécialité génie civile, université de SHERBROKE (Québec) Canada, Mai 1997.
- [19] **pierre BLAZY, Jacques YVON, et EL-Aïd JDID**, Applications, Technique de l'ingénieur, Fragmentation, A 5 070.

- [20] **L. El-Hammari, H. Marroun, A. Laghzizil, A. Saoiabi, C. Roux, J. Livage, T. Coradin**, Organically modified porous hydroxyapatites: A comparison between alkylphosphonate grafting and citrate chelation, *Journal of Solid State Chemistry* 181(2008) 848-854.
- [21] **EL ASRI Sanae**, nouveaux matériaux de structure apatite préparés à partir du phosphate naturel marocain à applications environnementales, thèse doctorat, Université MOHAMMED V-AGDAL (Maroc), 19 novembre 2009.
- [22] **DEHBI Hafid**, Synthèse mécano-chimique et réactive du phosphate bicalcique, thèse doctorat en génie des procédés, Institut national polytechnique de Grenoble et de l'école nationale supérieure des mines de saint Etienne France, **juin 1986**.
- [23] **L. El Hammari, A. Laghzizil, A. Saoiabi, P. Barboux, M. Meyer**, Chemical modification of porous calcium hydroxyapatite surfaces by grafting phenylphosphonic and phenylphosphite acids, *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects* 289 (2006) 84-88.

ANNEXES

Tableau 1 : La liste des principaux éléments phosphates.

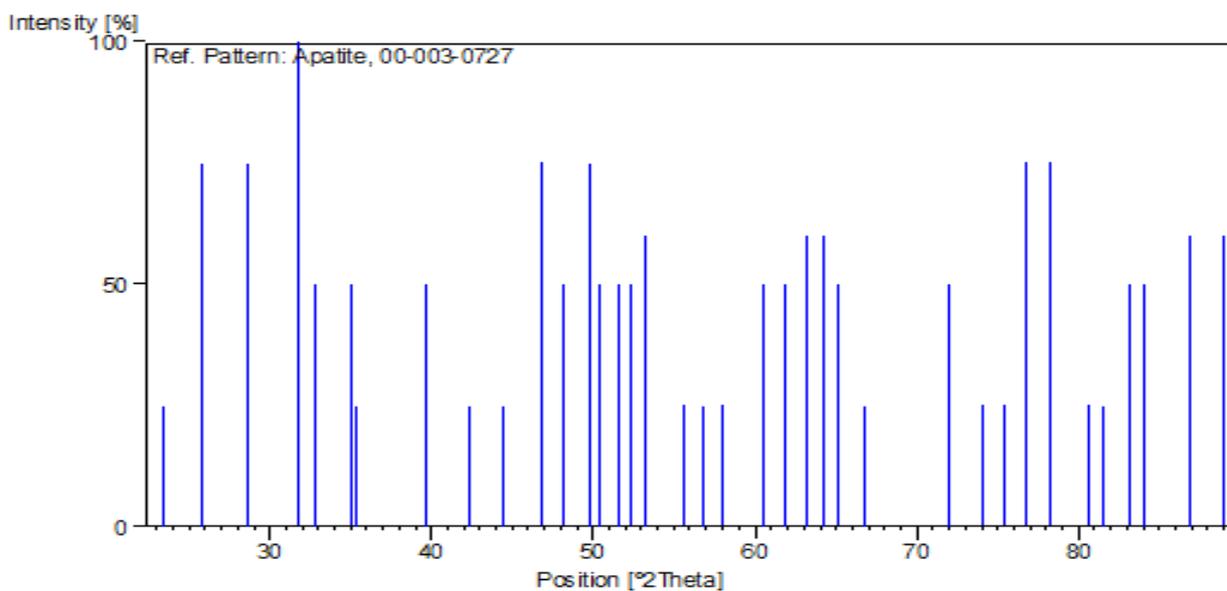
Référence code	Nom	Formule chimique	Numéro de pic
00-003-0727	Apatite	$\text{Ca}_5 (\text{F}, \text{Cl}) \text{P}_3\text{O}_{12}$	5, 8, 12, 16, 20, 21, 22, 24, 25, 26, 28, 29.
00-004-0697	Carbonate-Apatite	$\text{Ca}_{10} (\text{PO}_4, \text{CO}_3 \text{OH})_6 (\text{OH})_2$	3, 4, 10, 12, 16, 17, 18, 20, 21, 22, 23.
00-012-0261	Fluorapatite	$\text{Ca}_5\text{F}(\text{PO}_4)_3$	3, 4, 5, 8, 9, 10, 12, 13, 17, 18,19, 20, 21, 22, 24, 28, 29, 33, 35, 36.
00-034-0011		$\text{Ca}_5 (\text{PO}_4)_3\text{F}$	
00-031-0267	Carbonatefluorapatite	$\text{Ca}_{10} (\text{PO}_4)_5\text{CO}_3\text{F}_{1.5} (\text{OH})_{0.5}$	3, 5, 7, 10, 11, 12, 14, 15, 17, 19, 24, 26.
00-009-0432	Hydroxylapatite	$\text{Ca}_5 (\text{PO}_4)_3 (\text{OH})$	3, 4, 5, 8, 12, 13, 17, 19, 21, 22, 23, 24,26, 27, 28, 30, 33, 34,35.
00-024-0033			
00-019-0272	Carbonate-hydroxylapatite	$\text{Ca}_{10} (\text{PO}_4)_3 (\text{CO}_3)_3 (\text{OH})_2$	4,5, 6, 8, 9, 12, 13, 15, 17 :23.
00-011-0078	Dolomite	$\text{CaMg} (\text{CO}_3)_2$	7, 9, 14, 17, 21, 29,31.
00-005-0586	Calcite, syn	CaCO_3	2, 6, 7, 15, 18,19.
00-005-0490	Quartz	SiO_2	12, 13, 20, 28, 30, 31, 35, 36.
00-035-0591	Merwinite	$\text{Ca}_3\text{Mg}(\text{SiO}_4)_2$	4,9,17,19,21,22,23
00-019-0926	Microcline	KAlSi_3O_8	4, 7, 8, 9, 10, 11, 17, 20, 22, 23, 24, 26, 27,28, 29.

Fiche technique de l'Apatite

Name and formula		Crystallographic parameters	
Reference code	00-003-0727	Crystal system:	Hexagonal
		Space group:	P63/m
		Space group number:	176
Mineral name:	Apatite	a (Å):	9,3700
PDF index name:	Calcium Fluoride Phosphate	b (Å):	9,3700
		c (Å):	6,8800
Empirical formula	Ca ₅ FO ₁₂ P ₃	Alpha (°):	90,0000
		Beta (°):	90,0000
Chemical formula:	Ca ₅ (F , Cl) P ₃ O ₁₂	Gamma (°):	120,0000
		Measured density (g/cm ³):	3,22
		Volume of cell (10 ⁶ pm ³):	523,12
		Z:	

Status, subfiles and quality

Status: Marked as deleted by ICDD
Subfiles: Inorganic
Mineral
Quality: Blank (B)



Stick Pattern

Fiche technique de calcite

Name and formula		Crystallographic parameters	
Reference code	00-005-0586	Crystal system:	Rhombohedral
		Space group:	R-3c
		Space group number:	167
Mineral name:	Calcite, syn	a (Å):	4,9890
PDF index name:	Calcium Carbonate	b (Å):	4,9890
		c (Å):	17,0620
		Alpha (°):	90,0000
		Beta (°):	90,0000
		Gamma (°):	120,0000
Empirical formula	CCaO ₃	Calculated density (g/cm ³):	2,71
		Measured density (g/cm ³):	2,71
		Volume of cell (10 ⁶ pm ³):	367,78
Chemical formula:	CCaO ₃	Z:	6,00

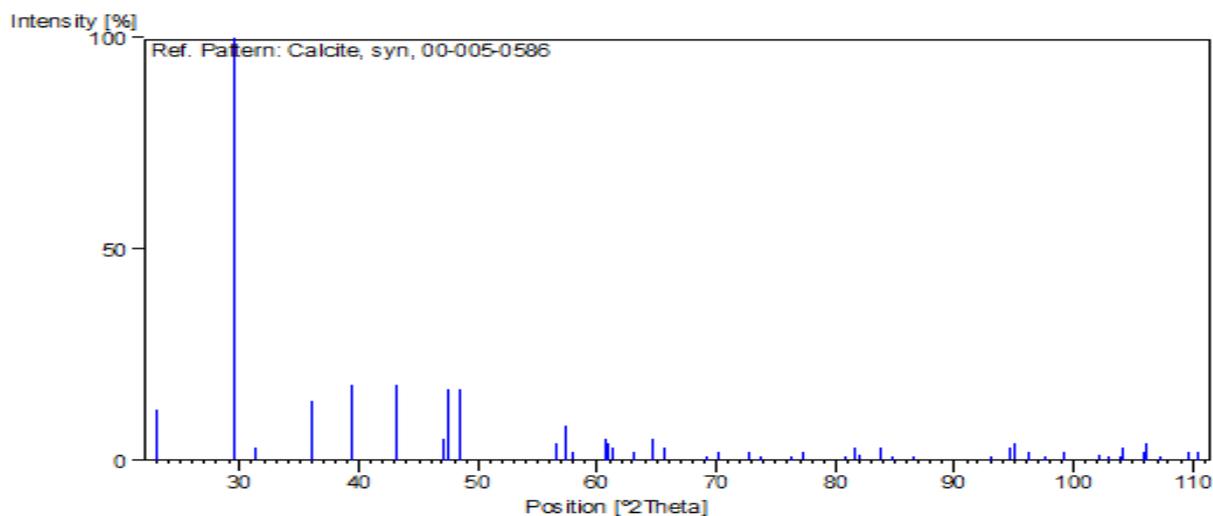
Subfiles and Quality

Subfiles:

- Inorganic
- Mineral
- Cement and Hydration Product
- Common Phase
- Educational pattern
- Forensic
- NBS pattern
- Superconducting Material

Quality:

- Star (S)



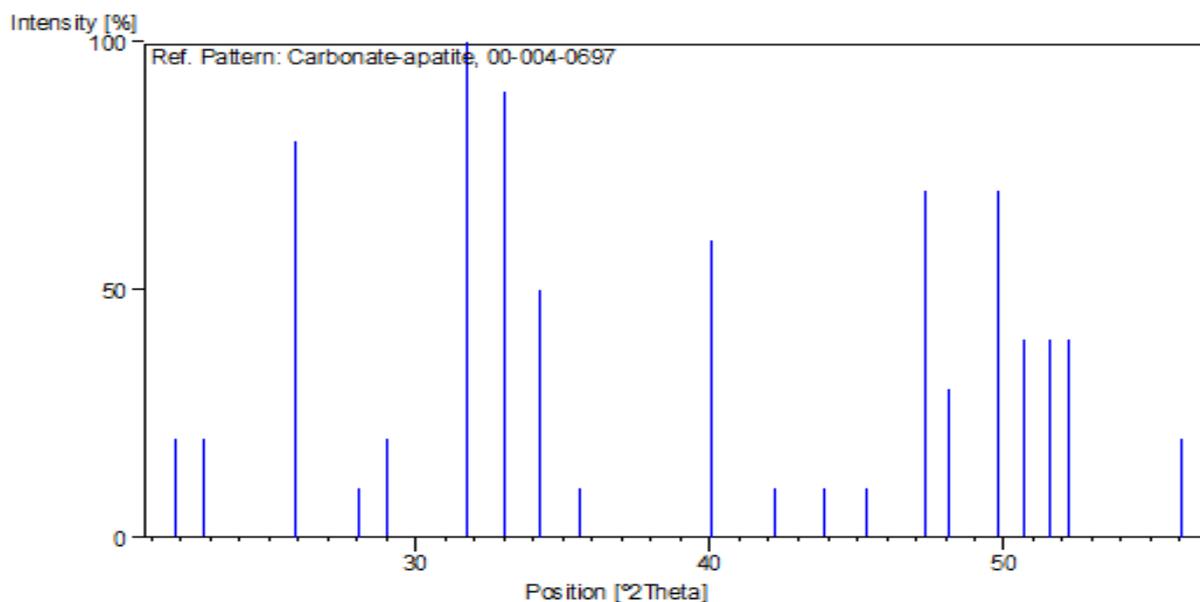
Stick Pattern

Fiche technique de Carbonate-apatite

Name and formula		Crystallographic parameters	
Reference code	00-004-0697	Crystal system:	Unknown
		Space group:	/
		Space group number:	/
Mineral name:	Carbonate-apatite	/	
PDF index name:	Calcium Carbonate Phosphate Hydroxide		
Empirical formula	Ca ₁₀ H ₂ O ₂₆ P ₆		
Chemical formula:	Ca ₁₀ (PO ₄ , CO ₃ OH) ₆ (OH) ₂		

Status, subfiles and quality

Status: Marked as deleted by ICDD
 Subfiles: Inorganic
 Mineral
 Quality: Blank (B)



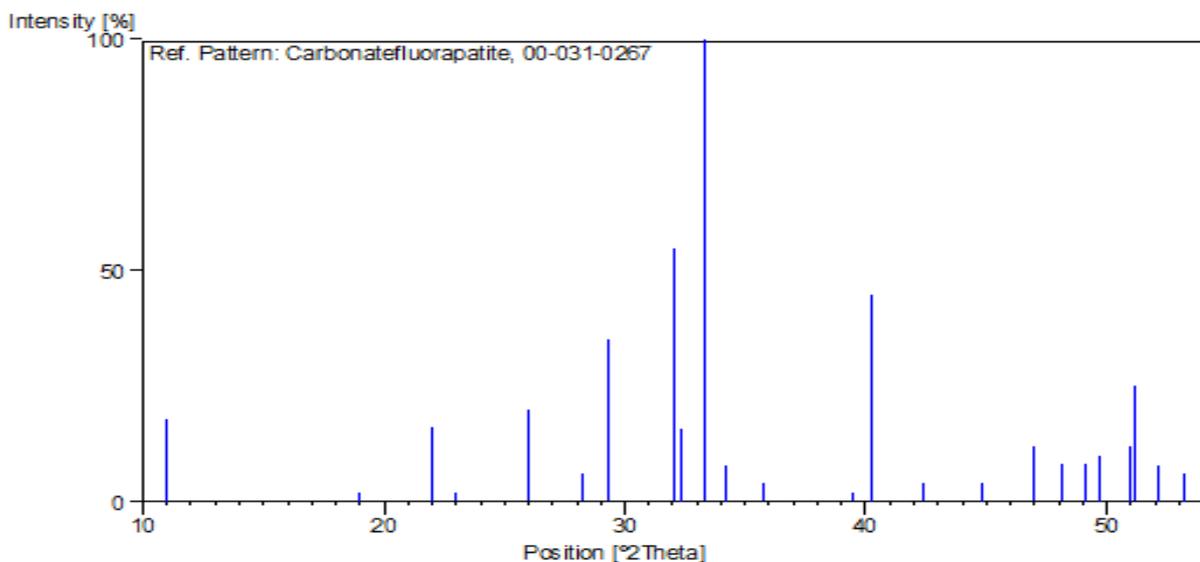
Stick Pattern

Fiche technique de Carbonate-fluorapatite

Name and formula		Crystallographic parameters	
Reference code	00-031-0267	Crystal system:	Hexagonal
		Space group:	P63/m
		Space group number:	176
Mineral name:	Carbonatefluorapatite	a (Å):	9,3460
PDF index name:	Calcium Fluoride Carbonate Phosphate Hydroxide	b (Å):	9,3460
		c (Å):	6,8870
		Alpha (°):	90,0000
Empirical formula	CCa ₁₀ F _{1.50} H _{0.50} O _{23.50} P ₅	Beta (°):	90,0000
		Gamma (°):	120,0000
		Measured density (g/cm ³):	3,12
Chemical formula:	Ca ₁₀ (PO ₄) ₅ CO ₃ F _{1.5} (OH) ₅ .	Volume of cell (10 ⁶ pm ³):	520,97
		Z:	1,00

Status, subfiles and quality

Status: Marked as deleted by ICDD
 Subfiles: Inorganic
 Mineral
 Quality: Blank (B)



Stick Pattern.

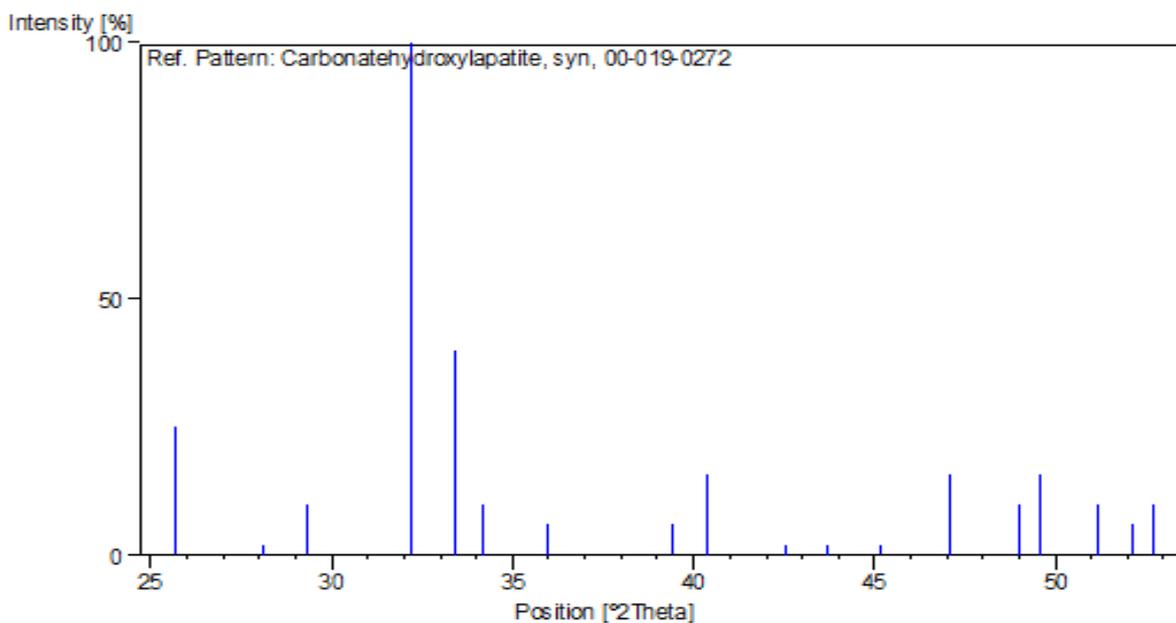
Fiche technique Carbonate-hydroxylapatite

Name and formula		Crystallographic parameters	
Reference code	00-019-0272	Crystal system:	Hexagonal
		Space group:	P63/m
		Space group number:	176
Mineral name:	Carbonatehydroxylapatite, syn	a (Å):	9,3090
PDF index name:	Calcium Carbonate Phosphate Hydroxide	b (Å):	9,3090
		c (Å):	6,9270
		Alpha (°):	90,0000
Empirical formula	$C_3Ca_{10}H_2O_{23}P_3$	Beta (°):	90,0000
		Gamma (°):	120,0000
		Calculated density (g/cm ³):	2,87
Chemical formula:	$Ca_{10}(PO_4)_3(CO_3)_3(OH)_2$	Volume of cell (10 ⁶ pm ³):	519,85
		Z:	1,00

Subfiles and Quality

Subfiles: Inorganic
Mineral
Common Phase
Forensic

Quality: Blank (B)



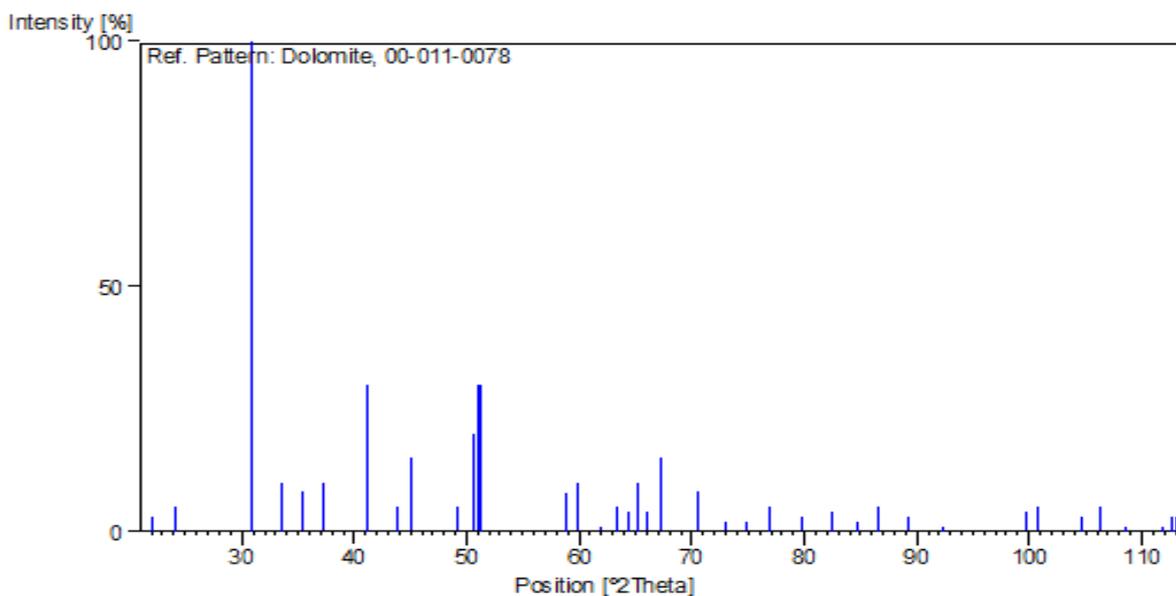
Stick Pattern

Fiche technique de Dolomite

Name and formula		Crystallographic parameters	
Reference code	00-011-0078	Crystal system:	Rhombohedral
		Space group:	R-3
		Space group number:	148
Mineral name:	Dolomite	a (Å):	4,8112
PDF index name:	Calcium Magnesium Carbonate	b (Å):	4,8112
		c (Å):	16,0200
		Alpha (°):	90,0000
		Beta (°):	90,0000
		Gamma (°):	120,0000
Empirical formula	C ₂ CaMgO ₆	Calculated density (g/cm ³):	2,86
Chemical formula:	CaMg (CO ₃) ₂	Measured density (g/cm ³):	2,86
		Volume of cell (10 ⁶ pm ³):	321,14
		Z:	3,00

Status, subfiles and quality

Status: Marked as deleted by ICDD
 Subfiles: Inorganic
 Mineral
 Common Phase
 Forensic
 Pigment/Dye
 Quality: Star (S)



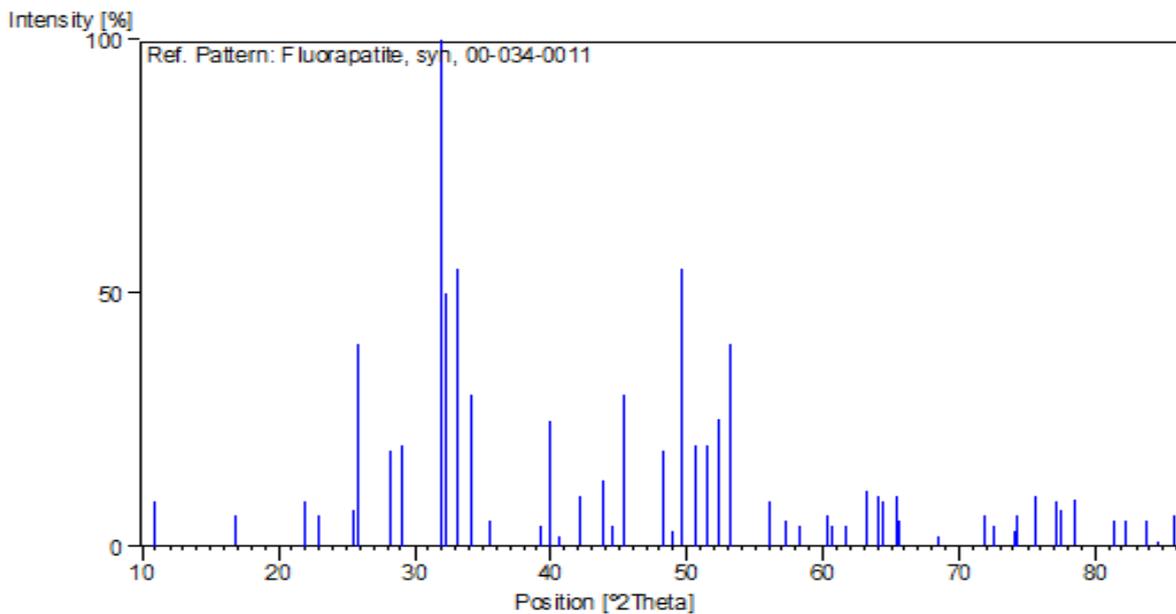
Stick Pattern

Fiche technique de Fluorapatite

Name and formula		Crystallographic parameters	
Reference code	00-034-0011	Crystal system:	Hexagonal
		Space group:	P63/m
		Space group number:	176
Mineral name:	Fluorapatite, syn	a (Å):	9,3786
PDF index name:	Calcium Fluoride Phosphate	b (Å):	9,3786
		c (Å):	6,8836
Empirical formula	Ca ₅ FO ₁₂ P ₃	Alpha (°):	90,0000
		Beta (°):	90,0000
Chemical formula:	Ca ₅ (PO ₄) ₃ F	Gamma (°):	120,0000
		Calculated density (g/cm ³):	3,19
		Volume of cell (10 ⁶ pm ³):	524,35
		Z:	2,00

Status, subfiles and quality

Status: Marked as deleted by ICDD
 Subfiles: Inorganic
 Mineral
 Quality: Star (S)



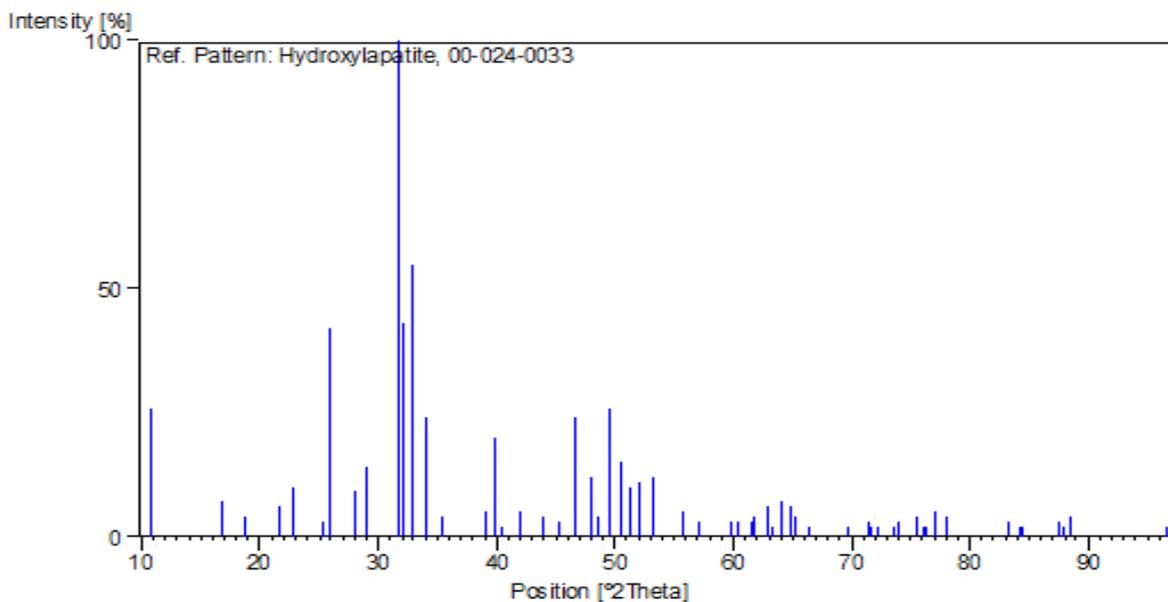
Stick Pattern

Fiche technique de Hydroxylapatite

Name and formula		Crystallographic parameters	
Reference code	00-024-0033	Crystal system:	Hexagonal
		Space group:	P63/m
		Space group number:	176
Mineral name:	Hydroxylapatite	a (Å):	9,4320
PDF index name:	Calcium Phosphate Hydroxide	b (Å):	9,4320
		c (Å):	6,8810
Empirical formula	Ca ₅ HO ₁₃ P ₃	Alpha (°):	90,0000
		Beta (°):	90,0000
Chemical formula:	Ca ₅ (PO ₄) ₃ (OH)	Gamma (°):	120,0000
		Calculated density (g/cm ³):	3,14
		Volume of cell (10 ⁶ pm ³):	530,14
		Z:	2,00

Status, subfiles and quality

Status: Marked as deleted by ICDD
 Subfiles: Inorganic
 Mineral
 Quality: Calculated (C)



Stick Pattern

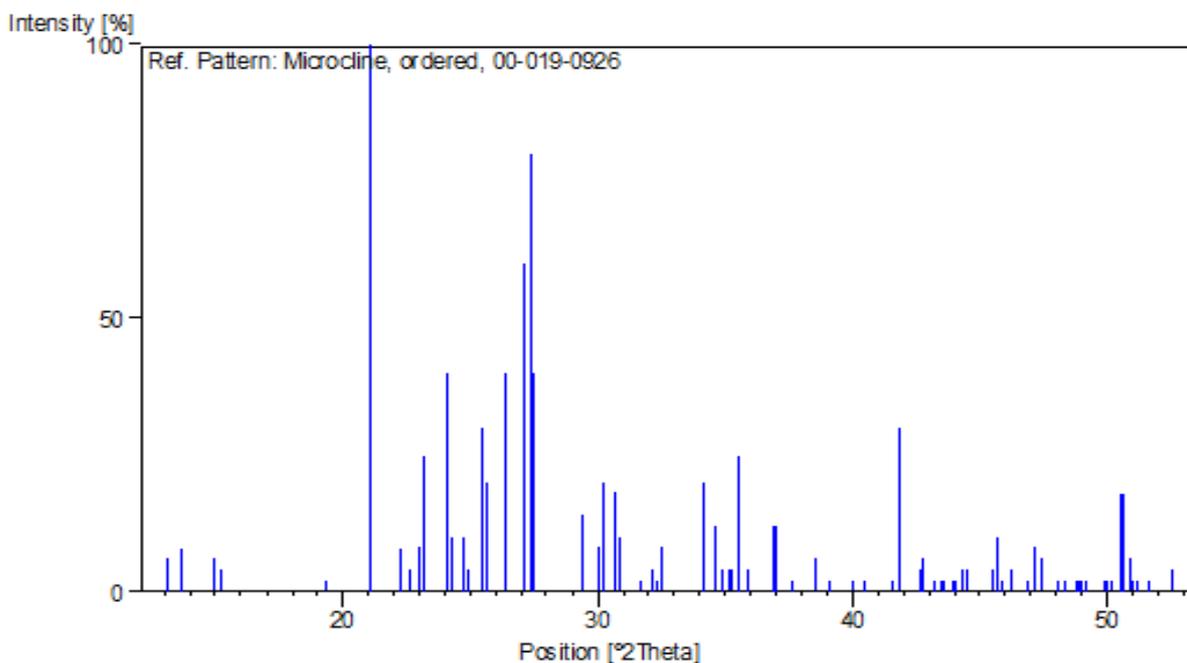
Fiche technique de Microcline

Name and formula		Crystallographic parameters	
Reference code	00-019-0926	Crystal system:	Anorthic
		Space group:	C-1
		Space group number:	/
Mineral name:	Microcline, ordered	a (Å):	8,5810
PDF index name:	Potassium aluminium Silicate	b (Å):	12,9610
		c (Å):	7,2230
Empirical formula	AlK _{0,8} Si ₃	Alpha (°):	90,6500
		Beta (°):	115,9400
Chemical formula:	KAlSi ₃ O ₈	Gamma (°):	87,6300
		Calculated density (g/cm ³):	2,56
		Volume of cell (10 ⁶ pm ³):	360,88
		Z:	4,00

Subfiles and Quality

Subfiles: Inorganic
Mineral
Common Phase
Educational pattern
Forensic

Quality: Star (S)



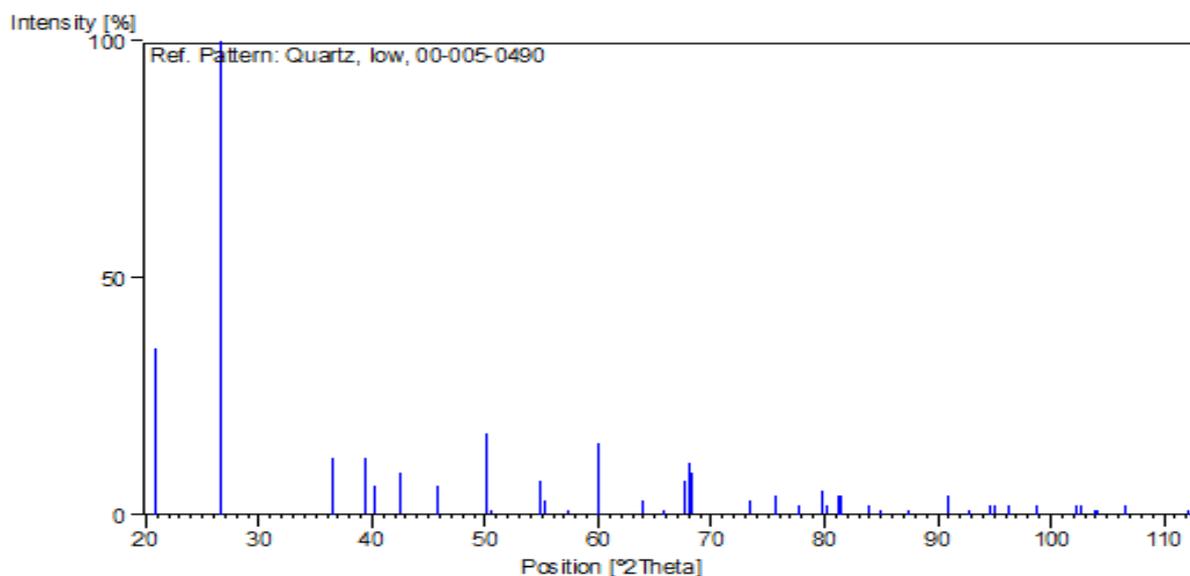
Stick Pattern.

Fiche technique de Quartz.

Name and formula		Crystallographic parameters	
Reference code	00-005-0490	Crystal system:	Hexagonal
		Space group:	P3121
		Space group number:	152
Mineral name:	Quartz, low	a (Å):	4,9130
PDF index name:	Silicon Oxide	b (Å):	4,9130
		c (Å):	5,4050
Empirical formula	O ₂ Si	Alpha (°):	90,0000
		Beta (°):	90,0000
		Gamma (°):	120,0000
Chemical formula:	SiO ₂	Volume of cell (10 ⁶ pm ³):	112,98
		Z:	3,00
		RIR:	3,60

Status, subfiles and quality

Status: Marked as deleted by ICDD
Subfiles: Inorganic
Mineral
Alloy, metal or intermetallic
Forensic
NBS pattern
Quality: Star (S)



Stick Pattern.

Résumé

Le gisement de phosphate de Djebel Onk, avec des réserves importantes se classe parmi les grands gisements dans le monde. Notre travail a pour but d'améliorer le procédé de broyage de ce minerai en effectuant un broyage humide en présence des agents de mouture.

Cette étude a nécessité la caractérisation de minerai de kef es Sennoun brut et le produit de chaque opération réalisée par plusieurs méthodes physico-chimiques et minéralogiques pour examiner les performances de ce type de broyage.

Les résultats obtenus après ces essais montrent la réussite des essais de broyage humide avec un adjuvant de broyage sur le minerai de phosphate.

Mots clés : minerai de phosphate, adjuvant de broyage, fragmentation, granulométrie, composition chimique.

ملخص

يصنف حقل الفوسفات لمنطقة جبل العنق ضمن اكبر الحقول عالميا, دراستنا هذه تستهدف تحسين طريقة طحن خام الفوسفات من خلال استخدام المواد المساعدة على الطحن.

هذه الدراسة تحتاج إلى طرق عديدة لتحليل الفوسفات الخام و كذلك نواتج كل تجربة وذلك لاختبار فعالية

هذا النوع من الطحن.

النتائج المحصل عليها تثبت كفاءة هذه التجارب على خام الفوسفات.

مفتاح : خام الفوسفات, مساعد الطحن, تجزئة, قياس نسبة الحبيبات, التركيبية الكيميائية.

Abstract

The phosphate deposit of Djebel Onk, with significant reserves is classified among the large deposits in the world. The purpose of our work is to improve the process of crushing when we change this last one by a wet crushing in the presence of the grinding agents.

This study required the characterization of Kef Es Sennoun ore and the product of each operation carried out by several physicochemical and mineralogical methods to examine the performances of this type of crushing.

The results obtained after these tests show the success of the tests of wet crushing with an additive of crushing on the phosphate ore.

Words key: phosphate ore, additive of crushing, fragmentation, granulometry, chemical composition.